

บทที่ 2

การวิเคราะห์หาปริมาณ (Quantitative Analysis)

วัตถุประสงค์ เมื่อศึกษาบทเรียนนี้จบแล้วควรจะสามารถ

1. บอกได้ว่าเคมีวิเคราะห์คืออะไร แบ่งได้ที่ประเภท และมีขั้นตอนในการวิเคราะห์อย่างไร

2. สรุปได้ว่ากระบวนการปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์เล่มนี้ (CH 234) ต้องการศึกษากการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธี "Wet method" เท่านั้น ซึ่งแบ่งได้เป็น 2 วิธีคือ การวิเคราะห์โดยน้ำหนัก (Gravimetric analysis) และปริมาตรวิเคราะห์ (Volumetric analysis)

3. บอกขั้นตอนและวิธีการวิเคราะห์โดยน้ำหนักได้

4. บอกขั้นตอนและวิธีการวิเคราะห์โดยปริมาตรวิเคราะห์ได้

5. บอกความหมายของคำว่าสารละลายมาตรฐาน และทราบวิธีการเตรียม

6. บอกความหมายของคำว่า สารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ

7. บอกความหมายของคำว่า สารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ

8. บอกความหมายของคำว่า สแตนดาร์ดไตเซชัน (Standardization)

9. ใช้เครื่องมือต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์โดยน้ำหนักและปริมาตรวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้อง

10. นำเทคนิคต่าง ๆ ที่เรียนรู้ในบทนี้ไปใช้ในการทดลองได้อย่างถูกต้อง

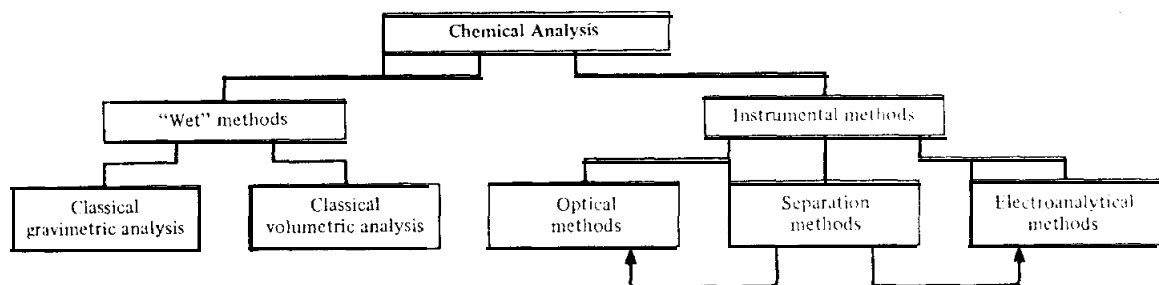
บทที่ 2

การวิเคราะห์หาปริมาณ (Quantitative Analysis)

กระบวนวิชาปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์เล่มนี้ (CH 234) เป็นวิชาที่ศึกษาเกี่ยวกับการวิเคราะห์หาปริมาณ เพื่อให้เกิดความเข้าใจในการเรียนปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์หาปริมาณและลงมือทำปฏิบัติการได้อย่างถูกต้อง นักศึกษาควรได้เรียนรู้ถึงการจัดแบ่งประเภทของเคมีวิเคราะห์ ขั้นตอนในการวิเคราะห์ เครื่องมือ และเทคนิคในการวิเคราะห์หาปริมาณวิธีต่าง ๆ

การแบ่งวิธีวิเคราะห์

การวิเคราะห์หาปริมาณเป็นแขนงหนึ่งของสาขาวิชาเคมีวิเคราะห์ เคมีวิเคราะห์ คือ สาขาวิชาที่ศึกษาเกี่ยวกับ การวิเคราะห์หาปริมาณ การวิเคราะห์คุณภาพ และวิธีการแยกสารให้บริสุทธิ์ ซึ่งการวิเคราะห์สามารถทำได้โดยวิธีการใช้สารเคมีและศึกษาปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นซึ่งเรียกวิธีนี้ว่า “Wet method” ถ้าเป็นการใช้อุปกรณ์ในการวิเคราะห์จะเรียกว่า “Instrumental method” การวิเคราะห์แต่ละวิธียังสามารถแยกออกเป็นวิธีย่อย ๆ ได้อีก ตามเทคนิคและวิธีการวิเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 การแบ่งวิธีการวิเคราะห์

ขั้นตอนในการวิเคราะห์

ในการวิเคราะห์ไม่ว่าจะใช้วิธีใดต้องมีขั้นตอนในการวิเคราะห์ ดังนี้คือ

1. การเก็บสารตัวอย่าง (Sampling) ต้องมีวิธีการเก็บสารตัวอย่างเพื่อให้ได้ตัวแทนตัวอย่าง (representative Sample) ที่จะใช้ในการวิเคราะห์ สารตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีวิธีการเก็บที่แตกต่างกันตามสถานะของสารนั้น

2. การเลือกวิธีการวิเคราะห์ (Types of analysis) การเลือกวิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เก็บมาได้ต้องคำนึงถึงสิ่งต่อไปนี้ คือ

– ความถูกต้องของผลที่ได้ การวิเคราะห์ที่ต้องการความถูกต้องสูง ควรใช้เครื่องมือที่ดีในการวิเคราะห์ แต่การใช้เครื่องมือที่ดีในการวิเคราะห์อาจเกิดปัญหาในด้านการลงทุน ดังนั้นต้องคำนึงถึงเศรษฐกิจด้วย

– เศรษฐกิจ เป็นธรรมชาติของการวิเคราะห์ที่ให้ผลถูกต้องสูง ก็ต้องการลงทุนสูงด้วย ดังนั้นถ้าเราต้องการผลที่ไม่จำเป็นต้องมีความถูกต้องมาก ๆ เราก็ไม่จำเป็นต้องลงทุนซื้อเครื่องมือราคาแพง เราสามารถใช้วิธีการของ wet method เท่านั้นก็เพียงพอ การวิเคราะห์ที่สิ้นเปลืองเงินแบ่งประเภทได้ ดังนี้

- | | |
|--------------------------------|-------------------------------------|
| ก. น้อยกว่า 500 บาท | จัดเป็นการวิเคราะห์ที่มีราคาถูก |
| ข. อยู่ในช่วง 500-5,000 บาท | จัดเป็นการวิเคราะห์ที่มีราคาปานกลาง |
| ค. อยู่ในช่วง 5,000-20,000 บาท | จัดเป็นการวิเคราะห์ที่มีราคาสูง |
| ง. มากกว่า 20,000 บาท | จัดเป็นการวิเคราะห์ที่มีราคาแพงมาก |

– ชนิดของสารเคมีที่ใช้ ควรเลือกวิธีวิเคราะห์ที่ใช้สารเคมีธรรมชาติที่มีในห้องปฏิบัติการ การวิเคราะห์ไม่ควรเลือกวิธีที่ใช้สารเคมีที่หายากและมีราคาแพง จะทำให้เสียเวลาและสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายโดยใช่เหตุ

– ระยะเวลาในการทดลอง ควรเลือกวิธีที่ใช้เวลาในการทดลองไม่มากนัก และให้ผลถูกต้องตามขนาดที่พอใจ

3. เตรียมสารตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ สารตัวอย่างที่เก็บมาได้ ควรนำมาเตรียมให้อยู่ในสภาพที่พร้อมที่จะทำการวิเคราะห์ และถ้าสารตัวอย่างมีมลทินปนอยู่มากควรมีวิธีการแยกมลทินออกไปจากสารตัวอย่างก่อน

4. การวัดขนาดของสารตัวอย่าง ให้ใช้วิธีการวัดขนาดของสารตัวอย่างตามวิธีการที่เลือกไว้แล้ว

5. **คำนวณผลที่ได้** ในการทดลองทั่ว ๆ ไป ผลที่ได้จากการวัดขนาด จะไม่ใช่ปริมาณของสารตัวอย่างโดยตรง เราจะต้องใช้เทคนิควิธีการคำนวณเพื่อหาปริมาณของสารตัวอย่างด้วยทุกครั้ง สำหรับในการเรียนปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ (CH 234) ในขั้นนี้จะเป็น การศึกษาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธี Wet method เท่านั้น ซึ่งแบ่งวิธีการวิเคราะห์ได้เป็น 2 วิธี คือ

1. **การวิเคราะห์โดยน้ำหนัก (Gravimetric Method)** การวิเคราะห์วิธีนี้สามารถทำได้โดยการชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างและสารประกอบที่สนใจที่แยกออกมาได้อย่างบริสุทธิ์จากสารตัวอย่าง โดยใช้ปฏิกิริยาทางเคมี เทคนิคในการแยกสารที่สนใจสามารถทำได้ 2 วิธี คือ

1.1 **วิธีการตกตะกอน (Precipitation Method)** เทคนิคในการวิเคราะห์โดยการตกตะกอน เป็นวิธีที่นิยมใช้กันมาก เพราะสามารถวิเคราะห์หาปริมาณธาตุหรือสารประกอบได้หลายชนิด โดยการเลือกใช้ตัวตกตะกอนที่เหมาะสม ซึ่งตัวตกตะกอนมีทั้งที่เป็นสารประกอบอินทรีย์และอนินทรีย์ การวิเคราะห์มีวิธีดำเนินการตามขั้นตอน ดังนี้

ก. **ชั่งน้ำหนักสารตัวอย่าง** นำสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์มาชั่งให้ได้น้ำหนักอย่างละเอียด สารตัวอย่างที่นำมาชั่งต้องเป็นสารตัวอย่างที่แห้งและบดให้ละเอียดเรียบร้อยแล้ว น้ำหนักที่ชั่งควรมีปริมาณพอเหมาะที่จะทำให้เกิดตะกอนได้มากพอที่จะชั่งน้ำหนักตะกอนหลังจากที่ทำให้บริสุทธิ์และแห้งแล้ว โดยปกติจะอยู่ในช่วง 0.1-1.0 กรัม

ข. **ละลายสารตัวอย่าง** นำสารตัวอย่างที่ชั่งได้น้ำหนักอย่างละเอียดถ่ายลงภาชนะที่จะใช้ในการตกตะกอนแล้วละลายสารตัวอย่างด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม สารตัวอย่างต้องถูกตัวทำละลายละลายจนหมดได้สารละลายใสที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันปราศจากตะกอนแขวนลอยอยู่ ถ้ามีตะกอนเนื่องจากฝุ่นผงหรือสิ่งเจือปนอื่น ๆ ให้กรองออกให้หมด

ค. **ตกตะกอน** ต้องเลือกสารตกตะกอน (precipitant) ที่สามารถตกตะกอนได้อย่างสมบูรณ์ ตะกอนที่ได้ต้องมีการละลายต่ำ มีขนาดใหญ่พอที่จะกรองได้ และสิ่งเจือปนต้องไม่ตกตะกอนร่วมลงมากับตะกอนที่ต้องการด้วย

ง. **ย่อยตะกอน (digestion)** ตะกอนบางชนิดเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วทำให้ได้ตะกอนขนาดเล็กและไม่บริสุทธิ์ การให้สารละลายของตะกอนสัมผัสกับความร้อนเป็นเวลานาน 1-2 ชั่วโมง โดยที่สารละลายได้รับความร้อนไม่ถึงกับเดือดจะทำให้ได้ตะกอนขนาดใหญ่และบริสุทธิ์มากขึ้น

จ. **กรองตะกอน** วิธีการกรองตะกอนขึ้นอยู่กับชนิดและคุณสมบัติของตะกอน

ตะกอนที่ไม่ต้องการอุณหภูมิสูงมากนักในการทำให้แห้งหรือทำให้มีส่วนประกอบทางเคมีที่แน่นอน เช่น ตะกอน AgCl และนิเกิลไดเมทิลไกลออกซิม (Nickel - dimethylglyoxime) สามารถกรองได้โดยใช้เบ้าแก้วหรือซินเตอร์กลาส (Sintered glass) ตะกอนที่ต้องการความร้อนสูงในการเปลี่ยนให้เป็นสารประกอบที่มีสูตรโมเลกุลที่แน่นอน เช่น ตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง ๆ จะได้ตะกอนเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) ตะกอนชนิดนี้ควรใช้กระดาษกรองที่ไม่มีเถ้า (ashless) แล้วเผาในครุชีเบิล (crucible)

ฉ. ล้างตะกอน ในขณะที่ทำการกรองตะกอนควรใช้เทคนิคในการล้างตะกอนแบบดีแคนเทชัน (decantation)¹ ควบคู่ไปด้วย น้ำล้างตะกอนต้องไม่ทำปฏิกิริยากับตะกอนและควรมีอิเล็กโทรไลต์อยู่ด้วยเพื่อป้องกันการเกิดเปปไทเซชัน (peptization)²

ช. ทำให้แห้ง ตะกอนที่กรองได้ต้องทำให้แห้งโดยการเผาหรืออบ จะใช้วิธีใดขึ้นอยู่กับชนิดของตะกอนตามที่กล่าวมาในข้อ จ.

ซ. ชั่งน้ำหนักตะกอน การชั่งต้องใช้เครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียดเพื่อให้ได้น้ำหนักที่ถูกต้องและละเอียด เช่นเดียวกับการชั่งน้ำหนักสารตัวอย่าง

ณ. คำนวณผล การคำนวณผลที่ได้จากการวิเคราะห์โดยทั่วไปจะคำนวณเป็นเปอร์เซ็นต์ของสปีชีส์ที่สนใจในสารตัวอย่างจากน้ำหนักของสารตัวอย่างและตะกอนที่ชั่งได้ จะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์โดยวิธีการตกตะกอนมีขั้นตอนในการวิเคราะห์หลายขั้นตอน จึงทำให้สิ้นเปลืองเวลาและในแต่ละขั้นตอนอาจทำให้เกิดข้อผิดพลาดขึ้นได้ แต่อย่างไรก็ตามวิธีการตกตะกอนนั้นสามารถใช้ได้ดีกับสารตัวอย่างที่มีขนาด 0.1–1.0 กรัม ในขณะที่วิธีวิเคราะห์อื่น ๆ จะใช้ได้ดีกับสารตัวอย่างที่มีขนาดน้อยกว่านี้

1.2 วิธีทำให้กลายเป็นไอ (Volatilization Method) วิธีนี้ใช้ได้กับสารประกอบที่สามารถเปลี่ยนสถานะกลายเป็นไอได้ ไม่ว่าจะโดยวิธีใดก็ตาม เช่น การให้ความร้อน, การเผา, การเติมกรดแล้วทำให้เกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และการเติมเบสแล้วทำให้เกิดก๊าซแอมโมเนีย เป็นต้น การทดลองสามารถทำได้ 2 วิธี คือ

¹ดูรายละเอียดของวิธีการล้างตะกอนแบบดีแคนเทชัน ได้ในหัวข้อที่ 3.1.4 ของบทนี้

²เปปไทเซชัน คือ ปรากฏการณ์ที่แคตไอออนของตะกอนถูกน้ำล้างตะกอนล้างหลุดออกไปทำให้ตะกอนเกิดประจุ จึงมีการผลึกกันทำให้ได้ตะกอนขนาดเล็กลง ซึ่งเป็นกระบวนการที่ตรงข้ามกับการเกิดการจับก้อน (Coagulation)

ก. **วิธีตรง (Direct method)** วิธีนี้ทำได้โดยเปลี่ยนสถานะของสารประกอบที่สนใจให้กลายเป็นไอ แล้วใช้สารดูดกลืน (absorbent) ที่เหมาะสมดูดกลืนไอของสารที่สนใจไว้ หลังจากนั้นนำสารที่ถูกดูดกลืนไว้มาวิเคราะห์หาปริมาณโดยตรง วิธีการนี้ไม่ค่อยนิยมมากนัก เพราะเกิดข้อผิดพลาดได้ง่าย ถ้ามีการสูญเสียไอของสารไปขณะที่ผ่านไปยังสารดูดกลืนอันเนื่องมาจากเครื่องมือที่ใช้ประกอบเข้าด้วยกันไม่สนิท นอกจากนี้การเลือกสารดูดกลืนที่เหมาะสมก็ทำได้ยาก

ข. **วิธีอ้อม (Indirect method)** เป็นการหาน้ำหนักของสารประกอบที่สนใจที่สามารถระเหยกลายเป็นไอโดยการหาน้ำหนักที่สูญเสียไปของสารตัวอย่างเมื่ออบหรือเผา เช่น ถ้าต้องการหาปริมาณของน้ำในสารตัวอย่างให้นำสารตัวอย่างนั้นมาชั่งแล้วนำไปอบหรือเผาเพื่อไล่น้ำให้หมด หลังจากนั้นชั่งน้ำหนักของแก้วส่วนที่เหลือ เมื่อนำน้ำหนักก่อนเผาและหลังเผาสารตัวอย่างมาหักลบกันก็สามารถหาปริมาณของน้ำในสารตัวอย่างได้

2. **ปริมาตรวิเคราะห์ (Volumetric Analysis)** การวิเคราะห์โดยวิธีปริมาตรวิเคราะห์สามารถทำได้โดยวัดปริมาตรของสารละลายมาตรฐานที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับสารตัวอย่าง การวัดปริมาตรของสารละลายมาตรฐานที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายตัวอย่างทำได้โดยให้สารละลายมาตรฐานอยู่ในบิวเรต ซึ่งเรียกสารละลายที่อยู่ในบิวเรตนี้ว่า ไทแทรนต์ (Titrant) ทำการไขสารละลายจากบิวเรตให้ลงไปทำปฏิกิริยากับสารละลายตัวอย่างที่อยู่ในขวดรูปกรวย ซึ่งเรียกว่า ไทแทรนด์ (Titrand) จนเห็นการเปลี่ยนแปลงสีของอินดิเคเตอร์ กระบวนการนี้เรียกว่าการไทเทรต (Titration) จุดที่เห็นการเปลี่ยนแปลงสีของอินดิเคเตอร์ คือ จุดยุติ (end point) การไทเทรตที่สิ้นสุดจุดยุติที่สังเกตเห็นต้องใกล้เคียง หรือเท่ากับจุดสมมูลทางทฤษฎี (equivalence point) มากที่สุด ซึ่งจะขึ้นอยู่กับชนิดของปฏิกิริยาและการเลือกใช้อินดิเคเตอร์ การไทเทรตจะได้ผลถูกต้องแค่ไหนขึ้นอยู่กับความเข้มข้นที่ถูกต้องของสารละลายมาตรฐาน ถ้าสารละลายมาตรฐานมีค่าความเข้มข้นที่ถูกต้องและเลือกชนิดอินดิเคเตอร์ที่ใช้ได้ถูกต้อง ผลการทดลองก็ย่อมถูกต้องด้วย สรุปได้ว่าการวิเคราะห์ต้องมีวิธีการดำเนินการตามขั้นตอน ดังนี้

ก. **เตรียมสารละลายตัวอย่าง** สารตัวอย่างที่มีอยู่ในตอนเริ่มต้นอาจจะเป็นของแข็ง หรือของเหลวก็ได้ จะต้องนำมาเตรียมเป็นสารละลายให้ได้ความเข้มข้นเหมาะสมที่จะใช้งาน ถ้าสารตัวอย่างเป็นของแข็งให้ชั่งสารตัวอย่างอย่างละเอียดถึง ± 0.1 มิลลิกรัม แล้วนำสารตัวอย่างมาละลายให้ได้ปริมาตรที่แน่นอนด้วยขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ถ้าสารตัวอย่างเป็นของเหลวให้ใช้ปิเปตดูดสารตัวอย่างมาในปริมาตรที่แน่นอน แล้วนำมาเจือจางในขวดวัดปริมาตร

ข. เตรียมสารละลายมาตรฐาน (Standard solution) สารละลายมาตรฐาน คือ สารละลายที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนแล้ว การเตรียมสารละลายมาตรฐานให้มีความเข้มข้นที่ถูกต้องแน่นอน เพื่อใช้สำหรับทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างสามารถทำได้ 2 วิธี คือ

1. เตรียมจากการชั่งสารที่จะใช้ทำเป็นสารละลายที่บริสุทธิ์ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนอย่างละเอียด แล้วละลายด้วยตัวทำละลายให้มีปริมาตรตามที่ต้องการพอดีในขวดวัดปริมาตรแล้วคำนวณความเข้มข้นที่แน่นอนจากน้ำหนักที่ชั่งได้และปริมาตรที่เตรียมขึ้น สารที่จะใช้เตรียมเป็นสารละลายมาตรฐานโดยวิธีนี้ได้นั้นจะต้องมีคุณสมบัติที่เหมาะสมเช่นเดียวกับสารที่จะใช้เป็นสารมาตรฐานปฐมภูมิ (Primary standard substance) เรียกวิธีนี้ว่า วิธีตรง

2. เตรียมสารละลายอย่างหยาบ ๆ แล้วนำมาทำการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิก่อน เพื่อจะหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย กระบวนการที่หาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโดยการไทเทรตกับสารละลายปฐมภูมิเรียกว่าสแตนดาร์ดไตเซชัน (Standardization) สารละลายมาตรฐานนี้มีชื่อเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า สารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ (Secondary standard solution) เรียกวิธีนี้ว่าวิธีอ้อม

ค. เตรียมสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ (Primary standard solution) ถ้าใช้วิธีการเตรียมสารละลายมาตรฐานโดยวิธีอ้อม คือ เตรียมอย่างหยาบ ๆ ต้องมีขั้นตอนในการเตรียมสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิเพิ่มขึ้น สารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ คือ สารละลายที่มีความเข้มข้นที่ถูกต้องแน่นอน ใช้สำหรับหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ ถ้าสารละลายมาตรฐานมีคุณสมบัติเหมือนกับสารปฐมภูมิจะทำให้สามารถเตรียมสารละลายมาตรฐานโดยวิธีตรงได้ ดังนั้นการทดลองไม่ต้องทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ และทำการสแตนดาร์ดไตเซชัน สารละลายมาตรฐาน (ไม่ต้องทำข้อ ค และ ง) สำหรับสารที่จะใช้เป็นสารปฐมภูมิหรือสารมาตรฐานที่เตรียมโดยวิธีตรง จะต้องมีความเข้มข้น ดังต่อไปนี้

1. ต้องมีความบริสุทธิ์สูง
2. ต้องไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงขณะชั่ง เช่น ดูดความชื้นหรือทำปฏิกิริยากับออกซิเจนหรือคาร์บอนไดออกไซด์ในอากาศ
3. ต้องมีน้ำหนักโมเลกุลสูง
4. ต้องเป็นสารประกอบที่ละลายได้ในสภาวะแวดล้อมที่ทำการทดลอง
5. ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับสารละลายมาตรฐานควรเป็นอัตราส่วนของเลขลงตัวที่แน่นอน

กิจกรรมที่ 2.1

ให้นักศึกษาเบิกสารเคมีทั้งหมดจากเจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์มา 2 ชนิด คือ โพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต (KHP) และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) แล้วนำมาพิจารณารายละเอียดต่าง ๆ ที่บอกไว้ที่ขวดบรรจุสาร เช่น น้ำหนักโมเลกุล ความบริสุทธิ์ และการละลาย แล้วให้เหตุผลว่าสารประกอบตัวใดสามารถนำมาใช้เป็นสารมาตรฐานปฐมภูมิได้และตัวใดไม่สามารถนำมาใช้ได้เพราะเหตุใด

หลังจากพิจารณาเสร็จแล้วให้นำสารเคมีไปคืนเจ้าหน้าที่

ง. **สแตนดาร์ดไอเซนชัน (Standardization)** เมื่อเตรียมสารละลายทั้งสามชนิดเสร็จแล้วให้ดำเนินการหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ (ถ้าเตรียมสารละลายมาตรฐานวิธีอ้อม) การทดลองทำได้โดยใช้สารละลายมาตรฐานทุติยภูมิใส่ไว้ในบิวเรตแล้วเปิดสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิลงในขวดรูปกรวย เติมอินดิเคเตอร์ที่เหมาะสมแล้วทำการไทเทรตจนกระทั่งได้จุดยุติที่สังเกตได้จากการเปลี่ยนแปลงสีของอินดิเคเตอร์

จ. **ไทเทรตสารตัวอย่าง** ปิดละลายตัวอย่างที่เตรียมไว้ในข้อ ก. ใส่ในขวดรูปกรวย พร้อมกับใส่อินดิเคเตอร์ แล้วทำการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานทุติยภูมิที่อยู่ในบิวเรตจนกระทั่งถึงจุดยุติ

ฉ. **คำนวณผล** การคำนวณผลที่ได้จากการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการวัดปริมาตรส่วนใหญ่จะคำนวณผลในรูปของความเข้มข้นที่เป็นโมลาร์ นอร์แมลหรือดีเตออร์ การคำนวณแบ่งเป็น 2 ส่วน คือ หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายมาตรฐานทุติยภูมิจากการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ และหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างจากการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ

ในการทดลองจะเห็นได้ว่าควรใส่สารละลายมาตรฐานทุติยภูมิไว้ในบิวเรต เพื่อความสะดวกในการไทเทรตเพราะไม่ต้องมีการถ่ายเทสารละลายในบิวเรตเลยตลอดการทดลอง ถ้าทำการไทเทรตโดยใส่สารละลายมาตรฐานปฐมภูมิไว้ในบิวเรต เมื่อต้องการไทเทรตสารตัวอย่างจะต้องเปลี่ยนสารละลายในบิวเรตมาเป็นสารละลายมาตรฐานทุติยภูมิซึ่งยุ่งยากกว่า

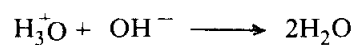
การวิเคราะห์โดยวิธีปริมาตรวิเคราะห์ จะใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่าการวิเคราะห์

โดยน้ำหนัก และมักนิยมใช้วิธีปริมาตรวิเคราะห์ในงานวิเคราะห์ทั่ว ๆ ไปมากกว่า แต่อย่างไรก็ตาม การหาปริมาณแบบนี้ยังมีข้อจำกัดคือ ปฏิริยาที่เกิดขึ้นในการวิเคราะห์จะต้องมีคุณสมบัติดังต่อไปนี้

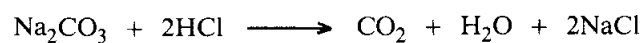
1. ปฏิริยาต้องเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว ช่วงเวลาที่ใช้ให้เกิดปฏิริยาต้องไม่มากไปกว่าช่วงเวลาที่จะใช้เติมไทเทรนต์หยุดต่อไป และปฏิริยาจะต้องเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์
2. จุดยุติที่มองเห็นต้องปรากฏขึ้นนานในช่วงเวลาหนึ่งประมาณ 30 วินาทีเป็นอย่างน้อย
3. ปฏิริยาเคมีที่เกิดขึ้นต้องสามารถดุลสมการ (balance equation) ทางเคมีได้และในปฏิริยาจะต้องไม่เกิดปฏิริยาข้างเคียง (side reaction) ระหว่างสารตัวอื่น ๆ กับไทเทรนต์
4. จะต้องมียุติการที่จะหาจุดยุติ (end point) ได้ใกล้เคียงกับจุดสมมูล (equivalence point)

วิธีปริมาตรวิเคราะห์สามารถแบ่งได้ตามชนิดของปฏิริยาเป็น 4 ชนิด คือ

1. ปฏิริยาการไทเทรตกรด-เบส (Acid-Base titration) วิธีนี้เป็นการไทเทรตระหว่างกรดกับเบส ปฏิริยาที่เขียนแทนการเกิดปฏิริยากรด-เบส ทั่ว ๆ ไป คือ



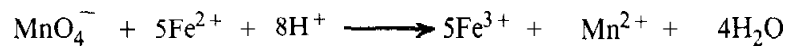
ปฏิริยากรด-เบส รวมไปถึงปฏิริยาเกลือของกรดอ่อนหรือเกลือของเบสอ่อนทำปฏิริยากับกรดหรือเบสด้วย เช่น



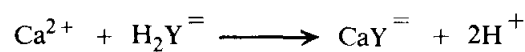
2. ปฏิริยาการไทเทรตแบบตกตะกอน (Precipitation titration) เป็นวิธีการไทเทรตที่ให้ผลผลิตเป็นสารประกอบที่ละลายน้ำยากหรือมีค่าคงที่ของการละลายต่ำโดยปกติจะใช้ได้ดีกับการวิเคราะห์แอนไอออนที่สามารถเกิดตะกอนที่ละลายน้ำยากกับเงินไอออน เช่น การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์



3. **ปฏิกิริยาการไทเทรตแบบรีดอกซ์ (Redox Titration)** ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในการไทเทรต จะมีการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชัน หรือมีการถ่ายเทอิเล็กตรอนเกิดขึ้น ซึ่งการศึกษาเกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์จะเป็นรากฐานของวิชาเคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า (Electroanalytical chemistry) วัตถุที่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีนี้ต้องเป็นวัตถุที่มีเลขออกซิเดชันได้หลายค่า ตัวอย่างเช่น การหาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับสารละลายเปอร์แมงกาเนต เหล็กจะถูกเปลี่ยนเลขออกซิเดชันจาก +2 ไปเป็น +3



4. **ปฏิกิริยาการไทเทรตแบบเกิดสารประกอบเชิงซ้อน (Complexometric Titration)** เป็นวิธีการไทเทรตหาปริมาณไอออนของโลหะที่สามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่เสถียรกับคอมเพลกซิงเอเจนต์ (complexing agent) ที่ใช้เป็นสารละลายมาตรฐานได้ เช่น EDTA ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$)



กิจกรรมที่ 2.2

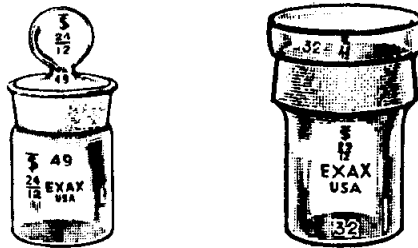
จงยกตัวอย่างปฏิกิริยาของการไทเทรตแบบต่าง ๆ มาแบบละ 2 ตัวอย่าง โดยการค้นคว้าเพิ่มเติมจากหนังสือเล่มอื่น ๆ.

ไม่ว่าจะทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคและวิธีการใดสิ่งที่สำคัญที่สุด ของการวิเคราะห์ คือการได้ผลของการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง ผลของการวิเคราะห์จะถูกต้องมากน้อยแค่ไหนนอกจากจะขึ้นอยู่กับความถูกต้องของสารละลายต่าง ๆ ที่ใช้แล้วยังขึ้นอยู่กับความชำนาญของผู้ทดลอง การปฏิบัติอย่างถูกต้องและมีเทคนิควิธีการใช้เครื่องมือหรือปฏิบัติการทดลองที่ดีด้วย ดังนั้น การเรียนรู้วิธีการใช้เครื่องมือต่าง ๆ และเทคนิคต่าง ๆ ที่ต้องปฏิบัติอย่างถูกต้อง จึงเป็นสิ่งจำเป็นมากสำหรับนักเคมีวิเคราะห์ ตามที่กล่าวมาแล้วว่าเราจะศึกษาการวิเคราะห์หาปริมาณ 2 วิธี คือ การวิเคราะห์โดยน้ำหนัก และปริมาตรวิเคราะห์ ดังนั้นหัวข้อต่อไปจะกล่าวถึงเครื่องมือ และเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ทั้ง 2 วิธีนี้เท่านั้น

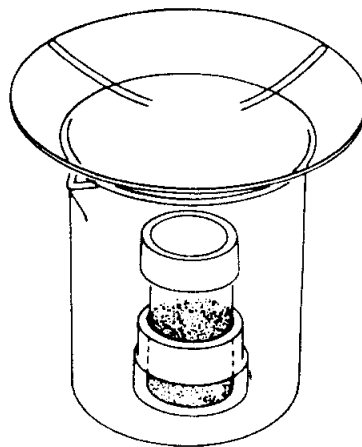
เครื่องมือและเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์โดยน้ำหนัก

เครื่องมือต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์จะมีเทคนิควิธีการใช้เฉพาะ ดังนั้นการปฏิบัติให้ถูกต้อง จะทำให้ได้ผลการวิเคราะห์ที่ดี จึงขอกล่าวถึงหน้าที่และเทคนิควิธีการใช้ของเครื่องมือแต่ละชนิด ไว้เป็นข้อ ๆ ดังต่อไปนี้

1. **ขวดชั่งสาร** (Weighing bottles) มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.2 มีไว้สำหรับชั่งสารที่ต้องการน้ำหนักที่แน่นอน เช่น สารตัวอย่าง สารมาตรฐานหรือสารมาตรฐานปฐมภูมิ โดยทั่วไปสารเคมีสามารถดูดความชื้นในอากาศได้บ้างไม่มากนักน้อย ดังนั้นสารที่จะนำมาใช้ในการทดลองจะต้องนำมาใส่ในขวดชั่งกะประมาณให้เพียงพอแล้วนำไปทำให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิเหมาะสมเป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง โดยใส่ไว้ในบีกเกอร์ที่มีกระจกนาฬิกาปิดอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.2 ขวดชั่งสาร



รูปที่ 2.3 การเตรียมสารใส่ในขวดชั่งแล้วใส่ในบีกเกอร์ก่อนเข้าตู้อบเพื่อทำให้แห้ง

เมื่ออบสารจนแน่ใจว่าไล่น้ำออกไปหมดแล้วให้เก็บขวดซึ่งที่มีสารบรรจุอยู่ไว้ให้เย็นใน โถอบหรือโถดูดความชื้น (Desiccator) จากนั้นจึงนำขวดซึ่งสารพร้อมสารไปซึ่งด้วยเครื่องซึ่งอย่างละเอียด ให้ละเอียด ถึง 0.1 มิลลิกรัม วิธีการซึ่งสามารถใช้วิธีการซึ่งแบบแบ่งออก คือ ซึ่งขวดพร้อมกับสารตัวอย่างแล้วจดน้ำหนัก ที่ถูกต้อง จากนั้นเทสารออกใส่ลงในภาชนะที่ต้องการบรรจุสารนั้น ค่ะเนให้ได้ปริมาณตามที่ต้องการ วิธีการนำขวดซึ่งไปซึ่งแล้วนำออกมาเทสารไม่ควรใช้มือจับควรใช้คีมคีบหรือแถบกระดาษ จับ เพื่อป้องกันความชื้นจากเหงื่อเข้าไปเพิ่มน้ำหนักให้แก่ขวดซึ่ง วิธีปฏิบัติที่ถูกต้องได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.4 เมื่อเทสารออกแล้วให้นำขวดซึ่งที่มีสารติดอยู่ไปซึ่งให้ได้น้ำหนักละเอียดอีกครั้งหนึ่ง น้ำหนักที่ ซึ่งได้ทั้งสองครั้งเมื่อนำมาหักลบกันก็คือน้ำหนักของสารที่แบ่งออกไปนั่นเอง แต่ถ้านักศึกษาทำสาร ที่ต้องการให้แห้งในปิกรขนาดเล็กก็ให้ซึ่งหาน้ำหนักของสารตัวอย่างได้โดยการซึ่งขวดซึ่งเปล่า แล้วจดน้ำหนักที่ละเอียดไว้ จากนั้นตักสารใส่ลงในขวดซึ่งคะเนให้ได้ปริมาณตามต้องการแล้วนำ ไปซึ่งให้ได้น้ำหนักละเอียด นำน้ำหนักที่ซึ่งได้ทั้งสองมาหักลบกันก็คือน้ำหนักของสารตัวอย่าง เมื่อนัก ศึกษาจะถ่ายสารตัวอย่างจากขวดซึ่งลงในปิกรที่จะใช้ทำการวิเคราะห์ต่อไปต้องใช้น้ำกลั่นล้าง สารตัวอย่างออกจากขวดซึ่งจนแน่ใจว่าได้ถ่ายเทออกหมดจึงจะได้น้ำหนักของสารตรงตามที่ซึ่งได้



รูปที่ 2.4 แสดงวิธีการถ่ายสารที่ซึ่งได้ลงในภาชนะอื่น

กิจกรรมที่ 2.3

ให้นักศึกษาทดลองซังสารโดยใช้ขวดซังดังนี้ นำสารโซเดียมคลอไรด์ใส่ขวดซัง เปิดฝาขวดซังไว้ แล้วนำไปบรรจุไว้ในบีกเกอร์พร้อมปิดกระจกนาฬิกา จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในโถอบ จากนั้นนำขวดซังพร้อมสารโซเดียมคลอไรด์ไปซังน้ำหนักด้วยเครื่องซังไฟฟ้าอย่างละเอียด เทโซเดียมคลอไรด์ลงในภาชนะรองรับกะให้ได้ปริมาณตามที่ต้องการ แล้วนำขวดซังที่มีโซเดียมคลอไรด์เหลืออยู่ไปซังน้ำหนักอย่างละเอียดอีกครั้งหนึ่ง นำน้ำหนักที่ซังได้ทั้งสองครั้งมาหักลบกันจะได้น้ำหนักของโซเดียมคลอไรด์ที่เทออกไป

2. ภาชนะสำหรับตักตะกอน และเทคนิคในการตักตะกอน ภาชนะที่เหมาะสมสำหรับใช้ในการตักตะกอน คือ บีกเกอร์ ทั้งนี้เพื่อความสะดวกในการถ่ายเทตะกอน ควรเลือกใช้บีกเกอร์ชนิดแก้วทนความร้อน (Pyrex) และทนต่อการถูกละลายโดยสารละลายที่ใช้ในการตักตะกอน ลักษณะของบีกเกอร์มีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 2.5



Beaker

รูปที่ 2.5 บีกเกอร์ใช้สำหรับตักตะกอน

เมื่อถ่ายสารตัวอย่างที่ซังได้ลงสู่บีกเกอร์แล้วให้ทำสารตัวอย่างให้เป็นสารละลายก่อน สารบางอย่างละลายน้ำได้บางอย่างละลายไม่ได้ต้องใช้ตัวทำละลายอื่นที่เหมาะสม ดังนั้นควรมีความรู้ในการเลือกตัวทำละลาย ตัวทำละลายที่ใช้ในการละลายโลหะบางตัวได้แสดงไว้ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ตัวทำละลายที่ใช้ในการละลายโลหะบางตัว

โลหะ	ตัวทำละลาย
Ag	HNO ₃
Al	HCl, NaOH
As	HNO ₃ , aq.regia; H ₂ SO ₄
Bi	HNO ₃ , aq.regia; H ₂ SO ₄
Cd	HNO ₃
Co	acids
Cr	HClO ₄ , HCl, dil H ₂ SO ₄
Cu	HNO ₃ , HCl, H ₂ O ₂
Fe	acids
Hg	HNO ₃ , H ₂ SO ₄
Mg	acids
Mo	HNO ₃
Nb	HF + HNO ₃
Ni	acids
Pb	HNO ₃
Rare earths	HNO ₃ , HCl, HClO ₄
Sb	H ₂ SO ₄ , HNO ₃ + tartrate
Sn	HCl, aq.regia.
Ta	HF + HNO ₃
Th	HNO ₃ , HCl
Ti	HF, H ₂ SO ₄
U	HNO ₃
V	HNO ₃ , H ₂ SO ₄
W	HF + HNO ₃ , H ₃ PO ₄ + HClO ₄

ตารางที่ 2.1 (ต่อ)

โลหะ	ตัวทำละลาย
Zn	acids, NaOH
Zr	HF
	<ul style="list-style-type: none"> – เหล็กคาร์บอนเนต, ออกไซด์และซัลไฟด์ ปกติละลายในกรดมีบางตัวที่ต้องใช้การฟิวชัน (fusion) – เหล็กฟอสเฟต บางตัวละลายในกรดแต่ส่วนใหญ่จะต้องใช้การฟิวชัน (fusion) ด้วยแอลคาไล ฟลัก (alkali flux) – เหล็กซิลิเกต ส่วนใหญ่ละลายใน HF.

หลังจากที่ละลายสารตัวอย่างเรียบร้อยแล้วต้องเลือกตัวตกตะกอนที่เหมาะสม การตกตะกอนต้องเติมสารที่จะทำให้ตกตะกอน (precipitant) ลงไปให้มากเกินพอเล็กน้อย (ประมาณ 5-10%) เพื่อลดการละลายของตะกอนตามหลักของคอมมอนไอออน (Common ion effect) แต่อย่าเติมจนมากเกินไป เพราะในบางกรณีอาจทำให้ตะกอนกลับละลายได้อีกเพราะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนชนิดที่ละลายน้ำได้ (soluble complex formation) หรือทำให้มีสิ่งปะปน (impurities) ในตะกอนมากขึ้นได้ ก่อนจะเติมสารที่ทำให้ตกตะกอน ควรคำนวณคร่าว ๆ เสียก่อน จากน้ำหนักของสารตัวอย่างว่ามีปริมาณของสารที่จะตกตะกอนเท่าใดและควรเติมสารที่จะทำให้ตกตะกอนลงไปเท่าใดจึงจะพอเหมาะสม เมื่อตะกอนตกนอนกันหมดแล้ว ลองหยดสารละลายที่จะทำให้ตกตะกอนลงไปอีก 2-3 หยด ถ้าไม่มีตะกอนเกิดขึ้นอีก แสดงว่าตะกอนตกหมดแล้ว

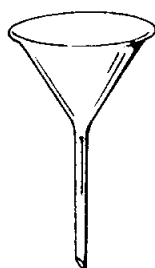
ในการเติมสารละลายที่ทำให้ตกตะกอนลงไปในการละลายตัวอย่างต้องค่อย ๆ เติมอย่างช้า ๆ พร้อมกับคนให้ทั่วอยู่ตลอดเวลา เพื่อกันมิให้สารละลายที่เติมลงไปนั้นมีอยู่มากเพียง ณ ที่ใดที่หนึ่ง ซึ่งเป็นเหตุให้มีสิ่งอื่นปะปนในตะกอนมากขึ้นได้ การเติมสารละลายที่ทำให้ตกตะกอนควรหยดลงไปบนสารละลายตรง ๆ เพื่อมิให้สูญเสียสารที่ทำให้ตกตะกอนไปที่ข้าง ๆ ภาชนะในการคนสารละลายจะต้องระมัดระวัง ไม่ให้แท่งแก้วที่ใช้คนนั้น ชูดข้างหรือกั้นภาชนะ ตะกอนบางอย่างจะติดแน่นที่รอยชุดของภาชนะ ทำให้เอาออกยาก ถ้าต้องคนเป็นเวลานานก็ควรใช้คนด้วยมอเตอร์ไฟฟ้าที่เสียบแท่งแก้วไว้ (mechanical stirrer) หรืออาจใช้แท่งคนแม่เหล็ก (magnetic stirrer) ก็ได้

โดยทั่ว ๆ ไปการตกตะกอนควรทำในสารละลายที่ร้อนเพราะตะกอนที่ตกได้จะใหญ่และกรองง่ายและที่อุณหภูมิสูงจะมีสิ่งปะปนในตะกอนน้อยกว่าที่อุณหภูมิต่ำ แต่อย่างไรก็ตามไม่มีความจำเป็นที่จะต้มสารละลายจนเดือด ควรทำให้ร้อนจนเกือบเดือดเท่านั้น การต้มจนเดือดอาจเกิดกระเด็นได้ ถ้าตะกอนละลายได้ดีที่อุณหภูมิสูง จะต้องปล่อยให้สารละลายค่อย ๆ เย็นลง (ขณะที่สารละลายเย็นลงให้คอยคนเป็นครั้งคราว) เมื่อถึงอุณหภูมิห้องแล้วจึงกรองภายหลังที่ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 1 ชั่วโมง

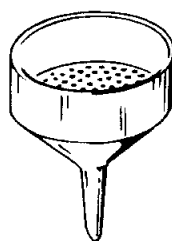
ตะกอนบางชนิดเมื่อตกเสร็จแล้วไม่ควรกรองทันที อาจจะต้องทำการย่อยตะกอน (digestion) ก่อน การย่อยตะกอนจะทำให้ตะกอนจัดรูปให้เป็นระเบียบทำให้ได้ตะกอนที่มีขนาดใหญ่ขึ้นและบริสุทธิ์ขึ้น การย่อยตะกอนทำได้โดยตั้งบีกเกอร์ที่มีตะกอนและสารละลายไว้บนเตาให้ความร้อนหรืออ่างน้ำร้อน (water bath) เพื่อให้สารละลายร้อนสัก 1-2 ชั่วโมง แต่ต้องไม่เดือด ในการย่อยควรใช้แก้วตะขอ (glass hook) วางบนปากบีกเกอร์ แล้วเอากระจกนาฬิกาวางไว้บนแก้วตะขออีกทีหนึ่งเพื่อป้องกันผงฝุ่นหรือสิ่งอื่น ๆ อยากรู้ดีกว่าควรจะทราบไว้ว่าไม่จำเป็นต้องย่อยตะกอนเสมอไปทุกครั้ง ตะกอนบางอย่างไม่จำเป็นต้องย่อยเพราะอาจต้องรีบกรองทันทีเมื่อตกตะกอนเสร็จเพื่อไม่ให้สิ่งอื่นที่ไม่ต้องการติดปนมาด้วย หลังจากย่อยตะกอนเสร็จแล้วควรปล่อยให้เย็นแล้วจึงทำการกรอง

3. ภาชนะสำหรับกรองและเทคนิคในการกรองตะกอน ภาชนะที่ใช้ในการกรองตะกอนสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณโดยน้ำหนักสามารถแบ่งได้เป็น 2 แบบ คือ

3.1 กรวยกรอง การใช้กรวยกรองสำหรับกรองตะกอนจำเป็นต้องใช้กระดาษกรองวางรับตะกอนอีกทีหนึ่ง การกรองโดยใช้กรวยกรองสามารถกรองตะกอนได้หลายขนาดโดยเลือกใช้กระดาษกรองที่มีขนาดรูพรุนเหมาะสมกับตะกอน ลักษณะของกรวยกรองมี 2 แบบ คือ แบบธรรมดาและแบบบุชเนอร์ (Buchner funnel) ดังแสดงในรูปที่ 2.6



Funnel
a



Buchner funnel
b

รูปที่ 2.6 กรวยกรอง

- a) แบบธรรมดา
- b) แบบบุชเนอร์

3.1.1 การเลือกกระดาษกรอง เมื่อต้องการกรองตะกอนโดยใช้กระดาษกรอง จำเป็นต้องเลือกชนิดและขนาดของกระดาษกรองให้เหมาะสม กระดาษกรองที่ระบุมาให้ใช้กับงานวิเคราะห์ทางคุณภาพ จะนำมาใช้ในงานวิเคราะห์ทางปริมาณไม่ได้ กระดาษกรองที่นำมาใช้ใน งานวิเคราะห์ทางปริมาณจะเป็นกระดาษกรองชนิดที่ไม่มีถ้ำหรือถ้ามีถ้ำต้องทราบเปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักถ้ำที่แน่นอน

เนื่องจากตะกอนมีทั้งแบบที่ละเอียดมาก เช่น ซิลิกา (silica) แบบที่ละเอียดปาน กลาง เช่น แคลเซียมออกซาลेट (Calcium oxalate) และตะกอนที่มีขนาดใหญ่แต่โปร่ง เบา เป็น ฝุ่น เช่น เหล็กไฮดรอกไซด์ ($\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$) การที่ตะกอนมีขนาดต่าง ๆ กัน การเลือกกระดาษกรองจึงต้องคำนึงถึงขนาดรูพรุนของกระดาษกรอง ถ้าตะกอนหยาบก็ใช้กระดาษกรอง หยาบ จึงจะกรองได้เร็ว แต่ถ้าไปใช้กระดาษกรองละเอียดก็กรองได้ช้า ถ้าตะกอนละเอียดแล้วใช้กระดาษกรองชนิดหยาบก็กรองได้เร็ว แต่ตะกอนจะลอดกระดาษกรอง ดังนั้นในการกรองจึงต้อง รู้คร่าว ๆ ของขนาดของตะกอน ตลอดจนชนิดของตะกอนด้วย เช่น ถ้าตะกอนเป็นฝุ่น จะกรอง ด้วยกระดาษกรองได้ยาก เพราะจะอุดรูกระดาษกรองเสียหมด

โดยทั่ว ๆ ไปกระดาษกรองจะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางขนาด 9 และ 11 เซนติ เมตร ส่วนความละเอียดของรูของกระดาษกรองจะบอกไว้ที่กล่องบรรจุกระดาษกรอง ซึ่งอาจบอก ความละเอียดเป็นตัวเลขหรือเบอร์ แต่แต่ละบริษัทจะมีตัวเลขที่บอกขนาดความละเอียดที่แตกต่าง กัน หรือบางบริษัทอาจจะเป็นแถบสี เช่น บริษัท Whatman บอกไว้เป็นเบอร์ คือ เบอร์ 41 หมายถึงมีขนาดหยาบใช้กรองได้เร็วเหมาะสำหรับกรองตะกอนที่เป็นฝุ่นหรือมีขนาดใหญ่ เบอร์ 40 ละเอียดปานกลาง เบอร์ 42 ละเอียดมาก ส่วนบริษัท Schleicher and Schuell จะบอกความละเอียดของกระดาษกรองไว้เป็นแถบสี

ตารางที่ 2.2 กระดาษกรองชนิดไม่มีถ้ำของบางบริษัท

บริษัทผู้ผลิตกระดาษกรอง				ขนาดของ	อัตราเร็ว	ชนิดของตะกอน
Schleicher	Whatman	J.Green	Munktell	รูปพรุนของ กระดาษ กรอง	ในการ กรอง	
589-black ribbon	41	801	0	หยาบ	เร็ว	ใหญ่หรือวุ้น
589-white ribbon	40	802	00	กลาง	กลาง	ผลึกขนาดธรรมดา
589-blue ribbon	42	803	OOH	ละเอียด	ช้า	ผลึกขนาดเล็ก ๆ

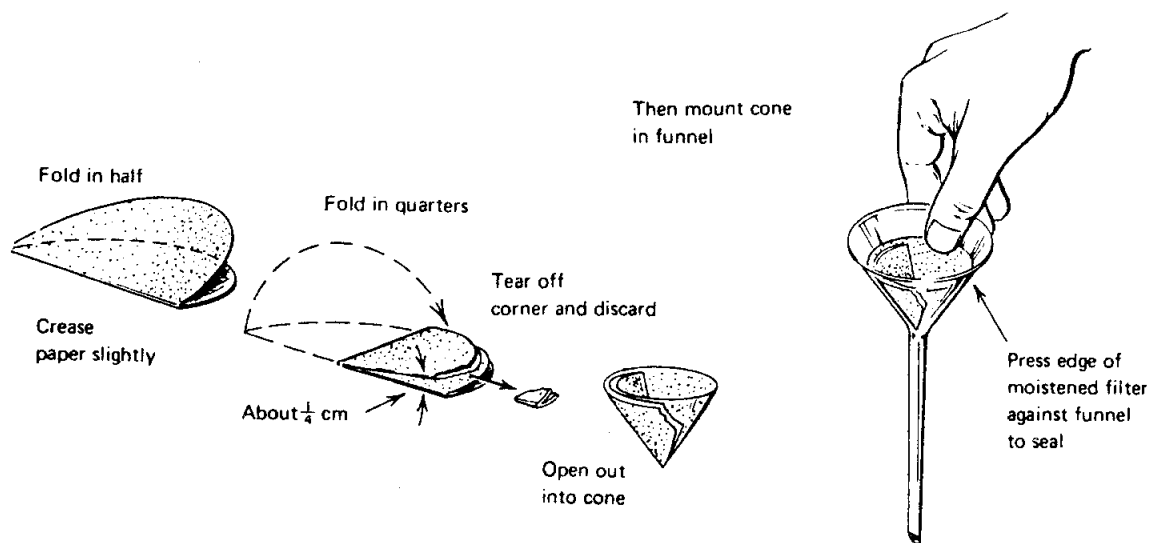
ดังนั้นการเลือกใช้กระดาษกรอง จากบริษัทใดก็ตามต้องอ่านคำอธิบายที่ติดไว้กับกล่องบรรจุกระดาษกรองนั้นด้วยว่า ใช้กับความประสงค์อย่างไรหรือใช้กับการกรองตะกอนชนิดใด นอกจากกระดาษกรองธรรมดาที่กล่าวมาแล้ว ยังมีกระดาษกรองที่สร้างขึ้นเป็นพิเศษ (Hardened filter paper) ซึ่งทนทานต่อการกัดของกรดและเบส และค่อนข้างเหนียว ซึ่งใช้กับเครื่องดูดได้และมีผิวเรียบเนียน เหมาะสำหรับการเอาตะกอนที่แห้งออกได้โดยไม่มีใยกระดาษติดไปด้วย

ในกรณีที่ต้องใช้กระดาษกรอง เพื่อกรองตะกอนที่เป็นวุ้นนั้น ตะกอนมักจะอุดรูกระดาษกรองการเติมเยื่อกระดาษ (paper pulp) ลงไปด้วยจะทำให้กรองได้เร็วขึ้น เพราะเยื่อกระดาษไปเกาะกับตะกอนจึงทำให้ตะกอนไม่อุดรูกระดาษกรองและยังช่วยกวาดตะกอนจากบีกเกอร์ด้วย ในการล้างตะกอนก็ทำได้ง่ายขึ้น เพราะตะกอนไม่เกาะกันแน่น และในการแยกตะกอนที่ไม่เกาะกันแน่นก็ทำให้ได้น้ำหนักที่เร็วขึ้น และในระหว่างให้ความร้อนด้วยการเผาก็ไม่ใคร่มีการประทุด้วย เยื่อกระดาษมีทั้งชนิดเม็ดเป็นแบบไม่มีถ้ำ ซึ่งหาซื้อได้เมื่อจะใช้นำมาเขย่ากับน้ำในขวด เติมน้ำลงไปพอควรแล้วคนให้แตกกระจายหรือหยดกรดเกลือไปในกระดาษกรองชนิดไม่มีถ้ำพอเปียก ทั้งไว้สัก 2-3 นาที (ไม่เกินกว่านี้) แล้วเติมน้ำลงไปคนให้แตกกระจาย กรองออกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนหมดกรด เอากระดาษกรองนี้ใส่ลงในน้ำพอประมาณแล้วเก็บไว้ใช้ได้ เยื่อกระดาษนี้ต้องเติมลงไปทันทีเมื่อตะกอนตกแล้วคนให้เข้ากันทั่วกับตะกอน จำนวนที่ใช้ประมาณให้ปริมาณของเยื่อกระดาษเท่ากับปริมาณของตะกอน

3.1.2 การพับกระดาษกรองใส่ในกรวยกรอง ถ้าเป็นกรวยกรองชนิดบุชเนอร์ไม่ต้องพับกระดาษกรองให้ใช้กระดาษกรองที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางเท่ากับเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน

ของกรวยบุชเนอร์วางลงบนกรวยได้เลย แล้วฉีดน้ำกลั่นเพื่อให้กระดาษกรองแนบกับกรวย กรวยชนิดนี้ จะใช้กรองตะกอนที่มีลักษณะเป็นผลึกและต้องใช้เครื่องดูดช่วยให้การกรองเร็วขึ้น โดยวางกรวยบุชเนอร์ ลงบนขวดดูด (Suction flask) ที่ต่อกับเครื่องดูด การกรองแบบนี้ไม่นำมาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ เพราะเมื่อต้องการนำตะกอนไปทำให้แห้งจะนำตะกอนออกจากกรวยได้ยาก

ถ้าเป็นกรวยชนิดธรรมดาจะมีการพับกระดาษกรองเพื่อใส่ลงในกรวยได้ตามที่แสดงในรูปที่ 2.7 วิธีพับให้ทำดังต่อไปนี้



รูปที่ 2.7 แสดงวิธีการพับกระดาษกรองใส่ในกรวยกรอง

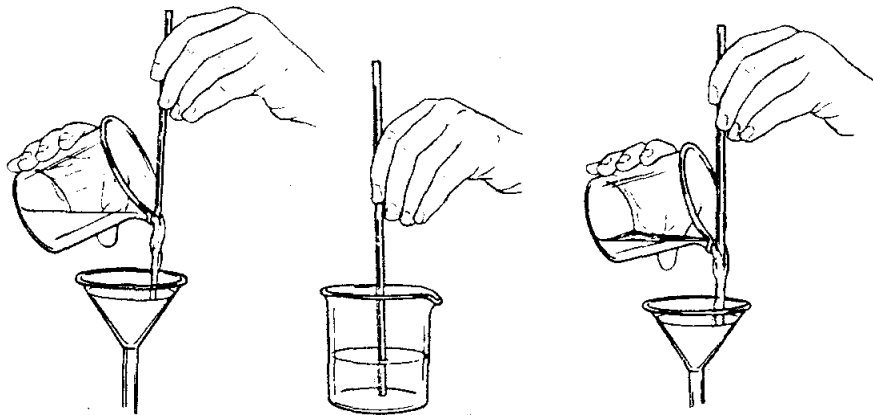
ครั้งแรกพับลงให้เป็นครึ่งพอดี แล้วพับครึ่งอีกครั้งหนึ่งให้เหลือมเล็กน้อยเมื่อกางออกจะได้รูปกรวยที่มีมุมเกิน 60 องศาเล็กน้อยเพื่อที่ว่าเมื่อนำกระดาษกรองใส่ลงในกรวยที่มีมุม 60 องศาพอดี กระดาษกรองจะได้ไม่แนบสนิทกับโคนกรวย แต่ตรงส่วนบนของกรวยกระดาษจะแนบสนิทพอดี กระดาษที่พับเช่นนี้จะกรองได้เร็วกว่ากระดาษกรองที่แนบสนิทกับกรวยโดยตลอด เพราะของเหลวที่ผ่านกระดาษกรองตอนบนลงมาจะไหลผ่านช่องว่างเล็ก ๆ ระหว่างกระดาษกรองกับกรวยและในขณะที่เดียวกันกระดาษกรองตรงส่วนที่แนบสนิทกับกรวยกันไม่ให้อากาศแทรกซึมเข้ามาได้ ยิ่งใช้กรวยที่มีร่องเล็ก ๆ หลาย ๆ ร่องที่ตัวกรวย ก็ยิ่งกรองได้เร็วกว่ากรวยธรรมดา และกรวยที่มีก้านยาวจะกรองได้เร็วกว่ากรวยที่มีก้านสั้น เมื่อพับได้แล้วก็ฉีกมุมนอกของกระดาษที่พับครั้งที่สองออกเพื่อให้กระดาษแนบสนิทกับกรวยตอนบนเมื่อทำให้เปียก

จากนั้นวางกระดาษกรองที่พับแล้วลงไปใกรวย โดยที่ ริมบนของกระดาษกรองควรจะอยู่ต่ำกว่าขอบกรวยประมาณ $1\frac{1}{2}$ ซม. ก่อนกรองให้เป่าน้ำลงไปให้พอเพียง ใช้นิ้วกดส่วนบนของกระดาษกรองที่เป็นสามชั้นให้แนบสนิทกับกรวยแล้วเทน้ำลงไป น้ำควรจะเต็มก้นกรวย ถ้าไม่เต็ม (ซึ่งจะเกิดขึ้นเมื่อก้นกรวยโตเกินไป หรือมีไขมันติดอยู่ที่กรวย) ให้เอานิ้วอุดก้นกรวยแล้วปล่อยให้ น้ำเต็มก้นกรวยจนเลยขึ้นมาถึงตัวกรวย อากาศที่แทรกซึมเข้ามาได้ระหว่างกระดาษกับตัวกรวยก็จะออกไปได้ โดยขยับกระดาษกรองเล็กน้อยแล้วใช้นิ้วกดกระดาษกรองให้แนบสนิทกับกรวยโดยรอบ น้ำจะคงอยู่เต็มในก้นกรวยการที่มีน้ำเต็มก้นกรวยเป็นสิ่งจำเป็น เพราะจะทำให้การกรองเร็วขึ้น

กิจกรรมที่ 2.4

ให้นักศึกษาลองพับกระดาษกรองใส่กรวยกรองตามวิธีที่ได้อธิบายไว้ข้างต้น

3.1.3 วิธีการกรองหรือเทตะกอนสู่กระดาษกรอง ในการกรองตะกอนจะไม่ใช้วิธีการเทตะกอนและของเหลวลงสู่กระดาษกรองพร้อมกันจะต้องปล่อยให้ตะกอนนอนก้นก่อนแล้วเทสารละลายส่วนใส ๆ ผ่านกระดาษกรองก่อน การเทของเหลวที่อยู่กับตะกอนผ่านกระดาษกรองต้องพยายามเทของเหลวให้ผ่านกระดาษกรองให้มากที่สุด โดยไม่ให้ตะกอนกระทบกระเทือน เพื่อไม่ให้มีตะกอนมาอุดรูกระดาษกรองซึ่งจะทำให้การกรองทำได้ช้า วิธีการเทของเหลวที่อยู่กับตะกอนลงสู่กระดาษกรองกระทำโดยใช้แท่งแก้วนำ ดังแสดงในรูปที่ 2.8 นำกรวยที่ใส่กระดาษกรองไว้แล้ววางบนที่ยึดแล้วเอาปิเปตที่สะอาดมาลองรับน้ำที่ออกจากกรวยกรอง ก้นของกรวยกรองควรตะ



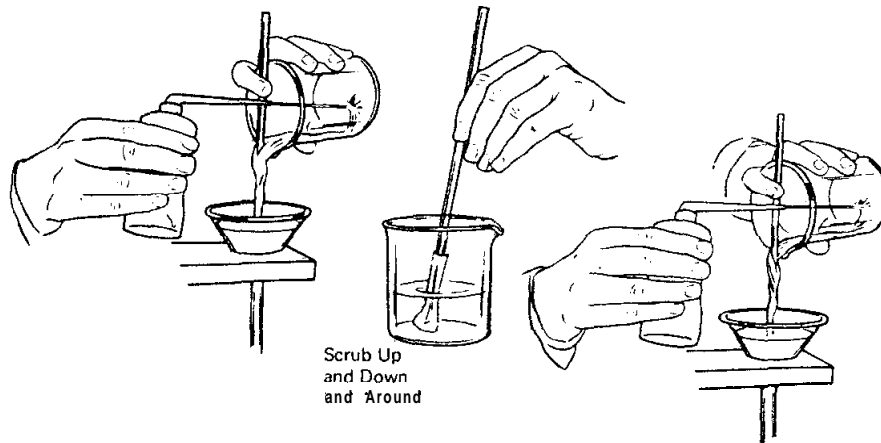
รูปที่ 2.8 แสดงวิธีการเทของเหลวที่ปนกับตะกอนลงสู่กรวยกรอง

ข้างบีกเกอร์เพื่อป้องกันการกระเด็นแต่อย่าให้ปลายจุ่มลงในของเหลว

เวลาเทของเหลวผ่านแท่งแก้วต้องค่อย ๆ เอียงบีกเกอร์ให้ของเหลวไหลตามแท่งแก้วโดยไม่ให้กระเด็น อย่างเทของเหลวลงในกรวยจนถึงขอบบนของกระดาษกรอง ควรให้เหลือริมของกระดาษกรองไว้อย่างน้อย 3 มิลลิเมตร การเทต้องเทให้ติดต่อกันเพื่อให้มีของเหลวอยู่ในกรวยตลอดเวลา และอยู่เต็มก้นกรวย ซึ่งจะทำการกรองได้เร็วขึ้น เมื่อเทของเหลวลงสู่กระดาษกรองจนตะกอนเริ่มไหลลงสู่กระดาษกรองบ้างก็ให้หยุดเทของเหลวได้ ถ้าต้องการล้างตะกอนโดยวิธีดีแคนเทชัน (decantation) ก็ให้ทำในช่วงนี้ (ดูรายละเอียดในหัวข้อ 3.1.4)

หลังจากกรองของเหลวใสผ่านกระดาษกรองเรียบร้อยแล้ว ให้กวาดตะกอนลงสู่กรวยกรอง ดังแสดงในรูปที่ 2.9 วิธีทำให้ใช้มือข้างหนึ่งถือบีกเกอร์กับแท่งแก้ว ส่วนอีกมือหนึ่งถือขวดฉีดน้ำกลั่นเพื่อเป่าตะกอนที่มีอยู่ในบีกเกอร์ ค่อย ๆ เอียงบีกเกอร์เหนือกรวยกรอง ใช้น้ำกลั่นฉีดเป่าน้ำเข้าไปข้างในบีกเกอร์ เอียงให้น้ำที่ล้างไหลลงไปตามแท่งแก้วสู่กระดาษกรอง ตะกอนก็จะไหลลงมาด้วย ถ้าตะกอนเกาะติดแน่นกับข้างบีกเกอร์ให้ใช้น้ำเป่าลงไปยังข้างบีกเกอร์พอเปียกแล้วใช้โพลิสแมน (policeman) ซึ่งสวมอยู่กับแท่งแก้วอีกอันหนึ่ง ภูมิภาค้านในของบีกเกอร์กวาดเอาตะกอนออกให้หมดแล้วใช้น้ำเป่าล้างตามหลาย ๆ ครั้ง

เมื่อตะกอนออกหมดแล้ว ใช้น้ำเป่าล้างแท่งแก้วและโพลิสแมนให้หมดตะกอน น้ำที่ใช้เป่าล้างนี้ต้องไหลลงสู่กระดาษกรองทั้งหมด ควรยกบีกเกอร์แท่งแก้วและโพลิสแมนขึ้นส่องตรวจตราเพื่อให้แน่ใจว่าจะไม่มีตะกอนติดอยู่เลย



รูปที่ 2.9 แสดงวิธีการถ่ายเทตะกอนลงสู่กรวยกรอง

3.1.4 เทคนิคการล้างตะกอน ขั้นตอนของการกรองตะกอนมักจะทำควบคู่ไปกับการล้างตะกอนด้วย การล้างตะกอนเป็นสิ่งจำเป็นมากในการวิเคราะห์เพราะสามารถขจัดมลทินบางส่วนออกจากตะกอนได้ ดังนั้นก่อนที่จะนำตะกอนไปทำให้แห้งต้องทำการล้างตะกอนเสียก่อนซึ่งแบ่งการล้างเป็น 2 ช่วง คือ ล้างตะกอนแบบตีแคนเทชัน และล้างตะกอนในกระดาศกรอง โดยปกติ น้ำล้างตะกอนคือตัวทำละลายที่ใช้ในการตกตะกอน ตะกอนสามารถละลายได้ในตัวทำละลายเล็กน้อย ดังนั้นการล้างตะกอนด้วยตัวทำละลายนานเกินไปและมากเกินไปจะทำให้ผลการทดลองได้ผลน้อยกว่าความเป็นจริง น้ำล้างตะกอนควรใช้ปริมาณที่พอเหมาะและควรล้างตะกอนด้วยน้ำล้างตะกอนปริมาณน้อย ๆ หลาย ๆ ครั้งดีกว่าล้างตะกอนด้วยน้ำล้างตะกอนปริมาณมาก ๆ เพียงครั้งเดียว เปรียบเทียบได้ดังนี้ ในการล้างที่ใช้ น้ำล้างตะกอนจำนวนที่เท่ากันคือ 30 ลบ.ซม. วิธีที่หนึ่งล้างโดยใช้น้ำล้างตะกอนทั้งหมด 30 ลบ.ซม. เพียงครั้งเดียว ถ้าสมมุติว่าในการล้างแต่ละครั้งมีน้ำล้างตะกอนเหลืออยู่กับตะกอน 1 ลบ.ซม. แสดงว่าถ้าใช้น้ำล้างตะกอน 30 ลบ.ซม. ก็จะมีมลทินเหลือติดอยู่ $\frac{1}{30}$ เท่าของมลทินที่มีอยู่เดิม ถ้าล้างอีกวิธีหนึ่งโดยแบ่งน้ำล้างตะกอนเป็น 3 ส่วน ส่วนละ 10 ลบ.ซม. การล้างครั้งแรกจะทำให้มีมลทินติดอยู่เท่ากับ $\frac{1}{10}$ เท่าของมลทินที่มีอยู่เดิม เมื่อล้างครั้งที่สองจะเหลือ $\frac{1}{10 \times 10}$ เท่าของมลทินที่มีอยู่เดิม เมื่อล้างครั้งที่สามจะเหลือเป็น $\frac{1}{10^3}$ เท่าของมลทินที่มีอยู่เดิมจะเห็นได้ว่าถ้าล้างตะกอนที่มีมลทินปนอยู่ 3 มิลลิกรัม ถ้าล้างครั้งเดียวด้วยน้ำล้างตะกอน 30 ลบ.ซม. จะเหลือมลทินติดอยู่ = 0.1 มิลลิกรัม แต่ถ้าล้าง 3 ครั้ง จะมีมลทินติดอยู่เท่ากับ 0.003 มิลลิกรัม สรุปได้ว่าการล้างตะกอนควรใช้น้ำล้างตะกอนปริมาณน้อย ๆ และทำการล้างหลาย ๆ ครั้งดีกว่าการล้างครั้งเดียวและใช้น้ำล้างตะกอนมาก ๆ

ก. การล้างโดยวิธีตีแคนเทชัน (Decantation)

วิธีล้างตะกอนโดยวิธีตีแคนเทชัน ทำโดยเป่าน้ำล้างลงข้างบีกเกอร์ให้หัวเพื่อล้างและไล่ตะกอนที่เกาะอยู่ข้าง ๆ ให้ลงมาจนหมด คนให้หัวหรือแกว่งเบา ๆ แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตะกอนนอนกัน กรองน้ำใส ๆ ผ่านกระดาศกรองหรือเบ้ากรอง โดยระวังไม่ให้ตะกอนตกลงไป จากนั้นเป่าน้ำล้างตะกอนอีกแล้วทำเช่นเดียวกันนี้อีกสัก 2-3 ครั้ง หรือมากกว่านี้ก็ได้ตามความเหมาะสมในการล้างแต่ละครั้ง ให้รอจนน้ำที่ล้างครั้งหนึ่ง ๆ หมดไปจากกรวยเสียก่อน จึงค่อยล้างครั้งต่อไป จำนวนของน้ำที่ใช้ล้างแต่ละครั้ง แล้วแต่ชนิดและปริมาณของตะกอน โดยทั่วไปควรให้น้ำล้างท่วมตะกอนสัก 1-2 เซนติเมตร

ปกติถ้าตะกอนมีขนาดใหญ่ อัดแน่นเป็นผลึกซึ่งการล้างตะกอนแบบนี้บนกระดาศกรองหรือ

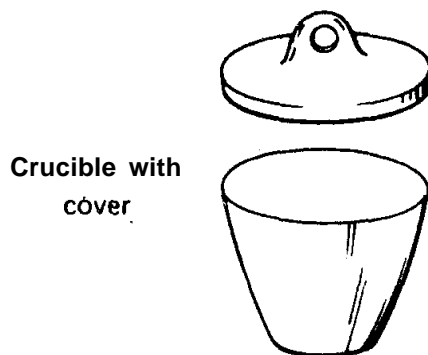
เข้ากรองทำได้ง่าย ก็ไม่จำเป็นต้องล้างแบบตีแคนเทชัน แต่ถ้าตะกอนเป็นวัณเมื่อกรองจะอุดรูกระดาศกรองหรือเข้ากรองซึ่งการล้างตะกอนทำได้ยาก ก็ควรล้างตะกอนแบบตีแคนเทชันก่อนสัก 3-4 ครั้ง ก็จะช่วยให้ตะกอนที่เป็นวัณบริสุทธิ์และสะอาดได้ วิธีล้างแบบตีแคนเทชันซึ่งใช้น้ำจำนวนมากในการล้าง จะทำให้ของเหลวที่กรองได้มีปริมาณมากหากมีความจำเป็นที่จะให้ของเหลวที่กรองได้มีปริมาณน้อย ก็ไม่ควรใช้การล้างตะกอนแบบตีแคนเทชันนี้ นอกจากนี้หากตะกอนนอนกันได้ช้า ก็ไม่ควรใช้วิธีตีแคนเทชันเพราะการล้างตะกอนจะกินเวลามากเกินไป

ข. การล้างตะกอนในกระดาศกรอง

เมื่อถ่ายตะกอนลงสู่กระดาศกรองในกรวยกรองหมดแล้วควรทำการล้างตะกอนทันที เพราะถ้าทิ้งไว้ตะกอนอาจจับตัวเป็นก้อน มีผิวหน้าแข็งและแตกแยกซึ่งยากต่อการล้างให้ปราศจากมลทิน ในการล้างตะกอนนั้นควรระวังลิ่วเสมอว่า ตะกอนอาจลุดกระดาศกรองลงมาได้ ดังนั้นถ้าของเหลวที่กรองออกมานั้นไม่ได้นำมาทำปริมาณวิเคราะห์ต่อไป และสงสัยว่าตะกอนอาจลุดลงมา ก็ควรเอาบีกเกอร์ใหม่มารองรับ เพราะถ้าตะกอนลุดลงมากก็จะกรองใหม่ได้ง่ายกว่าที่จะกรองของเหลวทั้งหมด เมื่อใช้บีกเกอร์ใบเก่ารองรับ ในการล้างก็ควรเป่าน้ำไปรอบ ๆ ขอบบนของกระดาศกรองซึ่งมีตะกอนติดอยู่ เมื่อเป่าน้ำจำนวนน้อย ๆ ลงไปสัก 3-4 ครั้งตะกอนจะหล่นลงมารวมกัน ในการเป่านั้นระวังอย่าให้น้ำถูกกับตะกอนโดยตรง เพราะอาจทำให้ตะกอนกระเด็นออกไปได้ เมื่อตะกอนหล่นลงมารวมกันแล้วก็เป่าน้ำล้างโดยเริ่มตั้งแต่ขอบบนของกระดาศกรอง เป่าไปรอบ ๆ จนเมื่อมีน้ำประมาณครึ่งหนึ่งของกระดาศกรอง ถ้าตะกอนจับกันแน่นและมีปริมาณน้อยก็ใช้น้ำล้างแต่น้อย ถ้าตะกอนมีปริมาณมากก็ต้องใช้น้ำจำนวนมาก แต่จะเป็นกรณีใดก็ตามน้ำที่เป่าล้างจะต้องท่วมตะกอนทุก ๆ ครั้ง จำนวนครั้งของการล้างขึ้นอยู่กับชนิดของตะกอนและการล้างโดยตีแคนเทชันมากก่อนด้วย ตะกอนที่เป็นวัณต้องล้างมากกว่าตะกอนที่เป็นผลึก และตะกอนที่เป็นผลึกเล็กต้องล้างมากกว่าตะกอนที่เป็นผลึกโต การที่จะล้างตะกอนให้สะอาดต้องล้างตั้งแต่ 3 ครั้งขึ้นไป เมื่อได้ล้างไปบ้างแล้วหลาย ๆ ครั้ง (มากกว่า 4 ครั้ง) ควรตรวจดูว่าได้ล้างตะกอนสะอาดแล้วหรือยัง โดยเอาหลอดทดลองมารองรับน้ำที่กรองครั้งสุดท้าย แล้วเติมรีเอเจนต์ที่จะให้ตะกอนหรือให้สีกับสารละลายซึ่งติดมากับตะกอนและต้องการจะล้างออกให้หมดเป็นต้นว่า ในการกรองต้องการล้างตะกอนให้หมดคลอไรด์ เมื่อเติมสารละลายเงินไนเตรตลงไปหลอดทดลองที่รองรับน้ำที่กรองครั้งสุดท้ายถ้าไม่มีตะกอนหรือไม่ขุ่นขาว แสดงว่าล้างคลอไรด์ออกหมดแล้ว ก่อนตรวจดูว่าล้างตะกอนสะอาดหรือยัง ควรเป่าน้ำล้างก้านกรวยเสียก่อน เพราะสารละลายที่ล้างมาครั้งแรกอาจติดอยู่ที่ด้านนอกของปลายกรวย (ปลายกรวยต้องไม่จุ่มอยู่ในของเหลวในภาชนะที่รองรับ) แล้วจึงเอาหลอดทดลอง

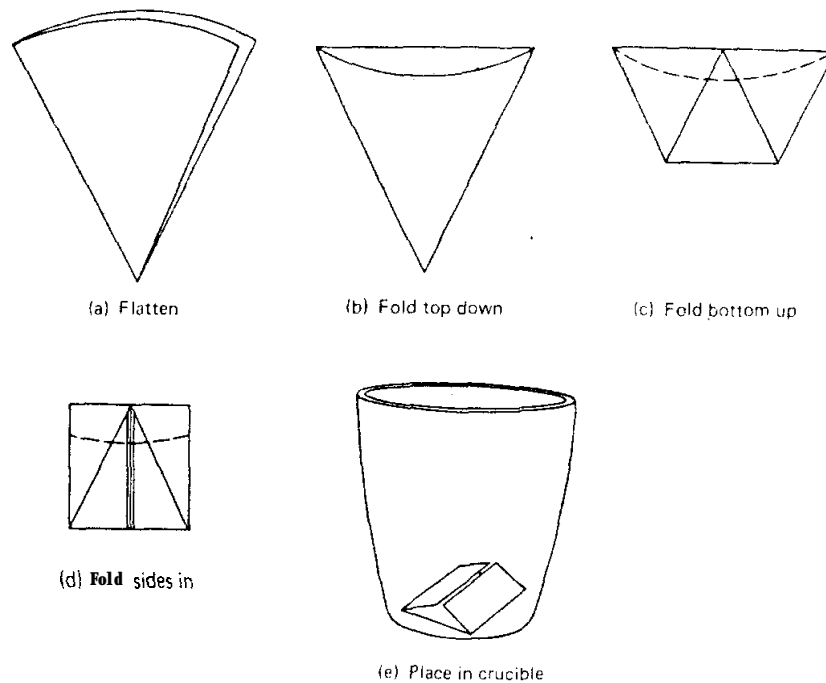
ไปรอน้ำที่ล้างครั้งสุดท้าย 1-2 ลบ.ซม. แล้วเติมรีเอเจนต์ที่เหมาะสมไป 1-2 หยด แล้วส่องดูถ้ามีตะกอนหรือขุ่นก็ล้างต่อไปอีก 2-3 ครั้ง แล้วทดลองใหม่จนกระทั่งหยดรีเอเจนต์ลงไปแล้วไม่มีอะไรเปลี่ยนแปลง ถ้าจะต้องเอาของเหลวที่กรองไปหาส่วนประกอบอื่น ๆ ควรล้างให้มากที่สุด ก่อนที่จะตรวจว่าตะกอนสะอาดหรือยัง

3.1.5 การพับกระดาษกรองที่มีตะกอนใส่ในครุชชีเบลสำหรับเผา เมื่อทำการกรองตะกอนและล้างตะกอนเสร็จแล้ว ต้องนำตะกอนที่อยู่ในกระดาษกรองไปทำให้แห้งหรือเผาให้อยู่ในรูปของสารประกอบที่มีองค์ประกอบแน่นอน เครื่องมือที่ใช้สำหรับใส่ตะกอนพร้อมกระดาษกรองเพื่อเผาให้ได้น้ำหนักคงที่ คือ เบ้าฟอร์ชเลนที่มีฝาปิด มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.10 เรียกว่าเบ้าครุชชีเบล ก่อนนำเบ้าครุชชีเบลมาใส่ตะกอนต้องนำไปหาน้ำหนักที่คงที่ของเบ้าก่อน โดยเผาเบ้าเปล่า ๆ ที่อุณหภูมิเดียวกับที่จะเผาตะกอนจนได้น้ำหนักคงที่ จากนั้นจึงนำมาใส่ตะกอนที่อยู่ในกระดาษกรอง วิธีการพับกระดาษกรองที่มีตะกอนอยู่ด้วยให้พับตามที่แสดงไว้ในรูปที่ 2.11 เมื่อนำกระดาษกรองพร้อมตะกอนออกจากกรวยแล้วทำให้แบนจะได้กระดาษกรองเป็นทรงสามเหลี่ยมดังแสดงในรูป (a) ต่อจากนั้นพับด้านบนของสามเหลี่ยมลงดังรูป (b) แล้วพับด้านล่างขึ้นดังรูป (c) จากนั้นให้พับด้านข้าง 2 ข้างเข้า ดังรูป (d) จะได้ห่อของตะกอนเป็นทรงสี่เหลี่ยมจึงบรรจุลงในครุชชีเบล



รูปที่ 2.10 เบ้าครุชชีเบลพร้อมฝา

ในกรณีที่มีตะกอนอยู่ในกระดาษกรองมาก ไม่ต้องพับด้านล่างขึ้น (ไม่ต้องพับข้อ c) เพราะจะทำให้กระดาษกรองฉีกขาดได้ง่าย เมื่อต้องการนำห่อของตะกอนใส่ลงในครุชชีเบล ให้ใส่ด้านปลายแหลมซึ่งมีตะกอนอยู่มากลงไปยังก้นเบ้า



รูปที่ 2.11 แสดงวิธีการพับกระดาษกรองที่มีตะกอนใส่ลงใน ครูซิเบิลก่อนนำไปเผา

จะเห็นได้ว่าการใช้กระดาษกรองกรองตะกอนสามารถทำได้ง่าย ใช้ได้สะดวก หาใช้ได้ง่ายและราคาถูก เหมาะสำหรับงานที่ต้องการความถูกต้องพอสมควร จึงนิยมใช้กระดาษกรองมากในห้องปฏิบัติการ แต่อย่างไรก็ตามกระดาษกรองจะมีที่ใช้น้อยกว่าเบ้ากรอง ด้วยเหตุของความบกร่องของกระดาษกรองเอง คือ

1. กระดาษกรองถูกกัดได้โดยสารละลายบางอย่าง เช่น กรดและเบสที่เข้มข้นและตัวออกซิไดส์บางอย่าง
2. เมื่อกรองสารละลายจำนวนมาก กระดาษกรองอาจปริออกและยุ่ยได้
3. กรองได้ช้า เพราะไม่ได้ใช้กับเครื่องดูด (pump)
4. เมื่อต้องทำตะกอนให้แห้งโดยการเผาตะกอน ตะกอนอาจถูกรีดิวซ์ได้โดยคาร์บอนจากกระดาษกรอง

โดยทั่วไปแล้วกระดาษกรองใช้สำหรับกรองตะกอน ซึ่งเมื่อนำไปเผาแล้ว ต้องไม่ถูกรีดิวซ์ด้วยคาร์บอนจากกระดาษกรอง และในการกรองตะกอนซึ่งจะต้องนำไปเผาและชั่งน้ำหนักตะกอนนั้น

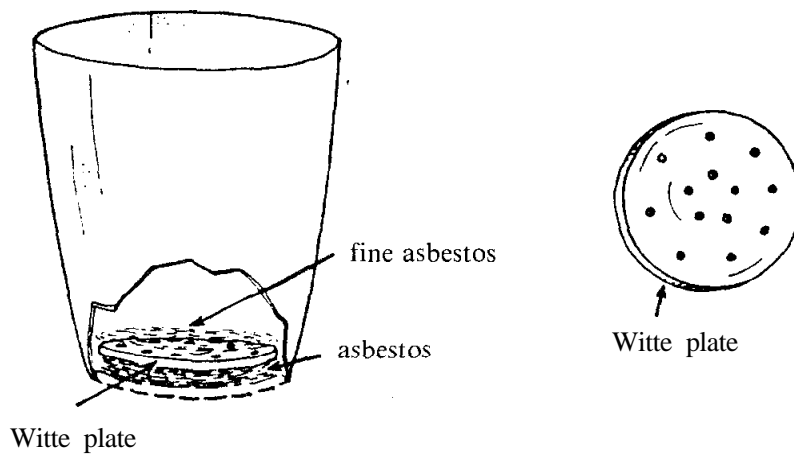
กระดาษกรองที่ใช้ควรเป็นแบบไม่มีขี้เถ้า (ashless หรือ ash-free) ถ้ากระดาษกรองเป็นแบบมีขี้เถ้า จะต้องบอกจำนวนเปอร์เซ็นต์เถ้าไว้ที่กล่องให้ทราบ อย่างไรก็ตาม สำหรับงานที่ต้องการความถูกต้องพอประมาณก็อาจใช้กระดาษกรองเก็บตะกอนบางอย่างได้ โดยเมื่อกรองและล้างแล้วก็ทำให้แห้งและชั่ง น้ำหนักทั้งหมดที่ชั่งได้ลบด้วยน้ำหนักกระดาษกรองก็จะเป็นน้ำหนักของตะกอน

กิจกรรมที่ 2.5

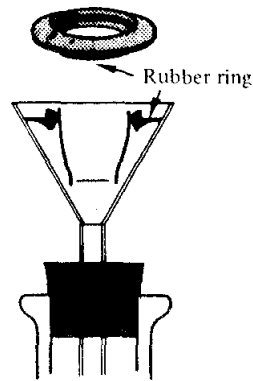
ให้นักศึกษาลองพับกระดาษกรองที่มีตะกอนใส่ลงในแก้วครุชชีเบล ตามวิธีที่แสดงในรูปที่ 2.11

3.2 การกรองด้วยเบ้า (Filter crucibles) เบ้ากรองเหมาะสำหรับการกรองตะกอนที่ถุกรีดิวซ์ได้ง่ายด้วยคาร์บอนจากกระดาษกรองเมื่อนำไปเผาเพื่อทำให้แห้ง และเหมาะสำหรับตะกอนที่ไม่ต้องการการเผาที่อุณหภูมิสูง การใช้เบ้ากรองในการกรองตะกอนต้องใช้เครื่องดูดช่วยจึงจะทำให้กรองตะกอนได้รวดเร็ว ใช้สำหรับการกรองตะกอนขนาดใด ๆ ก็ได้ยกเว้นตะกอนที่เป็นอนุพันธ์ เพราะจะไปอุดรูเบ้ากรองทำให้กรองได้ยาก เบ้ากรองมีหลายชนิด ได้แก่

3.2.1 เบ้ากรองกูช (Gooch crucible) เบ้ากรองกูชมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.12 เป็นเบ้าพอร์ซเลนที่มีรูเล็ก ๆ ที่ก้นเบ้า เมื่อต้องการใช้กรองตะกอนต้องนำมาปูด้วยแอสเบสตอส (asbestos) ก่อน วิธีการเตรียมเบ้ากูชเพื่อใช้ในการกรองทำได้ดังนี้คือ ใช้ขวดดูดขนาด 500 ลบ.ซม. ซึ่งมีจุกยางปิดสนิท เจาะจุกยางแล้วสวมกรวยสำหรับรองรับเบ้ากูชลงไป เอาเบ้ากูชวางในกรวยโดยมีจุกยางรองให้แนบสนิทกับกรวย กรวยและยางรองรับเบ้ากูชมีรูปร่างต่าง ๆ กัน บางอย่างอาจทำเป็นยางทั้งอัน ซึ่งมีหลอดแก้วสอดเป็นเดือยลงมาข้างล่างและมีช่องให้วางเบ้าข้างบน เนื่องจากต้องใช้กับเครื่องดูด ดังนั้น ยางต้องแน่นสนิทและต้องวางเบ้าให้ลึกพอเหมาะ เพื่อให้ช่องหลอดที่ออกมาไม่สัมผัสกับยาง ดังแสดงในรูปที่ 2.13 หลอดแก้วที่นำของเหลวออกต้องอยู่ลึกพอเหมาะเพื่อให้ของเหลวไหลสู่ suction flask โดยไม่มีส่วนใดส่วนหนึ่งออกไปทางช่องที่ต่อกับเครื่องดูด



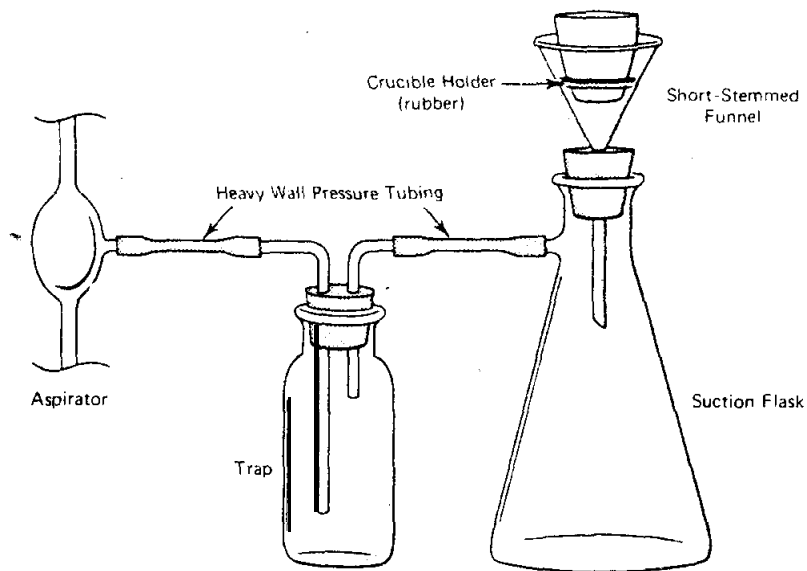
รูปที่ 2.12 เบ้ากรองกฤษ



รูปที่ 2.13 การวางเบ้ากฤษบนกรวยที่ต่อกับขวดดูด

ก่อนที่จะนำเบ้ากฤษไปวางบนกรวยที่ต่อกับขวดดูดให้ตัดใยแก้ว (glass wool) ให้เป็นแผ่นบาง ๆ รูปวงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเท่ากับกันเบ้ากฤษ วางลงบนเบ้ากฤษก่อนแล้วจึงนำไปวางบนกรวยที่ต่อกับขวดดูด จากนั้นต่อขวดดูดเข้ากับขวดปลอดภัย (Safety bottle) หรือแทรป (trap) แล้วต่อเข้าเครื่องดูดดังแสดงในรูป 2.14 จากนั้นใช้แท่งแก้วนำค้อย ๆ เทสารละลายแขวนลอยแอสเบสตอส (ที่เตรียมตามวิธี ข้อ 3.2.1.1) ลงไปพอคลุมรูเบ้ากฤษให้ทั่ว ให้เติมไปประมาณ $\frac{1}{2}$ ถึง $\frac{2}{3}$ ของเบ้ากฤษ ทิ้งไว้ 2-3 นาที เพื่อให้แอสเบสตอสบางส่วนตกลงคลุมรูของเบ้า แล้วเปิดเครื่องดูดเบา ๆ ค้อย ๆ เทสารละลายแขวนลอยแอสเบสตอสลงไปอีก จนหนาพอตามความ

ต้องการ โดยทั่ว ๆ ไปแล้วให้แอสเบสตอสหนาประมาณ 1-2 มิลลิเมตร ซึ่งสามารถบอกได้ว่าหนาพอแล้วหรือยังโดยหยุดเครื่องดูด แล้วยกเบ้ากุ่มขึ้นส่องให้ถูกแสงสว่างและมองผ่านไป ถ้าเห็นแสงที่รูก้นเบ้าจาง ๆ ก็ใช้ได้ จากนั้นเอาเบ้าวางเข้าที่ เปิดเครื่องดูดแรง ๆ และใช้แท่งแก้วนำรินน้ำล้างแอสเบสตอส (ก่อนจะรินน้ำหรือของเหลวลงไปเบ้าต้องเปิดเครื่องดูดก่อนเสมอ มิฉะนั้นแอสเบสตอสจะหลุดกระจาย) รินน้ำลงเรื่อยไป จนเมื่อเอาหน้าที่กรองได้ครั้งหลังสุดมาส่องดูกับแสงสว่างแล้วไม่มีใยละเอียดของแอสเบสตอสหลุดลงมาก็หยุดเครื่องดูด แล้วเอาเบ้ากุ่มไปทำให้แห้ง และเผาที่อุณหภูมิเท่ากับที่ต้องการเผาระยะก่อน (ถ้าเผาโดยใช้ตะเกียงต้องเอาเบ้ากุ่มวางลงในเบ้าพอร์ซเลนแล้วเผาเบ้าพอร์ซเลน) ทำให้เย็นในโถอบประมาณครึ่งชั่วโมงนำไปซึ่ง แล้วเอามาวางเข้าที่ใหม่เปิดเครื่องดูดแล้วลองรินน้ำลงไปอีกประมาณ 200 ลบ.ซม. ทำให้แห้ง เผาทำให้เย็น และซัง เช่นเดียวกับที่ทำมาแล้ว ถ้าน้ำหนักคงที่ (ต่างกันไม่เกิน 0.2 มิลลิกรัม) เบ้ากุ่มนี้ก็เหมาะสำหรับการทดลองต่อไป ในการใช้เบ้ากุ่มควรทราบด้วยว่าแอสเบสตอสดูดความชื้นได้บ้าง จึงควรเก็บไว้ในโถอบและตรวจสอบให้มีน้ำหนักคงที่ก่อนใช้เสมอ ถ้าต้องการใช้เบ้ากุ่มกรองตะกอนที่มีขนาดเล็กจะต้องเตรียมเบ้ากุ่มให้มีชั้นของแอสเบสตอสที่ละเอียดอีกชั้นหนึ่ง โดยใช้แผ่นวิทต์ (Witte plate) วางทับบนเบ้ากุ่มที่เตรียมเสร็จแล้ว จากนั้นนำไปต่อกับเครื่องดูดและเทสารละลายแขวนลอยแอสเบสตอสที่ละเอียดลงไปปกคลุมอีกชั้นหนึ่ง ดูรูปที่ 2.12 จากนั้นล้างเบ้าจนแน่ใจว่าใยแอสเบสตอสจะไม่หลุดออกมาเมื่อทำการกรองตะกอน เบ้ากุ่มไม่ค่อยนิยมใช้กันเพราะมีวิธีการเตรียมก่อนใช้ที่ยุ่งยากดังที่กล่าวมา ส่วนเบ้ากรองชนิดอื่นไม่ต้องผ่านการเตรียมสามารถนำมาใช้ได้เลย เพียงแต่นำมาล้างด้วยกรดเกลือเจือจางหรือน้ำเพื่อขจัดสิ่งเจือปนที่ติดอยู่ที่เบ้า แล้วก็นำมาใช้งานได้เลย



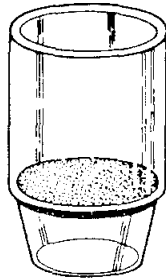
รูปที่ 2.14 รูปแสดงการต่อเครื่องมือในการใช้เบ้ากรองตะกอน

3.2.1.1 การเตรียมสารละลายแขวนลอยแอสเบสตอส (Asbestos suspension)

ถ้าแอสเบสตอสที่ใช้เป็นชนิดอย่างดีเตรียมได้โดยนำมาละลายน้ำให้มีความข้นพอเหมาะแต่ถ้าเป็นชนิดแอมไฟบอล (amphibole type) ต้องนำมาเตรียมใหม่โดยซังแอสเบสตอสมา 125 กรัม กวนกับกรดเกลือเข้มข้น 1 : 2 จำนวน 3 ลูกบาศก์เดซิเมตร ตั้งทิ้งไว้ 3-4 วัน (คนสารละลายบ้างเป็นครั้งคราว) แล้วนำมกรอบบนกรวยบุชเนอร์ (Buchner funnel) โดยไม่ต้องใช้กระดาษกรอง ล้างด้วยด่างน้ำกลั่น 0.5-1.0 ลูกบาศก์เดซิเมตร นำแอสเบสตอสที่ได้มากวนกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 2 จำนวน 3.0 ลูกบาศก์เดซิเมตร ตั้งทิ้งไว้ 6-8 ชั่วโมง กรองด้วยกรวยบุชเนอร์โดยไม่ใช้กระดาษกรองเช่นกัน ล้างแอสเบสตอสที่ได้ด้วยกรดเกลือเข้มข้น 4.0 F จำนวน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนหมดฤทธิ์กรด นำเอาแอสเบสตอสที่ได้มาเติมน้ำกลั่น 3.0 ลูกบาศก์เดซิเมตรกวนให้เป็นสารละลายแขวนลอยเวลาจะนำเอาไปใช้ต้องนำสารละลายแขวนลอยนี้ไปเจือจางด้วยน้ำกลั่นอีกสามเท่าตัว

3.2.2 เบ้ากรองก้นพรุน (Porus-bottom filter crucibles) เบ้าประเภทนี้ใช้เช่นเดียวกับเบ้ากุช แต่ดีกว่าที่ใช้กรองได้โดยไม่ต้องเตรียมซังแอสเบสตอส เบ้าประเภทนี้มีหลายชนิดซึ่งเผาได้ที่อุณหภูมิต่างกัน ถ้าเป็นเบ้าพอร์ซเลนที่มีแผ่นพอร์ซเลนพรุนอยู่ที่ก้นเบ้าจะเผาได้ประมาณ 1,100° C

ถ้าเป็นแก้วที่มีแผ่นแก้วพูนอยู่ที่ก้นแก้วจะเผาได้สูงสุด 500°C และต้องใช้ความระมัดระวังมาก ดังนั้น ส่วนใหญ่จะใช้ที่อุณหภูมิไม่เกิน 250°C ถ้าเป็นแก้วควอทซ์ที่มีแผ่นควอทซ์พูนอยู่ที่ก้นจะเผาได้สูง 1,050°C ถ้าเป็นเบ้าอลันดัม (alundum) จะเผาได้สูง 1,450°C เบ้าที่นิยมใช้ทั่วไปคือเบ้ากรองแก้วที่มีแผ่นแก้วพูนซึ่งเรียกว่า Sintered glass crucible มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 เบ้ากรองแก้ว (Sintered glass crucible)

เบ้ากรองแก้วที่ใช้สำหรับกรองตะกอนจะมีขนาดของรูพูนต่าง ๆ กัน ดังแสดงในตารางที่ 2.3 จะต้องเลือกขนาดของรูพูนให้เหมาะสมกับขนาดของตะกอนในการใช้เบ้ากรองแก้วกรองตะกอน

ตารางที่ 2.3 ตารางแสดงขนาดรูพูนของเบ้ากรองแก้ว

ชื่อ		ขนาดพูน	เส้นผ่าศูนย์กลาง ของรูพูน (microns)	ที่ใช้
Corning	Pyrex			
EC	G1	ใหญ่พิเศษ	100 – 200	กรองตะกอนที่ใหญ่มาก
G	G2	ใหญ่	40 – 50	กรองตะกอนที่ใหญ่
M	G3	ปานกลาง	20 – 50	กรองตะกอนที่เป็นผลึกโดยทั่วไป
F	G4	เล็ก	5 – 10	กรองตะกอนที่เป็นผลึกเล็ก เช่น BaSO ₄ , AgCl
GF	G5	เล็กพิเศษ	2 – 10	ใช้ทางชีวเคมี

เบ้ากรองแก้วที่ทำจากบริษัทที่ต่างกันจะใช้เครื่องหมายหรือเบอร์เลขในการบอกขนาดของรูพรุนต่าง ๆ กัน ดังนั้นก่อนใช้จะต้องทราบให้แน่ชัดเสียก่อน ซึ่งในแคตตาล็อกของเครื่องมือที่สั่งซื้อจะบอกให้ทราบว่าเบอร์ไหน ใช้กรองตะกอนขนาดใด

เบ้าเหล่านี้เมื่อใช้เสร็จแล้วก็ต้องรีบทำความสะอาดทันที เขย่าตะกอนออกเสียก่อนให้หมด แล้วตะกอนที่เหลือติดค้างอยู่บ้างก็ล้างออกด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม ซึ่งจะต้องรู้ว่าสารที่ติดอยู่นั้นละลายได้ในอะไร ซึ่งจะขอกกล่าวเพียงบางอย่างคือ ตะกอนแบเรียมซัลเฟตล้างด้วยกรดกำมะถันเข้มข้นที่ร้อน ตะกอนเงินคลอไรด์ ล้างด้วยสารละลายแอมโมเนีย สารอินทรีย์ต่าง ๆ ล้างด้วยกรดดินประสิวเข้มข้นที่ร้อน ซัลไฟด์ของโลหะต่าง ๆ ล้างโดยกรดกำมะถอน แมงกานีสไดออกไซด์ล้างด้วยกรดเกลือเข้มข้น การล้างอาจทำโดยแช่เบ้าในภาชนะที่ใส่รีเอเจนต์เหล่านี้ หรือเอารีเอเจนต์เหล่านี้เทสวนทางกันกับเมื่อใช้ในการกรอง

3.2.3 เบ้ามันโร (munro crucibles) เป็นเบ้าแพลทินัม (platinum) ซึ่งเป็นรูพรุนและมีแผ่นแพลทินัม เป็นเครื่องกรอง เครื่องกรองนี้เตรียมโดยเติมแอมโมเนียมคลอโรแพลทีเนต (ammonium chloroplatinate) ลงไปในเบ้าหนาประมาณ 0.25-0.50 เซนติเมตร ที่ทำให้ขึ้นฟองเปียกด้วยแอลกอฮอล์ แล้วค่อยๆ เผาจนเบ้าเป็นสีแดงเข้ม เมื่อเผาแอมโมเนียมคลอโรแพลทีเนตจะสลายตัวเหลืออยู่แค่แพลทินัมโปร่งพรุนคล้ายฟองน้ำ แล้วจึงใช้แท่งแก้วค่อยๆ เชี่ยจัดเรียงให้เรียบ ชั้นแพลทินัมนี้จะกรองได้แม้จะเป็นตะกอนที่ละเอียดมากและกรองได้รวดเร็ว ประโยชน์ของเบ้าชนิดนี้คือ ทนทานต่อการกัดของสารละลายเกือบทุกชนิด และสามารถทนความร้อนที่อุณหภูมิสูงเมื่อใช้แล้วล้างตะกอนออกด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสมจะให้ชั้นแพลทินัมที่ทำได้แล้วคงอยู่ในรูปเดิมโดยไม่กระทบกระเทือน แต่เบ้าชนิดนี้มีราคาแพงมาก

การกรองตะกอนด้วยเบ้ากรองทั้งสามประเภทที่กล่าวมา ก่อนใช้กรองตะกอนต้องทำความสะอาดเบ้าและอบหรือเผาที่อุณหภูมิเดียวกับที่จะเผาตะกอนจนได้น้ำหนักคงที่เสียก่อน ในการทำให้ร้อนหรือเย็นอย่าทำให้อุณหภูมิเปลี่ยนทันทีทันใดเพราะจะทำให้แตกร้าวได้ ถ้าเผาด้วยตะเกียงต้องมีถ้วยพอร์ซเลนอยู่ชั้นนอกอีกที เมื่อต้องการใช้เบ้ากรองตะกอนให้ต่อกับเครื่องดูดตั้งที่กล่าวไว้ในหัวข้อของเบ้ากุกซ์ น้ำ กรดเจือจางและแอมโมเนีย เมื่อกรองผ่านเบ้าจะไม่ทำให้น้ำหนักของเบ้าเปลี่ยนไป (น้ำหนักจะลดลงอย่างมากที่สุด 0.1 ถึง 0.2 มิลลิกรัม) แต่พวกแอลคาไลไฮดรอกไซด์จะกัดเบ้าได้โดยเฉพาะเมื่อร้อนจะกัดกร่อนได้ดี เบ้าจะดูดความชื้นเพียงเล็กน้อย ดังนั้นก่อนนำมาใช้ต้องตรวจสอบหาน้ำหนักที่คงที่ของเบ้าทุกครั้ง

การกรองด้วยเบ้ากรองมีข้อดีหลายประการ จึงนิยมใช้กันมากกว่าการกรองด้วยกระดาษกรอง ข้อดีของเบ้ากรอง คือ

- ก. สามารถทำให้ตะกอนในเบ้ากรองแห้งได้พอประมาณและรวดเร็วจากการใช้เครื่องดูด
- ข. การกรองทำได้เร็วกว่าเพราะต่อกับเครื่องดูด
- ค. สามารถล้างตะกอนได้ผลดีกว่า ใช้น้ำล้างตะกอนได้ครั้งละมาก ๆ โดยไม่เสียเวลา
- ง. การเผาตะกอนในเบ้าทำได้สะดวกและรวดเร็วกว่าเพราะไม่ต้องเสียเวลาเผากระดาษกรองให้ไหม้เกรียมหมดไป

จ. ตะกอนไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากการรีดิวซ์ของคาร์บอนเนื่องจากไม่ได้ใช้กระดาษกรอง

อย่างไรก็ดีเบ้ากรองมิใช่จะใช้ได้ในทุกโอกาส มีบางกรณีที่ไม่เหมาะกับการใช้เบ้ากรองสำหรับกรองตะกอน เช่น ตะกอนที่เป็นฝุ่นซึ่งจะอุดรูเบ้ากรองทำให้กรองยาก และเอาออกจากเบ้ากรองยาก นอกจากนั้นตะกอนที่อบแห้งแล้วจะต้องเอาออกจากเบ้ากรองโดยใช้สารละลายบางชนิดไปละลายตะกอนก็ไม่เหมาะที่จะใช้เบ้ากรองกรองตะกอน เพราะสารละลายบางชนิดอาจกัดเบ้ากรองได้

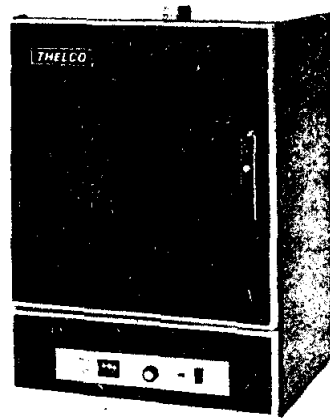
การล้างตะกอนในเบ้ากรอง

ถ้าเป็นเบ้ากรองทั่ว ๆ ไปที่ไม่ใช่เบ้ากูช (Gooch crucible) การล้างตะกอนบนเบ้ากรองมักไม่ค่อยประสบปัญหาในการล้างมากนัก การล้างตะกอนในเบ้ากรองกูชต้องใช้ความระมัดระวังเป็นพิเศษ ถ้านิดน้ำล้างตะกอนแรงเกินไปและเปิดเครื่องดูดแรงเกินไปจะทำให้ชั้นกรองแอสเบสตอสที่เตรียมไว้หลุดกระจายทำให้ตะกอนลอดผ่านเครื่องกรองได้ เทคนิคในการล้างทั่ว ๆ ไปทำได้ดังนี้ ในขั้นแรกเมื่อถ่ายตะกอนลงสู่เบ้ากรองเรียบร้อยแล้วให้ปิดเครื่องดูดและฉีดน้ำล้างตะกอนลงไปที่ปากเบ้ากรอง ห้ามฉีดน้ำล้างตะกอนไปที่ตะกอนโดยตรงจะทำให้ความแรงของการฉีดน้ำล้างตะกอนทำให้ตะกอนกระเด็นหรือเบ้ากูชเสียหายได้ เมื่อฉีดน้ำล้างตะกอนลงไปเบ้ากรองแล้วอย่าเปิดเครื่องดูดทันทีควรให้น้ำล้างตะกอนคลุมตะกอนไว้สักครู่หนึ่ง แล้วจึงเปิดเครื่องดูดทำแบบนี้หลาย ๆ ครั้ง จนแน่ใจว่าได้ล้างตะกอนสะอาดแล้วโดยนำน้ำล้างตะกอนครั้งสุดท้ายมาทดสอบดู สำหรับเครื่องดูดจะต้องต่อกับขวดปลอดภัย (Safety bottle) ก่อนเพื่อกันไม่ให้ของเหลวถูกดูดเข้าไปในเครื่องดูดซึ่งจะทำให้เครื่องดูดเสียหาย ในกรณีที่ใช้น้ำเป็นเครื่องดูดก็จะกันไม่ให้น้ำถูกดูดกลับเข้าไปในขวดดูด และที่ต่อระหว่างขวดดูดกับขวดปลอดภัยต้องมีที่หนีบสายยางไว้เพื่อรับความแรงเบาของการดูด

4. เครื่องมือที่ใช้ในการเผาตะกอนหรือทำให้ตะกอนแห้ง การเผาตะกอนจะให้ความร้อนแก่

ตะกอนมากน้อยขนาดใดขึ้นอยู่กับชนิดของตะกอน ถ้าตะกอนเพียงแต่ต้องการทำให้แห้งโดยไล่ไอน้ำออกจากตะกอนและการกรองตะกอนทำโดยใช้เบ้ากรอง เราสามารถทำให้ตะกอนมีน้ำหนักคงที่ได้โดยใช้เตาอบไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิได้ แต่ถ้าเป็นตะกอนชนิดที่ใช้กระดาษกรองและต้องการอุณหภูมิสูงในการไล่ไอน้ำหรือเปลี่ยนองค์ประกอบของตะกอนให้มีสูตรทางเคมีที่แน่นอน ตะกอนชนิดนี้ต้องใช้อุณหภูมิสูง ดังนั้นเราจะเผาเบ้าครุชชีเบลที่มีตะกอนด้วยตะเกียงก๊าซ นั่นคือเทคนิคในการเผาตะกอนหรือทำให้ตะกอนแห้งจึงแบ่งได้เป็น 2 วิธี ดังนี้

4.1 การอบหรือเผาตะกอนที่อยู่ในเบ้ากรอง เครื่องมือที่ใช้ในการอบตะกอนในเบ้ากรองคือเตาอบไฟฟ้า ดังแสดงในรูปที่ 2.16 เป็นเตาอบที่สามารถปรับอุณหภูมิให้สูงต่ำตามต้องการและมีอุณหภูมิกองที่ ปรับได้ตั้งแต่ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 250°C . เหมาะสำหรับการทำตะกอนให้แห้งเท่านั้น ไม่ควรใช้เป็นที่ให้ความร้อนสำหรับภาวะระเหยหรือการย่อยตะกอน ถ้าสารที่ทำให้แห้งนั้นให้ไอที่กัดกร่อน (corrosive fume) ควรทำให้ระเหย หรือทำให้แห้งจากภายนอกให้เหลือไอที่กัดกร่อนน้อยที่สุดก่อนที่จะใส่เข้าไปในตู้อบ มิฉะนั้นอาจจะทำให้ขดลวดเกิดการสึกกร่อนได้ เบ้ากรองที่จะทำให้แห้งควรบรรจุอยู่ในภาชนะที่มีฝาปิดเพื่อป้องกันผงหรือสนิมเหล็กอันเกิดจากภายในตู้อบและป้องกันการกระเด็นของสารอื่นเข้ามาปะปนถ้ามีการอบสารหลาย ๆ ชนิดในเตาอบ



รูปที่ 2.16 เตาอบไฟฟ้าสำหรับอบตะกอนในเบ้ากรองให้แห้ง

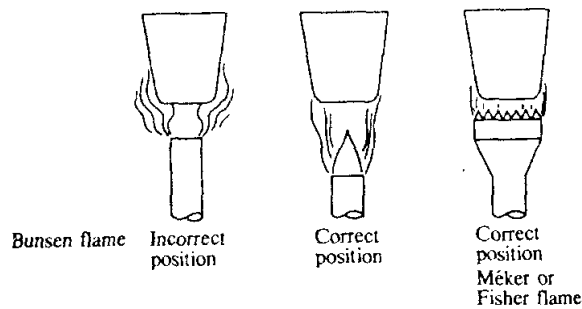
ตะกอนที่ต้องการทำให้แห้งโดยการอบไล่ไอน้ำควรดูน้ำที่ออกจากเบ้ากรองให้มากที่สุดเท่าที่จะทำได้เสียก่อน (ถ้าจะให้ดียิ่งขึ้นก็ล้างด้วย acetone จำนวนน้อย ๆ อีกครั้งหนึ่งหรือสองครั้ง) แล้วเอาวางลงในบีกเกอร์ เอาแก้วตะขอวางลงบนปากบีกเกอร์จากนั้นเอากระจกนาฬิกาวางทับอีกทีหนึ่ง แล้วจึงเอาเข้าเตาอบไฟฟ้าซึ่งตั้งอุณหภูมิตามที่กำหนดไว้ อบเป็นเวลานานประมาณ

1 - 1½ ชั่วโมง เก็บไว้ให้เย็นในโถอบแล้วนำไปชั่ง หลังจากนั้นให้นำมาอบอีกครั้งชั่วโมง และนำไปชั่งอีกทำแบบนี้จนกระทั่งได้น้ำหนักคงที่

ถ้าต้องการทำให้ตะกอนที่อยู่ในเบ้ากรองแห้งที่อุณหภูมิสูง ๆ โดยการเผาด้วยเตาเผาไฟฟ้าที่ปรับอุณหภูมิได้ ควรทำเข้าให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C เสียก่อนแล้วจึงค่อยนำไปใส่ในเตาเผาไฟฟ้า ทั้งนี้เพราะถ้านำเบ้ากรองที่เย็นใส่ในเตาไฟฟ้าที่มีอุณหภูมิสูงทันทีจะทำให้เบ้ากรองเกิดการแตกร้าวได้

ถ้าต้องการเผาเบ้ากรองด้วยตะเกียงควรวางเบ้าปิดเบ้ากรอง แล้ววางลงในเบ้าพอร์ตซีเลนหรือเบ้าอื่น ๆ ที่ใหญ่กว่าเสียก่อนแล้วจึงเอาไฟเผาเบ้าขึ้นนอก ไม่ควรเผาเบ้ากรองด้วยไฟโดยตรง เพราะก๊าซจากตะเกียงอาจถูกกับตะกอนแล้วรีดิวิธตะกอนได้

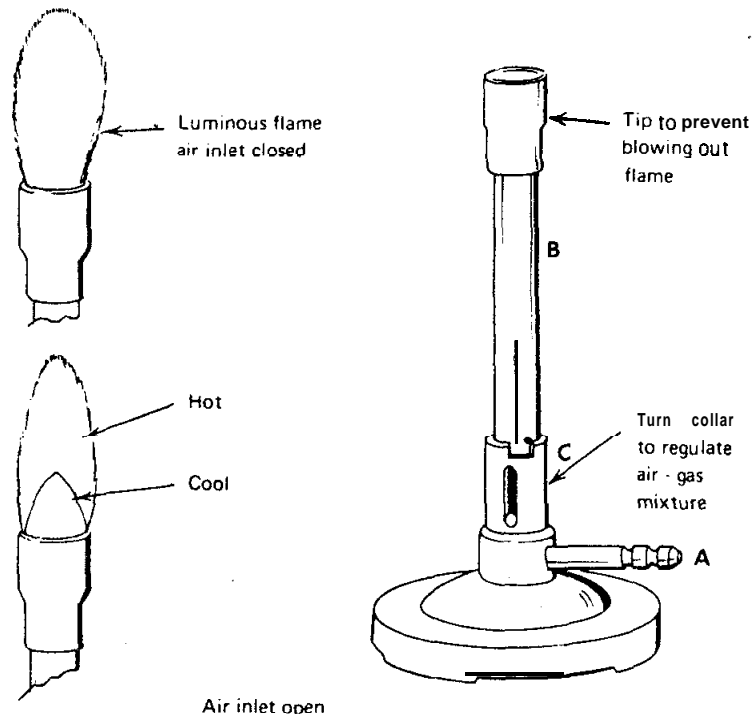
4.2 การเผาระกอนที่อยู่ในกระดาษกรอง ตะกอนบางชนิดต้องใช้อุณหภูมิสูง ๆ จึงจะทำให้แห้งโดยปราศจากน้ำได้ และมีส่วนประกอบทางเคมีที่แน่นอน เช่น ตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ $Fe(OH)_3 \cdot x H_2O$ ต้องนำมาเผาที่อุณหภูมิสูง ๆ เพื่อให้ได้ตะกอนเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) เครื่องมือที่ใช้ในการเผาคือตะเกียงก๊าซ ตะเกียงก๊าซที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทั่ว ๆ ไปคือตะเกียงบุนเซน (Bunsen) ให้ความร้อนได้ไม่เกิน 1000°C และตะเกียงเมเกอร์หรือฟิชเชอร์ ซึ่งให้ความร้อนได้ถึง 1200°C ตะเกียง 2 ชนิดนี้มีตำแหน่งที่ให้ความร้อนที่ถูกต้องต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 แสดงตำแหน่งที่ถูกต้องในการใช้ตะเกียงเผาระกอนในครุฑีเบิล

การใช้ตะเกียงบุนเซนทำได้โดยผ่านก๊าซเชื้อเพลิงเข้าไปให้เต็มที ปิดช่องอากาศแล้วจุดไฟจะได้เปลวไฟสีเหลืองที่สามารถปรับความสูงของเปลวไฟได้ตามต้องการ โดยหมุนท่อตะเกียงส่วนบนแล้วลือคด้วยวงแหวนจนแน่น ค่อย ๆ เปิดช่องอากาศให้อากาศเข้าไปจนได้เปลวไฟสีน้ำเงินหรือสีม่วงอ่อน ที่ปราศจากสีเหลืองและแดงอิฐ เปลวไฟที่ได้จะแบ่งเป็นสองส่วน ส่วนที่อยู่ข้างในของ

เปลวไฟมีคุณสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ (reducing flame) เนื่องจากประกอบด้วยก๊าซที่ไม่ถูกเผาเป็นส่วนใหญ่ ส่วนเปลวไฟที่อยู่รอบนอกจะมีสีม่วงอ่อนมีสมบัติเป็นตัวออกซิไดส์ (Oxidizing flame) เพราะบริเวณนี้จะประกอบด้วยก๊าซที่มีคุณสมบัติเป็นตัวออกซิไดส์ เพื่อที่จะให้ได้เปลวไฟที่มีความร้อนมากที่สุด เปลวไฟที่ได้จากตะเกียงเบนเซนนี้ถ้าใช้เผาครุชชีเบลแพลทินัม (Platinum crucible) ที่มีฝาปิดอุณหภูมิภายในครุชชีเบลจะสูงถึงประมาณ $1,000^{\circ}\text{C}$ แต่ถ้าเป็นครุชชีเบลชนิดพอร์ซเลน (porcelain crucible) ที่มีฝาปิดอุณหภูมิจะสูงแค่ $700-800^{\circ}\text{C}$



รูปที่ 2.18 แสดงส่วนประกอบของตะเกียงเบนเซน

A คือทางสำหรับก๊าซเข้า ซึ่งสามารถปรับปริมาณก๊าซได้โดยหมุนท่อ B วงแหวน C ใช้สำหรับปรับช่องอากาศให้อากาศเข้าไปในตะเกียง

กิจกรรมที่ 2.6

ให้นักศึกษาฝึกหัดจุดตะเกียงก๊าซในห้องปฏิบัติการและสังเกตว่าส่วนใดคือ เปลวไฟที่มีคุณสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ และส่วนใดคือเปลวไฟที่เป็นตัวออกซิไดส์

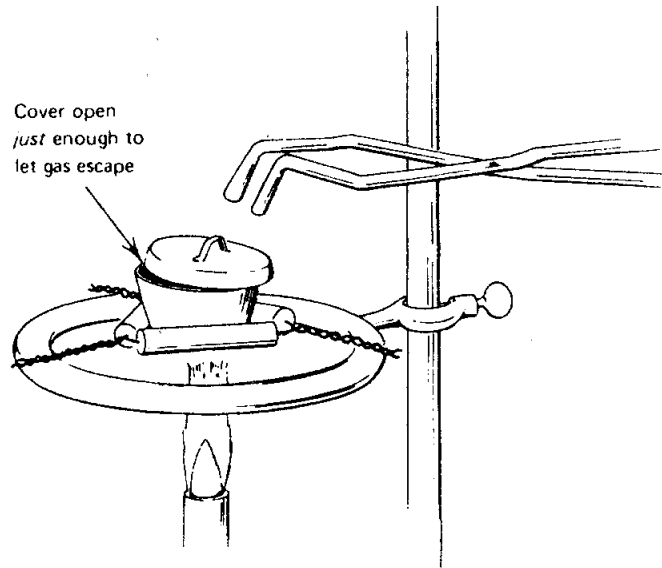
เมื่อทำการกรองตะกอน ล้างตะกอน และพับกระดาษกรองพร้อมตะกอนใส่แก้วครุชชีเบลเรียบร้อยแล้วตามข้อ 3.1.5 ให้นำตะกอนในแก้วมาเผาด้วยตะเกียง ถ้าตะกอนเป็นสารประกอบที่ต้องการอุณหภูมิสูงกว่า 1,000°C การเผาไม่ควรใช้แก้วพอร์ซเลนครุชชีเบล (procelain crucible) เพราะจะทำให้เกิดการแตกร้าวได้ควรใช้แก้วซิลิกาครุชชีเบล หรือแพลทินัมครุชชีเบล ก่อนที่จะนำตะกอนมาเผาควรทำให้น้ำบางส่วนระเหยไปก่อนโดยทิ้งไว้ค้างคืน หรืออบที่อุณหภูมิ 100°C ถ้าเผาไฟแรง ๆ โดยตรงเมื่อมีน้ำในตะกอนอยู่มาก ๆ จะทำให้ตะกอนกระเด็นได้ง่าย ในกรณีที่จะเผาตะกอนทั้งที่ยังเปียกก็ให้เอาแก้วตั้งลงบนสามเหลี่ยมที่วางอยู่บนวงแหวน (ring stand) การใช้วงแหวนดีกว่าสามขา (Tripod) เพราะเลื่อนขึ้นลงได้ ถ้าใช้ตะเกียงเบนเซน ก็ใช้เปลวไฟเล็ก ๆ สูงประมาณ 2 ซม. ให้แก้วสูงจากเปลวไฟประมาณ 10 ซม. ให้ฝาเปิดหลวม ๆ เพื่อให้ไอน้ำออกไปได้ ระหว่างการเผาจะต้องไม่เดือดหรือมีการแตกกระเด็น จะต้องค่อย ๆ ให้ความร้อนเพื่อไม่ให้ตะกอนกระเด็นออกไป ให้ความร้อนต่อไปจนความชื้นออกไปหมด และไม่มีหยดน้ำเกาะที่ด้านในของฝาแก้ว

เมื่อกระดาษกรองแห้งแล้ว ปรับให้แก้วอยู่สูงจากตะเกียงพอเหมาะและใช้ไฟแรงพอประมาณ เพื่อให้กระดาษค่อย ๆ ไหม้เกรียมเป็นถ่าน ฝาแก้วยังคงปิดหลวม ๆ อยู่หรือจะปิดสนิทก็ได้ แต่ต้องเปิดบ้างเป็นครั้งคราว กระดาษกรองจะต้องไม่ลุกติดไฟ ถ้ากระดาษกรองลุกติดไฟให้เอาฝารอบให้ดับเมื่อกระดาษกรองไหม้เกรียมเป็นถ่านหมดแล้ว เอียงแก้วลงมาประมาณ 45 องศา ฝาแก้ววางประกบเป็นช่องให้อากาศถ่ายเทเข้าออกได้ โดยยึดกับลวดของสามเหลี่ยม และให้ปิดไว้ประมาณครึ่งปากแก้วเพิ่มไฟให้แรงขึ้นและเผาแก้วจนเป็นสีแดงน้อย ๆ แต่จะต้องไม่ให้เปลวไฟถูกกับปากแก้ว เปลวไฟไม่ควรใหญ่เกินความจำเป็น

เมื่อคาร์บอนไหม้หมดแล้วให้วางแก้วให้ตั้งตรงปิดฝาไว้ (คาร์บอนที่ติดฝาแก้วทำให้ไหม้หมดไปโดยใช้คีมคีบฝาแก้วรอไว้เหนือเปลวไฟ) แล้วแต่งไฟได้ให้ความร้อนสูงตามความต้องการ เผาต่อไปประมาณ 15-30 นาที หรืออาจนานกว่านั้นตามความเหมาะสม เปลวไฟจะต้องไม่สูงจนล้อมแก้วทั้งหมด และแก้วจะต้องไม่ถูกกับเปลวไฟชั้นใน (ตะกอนบางอย่างจะต้องเผาโดยให้อากาศหมุนเวียนเพียงพอในกรณีนี้ต้องเปิดฝาแก้ว) ถ้าอุณหภูมิที่จะเผาจำกัดอยู่ในระยะแคบ ๆ เพื่อป้องกันการสลายตัวหรือการระเหยของตะกอน ก็ควรใช้เตาเผาไฟฟ้า ซึ่งมีที่ปรับอุณหภูมิให้ได้ตามต้องการ เตาเผาไฟฟ้าใช้ประโยชน์ได้ดีกว่าตะเกียง เพราะปรับอุณหภูมิได้ตามต้องการและใช้เผาแก้วที่อุณหภูมิสูงได้ ทั้งยังปลอดภัยจากการที่ตะกอนจะถูกรีดิวซ์เพราะแก้วไม่ได้ปิดฝา

เมื่อเผาเสร็จแล้วปล่อยให้แก้วเย็นลงหายร้อนแดง และทิ้งไว้อีกประมาณครึ่งนาที เอาใส่ลงใน

โถอบทั้งฝาปิด ปล่อยให้เย็นลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง (โดยทั่วไปถ้าเป็นบ้ำพอร์ชเลนทังไว้ประมาณครึ่งชั่วโมง ถ้าเป็นบ้ำแพลทินัมก็ใช้เวลา 10-15 นาที) แล้วจึงเอาออกมาชั่งโดยไม่ต้องปิดฝาบ้ำ นอกจากตะกอนนั้นจะดูความชื้นเท่านั้นจึงปิดฝาชั่ง แล้วเผาซ้ำอีก 10-15 นาที ปล่อยให้เย็นในโถอบและชั่งใหม่ ทำซ้ำดังนี้จนได้น้ำหนักคงที่คือ ชั่งสองครั้งน้ำหนักต่างกันไม่เกิน 0.2 มิลลิกรัม ในการนำบ้ำไปชั่งให้ยกโถอบไปที่เครื่องชั่งด้วยความระมัดระวัง เปิดโถอบและใช้คีมจับบ้ำวางในเครื่องชั่ง (ห้ามใช้มือหยิบและห้ามหยิบด้วยคีมคีบน้ำหนัก) ถ้าเผาโดยเตาไฟฟ้าควรใช้แปรงปิดกันบ้ำเสียก่อนชั่ง เพราะอาจมีผงวัสดุทนไฟซึ่งตกอยู่ที่เตาติดมาด้วย



รูปที่ 2.19 แสดงการเผาตะกอนในบ้ำครุชชีเบิลด้วยตะเกียงก๊าซ

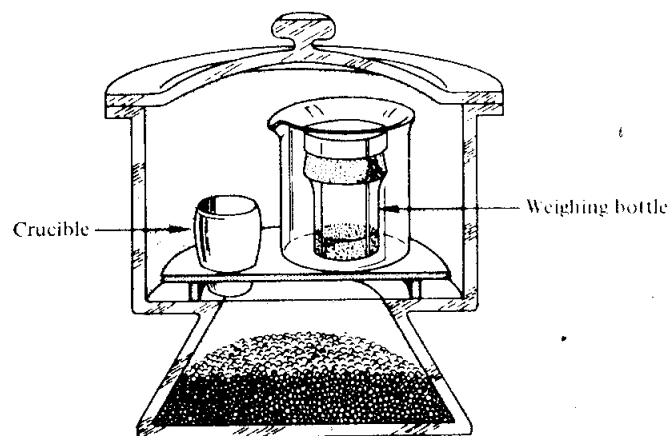
5. โถอบ (desiccator) หน้าที่ของโถอบคือใช้เก็บสารหรือภาชนะต่าง ๆ ที่ไม่ต้องการให้ดูความชื้นในอากาศ ในการวิเคราะห์โดยน้ำหนักทุกครั้งที่มีการอบสาร เผาบ้ำ และเผาตะกอนก่อนที่จะนำไปชั่งต้องตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในโถอบ โถอบมีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 2.20

โถอบโดยทั่วไปเป็นโถแก้วทำด้วยแก้วไพเรกซ์ (pyrex) ซึ่งแข็งแรงกว่าแก้วธรรมดา มีฝาปิดซึ่งทาด้วยวาสลีน (vaseline) บาง ๆ ภายในกันโถอบบรรจุด้วยสารซึ่งสามารถดูดความชื้นได้ดี (desiccant) ตัวอย่างสารดูดความชื้นแสดงไว้ในตารางที่ 2.4 เหนือสารดูดความชื้น มีแผ่นพอร์ชเลนวางอยู่เพื่อรองรับสารหรือภาชนะที่ต้องการเก็บไว้ไม่ให้ถูกกับอากาศ

การใช้โถอบต้องใช้ด้วยความระมัดระวัง การปิดเปิดฝาโถอบ ต้องค่อย ๆ เลื่อนฝาอย่างระมัดระวัง เพราะฝาทำไว้ด้วยวาสลินแล้วจะแน่น จึงต้องใช้วิธีขยับไปมาแล้วค่อย ๆ เลื่อนออกมาทางข้าง ๆ จึงเปิดออกได้ สารหรือภาชนะไม่ควรใส่ลงในโถอบทันทีถ้ายังร้อนจัดอยู่ควรปล่อยให้เย็นลงจนหายร้อนแดงเสียก่อนประมาณ 1 นาที ถ้าเอาใส่ลงในโถอบขณะที่ยังร้อนจัดอยู่จะไล่อากาศออกไปทำให้เกิดสุญญากาศขึ้น ทำให้การเปิดฝาทำได้ยากและบางที่เมื่อปิดฝาแล้ว อาจมีความดันเกิดขึ้นข้างในทำให้ฝาหลุดออกได้ การปิดเปิดฝาโถอบควรทำต่อเมื่อจำเป็นใช้เท่านั้น การเปิดบ่อย ๆ จะทำให้อากาศเข้าไป ทำให้ความชื้นในโถอบเพิ่มขึ้นและสารหรือภาชนะที่เก็บไว้ในโถอบที่แห้งแล้วกลับดูดความชื้นเข้าไปอีกได้ นอกจากนี้สารหรือภาชนะที่มีความชื้นสูงไม่ควรเอาเก็บไว้ในโถอบทันที ควรทำให้แห้งให้เรียบร้อยก่อนนำเข้าไปเก็บในโถอบ

โถอบเก่าที่ต้องการใช้ใหม่ ควรทำความสะอาดเช็ดและล้างวาสลินออกแล้วทำให้ใหม่ ส่วนสารที่ใช้ดูดความชื้นก็ควรเปลี่ยนเสียใหม่ถ้าเสื่อมคุณภาพแล้ว ส่วนใหญ่สารดูดความชื้นบางอย่างจะเคลือบไว้ด้วยสารบางอย่าง ซึ่งเมื่อดูดน้ำไว้แล้วจะเปลี่ยนสีให้สังเกตเห็นได้

นอกจากโถอบที่ทำด้วยแก้วไฟเรซท์ที่แข็งแรงกว่าแก้วธรรมดาแล้วโถอบยังอาจทำด้วยโลหะอื่น ๆ ได้อีก เช่น อะลูมิเนียม ซึ่งมีราคาต่ำกว่า, ไม่แตก, มีน้ำหนักน้อยกว่าและเย็นโดยรวดเร็ว แต่สารดูดความชื้นที่ใส่ลงในโถอบต้องใส่ไว้ในภาชนะ เช่น แก้วหรือถ้วยพอร์ซเลนก่อนใส่ลงในโถอบจะใส่ให้แต่ละต้องโถอบไม่ได้เพราะอาจทำปฏิกิริยากันได้



รูปที่ 2.20 โถอบ (Desiccator)

โถอบตามรูปที่ 2.20 เป็นชนิดธรรมดา ในบางครั้งการใช้โถอบธรรมดาอาจทำให้ปิดเปิดยาก เพราะเมื่อนำวัตถุที่ร้อนใส่เข้าไปในโถอบ ความร้อนจะไล่อากาศภายในโถอบออกทำให้เกิดเป็นสุญญากาศ เมื่อต้องการเปิดจึงทำได้ยาก

ตารางที่ 2.4 สารดูดความชื้นบางชนิด

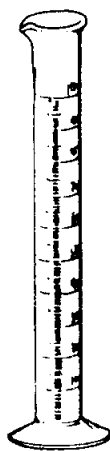
สาร	ความจุ	อุณหภูมิที่ใช้ทำให้แห้ง	ชื่อทางการค้า
CaCl ₂ (anhydrous)	High	275	—
CaSO ₄	Moderate	—	Drierite (W.A. Hammond Drierite Co.)
CaO	Moderate	500	—
MgClO ₄ (anhydrous)	High	240	Anhydrone (J.T. Baker Chemical Co.), Dehydrite (Arthur H. Thomas Co.)
Silica gel	Low	150	—
Al ₂ O ₃	Low	175	—
P ₂ O ₅	Low	—	—

โถอบอีกแบบหนึ่ง คือ โถอบที่มีจุกปิดที่ฝาสำหรับระบายอากาศเข้าออก เรียกว่าโถอบสุญญากาศ (vacuum desiccator) เมื่อต้องการนำวัตถุเข้าออกในโถอบสามารถทำได้ง่าย โดยเปิดจุกที่อยู่ด้านบนของโถอบ ให้อากาศจากภายนอกเข้าไปทำให้ภายในโถอบมีความดันอากาศเท่ากับภายนอกแล้วปิดจุกจากนั้นค่อย ๆ ขยับฝาโถอบแล้วเลื่อนออกมาทางข้าง ๆ ไม่ควรยกขึ้นตรง ๆ เพราะในขณะที่ยกขึ้นอาจจะติดตัวโถอบตามขึ้นมากับฝาได้ถ้าภายในโถอบยังมีความดันน้อยกว่าภายนอกและการทาด้วยวาสลีนทำให้ติดแน่น หลังจากนั้นน้ำหนักของโถอบจะทำให้โถอบหลุดออกจากฝาแล้วตกแตกได้ นอกจากนี้โถอบสุญญากาศยังมีประโยชน์สำหรับทำสารให้แห้งถ้าสารนั้นเป็นชนิดที่สลายตัวได้เมื่อถูกความร้อน จึงใช้เก็บให้แห้งในโถอบโดยลดความดันด้วยการใช้เครื่องปั๊มดูดอากาศออกจากโถอบทางจุกปิดเปิดที่ฝาโถอบ

เครื่องมือและเทคนิคที่ใช้ในวิธีปริมาตรวิเคราะห์

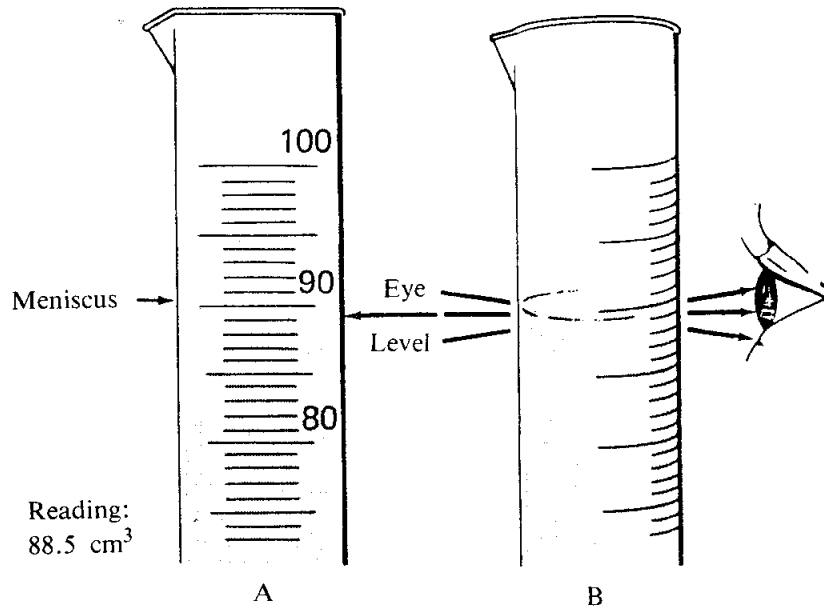
เครื่องมือที่ใช้วัดปริมาตรในการวิเคราะห์หาปริมาณ ได้แก่ กระจกตวง บิวเรตปิเปต และขวดวัดปริมาตร เครื่องมือแต่ละชนิดมีหน้าที่และวิธีการใช้แตกต่างกัน ดังต่อไปนี้

1. กระจกตวง (Graduate cylinder) คือ เครื่องมือที่ใช้วัดปริมาตรของของเหลวโดยประมาณ มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.21 กระจกตวงมีหลายขนาดตั้งแต่ 10, 5, 1 ลบ.ตม. และ 100, 50, 10, 5 ลบ.ซม. ตามปกติจะไม่ใช้กระจกตวงสำหรับการวัดปริมาตรของสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ เพราะปริมาตรที่วัดได้นั้นไม่ละเอียดพอ มีข้อผิดพลาดได้ถึง ๕% กระจกตวงจะถูกใช้เพื่อตวงหรือวัดสารละลายที่ต้องการใช้ในการช่วยให้เกิดปฏิกิริยา โดยที่ไม่เกี่ยวข้องกับการหาปริมาณ การใช้กระจกตวงเพื่อตวงสารต่าง ๆ ไม่จำเป็นต้องทำการล้างอย่างดีด้วยน้ำยาล้างแก้ว วิธีการล้างทั่ว ๆ ไปใช้ผงซักฟอกและแปรงขัดก็เพียงพอ เนื่องจากสารละลายที่ต้องการตวงด้วยกระจกตวงเป็นสารละลายที่ไม่จำเป็นต้องวัดปริมาตรได้ถูกต้องมาก ๆ ดังนั้น การใช้กระจกตวงจึงไม่จำเป็นต้องทำการล้างด้วยสารละลายที่ต้องการวัดปริมาตรนั้นก่อน (rinse) นักเคมีวิเคราะห์ควรทราบดีว่าเมื่อไรควรใช้กระจกตวงตวงสารละลายและเมื่อไรไม่ควรใช้ และเมื่อต้องการใช้ควรใช้อย่างไร



รูปที่ 2.21 กระจกตวง (Graduate Cylinder)

เมื่อต้องการใช้กระบอกตวงตวงสารละลายให้เตสารละลายลงในกระบอกตวงโดยตรง จากนั้นรอเวลาสักครู่เพื่อให้สารละลายที่ติดอยู่ข้างกระบอกตวงเหนือระดับสารละลายไหลลงมารวมกันหมด และหยุดนิ่ง การอ่านปริมาตรของสารละลายให้อ่านตรงส่วนโค้งของสารละลาย โดยให้ระดับตาอยู่ที่ส่วนโค้งดังแสดงในรูปที่ 2.22



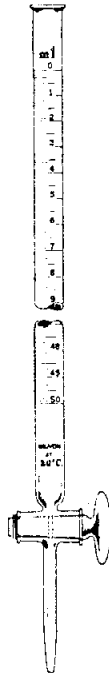
รูปที่ 2.22 การอ่านปริมาตรของสารละลายที่ส่วนโค้งของสารละลายในกระบอกตวง

กิจกรรมที่ 2.7

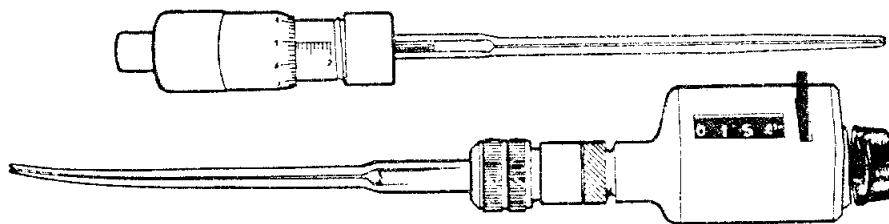
ให้นักศึกษานำกระบอกตวงในตู้เก็บเครื่องมือของนักศึกษามาใส่น้ำลงไปจำนวนหนึ่งแล้วอ่านปริมาตรที่วัดได้ โดยแสดงให้อาจารย์ผู้ควบคุมดู

2. บิวเรต (Buret) คือ เครื่องมือที่ใช้วัดปริมาตรของสารละลายที่ถูกใช้ไปในการไทเทรต มีลักษณะเป็นหลอดแก้วลงยาวที่มีขีดแบ่งปริมาตรโดยตลอด และมีจุกแก้วปิดเปิดไว้สำหรับบังคับให้สารละลายออกจากบิวเรตตามปริมาตรที่ต้องการ ต่อจากจุกแก้วลงมาจะเป็นหลอดแก้วปลายแหลมเรียวย ซึ่งจะทำให้ของเหลวพุ่งออกมาเป็นลำเล็ก ๆ หรือไหลออกมาเป็นหยดที่

พอเหมาะ ดังแสดงในรูปที่ 2.23 บิวเรตมีอยู่หลายขนาดตั้งแต่ 5-100 ลบ.ซม. สำหรับบิวเรตธรรมดา จะมีขีดแบ่งไว้ละเอียดถึง 0.1 ลบ.ซม. และสามารถอ่านได้ละเอียดถึง 0.05 ลบ.ซม. โดยการคาดคะเนในตำแหน่งสุดท้าย แต่ถ้าเป็นบิวเรตที่มีขนาดความจุน้อยกว่า 2 ลบ.ซม. จะเรียกว่าเป็นบิวเรตชนิด ไมโครบิวเรต (microburet) ซึ่งมีขีดแบ่งไว้ละเอียดถึง 0.01 ลบ.ซม. สำหรับบิวเรตที่มีความจุขนาด 0.1 ลบ.ซม. ที่วัดได้ละเอียดถึง 0.001 ลบ.ซม. จะเรียกว่า อุลตราไมโครบิวเรต (Ultramicroburet) มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.24

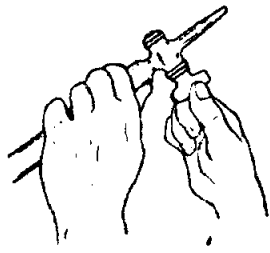


รูปที่ 2.23 บิวเรตชนิดธรรมดา

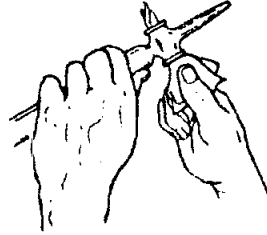


รูปที่ 2.24 อุลตราไมโครบิวเรต

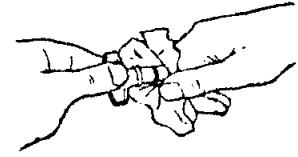
2.1 วิธีใช้บิวเรต ก่อนนำบิวเรตมาใช้ต้องทำความสะอาดก่อนโดยล้างด้วยน้ำยาล้าง แก้วแล้วล้างด้วยน้ำจนสะอาดจากนั้นตามด้วยน้ำกลั่น สำหรับที่จุกปิดเปิดก็ต้องทำความสะอาดและ ทาด้วยกริส เพื่อให้หมุ่นได้คล่อง วิธีการทำความสะอาดที่จุก ทำได้โดยถอดจุกปิดเปิดของบิวเรต ออก ถ้ามีกริสเก่าที่สกปรกอยู่ให้ใช้ผ้าเช็ดออกแล้วชุบอะซีโตนเช็ดให้สะอาดอีกครั้ง ถ้าที่ปลาย ของบิวเรตหรือที่รูของจุกมีสิ่งอุดตันให้ใช้ลวดเส้นเล็ก ๆ แยกเพื่อขจัดสิ่งอุดตันจากนั้นให้ใช้กริสทาที่ จุกเพียงบาง ๆ อย่างทำให้โดนรูของจุกหรือทามากเกินไป เพราะจะทำให้กริสอุดรูของจุกทำให้ ไชสารละลายไม่ออก ขณะที่ทากริสที่จุก ๆ จะต้องแห้งและที่ใส่จุกในบิวเรตก็ต้องแห้งด้วย หลังจากนั้น ใส่จุกลงในบิวเรตและหมุ่นให้รอบจนคล่อง ดังแสดงไว้ในรูปที่ 2.25 เมื่อทำความสะอาดบิวเรต และทากริสที่จุกจนหมุ่นได้คล่องเรียบร้อยแล้ว ก่อนนำไปใช้งานต้องทดสอบก่อนว่าบิวเรตไม่รั่ว โดยใช้น้ำกลั่นใส่ลงในบิวเรตและไขออกดู ถ้ามีการรั่วเกิดขึ้นต้องเปลี่ยนอันใหม่ เมื่อบิวเรตอยู่ใน สภาพที่ใช้งานได้ ก่อนเติมสารละลายที่ต้องการใช้ลงในบิวเรต ให้ใช้สารละลายนั้นประมาณ 5 ลบ.ซม.ใส่ลงในบิวเรตก่อนแล้วรอกกลับให้ทั่วบิวเรตแล้วไขสารละลายทิ้งไป หลังจากนั้นจึงเทสาร ละลายนี้ลงในบิวเรตให้เกินขีดศูนย์เล็กน้อย แล้วเปิดจุกแก้วให้สารละลายไหลออกอย่างรวดเร็วเพื่อให้ ไล่อากาศที่อยู่ปลายบิวเรตออกให้หมด เมื่อไม่มีฟองอากาศแล้วปิดจุกทิ้งไว้สักครู่เพื่อให้ของเหลวที่ติด ข้างแก้วไหลลงให้หมด แล้วจึงปรับระดับให้ของเหลวอยู่ที่ขีดศูนย์พอดี หรือที่ขีดใดก็ได้ตามต้องการ และต้องจดปริมาตรเริ่มต้นของบิวเรตไว้ก่อนทำการไทเทรตเพื่อป้องกันข้อผิดพลาดที่อาจเนื่องมา จากการจำไม่ได้ว่าเริ่มไทเทรต ณ ที่ปริมาตรของสารละลายเท่าไร การตั้งบิวเรตเพื่อการไทเทรต ควรตั้งให้ตรงและการอ่านปริมาตรควรอยู่ในระดับสายตา การจับจุกแก้วควรจับให้ถูกวิธี ดังแสดง ในรูปที่ 2.26 เพื่อป้องกันไม่ให้จุกแก้วเคลื่อนที่ได้ง่าย



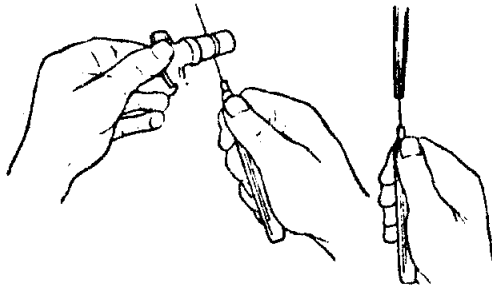
1) เอาจุกออก



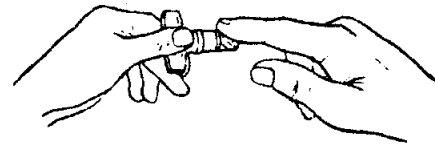
2) ทำความสะอาดภายใน



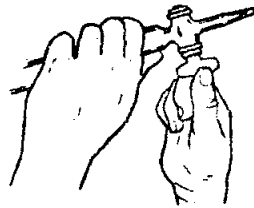
3) ทำความสะอาดจุก



4) ใช้ลวดเส้นเล็กๆ แขนงรูจุก และปลายบิวเรตเมื่อมีกรีส เข้าไปอุด



5) ทากรีสบางๆ ที่จุกอย่าให้โดนรู



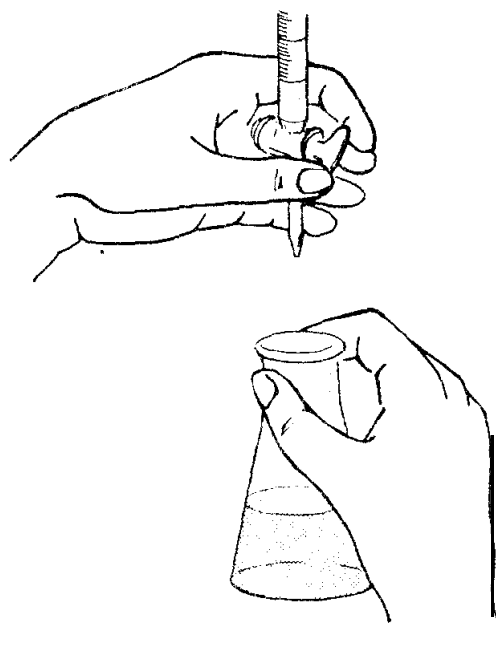
6) ต้องแน่ใจว่าภายในบิวเรตแห้ง แล้วจึงใส่จุกพร้อมกับหมุนไปรอบๆ

รูปที่ 2.25 วิธีการทำความสะอาดจุกของบิวเรตและการทากรีส

กิจกรรมที่ 2.8

ให้นักศึกษาล้างบิวเรตที่เบิกมาจากเจ้าหน้าที่ให้สะอาด พร้อมกับทำความสะอาดที่จุกปิดเปิดและทากรีสตามวิธีที่ได้อธิบายไว้

2.2 เทคนิคการไทเทรต บิวเรตมีหน้าที่สำหรับใช้ทำการไทเทรตสารละลาย โดยการ
 ไซสารละลายมาตรฐานจากบิวเรตลงสู่ขวดรูปกรวยที่บรรจุสารตัวอย่างไว้ วิธีการไทเทรตต้องใช้มือ
 ซ้ายจับจุกบิวเรต โดยหันด้านหัวจุกไว้ทางขวามือ และมือขวาจับขวดรูปกรวย ขณะที่หมุนจุกให้
 สารละลายลงสู่ขวดรูปกรวย มือขวาต้องเขย่าขวดรูปกรวย ดังแสดงในรูปที่ 2.26



รูปที่ 2.26 เทคนิคในการไทเทรต

เมื่อเริ่มไทเทรตให้ไซสารละลายได้เร็ว ๆ พร้อมทั้งเขย่าขวดไปด้วย เดิมสารละลายจาก
 บิวเรตจนกระทั่งสังเกตเห็นว่าบริเวณที่ไซสารละลายลงไปอินดิเคเตอร์เริ่มเปลี่ยนสี ให้ปิดจุกและ
 เขย่าสารละลายให้ทั่ว ต่อจากนั้นให้ทำการไทเทรตช้า ๆ ไซสารละลายลงทีละน้อย ๆ จนใกล้ ๆ ถึง
 จุดยุติมาก ๆ ให้ใช้น้ำฉีกรอบ ๆ ขวดรูปกรวยเพื่อให้สารที่ติดอยู่ที่ขวดลงมาในสารละลายให้หมด
 ตรงช่วงนี้ถ้าคาดคะเนแล้วว่าต้องการสารละลายจากบิวเรตไม่ถึงหยดให้ค่อย ๆ ไซสารละลายให้มา
 อยู่ที่ปลายบิวเรตแต่ไม่หยด แล้วใช้ข้างขวดรูปกรวยแตะสารละลายนั้น แล้วใช้น้ำเป่าไล่ สารที่ติด
 ข้างขวดลงในสารละลาย การทำแบบนี้เป็นการไทเทรตที่ใช้สารละลายไม่ถึงหยดถ้าสารละลาย
 เปลี่ยนสีก็แสดงว่าถึงจุดยุติพอดี

หมายเหตุ

1) ผู้ไทเทรตใหม่ ๆ ยังขาดความชำนาญอยู่และยังกะปริมาณของสารในบิวเรตที่จะใช้ไม่ได้ ขวดแรกให้ทำการไทเทรตเช่นเดียวกับที่กล่าวมาแล้วว่าจะเกินจุดยุติบ้างก็ไม่ใช่ไร จะทำให้ทราบ ปริมาณที่จะใช้คร่าว ๆ และขวดต่อ ๆ ไปก็ใช้สารละลายให้มีปริมาตรน้อยกว่าขวดแรกเล็กน้อยและ ต่อจากนั้นจึงหยดสารละลายที่ละหยดตามทฤษฎี ค่าที่ได้จากการไทเทรตก็ไม่ควรนำของขวดแรก มาคิดด้วย

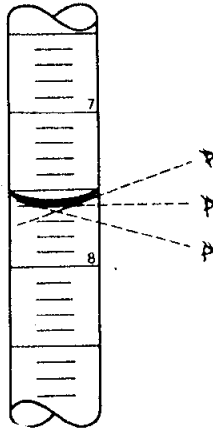
2) ขวดรูปกรวยที่ใช้ในการไทเทรตควรวางไว้บนกระดาษสีขาวจะทำให้เห็นสีของจุดยุติ ได้ชัดเจน

3) การไทเทรตที่สีของสารละลายค่อยเป็นค่อยไป ทำให้สังเกตจุดยุติยาก การไทเทรต ควรทดสอบค่าแบลงค์ (Blank test) ด้วย ที่จุดยุติสีของสารละลายจะเหมือนกับสีของแบลงค์

4) เมื่อไทเทรตเสร็จเรียบร้อยแล้ว สารละลายที่เหลืออยู่ในบิวเรตให้ทิ้งไป ไม่ควร เทกลับคืนในขวด

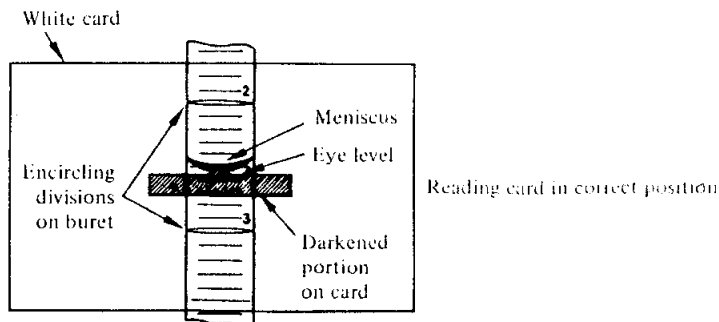
5) ไม่ควรทิ้งสารละลายค้างไว้ในบิวเรตหลาย ๆ วัน โดยเฉพาะถ้าเป็นสารละลายไฮเดียม ไฮดรอกไซด์ จะทำให้จุกติดแน่น ไชสารละลายไม่ได้ ทุกครั้งที่เสร็จการทดลองควรล้างและทำ ความสะอาดบิวเรตให้เรียบร้อย โดยเฉพาะบริเวณตรงจุกแก้ว

2.3 เทคนิคในการอ่านปริมาตรที่บิวเรต การอ่านปริมาตรของ ๆ เหลวในกระบอก ตวง บิวเรต ปิเปต หรือขวดวัดปริมาตร สามารถอ่านได้แม่นยำด้วยกันดังแสดงได้ในรูปที่ 2.22 คือ อ่านที่ส่วนโค้งของสารละลายโดยให้ระดับของสายตาคู่ที่ส่วนล่างสุดของส่วนโค้ง ถ้าผิวแก้วสะอาด ส่วนโค้งนี้จะสม่ำเสมอ ถ้าผิวแก้วสกปรก มีฝุ่นผงหรือน้ำมันติดอยู่รูปโค้งจะไม่สม่ำเสมอจะทำให้อ่าน ปริมาตรผิดพลาดได้ และถ้าระดับสายตาไม่ได้คู่ที่ส่วนโค้งจะทำให้ปริมาตรที่อ่านได้คลาดเคลื่อน เนื่องจากผลของพาราลแลกซ์ (parallax) ดังแสดงในรูปที่ 2.27 นอกจากนี้ ยังสามารถอ่านปริมาตร ได้จากการสังเกตหัวลูกศรซึ่งเกิดจากพาราลแลกซ์ที่ส่วนโค้งของสารละลาย ให้อ่านปริมาตรของ สารละลายที่ปลายแหลมของหัวลูกศรพอดี การอ่านปริมาตรทั้งสองแบบนี้ใช้ได้กับสารละลายใส ไม่มีสีเท่านั้น ถ้าเป็นการอ่านปริมาตรของสารละลายที่มีสีเข้มที่มองเห็นส่วนโค้งไม่ชัดเจน ให้อ่าน ขอบบนของส่วนโค้งแทน



รูปที่ 2.27 ผลของพาราลแลกซ์ในการอ่านปริมาตรของสารละลายในบิวเรต

ในการอ่านปริมาตรถ้าต้องการอ่านให้ชัดเจนสามารถทำได้โดยใช้แผ่นกระดาษขาวที่ทำสีดำไว้ส่วนหนึ่งช่วยในการอ่าน ทำได้โดยใช้แผ่นกระดาษนั้นบังไว้ที่ด้านหลังของบิวเรตโดยให้แถบดำอยู่ด้านล่างของส่วนโค้งพอดี ดังแสดงในรูปที่ 2.28



รูปที่ 2.28 การใช้กระดาษที่มีแถบดำช่วยให้อ่านปริมาตรได้ชัดเจนขึ้น

เราสามารถสรุปข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นจากการใช้บิวเรตไว้ได้ ดังนี้

1. ความสกปรกของบิวเรต ถ้าบิวเรตสกปรกเมื่อใสสารละลายออกจะมีหยดของสารละลายเกาะติดข้างบิวเรต ทำให้ปริมาตรของสารละลายที่ถูกไขออกผิดพลาดจากค่าที่อ่านได้ ผิวแก้วที่

สะอาดจะไม่มีหยดน้ำเกาะติดอยู่ ดังนั้นก่อนใช้บิวเรตควรล้างให้สะอาดก่อน

2. ถ้ามีการไหลสารละลายออกจากบิวเรตอย่างรวดเร็วไม่ควรอ่านปริมาตรของสารละลายทันทีควรทิ้งไว้อย่างน้อย 1 นาที เพื่อให้สารละลายที่ยังติดอยู่ที่ผิวแก้วของบิวเรตไหลลงมาให้หมดด้วย จึงค่อยอ่านปริมาตร ข้อผิดพลาดในการรีบอ่านปริมาตรอาจเกิดได้ถึง 0.2 ลบ.ซม.

3. ในการเติมสารละลายลงในบิวเรต ควรระมัดระวังไม่ให้มีฟองอากาศในสารละลาย

4. บิวเรตที่ใช้บรรจุสารละลายควรแห้งปราศจากน้ำ เพราะถ้าในบิวเรตมีน้ำอยู่เมื่อเติมสารละลายลงไปจะทำให้สารละลายเจือจางลงเพื่อป้องกันข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นนี้ ควรทำการล้างบิวเรตด้วยสารละลายที่จะใช้บรรจุในบิวเรตก่อน (rinse) ดังที่กล่าวในตอนต้น

5. บิวเรตที่ใช้ควรตั้งให้ตรง และเมื่อต้องการอ่านปริมาตรตรงส่วนโค้งควรให้สายตาอยู่ในระดับเดียวกับส่วนโค้ง การอ่านปริมาตรโดยให้สายตาอยู่คนละระดับกับส่วนโค้งจะอ่านปริมาตรได้ผิดจากความจริง

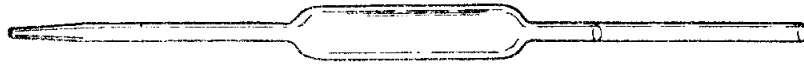
6. ปริมาตรที่ใช้ในการไทเทรตไม่ควรน้อยจนเกินไป การไทเทรตที่ใช้สารละลายที่มีปริมาตรน้อย ๆ จะทำให้เกิดข้อผิดพลาดในการอ่านได้มากกว่าเมื่อเทียบเป็นความผิดพลาดสัมพัทธ์

7. บิวเรตอาจเกิดการรั่วหรืออุดตันได้เสมอขณะทำการไทเทรต ดังนั้นก่อนใช้งานควรมีการเตรียมบิวเรตให้ดี ทำความสะอาดจุกและทากรีส พร้อมกับตรวจสอบและแก้ไขไม่ให้เกิดการอุดตัน ดังแสดงวิธีทำในรูปที่ 2.25

3. **ปิเปต (pipet)** คือ เครื่องมือที่ใช้สำหรับถ่ายเทสารละลายจากภาชนะหนึ่งไปยังภาชนะหนึ่งโดยมีปริมาตรที่ถูกต้องและแน่นอน ปิเปตมีหลายชนิด สำหรับที่ใช้ในงานวิเคราะห์หาปริมาณในขั้นนี้มี 2 ชนิด คือ Volumetric pipet (บางที่เรียกว่า Transfer pipet) และ Measuring pipet (บางที่เรียกว่า graduated pipet) ซึ่งปิเปตทั้ง 2 ชนิดมีลักษณะที่แตกต่างกันและความสามารถในการใช้งานแตกต่างกัน

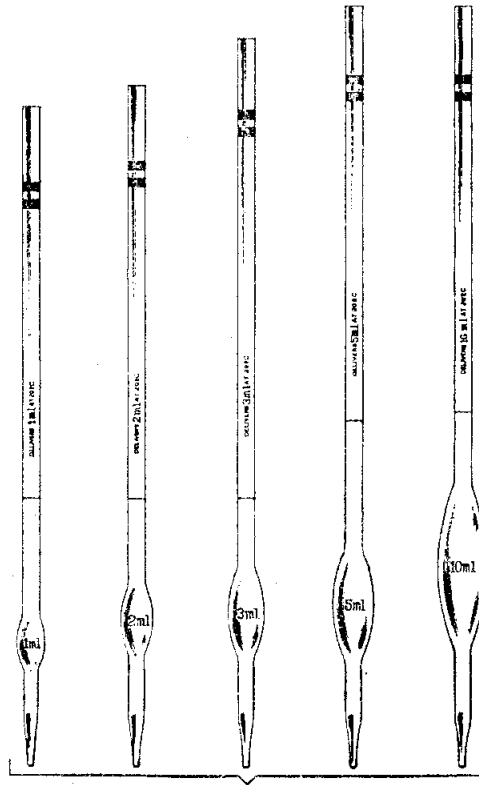
3.1 Volumetric Pipets หรือ Transfer pipets ปิเปตชนิดนี้มีหลายขนาด ตั้งแต่ 0.5 ถึง 200 ลบ.ซม. มีรูปร่างเป็นหลอดแก้วยาวและเป็นกะเปราะใหญ่ตรงกลาง มีขีดแบ่งปริมาตรไว้เพียงขีดเดียว ดังแสดงในรูปที่ 2.29 ปิเปตชนิดนี้สามารถใช้ถ่ายเทปริมาตรที่แน่นอนจำนวนหนึ่งตามขนาดของปิเปตเท่านั้น เช่น ถ้าต้องการปิเปตสารละลายจำนวน 25 ลบ.ซม. ก็ต้องใช้ปิเปตชนิดนี้ขนาด 25 ลบ.ซม. เท่านั้น ไม่สามารถใช้นิขนาด 50 ลบ.ซม. แล้วแบ่งครึ่งได้ เมื่อปล่อยสารละลายออกจากปิเปตจนหมดแล้วไม่ต้องเป่าหยดสุดท้ายที่ติดอยู่ที่ปิเปตให้ใช้เพียงตะปปลายปิเปตที่ข้าง

ภาชนะก็พอ ปริมาตรที่ออกจากปิเปตจะเท่ากับขนาดที่ระบุไว้พอดี ปิเปตชนิดนี้ใช้ได้ถูกต้องดีมาก เพราะว่ามี การอ่านปริมาตรจากส่วนโค้งเพียงครั้งเดียว



รูปที่ 2.29 Volumetric หรือ Transfer pipets

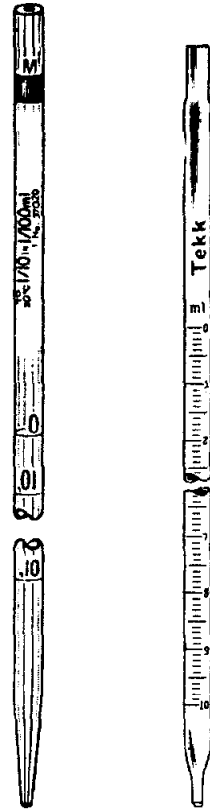
3.1.1 **Ostwald pipets** สามารถจัดเป็นชนิดหนึ่งของ Volumetric pipet นิยมใช้กันในการวิเคราะห์ทางการแพทย์ (ในคลินิก) และในทางชีวเคมี เช่น การวัดปริมาณของเลือด เวลาใช้ถ่ายของเหลวออกต้องเป่าหยดสุดท้ายด้วยจึงจะได้ปริมาตรตามต้องการ มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.30 ปิเปตนี้มีขนาดตั้งแต่ 0.5-10.0 ลบ.ซม.



รูปที่ 2.30 Ostwald pipets

3.2 Measuring หรือ Graduate pipets ปิเปตชนิดนี้มีรูปร่างลักษณะที่เป็นหลอดแก้ว ยาวกลวงสม่ำเสมอและมีการแบ่งปริมาตรไว้เป็นขีดตามหลอดแก้วอย่างละเอียด ใช้ถ่ายเทของเหลวออกได้ปริมาณต่าง ๆ กันตามต้องการโดยใช้ขีดที่แบ่งไว้ มีขนาดตั้งแต่ 0.1 ถึง 25 ลบ.ซม. แบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ

3.2.1 Mohr pipets มีรูปร่างดังแสดงในรูปที่ 2.31 ปิเปตชนิดจะไม่แบ่งขีดตลอดจนถึงปลายปิเปต ดังนั้นเวลาใช้ต้องระมัดระวังเวลาปล่อยสารต้องปล่อยให้พอดีขีดที่ระบุไว้



รูปที่ 2.31 Mohr pipet

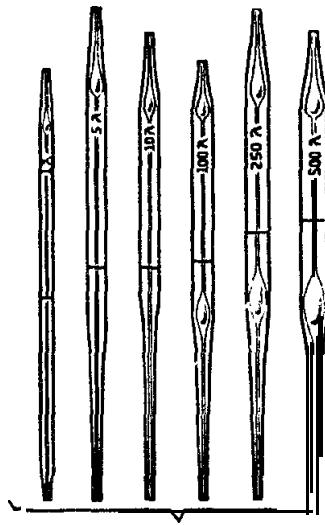
3.2.2 Serological pipets ปิเปตชนิดนี้มีลักษณะเช่นเดียวกับ Mohr pipet ต่างกันที่ การแบ่งขีดวัดปริมาตร โดยจะแบ่งขีดไว้ตลอดจนถึงปลายปิเปต ดังแสดงในรูปที่ 2.32 จะต้องปล่อยให้ของเหลวจนหมดจึงจะได้ปริมาตรตามต้องการ จะเป่าหยดสุดท้ายของปิเปตด้วยหรือไม่ขึ้นอยู่กับบริษัทผู้ผลิต ซึ่งจะสังเกตได้จากแถบสีที่ก้านปิเปต ถ้าปิเปตมีแถบสีอยู่ปลายก้านปิเปตแสดงว่าต้องเป่าหยดสุดท้ายของสารละลายออกด้วย จึงจะได้ปริมาตรตามที่ต้องการ



รูปที่ 2.32 Serological pipet

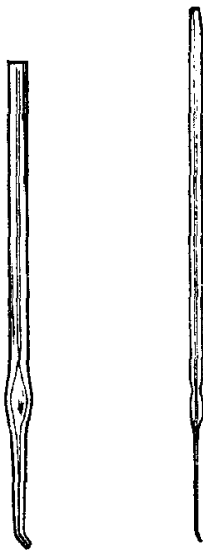
3.3 **Micro pipets** หรือ Lambda pipet เป็นปิเปตที่ใช้ดูดสารละลายที่ต้องการเพียงเล็กน้อย เป็นไมโครลิตร (μ l) มีหลายขนาด ตั้งแต่น้อยกว่า 1 ถึง 500 μ l หรือ (1 Lambda มีค่าเท่ากับ 0.001 ลบ.ซม. หรือ 1 μ l) ปิเปตชนิดนี้สามารถแบ่งเป็น 2 แบบ คือ

3.3.1 **แบบธรรมดา** มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.33 ปิเปตชนิดนี้เมื่อถ่ายของเหลวออกแล้วต้องล้างปิเปตด้วยสารละลายที่เหมาะสมและนำไปรวมกับสารละลายที่ถ่ายออกด้วย จึงจะได้ปริมาตรของสารละลายตามที่ปิเปตมา



รูปที่ 2.33 ไมโครปิเปตชนิดธรรมดา

3.3.2 แบบที่เรียกว่า Lang-Levy มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.34 เมื่อถ่ายของเหลวออกแล้วเป่าหยดสุดท้ายออกไปด้วยก็ได้ปริมาตรตามต้องการ



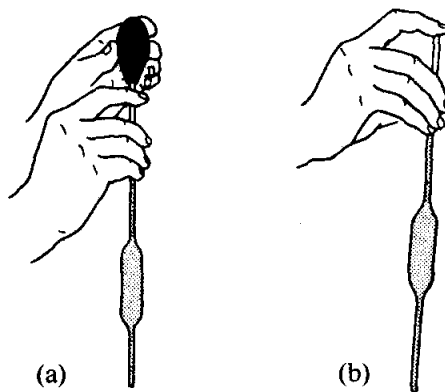
รูปที่ 2.34 Lang-Levy micropipet

3.4 Syringe pipets บีเปตชนิดนี้ใช้สำหรับดูดสารละลายปริมาณน้อย ๆ เช่นกัน มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.35 การแบ่งขีดวัดปริมาตรไว้ที่หลอดแก้วอาจจะไม่ถูกต้องนัก แต่ reproducibility ในการวัดจะดีมากถ้าใช้เครื่องอัตโนมัติในการฉีดสารละลาย ปริมาตรที่ถูกปล่อยนั้น ถูกกกดด้วยแรงของเข็มนัด ถ้าต้องการให้ปริมาตรที่ปล่อยออกมาถูกต้องแน่นอนต้องมีการเทียบมาตรฐาน (calibrate) ไชริงค์ก่อน บีเปตแบบไชริงค์นิยมใช้ในการฉีดสารตัวอย่างเข้าเครื่องก๊าซโครมาโตกราฟี (Gas chromatography) และลิควิดโครมาโตกราฟีชนิด HPLC (High performance liquid Chromatography)



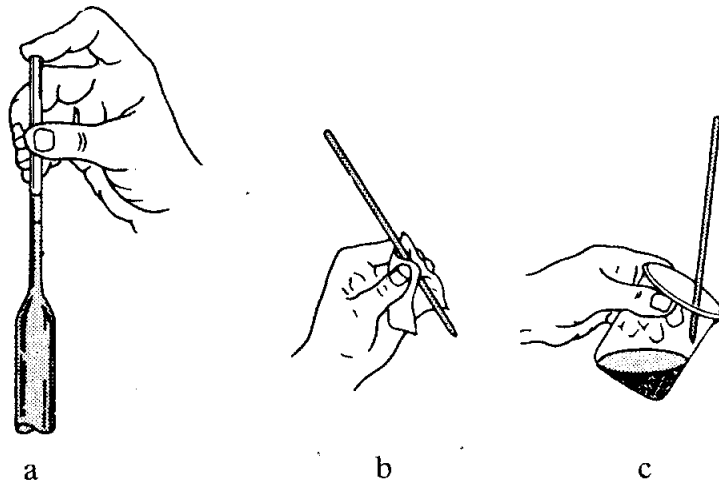
รูปที่ 2.35 Syringe pipet

3.5 วิธีใช้บีเปต วิธีการใช้บีเปตต้องใช้ลูกลอยในการช่วยดูดสารละลาย ห้ามใช้ปากดูดโดยเด็ดขาด การจับบีเปตให้ใช้มือขวาจับ ส่วนมือซ้ายใช้ถือลูกลอยดังแสดงในรูปที่ 2.36 (a) เมื่อดูดสารละลายเข้าไปในบีเปตแล้ว (ดูดให้สูงกว่าขีดบอกปริมาตร) และถือบีเปตดังแสดงในรูปที่ 2.36 (b) โดยใช้นิ้วปิดที่ปลายก้านบีเปตเพื่อไม่ให้ของเหลวในบีเปตไหลออก หลังจากนั้นใช้นิ้วปิดเปิดเพื่อให้สารละลายไหลออกแล้วปรับให้พอดีขีด เมื่อพอดีขีดแล้วให้นิ้วชี้ให้แน่น แล้วเช็ด



รูปที่ 2.36 แสดงวิธีการจับบีเปตดูดสารละลาย

ภายนอกปิเปตให้แห้งเพื่อให้ปราศจากหยดของ ๆ เหลว นำสารละลายที่ได้ในปิเปตปล่อยลงในภาชนะที่เตรียมไว้ โดยตั้งปิเปตให้ตรง เมื่อของเหลวไหลออกเกือบหมดให้ใช้ปลายปิเปตแตะที่ภาชนะรองรับนั้นจนของเหลวไหลออกหมด ดังแสดงในรูปที่ 2.37 การจะเป่าหยดสุดท้ายออกหรือไม่ขึ้นอยู่กับชนิดของปิเปตดังที่กล่าวมาแล้ว



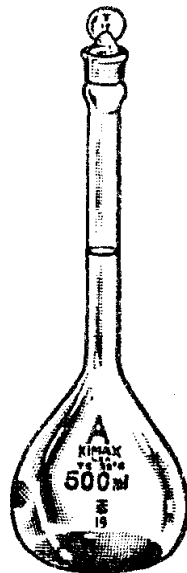
รูปที่ 2.37 a) ปรับสารละลายให้พอดีขีด
b) ใช้ผ้าสะอาดเช็ดสารละลายภายนอกให้แห้ง
c) ปล่อยสารละลายออกจากปิเปตอย่างอิสระ

ก่อนที่จะนำปิเปตมาใช้ดูดสารละลายและถ่ายสารละลายตามวิธีการที่กล่าวมาต้องการล้างทำความสะอาดปิเปตก่อน ในตอนแรกให้ใช้ผงซักฟอกและน้ำธรรมดาล้างทั้งภายนอกและภายในของปิเปตให้สะอาด ถ้าสะอาดแล้วต้องสังเกตได้ว่าไม่มีหยดน้ำเกาะที่ข้างแก้ว แต่ถ้าหลังจากล้างธรรมดาแล้วยังมีหยดน้ำเกาะที่ข้างแก้วของปิเปตและปิเปตยังชุ่มน้ำใสสะอาด ให้ล้างด้วยน้ำยาล้างแก้ว โดยดูดน้ำยาล้างแก้วเข้าไปในปิเปตส่วนหนึ่งแล้วกรอกกลับให้ทั่วปิเปต หรือจะแช่ปิเปตไว้ในถังที่มีน้ำยาล้างแก้วบรรจุอยู่ก็ได้ จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำหลาย ๆ ครั้ง แล้วตามด้วยน้ำกลั่น ปิเปตที่ล้างสะอาดเรียบร้อยแล้วเมื่อนำมาใช้ดูดสารละลายชนิดใดก็ตามควรล้างปิเปตด้วยสารละลายนั้นจำนวนหนึ่งก่อนเรียกว่า ทำการ rinse ซึ่งทำได้โดยดูดสารละลายมาประมาณ $\frac{1}{3}$ ของปิเปต แล้วดึงลูกยางออกใช้นิ้วชี้ของมือขวาปิดที่ปลายก้านปิเปต (ทำด้วยความรวดเร็ว) นำปิเปตออกจากสารละลายกรอกกลับสารละลายให้ทั่วปิเปตแล้วปล่อยทิ้งไป จากนั้นจึงนำไปใช้งานตามที่กล่าว

กิจกรรมที่ 2.9

ให้นักศึกษาทดลองฝึกหัดใช้ปิเปตให้คล่อง

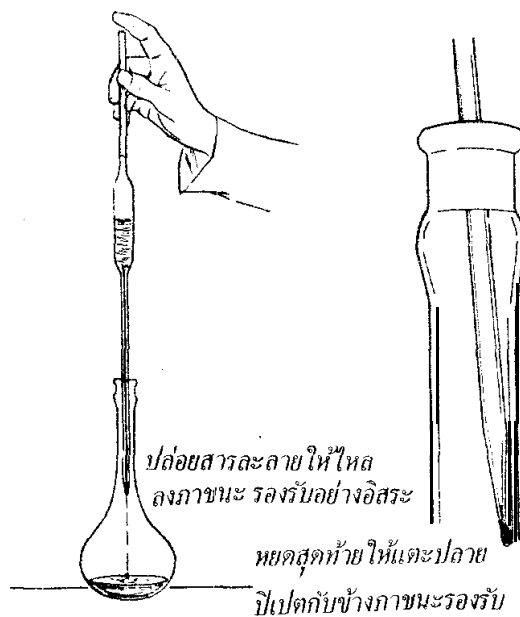
4. **ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask)** มีหน้าที่สำหรับเตรียมสารละลายให้ได้ความเข้มข้นและปริมาตรที่แน่นอนหรือทำให้สารละลายเจือจางอย่างถูกต้องและแน่นอน มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.38 มีหลายขนาดตั้งแต่ 1 ถึง 5,000 ลบ.ซม. จะมีขีดบอกปริมาตรไว้เพียงขีดเดียวเมื่อบรรจุของเหลวจนส่วนโค้งของ ๆ เหลวพอดีขีดจะได้ปริมาตรของ ๆ เหลวตามขนาดที่ระบุไว้ที่ขวดวัดปริมาตรขนาดของขวดวัดปริมาตรจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิด้วย ดังนั้นที่ขวดจะต้องระบุไว้ด้วยว่าจะได้ปริมาตรตามที่ระบุไว้ที่อุณหภูมิเท่าใด ปกติจะเป็นปริมาตรที่วัดได้ที่อุณหภูมิ 20°C หรือ 25°C ถ้าในการทดลองใช้เตรียมสารละลายที่อุณหภูมิอื่นจะต้องมีการเทียบมาตรฐานขนาดที่ถูกต้องของขวดวัดปริมาตรก่อน



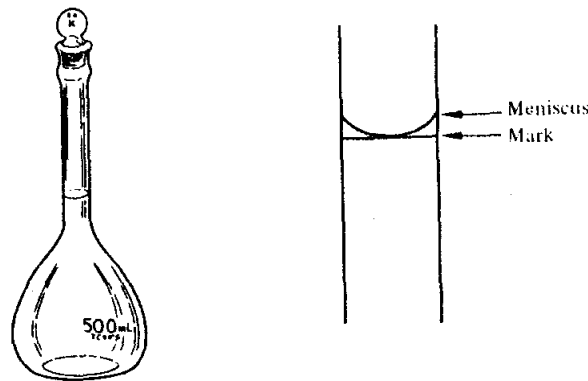
รูปที่ 2.38 ขวดวัดปริมาตร

4.1 วิธีใช้ขวดวัดปริมาตร ก่อนนำขวดวัดปริมาตรมาเตรียมสารละลายควรล้างทำความสะอาดด้วยน้ำยาล้างแก้ว แล้วล้างตามด้วยน้ำมาก ๆ จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นอีก 2-3 ครั้ง แล้วจึงนำมาเตรียมสารละลาย การใช้ขวดวัดปริมาตรเตรียมสารละลายมี 2 แบบ คือ เมื่อต้องการเตรียมสารละลายจากของเหลว หรือทำให้ของเหลวเจือจาง และเมื่อต้องการเตรียมสารละลายจากของแข็ง

4.1.1 การเตรียมสารละลายจากของเหลว ให้บีบเปิดของเหลวที่ต้องการเจือจางใส่ลงในขวดวัดปริมาตรที่ล้างสะอาดแล้ว ดังแสดงในรูปที่ 2.39 แล้วเติมตัวทำละลายลงไปให้พอดีขีดโดยดูจากส่วนโค้งดังแสดงในรูปที่ 2.40 ถ้าของเหลวที่ต้องการเจือจาง คือ กรดหรือเบสเข้มข้น จะต้องใส่น้ำกลั่นลงไปในขวดวัดปริมาตรประมาณครึ่งหนึ่งก่อน แล้วจึงบีบเปิดของเหลวกรดหรือเบสเข้มข้นใส่ลงไป จากนั้นจึงค่อยเติมน้ำกลั่นต่อจนพอดีขีด ก่อนที่จะเติมน้ำกลั่นจนพอดีขีดให้เติมเกือบถึงขีดก่อนแล้วเขย่าให้สารละลายเข้ากันให้ทั่ว โดยพลิกคว่ำกลับไปกลับมา เมื่อต้องการทำให้ปริมาตรพอดีขีดตอนสุดท้ายต้องใช้ขวดชนิดน้ำกลั่นค่อย ๆ ใส่น้ำกลั่นเข้าไปที่สะพานจนพอดีขีด ต้องระมัดระวังอย่างดีเพราะอาจทำให้เติมน้ำกลั่นเกินขีดวัดปริมาตรได้ จากนั้นเขย่าสารละลายอีกครั้ง จนแน่ใจว่าผสมเข้ากันดี

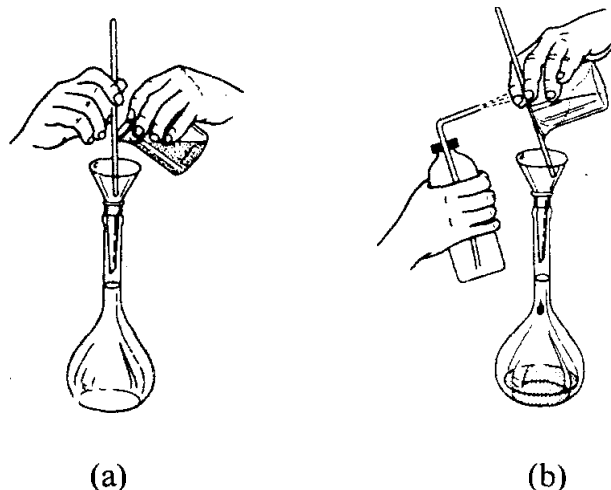


รูปที่ 2.39 การบีบเปิดของเหลวใส่ในขวดวัดปริมาตร



รูปที่ 2.40 การอ่านปริมาตรของสารละลายในขวดวัดปริมาตร

4.1.2 การเตรียมสารละลายจากของแข็ง ทำได้โดยชั่งของแข็งให้ได้ปริมาณตามที่ต้องการ ถ้าของแข็งที่ใช้ละลายในตัวทำละลายเช่นน้ำได้ง่าย ก็ให้ถ่ายของแข็งลงในขวดวัดปริมาตรได้เลยโดยใช้กรวยช่วย แล้วใช้น้ำฉีดไล่ของแข็งให้ลงในขวดให้หมด เติมน้ำลงไปครึ่งหนึ่งของขวดวัดปริมาตรแล้วเขย่าจนของแข็งละลายหมด จากนั้นจึงเติมน้ำให้พอดีขีด โดยเมื่อใกล้ ๆ ถึงขีดให้ใช้ขวดฉีดน้ำกลั่นช่วย เช่นเดียวกับข้อ 4.1.1 เขย่าสารละลายให้ทั่วอีกครั้งจนแน่ใจว่าผสมเข้ากันดีทุกส่วน ถ้าของแข็งที่ใช้ละลายน้ำค่อนข้างยากต้องนำของแข็งที่ชั่งได้ใส่ลงในบีกเกอร์แล้วเติมน้ำส่วนหนึ่ง (ประมาณ 15-20 ลบ.ซม.) คนของแข็งให้ละลายให้ได้มากที่สุดแล้วเทส่วนใส ๆ ลงในขวดวัดปริมาตร โดยใช้แท่งแก้วนำและผ่านกรวยเข้าไปยังขวด (ถ้าไม่ใช้กรวยรองรับก่อนอาจทำให้เทหกก็ได้) ดังแสดงในรูปที่ 2.41 (a) จากนั้นเติมน้ำอีกส่วนหนึ่งลงในบีกเกอร์แล้วคนจนของแข็งที่เหลืออยู่ละลายไปอีกให้มากที่สุด แล้วเทส่วนใส ๆ ใส่ขวดวัดปริมาตรทำแบบนี้จนกระทั่งของแข็งละลายหมด ให้น้ำกลั่นฉีดล้างบีกเกอร์ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรจนแน่ใจว่าไม่มีสารติดอยู่ที่บีกเกอร์ ดังแสดงในรูปที่ 2.41 (b) จากนั้นเติมน้ำกลั่นจนเกือบถึงขีด เขย่าให้เข้ากัน แล้วใช้ขวดฉีดน้ำกลั่นใส่น้ำกลั่นให้พอดีขีดเช่นเดียวกัน



รูปที่ 2.41 แสดงการเทของเหลวในบีกเกอร์ลงในขวดวัดปริมาตร

ข้อควรระวัง

ก. ห้ามใช้ขวดวัดปริมาตรใส่ของเหลวแล้วนำไปต้มโดยเด็ดขาด เพราะจะทำให้แตกฉ่ำหรือเสียรูปทรงเนื่องจากขวดวัดปริมาตรไม่ได้ทำจากแก้วชนิดทนไฟ

ข. ถ้าของแข็งหรือของเหลวที่นำมาเตรียมเป็นสารละลาย เมื่อนำมาละลายในตัวทำละลายแล้วมีความร้อนเกิดขึ้นหรือลดลง ต้องทำให้สารละลายมีอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องเสียก่อน แล้วจึงค่อยปรับปริมาตรให้พอดีขีดของขวดวัดปริมาตร

5. การเตรียมน้ำยาล้างแก้ว เนื่องจากการใช้เครื่องมือในการวิเคราะห์หาปริมาณจำเป็นต้องใช้เครื่องมือที่สะอาดปราศจากมลทิน ดังนั้นก่อนใช้เครื่องมือต่าง ๆ ต้องมีการล้างทำความสะอาดเสียก่อน ในบางครั้งการล้างด้วยผงซักฟอกและน้ำก็เพียงพอที่จะทำให้เครื่องมือที่เป็นแก้วสะอาดได้ แต่ถ้าเป็นเครื่องแก้วมีสารบางอย่างติดแน่นหรือมีไขมันเกาะแน่นชนิดที่ไม่สามารถล้างธรรมดาได้ เราจำเป็นต้องล้างด้วยน้ำยาล้างแก้ว

น้ำยาสำหรับล้างจะมีอยู่หลายชนิด การที่จะใช้น้ำยาชนิดไหนจะขึ้นอยู่กับว่ารอยเปื้อนนั้นเกิดเนื่องจากอะไร เช่น รอยเปื้อนจากเปอร์แมงกาเนตควรใช้กรดเกลือเข้มข้นหรือเฟอร์รัสซัลเฟต รอยเปื้อนจากเหล็กล้างด้วยกรดเกลือผสมน้ำ (1 : 1), สำหรับน้ำยาล้างแก้วชนิดที่ใช้กันมากที่สุดคือสารละลายของไดโครเมตในกรดซัลฟิวริก ซึ่งเป็นน้ำยาชนิดตัวออกซิไดส์ สามารถขจัดสิ่งสกปรก

ได้ดี โดยเฉพาะพวกที่เป็นตัวรีดิวซ์ที่ติดอยู่ที่แก้วและยังสามารถขจัดกรีสได้ดีด้วย วิธีการเตรียมทำได้โดยใช้โซเดียมไดโครเมต หรือโพแทสเซียมไดโครเมต หนัก 50 กรัมละลายในน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม. ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลบ.ดม. คนสารละลายให้ละลายแล้วค่อย ๆ เติม H_2SO_4 เข้มข้นจำนวน 500 ลบ.ซม. ลงทีละน้อย ๆ และช้า ๆ พร้อมกับคนไปด้วย อย่าเติมรวดเร็วกเกินไปจะทำให้สารละลายร้อนจัดและอาจกระเด็นมาถูกตัวได้ สารละลายที่เตรียมเสร็จใหม่ ๆ จะมีความร้อนเกิดขึ้นมากควรแช่น้ำหรือตั้งทิ้งไว้ให้เย็นแล้วจึงนำมาใช้งานต่อไป ควรเก็บน้ำยาล้างแก้วไว้ในขวดปากกว้างและมีจุกปิดไว้

,

บทสรุป

ในการวิเคราะห์หาปริมาณนอกจากต้องทราบขั้นตอนและวิธีการวิเคราะห์แล้วยังจำเป็นต้องทราบวิธีการใช้เครื่องมือที่ถูกต้องและมีเทคนิคในการวิเคราะห์ที่ดี จึงจะทำให้ได้ผลการทดลองที่ถูกต้อง ดังนั้นการเรียนเทคนิคต่าง ๆ ที่กล่าวไว้ในบทนี้ก่อนลงมือปฏิบัติการทดลองจึงเป็นสิ่งสำคัญมาก นักศึกษาควรฝึกฝนเทคนิคต่าง ๆ ให้คล่องตามกิจกรรมที่ให้ไว้ซึ่งจะทำให้เมื่อลงมือปฏิบัติการทดลองจริง ๆ ปฏิบัติได้อย่างคล่องแคล่วไม่เสียเวลาและได้ผลที่ถูกต้อง ตามรายละเอียดที่กล่าวมาในบทนี้จะเป็นเทคนิคและวิธีการทั่ว ๆ ไปที่จะพบและได้ใช้ในทุก ๆ การทดลอง แต่ถ้านักศึกษาลงมือทำปฏิบัติการทดลองจริง ๆ ในแต่ละเรื่องอาจพบวิธีการและเทคนิคต่าง ๆ นอกเหนือจากที่กล่าวมาก็ได้ซึ่งเป็นเทคนิคเฉพาะของการทดลองนั้น ๆ ดังนั้น จึงจำเป็นที่นักศึกษาต้องมีการศึกษาค้นคว้าเพิ่มเติมเมื่อต้องการจะทำปฏิบัติการทดลองของแต่ละเรื่องอีกด้วย

คำถามท้ายบท

1. เคมีวิเคราะห์คืออะไร? เราสามารถแบ่งประเภทของการวิเคราะห์ได้กี่แบบ?
2. การวิเคราะห์หาปริมาณ สามารถแบ่งได้กี่วิธีและแต่ละวิธีมีหลักการวิเคราะห์อย่างไร
3. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธี “Wet Method” ที่สำคัญได้แก่อะไรบ้าง และแต่ละชนิดมีหลักและวิธีการใช้อย่างไร
4. จงอธิบายความหมายของคำว่า
digestion
decantation
Standard Solution
Primary Standard Solution
titrant
titrand
5. จงอธิบายเทคนิคในการเผาตะกอนในกระดาษกรองให้มีน้ำหนักคงที่
6. จงอธิบายวิธีการเตรียมสารละลายให้มีปริมาตรแน่นอนโดยใช้ขวดวัดปริมาตร ถ้าท่านเติมน้ำเกินขีดบอกปริมาตร ท่านจะแก้ไขสถานการณ์อย่างไร?
7. จงอธิบายวิธีการ rinse ปิเปตและบิวเรต
8. จงอธิบายเทคนิคของการไทเทรต ถ้าต้องการไทเทรนต์เพียงครึ่งหยดควรทำอย่างไร
9. จงอธิบายวิธีการล้างและทำความสะอาดเครื่องแก้วที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ ท่านจะทราบได้อย่างไรว่าเครื่องแก้วนั้นสะอาดดีแล้ว
10. จงเปรียบเทียบวิธีการวิเคราะห์โดยน้ำหนักกับวิธีการวิเคราะห์ โดยปริมาตรวิเคราะห์ ว่าวิธีใดให้ผลดีเร็วกว่ากันอย่างไร