

ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์

บทที่ 2

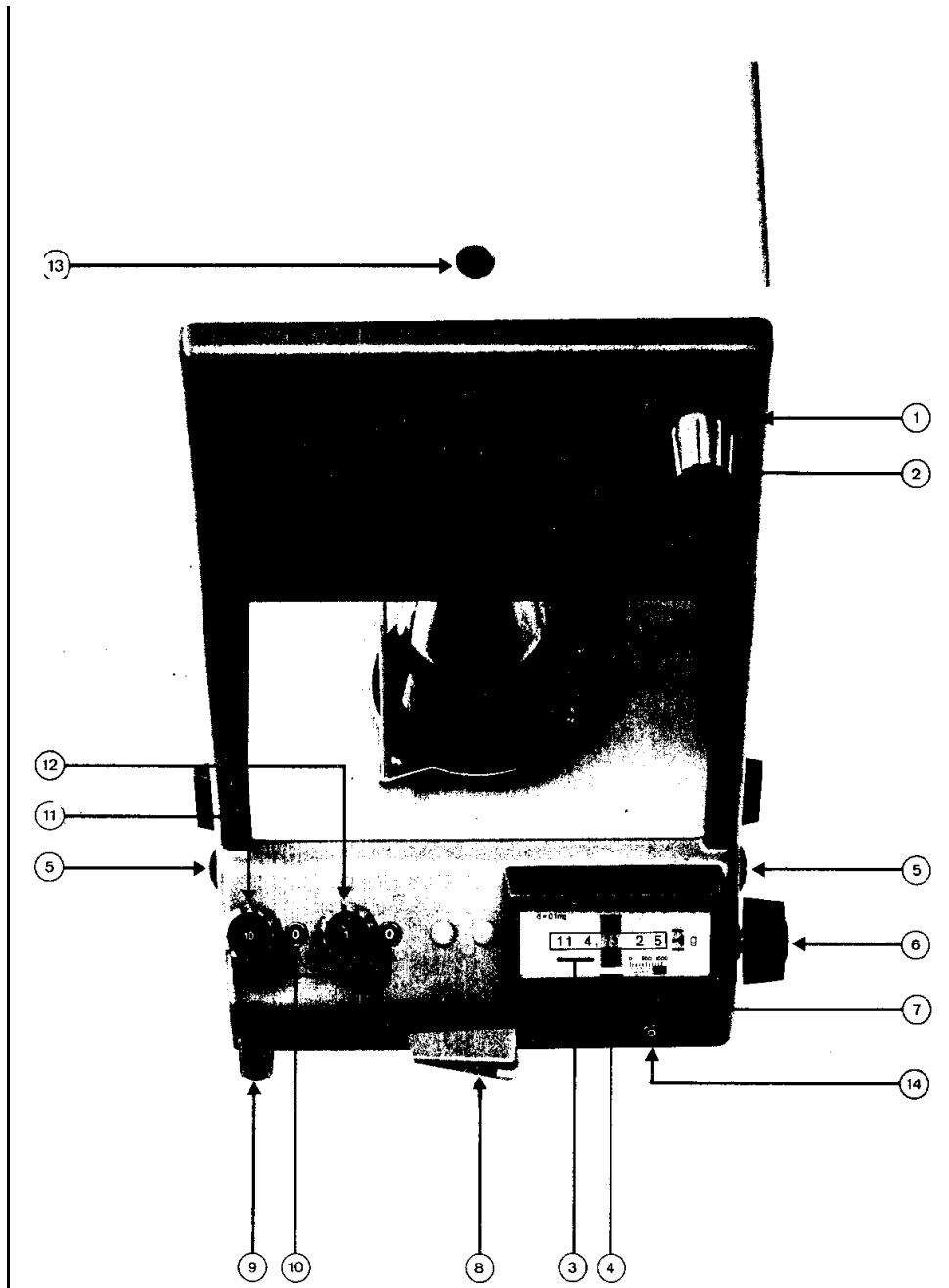
ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ 2

ระเบียบในการเข้าทำการปฏิบัติการทดลอง

1. ให้เข้าทำการปฏิบัติการตรงตามเวลาที่กำหนด ไม่อนุญาตให้นักศึกษาที่มาสายเกินกว่า 30 นาที ทำปฏิบัติการ
2. เมื่อเข้าห้องปฏิบัติการแล้ว ให้ตรวจอุปกรณ์เครื่องมือชุดที่ตรงกับเรื่องที่ต้องการทดลองกับพนักงานวิทยาศาสตร์ และส่งอุปกรณ์คืนเมื่อหมดเวลา
3. ให้ทำการปฏิบัติการแต่ละเรื่องตรงบริเวณโต๊ะปฏิบัติการที่กำหนดให้ (ดูแผนผังโต๊ะปฏิบัติการ) นักศึกษาจะไม่มีสถานที่ทำปฏิบัติการแน่นอน จะเปลี่ยนไปตามเรื่องที่ต้องการทดลอง
4. นักศึกษาต้องวางแผนงานการทดลอง วิธีเตรียมสารละลาย และทำความเข้าใจทฤษฎี และวิธีการปฏิบัติการทดลองแต่ละเรื่องก่อนเข้าปฏิบัติการ และต้องวางแผนงานให้ทำการทดลองให้เสร็จทันเวลา
5. ต้องมีสมุดจดบันทึกแผนงานและข้อมูลคนละ 1 เล่ม ไว้จดบันทึกปฏิบัติการทดลองเคมีวิเคราะห์ 2 (CH 334) เท่านั้น ให้จดบันทึกด้านขวามือของสมุดเพียงหน้าเดียว ด้านซ้ายมือมีไว้สำหรับทดเลข และบันทึกความจำส่วนตัวที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง
6. ต้องใส่เสื้อคลุมปฏิบัติการทุกครั้งที่ทำกรทดลอง
7. ห้ามสูบบุหรี่ และรับประทานอาหารในห้องปฏิบัติการ
8. ก่อนใช้เครื่องมือในการทดลองต้องศึกษาวิธีการใช้ให้เข้าใจเสียก่อน โดยปกติอาจารย์ผู้ควบคุมจะอธิบายวิธีการใช้เครื่องมือแก่นักศึกษาเมื่อเตรียมสารละลายเสร็จและพร้อมที่จะใช้เครื่องมือ
9. เมื่อเสร็จสิ้นปฏิบัติการทดลอง ต้องทำความสะอาดเครื่องมือและโต๊ะปฏิบัติการให้เรียบร้อย เครื่องมือต่าง ๆ ควรปิดผ้าคลุม (ถ้ามี) ไว้ด้วย
10. ตรวจสอบความเรียบร้อยของก๊อกน้ำ ก๊าซ และสวิชไฟฟ้า โดยปิดให้เรียบร้อยก่อนออกจากห้องปฏิบัติการ
11. ส่งข้อมูลที่ได้จากการทดลองเมื่อเสร็จสิ้นการทดลอง กลุ่มละ 1 ชุด
12. ส่งรายงานการทดลองภายใน 1 สัปดาห์ หลังจากทำการปฏิบัติการเรียบร้อยแล้ว

กฎในการใช้เครื่องชั่งไฟฟ้า

1. สิ่งของที่จะนำมาชั่งต้องมีอุณหภูมิเท่ากับเครื่องชั่ง วัตถุที่ร้อนจะชั่งได้เบากว่าความเป็นจริง และที่เย็นกว่าจะชั่งได้หนักกว่าความเป็นจริง
 2. ห้ามชั่งวัตถุที่หนักกว่าความสามารถที่เครื่องชั่งจะชั่งได้ (เครื่องชั่งไฟฟ้าที่ใช้จะรับน้ำหนักได้ไม่เกิน 160 กรัม)
 3. ห้ามวางรีเอเจนต์ทุกชนิดโดยตรงบนจานชั่ง จะต้องวางบนกระดาษกานาฟิกา ในขวดชั่ง หรือปิดเกอร์ขนาดเล็ก ห้ามใช้กระดาษรองชั่ง และของเหลวที่ระเหยง่ายต้องมีจุกปิดสนิท
 4. ก่อนชั่งต้องตรวจสอบดูสภาพความพร้อมของเครื่องชั่งว่าใช้งานได้หรือไม่ ถ้ามีปัญหาต้องถามอาจารย์ผู้ควบคุม
 5. ในการชั่งเมื่อต้องการจะเพิ่มหรือลดน้ำหนักหรือต้องการนำสารออกหรือเพิ่มสารจะต้องปิดเครื่องชั่งทุกครั้ง
 6. ต้องปิดตู้เครื่องชั่งทุกครั้งที่ต้องการชั่ง
 7. เมื่อเลิกใช้เครื่องชั่งต้องลดน้ำหนักเครื่องชั่งให้เป็นศูนย์หมด
 8. ต้องรักษาความสะอาดเครื่องชั่งไม่ให้มีสารหกหล่นในเครื่องชั่ง และบริเวณรอบ ๆ เครื่องชั่ง
 9. ในการหาปริมาณของสารตัวอย่างชนิดหนึ่งถ้ามีการใช้เครื่องชั่งหลาย ๆ ครั้ง ให้ใช้เครื่องชั่งเดียวกันตลอดการทดลอง
- สำหรับเครื่องชั่งไฟฟ้าที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ 2 (CH334) ทั้งหมดจะใช้ยี่ห้อ Mettler ซึ่งมีวิธีการใช้ดังต่อไปนี้



รูปที่ 2.1 เครื่องชั่งไฟฟ้า Mettler

วิธีการใช้เครื่องชั่งไฟฟ้า Mettler

1. วิธีชั่งสารแบบธรรมดา

1. ก่อนชั่งสารให้ตรวจเครื่องชั่งให้อยู่ในลักษณะที่ตัวเลขเป็นศูนย์ และปลดล็อกที่ปุ่ม 8 (ดูรูปที่ 2.1)

2. หมุนปุ่ม 8 มาทางซ้ายมือ จะต้องปรากฏเลข 000000 อยู่บนหน้าปัด 3, 4, 7 และขีดสีดำต้องอยู่กลางระหว่างแถบสีดำของช่องสุดท้าย แสดงว่าเครื่องชั่งอยู่ในสมดุลพร้อมที่จะใช้ได้ แต่ถ้าขีดสีดำยังไม่อยู่ตรงกลางระหว่างแถบสีดำให้หมุนปุ่ม 1, 2 ถ้าไม่สามารถปรับเครื่องชั่งให้อยู่ในสมดุลได้ให้บอกอาจารย์ผู้ควบคุม อย่างหมุนปุ่มต่าง ๆ โดยไม่ทราบหน้าที่ของแต่ละปุ่มเป็นอันขาด

3. ปิดเครื่องชั่งโดยการหมุนปุ่ม 8 กลับที่เดิม ก่อนที่จะนำสารมาใส่ในจานชั่ง หรือนำออก เครื่องชั่งจะต้องถูกปิดอยู่ทุกครั้ง ห้ามนำสารมาใส่หรือนำออกในขณะที่เครื่องชั่งเปิดอยู่ และสารที่นำมาชั่งต้องไม่วางลงบนจานโดยตรง จะต้องวางบนกระจกนาฬิกาหรือในขวดสำหรับชั่ง ของเหลวที่ระเหยได้จะต้องใช้ภาชนะที่มีจุกปิดแน่นสนิท

4. นำสิ่งของที่ต้องการชั่งใส่ไว้บนจานชั่งให้อยู่กลางจาน

5. หมุนปุ่ม 8 ไปทางขวามือ เพื่อหาน้ำหนักโดยประมาณของสิ่งของที่ชั่ง

- Mettler model H35 and H33 จะปรากฏตัวเลขบนหน้าปัดช่อง 4 ซึ่งจะได้ค่าประมาณออกมาเป็นกรัม เช่น ถ้าปรากฏตัวเลขเป็นเลข 23 ก็แสดงว่าของนั้นประมาณ 23 กรัม ปิดเครื่องชั่ง หมุนปุ่ม 11 ไปที่เลข 2 และหมุนปุ่ม 12 ไปที่เลข 3 ก็จะปรากฏตัวเลข 23 บนหน้าปัด 3

- Mettler model H31 and H34 จะมีวิธีการหาน้ำหนักประมาณโดยการเพิ่มน้ำหนักทีละ 1 หรือ 10 กรัม โดยหมุนปุ่ม 11 หรือ 12 เมื่อเพิ่มน้ำหนักไปมากพอ ตัวเลขที่ปรากฏบนหน้าปัด 4 จะหายไป ให้ลดน้ำหนักลง 1 กรัม จะทำให้มีตัวเลขกลับคืนมา และตัวเลขที่ปรากฏบนหน้าปัด 3 ก็คือ น้ำหนักประมาณ ปิดเครื่องชั่ง (ถ้าสิ่งของหนักเกิน 10 กรัม ให้เพิ่มน้ำหนักทีละ 10 กรัม แล้วจึงค่อยเพิ่มทีละ 1 กรัม)

6. เปิดเครื่องชั่งโดยหมุนปุ่ม 8 ไปทางซ้ายมือ เพื่ออ่านค่าน้ำหนักละเอียด เมื่อถึงขั้นนี้ ตัวเลขที่ปรากฏอยู่บนหน้าปัดจะยังไม่ถูกต้องเป็น 2 ตำแหน่งสุดท้าย ให้หมุนปุ่ม 6 จนกระทั่งขีดสีดำ อยู่ตรงช่องว่างของแถบสีดำในช่องสุดท้าย

7. ให้อ่านน้ำหนักที่ชั่งได้นี้จากตัวเลขที่ปรากฏอยู่บนหน้าปัดทุกตัว พร้อมทั้งจดบันทึก ในสมุดที่ทำกรทดลอง (ถ้าต้องการทราบน้ำหนักสารต้องชั่งภาชนะก่อน แล้วจึงชั่งน้ำหนัก สารบวกกับภาชนะแล้วนำไปหักลบกัน)

8. ปิดเครื่องชั่ง ทำให้เครื่องชั่งอยู่ในลักษณะที่มีตัวเลขปรากฏอยู่เป็นศูนย์หมด

9. เอาสิ่งของที่ชั่งออกจากเครื่องชั่ง พร้อมทั้งทำความสะอาดเครื่องชั่ง และเอาผ้าคลุมไว้ ให้เรียบร้อย

2. วิธีชั่งแบบหักน้ำหนักภาชนะไปในตัว Mettler model H35

1. ก่อนชั่งสารให้ตรวจเครื่องชั่งให้อยู่ในลักษณะที่ตัวเลขเป็นศูนย์ และปลดล็อกที่ ปุ่ม 8

2. นำภาชนะที่ใส่สารที่ต้องการชั่งใส่ไว้บนจานชั่งให้อยู่กลางจาน

3. หมุนปุ่ม 1 ให้เข็มชี้ไปที่ T

4. หมุนปุ่ม 8 ไปทางขวามือเพื่ออ่านค่าน้ำหนักประมาณบนช่อง 4 ซึ่งจะได้ค่า ประมาณเป็นกรัม เช่น ถ้าอ่านได้ 05 แสดงว่าน้ำหนักประมาณ 5 กรัม

5. หมุนปุ่ม 8 กลับที่เดิม (ปิดเครื่องชั่ง)

6. หมุนปุ่ม 12 ให้น้ำหนักถึง 5 กรัม โดยเลข 5 จะอยู่ที่หน้าปัด 10

7. หมุนปุ่ม 8 มาทางซ้ายมือแล้วหมุนปุ่ม 1, 2 จนกระทั่งตัวเลขในช่อง 3, 4, 7 เป็น ศูนย์หมด

8. หมุนปุ่ม 8 กลับที่เดิมจากนั้นหมุนปุ่ม 9 ไปที่ I

9. เติมสารที่ต้องการชั่งลงในภาชนะนั้นให้อ่านค่าประมาณอีกครั้ง เช่น อ่านได้ ประมาณ 9 กรัม ให้อ่า 5 กรัม ของภาชนะลบออกจาก 9 กรัม จะเหลือ 4 กรัม ซึ่งเป็นค่าประมาณ ของสารนั้น หมุนปุ่ม 8 กลับที่เดิม

10. ให้หมุนปุ่ม 12 จนกระทั่งตัวเลขขึ้นที่หน้าปัด 3 เป็น 4 จากนั้นให้หมุนปุ่ม 8 ไปทาง ซ้ายมือและหมุนปุ่ม 6 จนกระทั่งขีดสีดำอยู่ตรงช่องว่างของแถบสีดำ อ่านค่าละเอียดพร้อมบันทึก ผลจากตัวเลขในช่อง 3, 4, 7 ซึ่งจะเป็นน้ำหนักของสารนั้นเพียงอย่างเดียว ปิดเครื่องชั่ง

11. เอาภาชนะพร้อมสารออกจากเครื่องซึ่งหมუნปุม 12 จนตัวเลขเป็นศูนย์บนหน้าปัด 3
12. หมუნปุม 9 ไปที่ T แล้วหมუნปุม 12 จนตัวเลขบนหน้าปัด 10 เป็นศูนย์ แล้วหมუნปุม 9 กลับมาที่ I ตามเดิม
13. หมუნปุม 8 มาทางซ้ายมือ (เปิดเครื่อง) แล้วปรับเครื่องโดยหมუნปุม 1 และ 2 จนตัวเลขที่ปรากฏบนหน้าปัด 3, 4, 7 เป็นศูนย์หมด ปิดเครื่องซึ่งและทำความสะอาดพร้อมทั้งเอาผ้าคลุมให้เรียบร้อย

แผนผังโต๊ะปฏิบัติการ

โต๊ะปฏิบัติการสำหรับ
กระบวนวิชา CH 335

หน้าชั้น

ห้องซังสาร

โต๊ะปฏิบัติการสำหรับ
กระบวนวิชา CH334

1	1
2	2

3	3
4	4

5	5
6	6

7	7
8	8

ตู้ควั่น

ตู้ควั่น

ปฏิทินการทำปฏิบัติการ

นักศึกษาที่ลงทะเบียนเรียนกระบวนวิชาเคมีวิเคราะห์ 2 (CH 334) จะถูกจัดเป็นกลุ่ม ๆ ละ 2 คน พร้อมกับกำหนดเลขที่กลุ่ม เพื่อให้ทราบว่าในแต่ละสัปดาห์ จะต้องทำปฏิบัติการทดลอง เรื่องใด เวลาที่ใช้ในการทำปฏิบัติการทดลอง 3 ชั่วโมง ต่อ 1 สัปดาห์ ในหนึ่งภาคเรียนมีเวลา ทั้งหมด 12 ครั้ง (12 สัปดาห์) การทดลองใช้วิธีหมุนเวียนเรื่องที่ทำ การทดลอง ในแต่ละสัปดาห์จะมี ปฏิบัติการทดลองทุกเรื่อง ๆ ละ 2 กลุ่ม ดังแสดงไว้ในตารางข้างล่างนี้

สัปดาห์ที่ ทำการทดลอง	เรื่องที่ทำ การทดลอง							
	กลุ่มที่ 1, 9	กลุ่มที่ 2, 10	กลุ่มที่ 3, 11	กลุ่มที่ 4, 12	กลุ่มที่ 5, 13	กลุ่มที่ 6, 14	กลุ่มที่ 7, 15	กลุ่มที่ 8, 16
1	ลงชื่อแสดงความจำนงเข้าเรียนกระบวนวิชา CH 334							
2	อธิบายเทคนิควิธีการวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า (Electroanalytical chemistry)							
3	อธิบายเทคนิควิธีการแยกสาร (Separation technique)							
4	1	2	3	4	5	6	7	8
5	2	3	4	5	6	7	8	1
6	3	4	5	6	7	8	1	2
7	4	5	6	7	8	1	2	3
8	5	6	7	8	1	2	3	4
9	6	7	8	1	2	3	4	5
10	7	8	1	2	3	4	5	6
11	8	1	2	3	4	5	6	7
12	สอบข้อเขียนปฏิบัติการ							

การคิดคะแนน

กระบวนวิชาเคมีวิเคราะห์ 2 (CH 334) แบ่งเป็น 2 ส่วน ส่วนหนึ่งเป็นภาคบรรยายและอีกส่วนหนึ่งเป็นภาคปฏิบัติ รวมเป็น 3 หน่วยกิต แบ่งคะแนน แต่ละส่วนดังนี้

ภาคบรรยาย	70% แบ่งดังนี้
	- การสอบกลางเทอม 35%
	- การสอบไล่ปลายเทอม 35%
ภาคปฏิบัติ	30% แบ่งดังนี้
	- คะแนนวางแผนงาน เทคนิคและความตั้งใจ 10%
	- คะแนนรายงาน 10%
	- คะแนนสอบข้อเขียนของปฏิบัติการ 10%
หมายเหตุ	การคิดคะแนนอาจมีการเปลี่ยนแปลงตามความเหมาะสม

แบบเขียนรายงานจะต้องประกอบด้วยรายละเอียดต่าง ๆ ต่อไปนี้

ส่วนที่ 1

การทดลองที่

เรื่อง

ชื่อผู้ทดลอง รหัสประจำตัว

ชื่อผู้ร่วมงาน รหัสประจำตัว*.....a.....

กลุ่มที่..... ตอนที่.....

ทำการทดลองวันที่..... วันที่ส่งรายงาน.....

อาจารย์ผู้ควบคุม

ส่วนที่ 2 มีลำดับหัวข้อเรื่องที่เขียนดังนี้

1. วัตถุประสงค์ของการทดลอง นักศึกษาต้องมีความเข้าใจในการทดลองเป็นอย่างดี จึงจะสามารถบอกระดับวัตถุประสงค์ของการทดลองได้ถูกต้อง วัตถุประสงค์ของการทดลองไม่ใช่ให้เรียนรู้ถึงเทคนิคในการใช้เครื่องมือเพียงอย่างเดียว

2. ทฤษฎี ควรเขียนเฉพาะส่วนที่เกี่ยวข้องกับการทดลองโดยสรุปให้ได้เนื้อความที่ถูกต้องตามที่ได้เรียนรู้หรือค้นคว้ามา ไม่ควรคัดลอกจากการบรรยายของอาจารย์มาทั้งหมดหรือจากหนังสือเล่มใดเล่มหนึ่งเท่านั้น

3. **วิธีการทดลอง** ให้บอกถึงอุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ตลอดถึงวิธีดำเนินการทดลอง ถ้ามีการใช้เครื่องมือ ควรอธิบายขั้นตอนของวิธีการใช้ตามที่นักศึกษาได้ปฏิบัติจริงไว้ด้วย พร้อมทั้งบอกข้อควรระวังในการใช้เครื่องมืออันอาจทำให้เกิดความเสียหายได้

4. **ข้อมูล** ควรรายงานข้อมูลที่ได้จากการทดลองเป็นตารางข้อมูล เพื่อความเข้าใจง่าย สำหรับผู้อ่านรายงาน

5. **การคำนวณ** คำนวณผลการทดลองให้ได้คำตอบตามวัตถุประสงค์ การคำนวณต้องรักษากฎของเลขนัยสำคัญและแสดงความแน่นอน (precision) ของการทดลองด้วย

6. **สรุปผลและวิจารณ์** อธิบายและวิจารณ์ผลการทดลองพร้อมทั้งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างทฤษฎีกับผลการทดลองและเสนอความคิดเห็น

7. **เอกสารอ้างอิง** การเขียนรายงานที่ดีต้องบอกถึงแหล่งที่มาของเนื้อหาที่นำมาเขียน ประกอบหรืออ้างถึงด้วย ให้เขียนชื่อเอกสารอ้างอิงเฉพาะฉบับที่นำมาเท่านั้น ไม่ควรนำชื่อเอกสาร มาใส่ไว้ในรายงานให้มาก ๆ โดยที่ไม่ได้ใช้หนังสือเล่มนั้นประกอบการเขียนรายงานเลย

เอกสารที่นำมาประกอบการเขียนรายงานมี 3 ประเภท คือ หนังสือ หรือตำรา วารสาร และสิ่งตีพิมพ์ ซึ่งแต่ละประเภทมีแนวการเขียน ดังนี้

ก. ประเภทหนังสือ

การเขียนควรเรียงลำดับ ดังนี้

1. ชื่อผู้เขียน ให้เขียนชื่อสกุลขึ้นต้น ตามด้วยชื่อต้น และชื่อ 2 หรือ 3 ระหว่างชื่อสกุล และชื่อต้น มีจุลภาคคั่น ชื่อต้น, ชื่อที่ 2 และ 3 ของผู้เขียนนิยมใช้ชื่อย่อ ถ้ามีผู้เขียนหลายคน ให้ใช้จุลภาคคั่นระหว่างผู้เขียนแต่ละคน และใช้คำว่า “และ หรือ” นำหน้าผู้เขียนคนสุดท้าย

2. ชื่อหนังสือ ต้องเหมือนกับที่ปรากฏในเล่มหนังสือ และขีดเส้นใต้กำกับ ถ้าเป็นการพิมพ์ควรพิมพ์ด้วยตัวเอน

3. ประเทศหรือเมืองที่พิมพ์

4. สำนักที่พิมพ์หรือผู้พิมพ์

5. ปีที่พิมพ์

6. เลขหน้าที่ตรงกับเรื่องที่น่ามาอ้างอิง หรืออาจไม่ใช้ก็ได้

ควรมีเครื่องหมายจุลภาคคั่นระหว่างการเขียนแต่ละข้อ สำหรับข้อ 3 และ 4 ให้คั่นด้วยเครื่องหมาย :

ตัวอย่าง

1. Vogel, A.I., *Quantitative Inorganic Analysis*, New York : Wiley, 1961, pp. 259-280.
2. Skoog, D.A. and West, D.M., *Fundamentals of Analytical Chemistry.*, New York : Holt, Rinehart and Winston, 1976, pp. 405-420.

ข. ประเภทวารสารหรือสิ่งตีพิมพ์

การเขียนควรเรียงลำดับดังนี้

1. ชื่อผู้เขียน ใช้หลักเดียวกับการเขียนประเภทหนังสือ
2. ชื่อวารสาร ควรใช้ชื่อย่อมาตรฐานของแต่ละวารสาร และขีดเส้นใต้หรือพิมพ์

ด้วยตัวเอน

3. ปีที่ (Volume) ควรพิมพ์ด้วยตัวหนังสือเข้ม
4. เล่มที่ (Number) บางครั้งไม่จำเป็นต้องใส่
5. เลขหน้า
6. ปีที่พิมพ์ ควรใส่ไว้ในวงเล็บ

ตัวอย่าง

1. Mitchell, J.A., *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.*, 19, 961-965 (1974)
2. T.S. Licht and de Bethvne, A.J. "Recent Developments Concerning the Signs of Electrode Potentials," *J. Chem. Educ.*, 34, 433 (1957)

สรุปรูปแบบของการเขียนรายงาน

การทดลองที่.....

เรื่อง.....

ชื่อผู้ทดลอง รหัสประจำตัว.....

ชื่อผู้ร่วมงาน รหัสประจำตัว

กลุ่มที่..... ตอนที่.....

ทำการทดลองวันที่..... วันที่ส่งรายงาน.....

อาจารย์ผู้ควบคุม

วัตถุประสงค์การทดลอง

.....

ทฤษฎี

.....

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....

วิธีการทดลอง.....

ข้อมูล.....

.....

การคำนวณ.....

.....

สรุปผลและวิจารณ์.....

.....

เอกสารอ้างอิง.....

.....