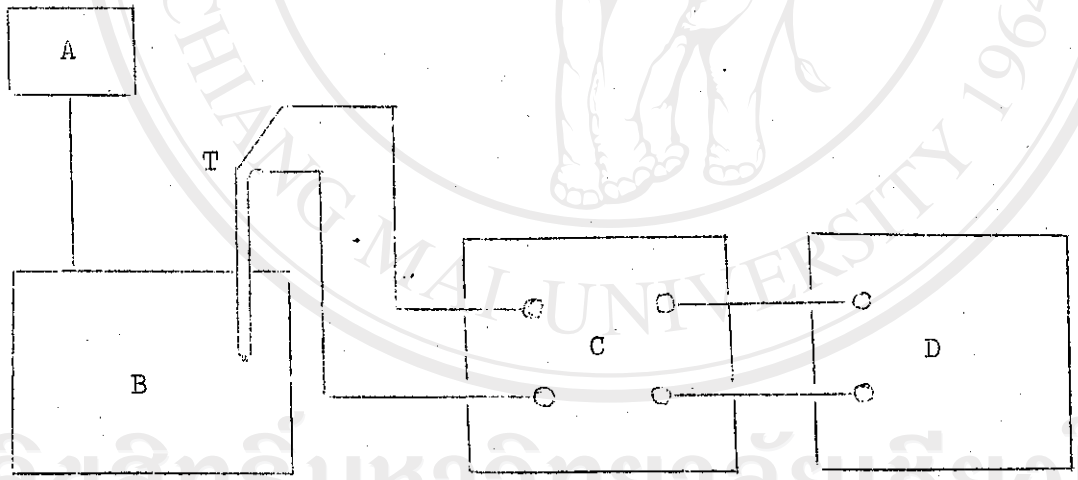
บทที่ 3

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง (Apparatus)

เครื่องมือที่ใช้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารโดยวิธี enthalpimetric titrations จะประกอบด้วยสิ่งจำเป็น 3 ส่วนด้วยกัน คือ.-

1. ระบบถ่ายเท titrant เข้าสู่ titrand (the dispensing system)
2. ระบบที่ให้สารทำปฏิกิริยากัน (reaction system)
3. ระบบบันทึกการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ
   - 3.1 D.C. wheatstone bridge
   - 3.2 Detector or Recorder

ทั้งหมดได้แสดงไว้ในแผนภาพ ดังรูป 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงส่วนต่าง ๆ ของเครื่องมือที่ใช้ทำ enthalpimetric titration -

A ระบบถ่ายเท titrant เข้าสู่ titrand

B reaction system

C D.C. wheatstone bridge

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

D. detector or recorder

T. thermistor

1. ระบบถ่ายเท titrant เข้าสู่ titrand (The dispensing system) ประกอบด้วย pipette ซึ่งมีลักษณะเป็นกระเปาะแก้วดังภาพที่ 3.2 บรรจุ titrant ลงในกระเปาะแก้ว แล้วจุ่ม pipette ลงในสารละลาย titrand ปลายข้างบนของกระเปาะแก้วต่อเข้ากับหลอดฉีดยาขนาด 10-20 ซีซี โดยมีท่อยางเชื่อมโยงเมื่อได้ thermal equilibrium แล้ว สารละลาย titrant จะถูกดันให้ออกจาก pipette ได้โดยการดันกระบอกสูบในหลอดฉีดยา

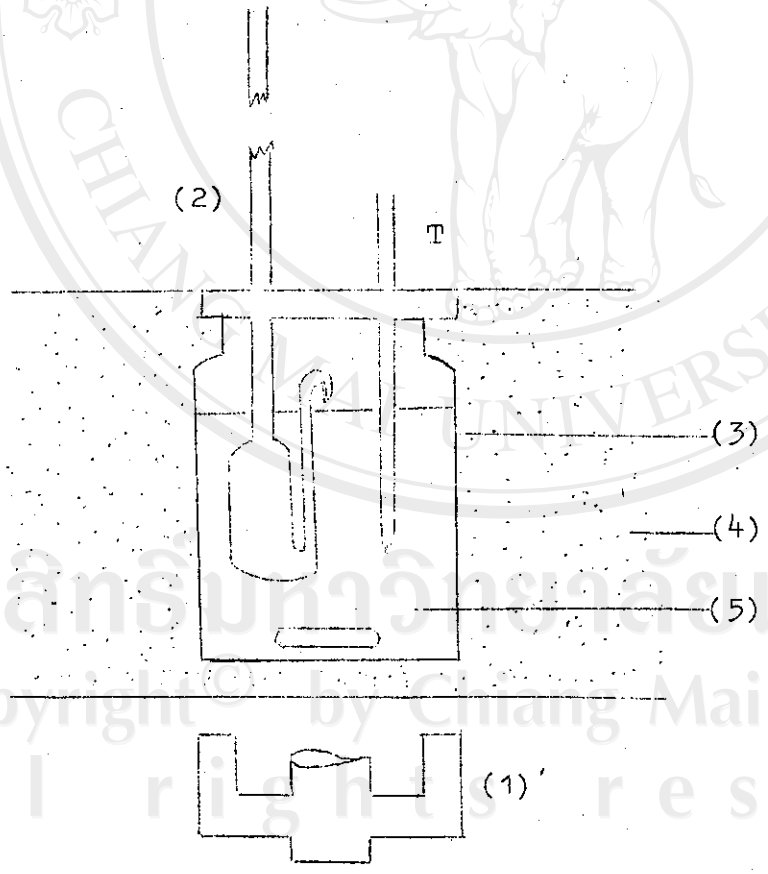
รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะของกระเปาะแก้ว

2. ระบบที่ให้สารทำปฏิกิริยากัน (The reaction system) ระบบนี้เป็นภาชนะที่ใส่ titrand แล้วฉนวนไว้อย่างดีพร้อมทั้งมีที่ปั่นภายในเพื่อให้เกิดการรวมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) เมื่อเกิดปฏิกิริยาระหว่าง titrant กับ titrand ภาชนะใส่สารละลาย titrand เป็นขวดปลาสติก (polyethylene bottle) และมี

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

วัสดุที่เป็นฉนวนความร้อนมาล้อมรอบ คือ โฟล์ม(polystyrene foam) ทำเป็นกล่องทันสี่เหลี่ยมจัตุรัส เจาะรูตรงกลางให้ได้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางและความลึกพอดีกับขนาดของขวดปลาสติกที่ใช้

การปั่นโดย magnetic stirrer จะทำให้สารละลายรวมเป็นเนื้อเดียวกันแล้วยังใช้ให้เกิดปฏิกิริยาเคมีตลอดทั่วกันทุก ๆ ส่วนของสารละลาย เป็นผลให้เกิดการถ่ายเทความร้อนไปสู่เครื่องวัดความร้อน (thermistor หรือ thermometer) ได้รวดเร็ว ซึ่งจุ่มอยู่ใน titrand ตามรูปที่ 3.3



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.3 แสดงส่วนที่เป็นระบบที่ให้สารทำปฏิกิริยากัน

(1) magnetic stirrer

(2) กระเปาะแก้ว (glass bulb pipette)

(3) polyethylene bottle

(4) polystyrene foam

(5) magnetic bar

T themistor

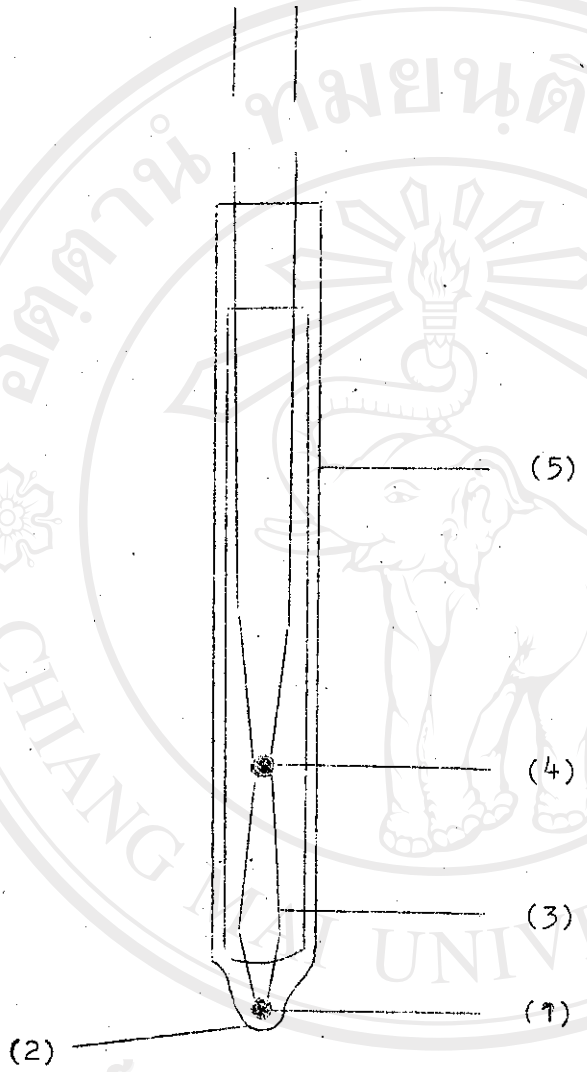
3. ระบบการวัดหรือบันทึกการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ (The device for measuring and/or recording the temperature)

มี thermistor จุ่มอยู่ใน titrand ใน reaction system จาก thermistor ต่อเข้ากับ D.C. wheatstone bridge circuit กับ shunt galvanometer หรือ Potentiometric recorder เป็นเครื่องวัดหรือบันทึกการเปลี่ยนแปลงของความร้อนที่เกิดจากปฏิกิริยา

thermistor เป็น temperature sensitive resistor อย่างหนึ่งที่ทำจากโลหะผสม (alloy) ที่มีขนาดเล็กเท่าหัวเข็มหมุด มีคุณสมบัติเป็น semi-conductor เป็นโลหะผสมที่มี ferrites เป็นส่วนประกอบส่วนใหญ่ และมีออกไซด์ของโคบอลต์ (cobalt) แมงกานีส (manganese) นิกเกิล (nickle) และแวนนาเดี้ยม (vanadium) รวมอยู่ด้วยเป็นจำนวนน้อยมาก (trace)

Semi-conductor ที่ทำจากโลหะผสมนี้มีคุณสมบัติที่ให้สัมประสิทธิ์ความต้านทานต่ออุณหภูมิ (temperature coefficient of resistance) ไปทางลบมาก จึง sensitive ต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิมาก รูปร่างลักษณะของ thermistor แสดงในรูปที่ 3.4

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.4 แสดงส่วนประกอบของ thermistor (I T T Components Group Europe)

(1) semi-conductor

(2) thin glass envelope (กรอบแก้วบาง ๆ)

(3) platinum leads (ลวดแพลตตินัม)

(4) Nickel-iron alloy (โลหะผสม Ni กับ Fe)

(5) glass tube (หลอดแก้วหุ้ม)

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

จากรูปจะเห็นว่า thermistor มีรูปร่างทรงกระบอกยาวประมาณ 10 ซม. และมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 0.5 ซม. ปลายข้างหนึ่งจะมีกระเปาะแก้วบาง ๆ หุ้ม semi-conductor ไว้ขนาดของ semi-conductor มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 0.5 ม.ม. และจะมีเส้นลวดที่ทำด้วยแพลตตินัมหรือโลหะผสมทองแดงเชื่อมต่อสองเส้น เพื่อต่อเข้ากับวงจรไฟฟ้าได้ เนื่องจาก semi-conductor มีขนาดเล็กมากประกอบกับถูกหุ้มด้วยแก้วบาง ๆ จึงมีความจุความร้อนน้อยมาก แต่จะมีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของสารละลาย ซึ่งจะให้ผลได้ภายในเวลา 1 วินาที

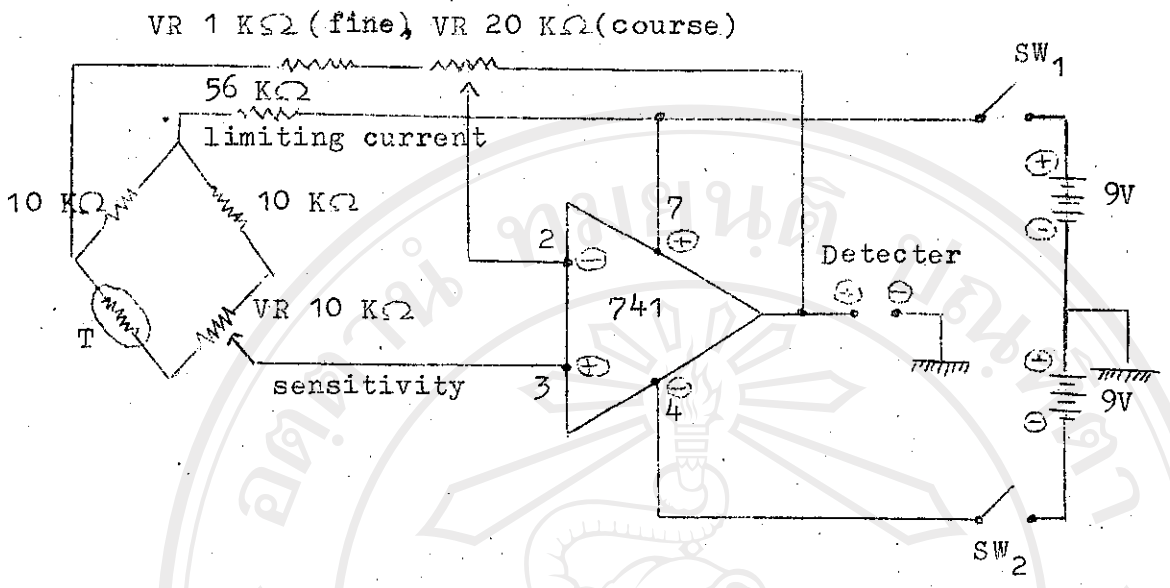
การที่ใช้โลหะผสมพิเศษนี้ทำ semi-conductor และมี negative temperature coefficient of resistance สูง จึงทำให้ thermistor สามารถจะใช้วัดการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิขนาดน้อย ๆ ได้โดยต่อเข้ากับ D.C.wheatstone bridge circuit กับ sensitive galvanometer

ถ้าใช้ modern D.C. amplifier กับ potentiometric recorder แทน galvanometer จะทำให้สามารถบันทึกผลของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิขนาดต่ำมากคือ 10^{-5} ซ. จะมีข้อจำกัดก็คือ noise level ใน thermistor ซึ่งจะมีค่าสูงกว่า signal ที่ได้เท่านั้น ทำให้ผลลัพธ์ที่บันทึกออกมาไม่ชัดเจน เพราะถูกรบกวนโดย noise

อย่างไรก็ตาม thermistor ก็มีข้อเสียคือ ความต้านทานของมันจะตกรวดเร็วมากเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นประมาณร้อยละ 4 ต่อองศา และการเปลี่ยนความต้านทานไม่เป็นสัดส่วนโดยตรงกับอุณหภูมิ แต่ enthalpimetric titration จะมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิขนาด ± 0.5 องศา ฉะนั้นการที่ความต้านทานของ thermistor ตกลงอย่างไม่เป็นสัดส่วนโดยตรงกับอุณหภูมิ จึงไม่สำคัญนักเพราะเทคนิคนี้ไม่ได้วัดอุณหภูมิที่เป็น absolute terms

สำหรับ wheatstone bridge ที่ทำได้ง่าย ๆ และใช้กับเทคนิคนี้ ได้แก่วงจรที่แสดงในรูปที่ 3.5 เป็นวงจรขนาด 10 กิโลโอม ใช้ต่อกับ thermistor ที่มีขนาดความต้านทาน 10 กิโลโอม

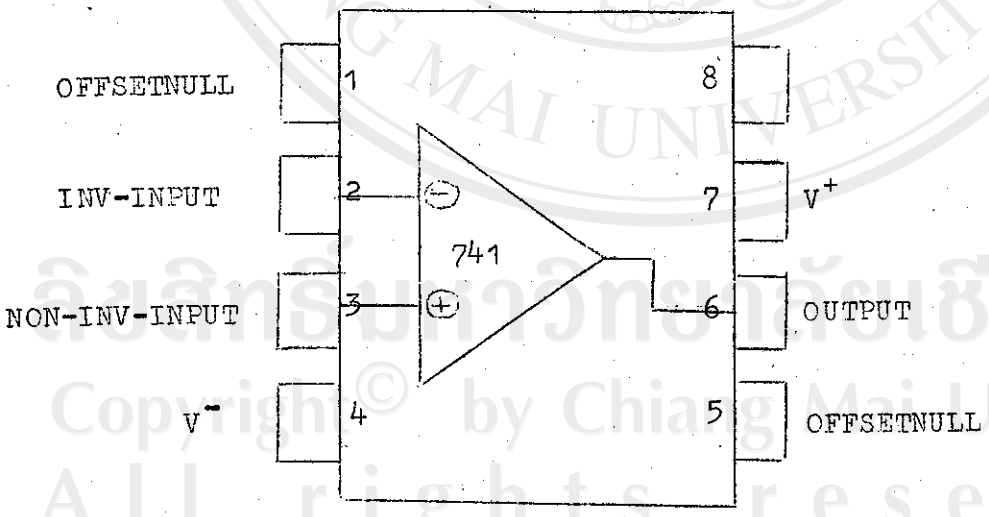
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.5 แสดงวงจรไฟฟ้า D.C.wheatstone bridge circuit สำหรับ 10 กิโลโอม thermistor

VR = variable resistor

T = 10 กิโลโอม thermistor



รูปที่ 3.6 แสดง IC เบอร์ 741

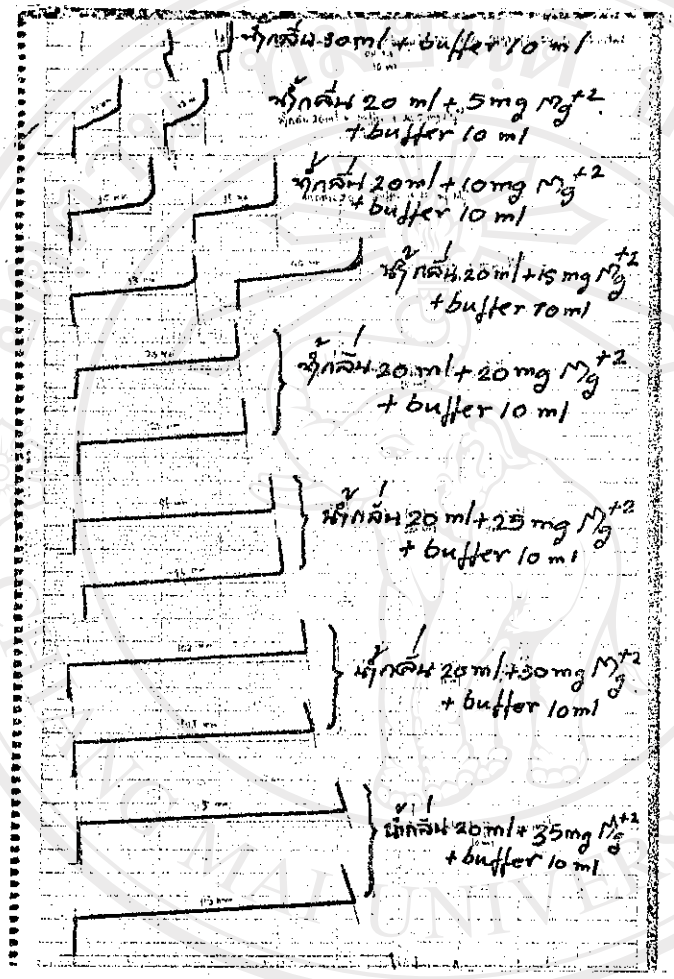
INV-INPUT = inverting input, V = voltage

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

วงจรนี้มี VR 1 KΩ และ VR 20 KΩ เป็นตัวปรับแบบละเอียด(fine) และแบบหยาบ (course) เพื่อปรับให้วงจรเกิดสมดุลย์ก่อนที่สารใน reaction chamber จะทำปฏิกิริยากันและมี IC [illegible] (integate cicuit) เบอร์ 741 ดังแสดงในรูป 3.6 เป็น op.Amp มี high input impedance เป็นตัวช่วยเพิ่ม sensitivity แก่วงจรและความต้านทาน 56 KΩ เป็นตัวกำหนด limiting current 1 มิลลิแอมแปร์ ไหลผ่าน wheatstone bridge

พอปฏิกิริยาเกิดขึ้นเมื่อเติม titrant ลงไปใน reaction chamber ผลของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะทำให้วงจรเกิดความไม่สมดุลย์ ส่วนที่เบี่ยงเบนไปจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป ซึ่งจะบันทึกผลดังกล่าว โดยใช้ recorder เป็นส่วนที่บันทึกหรือแปลความของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเนื่องจากปฏิกิริยา โดยจะบันทึกบนกระดาษซึ่งสะดวกต่อการที่จะนำผลมาทำการวิเคราะห์ ในการทดลองครั้งนี้ใช้ UNICAM AR 25 LINEAR RECORDER

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



รูปที่ 3.7 แสดง Enthalpogram ซึ่งเกิดปฏิกิริยาระหว่างมักนีเซียมกับไดอัมโมเนียมฟอสเฟส

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved