

# อภิธาน์ทางการ

รายงานฉบับสมบูรณ์  
เรื่อง



การพัฒนาชุดเครื่องมือสำหรับการศึกษาเกี่ยวกับปฏิกิริยาอิเล็กโทรไลซิส เพื่อนำไปใช้ในรายวิชาเคมีวิเคราะห์ ๒ ตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมี มหาวิทยาลัยนเรศวร

Development of equipment for study of electrolysis reaction in the course analytical chemistry II according to the Bachelor of Science Program in Chemistry Naresuan University

โดย

นายยุทธพงษ์ อุดแน่น

สำนักหอสมุด มหาวิทยาลัยนเรศวร

วันลงทะเบียน..... - 5 JUL 2011...

เลขทะเบียน..... 1566200x.....

เลขเรียกหนังสือ..... ๑ QD.....

๕๐  
๑3565  
2551

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจาก คณะวิทยาศาสตร์  
มหาวิทยาลัยนเรศวร  
งบประมาณปี 2551

## คำนำ

งานวิจัยเรื่องการพัฒนาชุดเครื่องมือสำหรับการศึกษาเกี่ยวกับปฏิกิริยาอิเล็กทรอนิกส์ เพื่อนำไปใช้ในรายวิชาเคมีวิเคราะห์ ๒ ตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมี มหาวิทยาลัยนเรศวรนี้ได้รับการช่วยเหลืออย่างดียิ่งจากอาจารย์ เกียรติศักดิ์ พรหมภักดี อาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ และ นางสาว สมถวิล พุทธสม นิสิตภาควิชาฟิสิกส์ ในการออกแบบวงจรและสร้างเครื่องมือสำหรับควบคุมกระแสให้ ผู้เขียนขอขอบคุณบุคคลทั้งสองมา ณ ที่นี้ด้วย

และขอขอบคุณ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวรที่ให้การสนับสนุนทุนวิจัยในครั้งนี้ รวมทั้งภาควิชาเคมี ที่ให้ความอนุเคราะห์สำหรับการใช้เครื่องมือต่างๆ มา ณ ที่นี้ด้วย

วันที่ 30 กรกฎาคม 2551

(ดร. ยุทธพงษ์ อุดแน่น)

ผู้ทำวิจัย



## งานวิจัยเรื่อง

ภาษาไทย การพัฒนาชุดเครื่องมือสำหรับการศึกษาเกี่ยวกับปฏิกิริยาอิเล็กโทรไลซิส เพื่อนำไปใช้ในรายวิชาเคมีวิเคราะห์ ๒ ตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมี มหาวิทยาลัยนเรศวร

ภาษาอังกฤษ Development of equipment for study of electrolysis reaction in the course analytical chemistry II according to the Bachelor of Science Program in Chemistry Naresuan University

โดย ดร. ยุทธพงษ์ อุดแน่น

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายที่จะสร้างเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้าที่สามารถควบคุมกระแสให้คงที่และทำการวัดกระแสไฟฟ้าพร้อมกับแสดงผลและจับเวลาได้ในเครื่องเดียวกัน เพื่อนำมาใช้สำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีแบบคูลอมเมตริกไทเทรชัน ซึ่งในโครงการวิจัยนี้สามารถควบคุมกระแสไฟฟ้าได้สูงสุด 10 mA โดยใช้ ไมโครคอนโทรลเลอร์ AT89S52 เป็นตัวควบคุม และประมวลผลผ่านตัวแปลงสัญญาณ A/D และ D/A ในส่วนของวงจรจับเวลาได้ใช้รีจิสเตอร์ไทเมอร์ 1 ที่มีการอินเตอร์รัปต์จากภายนอกผ่านทางขา INT1 วงจรจับเวลาสามารถจับเวลาได้สูงสุด 9999 วินาที มีความละเอียด 1 วินาที จากผลการนำไปใช้พบว่าเครื่องมือที่สร้างขึ้นนี้ให้ผลการวิเคราะห์เป็นที่น่าพอใจ

# สารบัญ

หน้า

คำนำ	ข
บทคัด	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นของงานวิจัย	1
1.2) วัตถุประสงค์	1
1.3 ข้อกำหนดงานวิจัย	1
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ	2
1.5 หลักการในการวิเคราะห์โดยวิธีคูลอมเมทรี	2
1.6 กฎของฟาราเดย์	2
1.7 เทคนิควิธีวิเคราะห์ด้วยคูลอมเมทรี	3
1.8 การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์	5
1.9 การทดลองแบบไมโครสเกล	5
บทที่ 2 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงาน	
2.1) ส่วนของอุปกรณ์	7
2.2) หลักการทำงานของวงจร	7
2.3) หลักการวัดกระแสไฟฟ้า	8
2.4) วงจร Power Amplifier	9
2.5) ชุดอุปกรณ์สำหรับทำการไทเทรตแบบไมโครสเกล	10
2.6) สารเคมี	11
2.7) ขั้นตอนในการใช้เครื่องควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้า	11
2.8) การศึกษาความคงที่ของกระแส	11
2.9) การศึกษาความถูกต้องของการหาความเข้มข้น	12
บทที่ 3 ผลการทดลอง	14
3.1) การศึกษาความคงที่ของกระแส	14
3.2) การศึกษาความถูกต้องของการหาความเข้มข้น	15





สารบัญตาราง

ตาราง 3.1 ผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	15
ตาราง 3.2 ผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน KHP	16



## สารบัญรูป

รูปที่ 1.1 เครื่องคูลอมเมทรีแบบควบคุมศักย์ไฟฟ้าของขั้วทำงานให้คงที่	3
รูปที่ 1.2 คูลอมเมทรีแบบควบคุมกระแสคงที่	5
รูปที่ 2.1 แผนผังการทำงานของวงจร	7
รูปที่ 2.2 บล็อกไดอะแกรมการทำงานของวงจร	8
รูปที่ 2.3 การติดต่อระหว่าง MCP3202 และ ไมโครคอนโทรลเลอร์	8
รูปที่ 2.4 วงจร Power Amplifier	9
รูปที่ 2.5 แสดงวงจรของเครื่องควบคุมและวัดกระแส	9
รูปที่ 2.6 แสดงวงจรของเครื่องควบคุมและวัดกระแสสมบูรณ์	10
รูปที่ 2.7 แสดงหน้าจอเครื่องควบคุมและวัดกระแส	10
รูปที่ 2.8 ชุดอุปกรณ์สำหรับทำการไทเทรตแบบไมโครสเกล	11
รูปที่ 2.9 การต่ออุปกรณ์สำหรับทำการไทเทรตแบบไมโครสเกล	12
รูปที่ 3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับเวลา (ในสารละลาย 0.1 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	14
รูปที่ 3.2 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับเวลาเมื่อทำการทดลองจริง (ในสารละลาย 0.1 M KI)	15





# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1) ความเป็นของงานวิจัย

เทคนิคคูลอมบ์เมตรีแบบควบคุมกระแสไฟฟ้า (controlled current coulometry) หรือคูลอมบ์เมตริกไทเทรชัน เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณแบบหนึ่ง ที่สามารถหาปริมาณสารได้จากปริมาณไฟฟ้าโดยตรง โดยไม่จำเป็นต้องมีสารมาตรฐานมาเปรียบเทียบกับหาปริมาณ ในเทคนิคนี้ ไทเทรนต์จะถูกผลิตขึ้นที่ขั้วไฟฟ้า ด้วยอัตราคงที่เพื่อเข้าทำปฏิกิริยากับสารที่สนใจหาปริมาณ จนกระทั่งถึงจุดสมมูลจึงหยุดจ่ายกระแสไฟฟ้า ปริมาณของไทเทรนต์จะสัมพันธ์กับปริมาณไฟฟ้าตามกฎของฟาราเดย์ ซึ่งสามารถคำนวณหาปริมาณไฟฟ้าได้จากผลคูณของกระแสไฟฟ้ากับเวลาที่ใช้ในการผลิตไทเทรนต์

ดังนั้นเราจึงจำเป็นต้องมีเครื่องมือที่ควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้าที่มีค่าคงที่ เพื่อนำไปหาปริมาณไทเทรนต์ตามปริมาณจริงที่ถูกต้อง เราจึงได้ประดิษฐ์เครื่องมือควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้าขึ้นโดยในงานวิจัยวิจัยนี้จะประกอบไปด้วย วงจรจ่ายกระแสไฟฟ้าคงที่และวงจรจับเวลาโดยสามารถจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงได้สูงสุด 10 มิลลิแอมแปร์ และจับเวลาได้สูงสุด 9999 วินาที มีความละเอียด 1 วินาที ประโยชน์ของเครื่องมือนี้คือใช้วิเคราะห์หาปริมาณสารโดยเทคนิคคูลอมบ์เมตริกไทเทรชัน โดยใช้กระแสไฟฟ้าที่ควบคุมได้ มาผลิตไทเทรนต์

### 1.2) วัตถุประสงค์

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อการศึกษาดังนี้ คือ

- 1) เพื่อออกแบบและสร้างเครื่องมือทางไฟฟ้าสำหรับการทำอิเล็กโทรไลซิสและ คูลอมเมตริกไทเทรชัน
- 2) เพื่อนำไปใช้กับการทดลองแบบไมโครสเกล
- 3) เพื่อนำเครื่องมือที่สร้างขึ้นไปประกอบการสอนในรายวิชาเคมีวิเคราะห์ 2

### 1.3 ข้อกำหนดงานวิจัย

นอกจากจะพัฒนาเครื่องมือวัดทางด้านอิเล็กทรอนิกส์แล้ว งานวิจัยนี้ยังมีข้อกำหนดคือ

- 1) วัสดุและอุปกรณ์ ที่นำมาประกอบเป็นงานวิจัย สามารถหาซื้อสะดวกและราคาพอสมควร กับประโยชน์ที่ได้รับ
- 2) มีขนาดเล็ก น้ำหนักเบา และเคลื่อนย้ายสะดวก
- 3) มีความถูกต้องแม่นยำ

4) ผู้ใช้งานสามารถกำหนดปริมาณกระแสที่ปล่อยออกไปได้

#### 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

- 1) นำไปใช้กับการทดลองในห้องปฏิบัติการหรืออุตสาหกรรมขนาดต่าง ๆ
- 2) ใช้งานสะดวก
- 3) ความแม่นยำสูง
- 4) สามารถนำไปประยุกต์กับการวัดชนิดต่างๆ

#### 1.5 หลักการในการวิเคราะห์โดยวิธีคูลอมเมทรี

คูลอมเมทรีเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีเชิงไฟฟ้าวิธีหนึ่ง โดยมีการจัดเซลล์แบบอิเล็กโทรไลติก ก็คือจะต้องมีการให้พลังงานจากภายนอกให้กับเซลล์ และจะต้องเป็นกระแสตรง (D.C.) เทคนิคนี้จะเกี่ยวข้องกับการวัดปริมาณประจุไฟฟ้า (อิเล็กตรอน) ที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชันของสารตัวอย่าง ดังนั้นปริมาณของสารตัวอย่างจึงสัมพันธ์กับปริมาณประจุไฟฟ้าทั้งหมดที่ให้กับเซลล์ ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จำเป็นที่จะต้องมีการคนสารละลายตลอดเวลาเพื่อช่วยนำพาไอออนไปเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วใช้งาน (working electrode) การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จะอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของประจุไฟฟ้าที่ใช้ กับจำนวนกรัมสมมูลของสารตัวอย่าง ตามกฎของฟาราเดย์ เพราะฉะนั้นการวิเคราะห์หาปริมาณสารตัวอย่างด้วยเทคนิคคูลอมเมทรี จะแตกต่างจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรแกรมเมทรี โดยเทคนิคคูลอมเมทรีเป็นการวัดประจุไฟฟ้า (อิเล็กตรอน) แต่อิเล็กโทรแกรมเมทรีเป็นการชั่งน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นบนขั้วไฟฟ้า ซึ่งทั้งสองวิธีสามารถหาปริมาณสารตัวอย่างได้โดยตรง โดยไม่จำเป็นต้องสร้างกราฟมาตรฐาน หรือไปเทียบกับสารมาตรฐานแต่อย่างใด <sup>[1]</sup>

#### 1.6 กฎของฟาราเดย์ <sup>[2]</sup>

กฎการแยกสารด้วยไฟฟ้าของฟาราเดย์ กล่าวไว้ว่า "ปริมาณไฟฟ้าที่ผ่านเข้าในเซลล์ เป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณการเปลี่ยนแปลงสมมูลของสารที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าของเซลล์นั้น" ซึ่งสามารถเขียนอยู่ในรูปสมการได้ดังนี้

$$Q = F \times \text{No. equivalents} \quad \dots\dots\dots (1)$$

Q = ปริมาณประจุไฟฟ้าที่ถูกพาเข้าสู่เซลล์ มีหน่วยเป็น C

F = เป็นค่าคงที่ของฟาราเดย์ มีค่าเท่ากับ 96,487 คูลอมบ์ (C) หรือ  $6.022 \times 10^{23}$

อิเล็กตรอน

เมื่อการไหลของกระแส (i) คงที่ที่ 1 แอมแปร์ (A) ในเวลา (t) 1 วินาที (s) จะได้ว่า

$$Q = ixt \quad \dots\dots\dots (2)$$

จาก (1) และ (2) จะได้ความสัมพันธ์ ดังนี้

$$Q = F \times \text{No. equivalents} = i \times t$$

$$F \times n \frac{W}{M.W.} = Q$$

$$\text{Mole} = \frac{Q}{nF}$$

เมื่อ  $n$  คือ จำนวนโมลของอิเล็กตรอน เช่น



$n = 2$  โมลของอิเล็กตรอน

### 1.7 เทคนิควิธีวิเคราะห์ด้วยคูลอมเมทรี

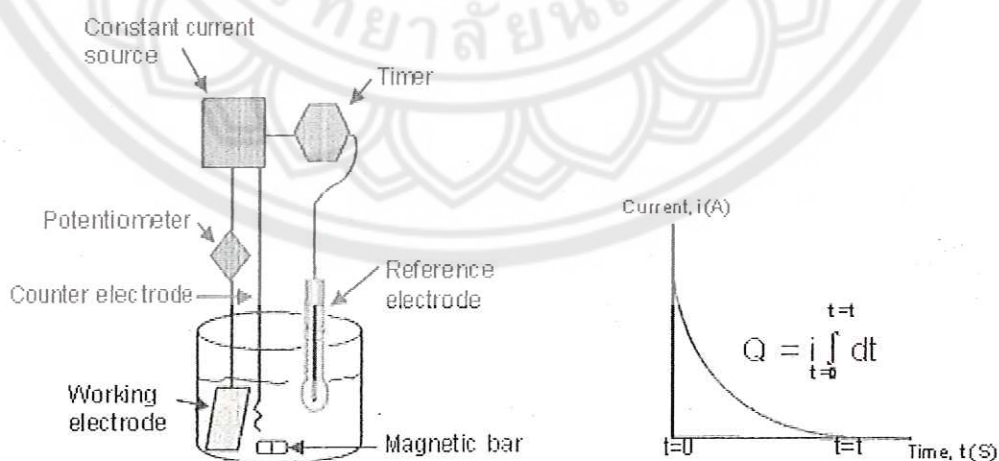
การวิเคราะห์เชิงไฟฟ้าด้วยเทคนิคคูลอมเมทรีแบ่งออกได้เป็น 2 วิธี ดังนี้

- 1) คูลอมเมทรีแบบควบคุมศักย์ไฟฟ้าของขั้วทำงานให้คงที่
- 2) คูลอมเมทรีแบบควบคุมกระแสคงที่

#### 1.7.1 คูลอมเมทรีแบบควบคุมศักย์ไฟฟ้าของขั้วทำงานให้คงที่ (Primary coulometry)

เทคนิคการวิเคราะห์คูลอมเมทรีแบบควบคุมศักย์ไฟฟ้าประกอบด้วยอุปกรณ์ที่สำคัญดัง

รูปที่ 1.1



รูปที่ 1.1 เครื่องคูลอมเมทรีแบบควบคุมศักย์ไฟฟ้าของขั้วทำงานให้คงที่ [2]

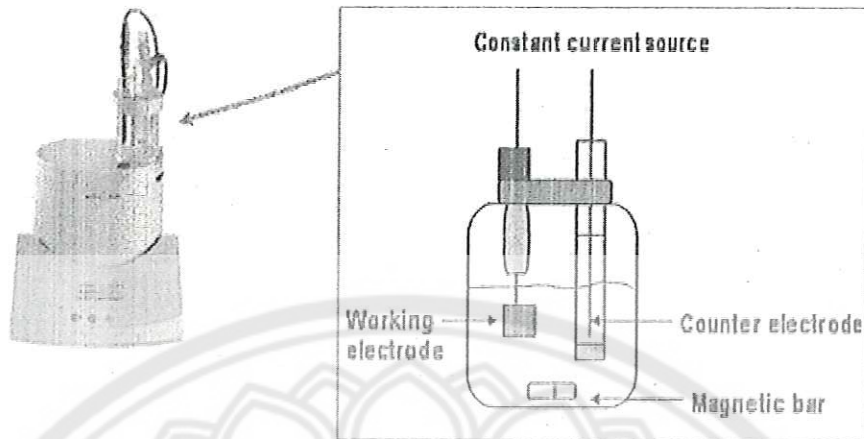


หลักการของการหาปริมาณสารตัวอย่างโดยวิธีคูลอมเมตรีแบบควบคุมศักย์ไฟฟ้าจะมีหลักการเช่นเดียวกับเทคนิคอิเล็กโทรแกรมเมตรีแบบควบคุมศักย์ขั้วไฟฟ้า กล่าวคือ จะต้องมียุปกรณ์สำคัญคือ โพลีโตนอสแตท (potentiostat) ที่ทำหน้าที่ในการควบคุมศักย์ไฟฟ้าของขั้วใช้งาน (working electrode) เพื่อให้ค่าศักย์ไฟฟ้ามีค่าคงที่ตลอดการวิเคราะห์ แต่ในเทคนิคคูลอมเมตรีจะมีการบันทึกกระแสที่ใช้ ณ เวลาต่าง ๆ ของการวิเคราะห์ จนกระทั่งปฏิกิริยาการแยกสารตัวอย่างให้ผลเสร็จสมบูรณ์ และการคำนวณหาปริมาณสารตัวอย่างที่เกิดขึ้นในการวิเคราะห์สามารถทำได้โดยการอินทิเกรตข้อมูลจากกราฟของกระแสกับเวลา ซึ่งก็คือปริมาณประจุไฟฟ้าที่ใช้ทั้งหมด

#### 1.7.2 คูลอมเมตรีแบบควบคุมกระแสคงที่ (Secondary coulometry หรือ Coulometric titration)

เทคนิคคูลอมเมตรีแบบควบคุมกระแสไฟฟ้า (controlled current coulometry) หรือคูลอมเมตริกไทเทรชัน เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณแบบหนึ่งที่สามารถหาปริมาณสารได้จากปริมาณไฟฟ้าโดยตรง โดยไม่จำเป็นต้องมีสารมาตรฐานมาเปรียบเทียบกับหาปริมาณ ในเทคนิคนี้ไทเทรนต์จะถูกผลิตขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าด้วยอัตราคงที่เพื่อเข้าทำปฏิกิริยากับสารที่สนใจหาปริมาณ จนกระทั่งถึงจุดสมมูลจึงหยุดจ่ายกระแสไฟฟ้า ปริมาณของไทเทรนต์สัมพันธ์กับปริมาณไฟฟ้าตามกฎของฟาราเดย์ ซึ่งสามารถคำนวณหาปริมาณไฟฟ้าได้จากผลคูณของกระแสไฟฟ้ากับเวลาที่ใช้ในการผลิตไทเทรนต์ ซึ่งเทคนิคนี้มีข้อดี คือ ไทเทรนต์จะถูกผลิตขึ้นและใช้ไปทันที จึงสามารถใช้ในการไทเทรตที่เกี่ยวข้องกับไทเทรนต์ที่ไม่เสถียรได้อย่างดี และการวัดกระแสไฟฟ้าสามารถทำได้ละเอียดถูกต้องสูง จึงช่วยให้การวิเคราะห์สารปริมาณน้อยๆ ให้ผลถูกต้องกว่าการไทเทรตโดยทั่วไป

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคคูลอมเมตรีแบบควบคุมกระแสคงที่ อุปกรณ์ที่ทำหน้าที่เป็นแหล่งควบคุมให้กระแสคงที่คือ แอมเพอโรสแตท (amperostat) วิธีที่สามารถทำได้โดยการไทเทรชัน (titration) จึงเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า "คูลอมเมตริกไทเทรชัน (coulometric titration)" โดยสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกไทเทรตด้วยไทเทรนต์ (อิเล็กตรอน) ในการวิเคราะห์จะมีการให้กระแสคงที่กับวงจรตลอดเวลา จนกว่าจะถึงจุดยุติของการไทเทรต วิธีนี้สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้ถึงระดับไมโครกรัม ( $10^{-6}$ ) ทำให้มีความถูกต้องและความแม่นยำสูง



รูป 1.2 คูลอมเมตรีแบบควบคุมกระแสคงที่<sup>(2)</sup>

### 1.8 การประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคคูลอมเมตริกไทเทรชัน ใช้ในการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของไอออนโลหะในสารละลายตัวอย่าง และยังสามารถใช้ได้กับการวิเคราะห์ด้วยวิธีไทเทรตทางเคมีทุกรูปแบบ เช่น ปฏิกิริยาสะเทินของกรดและด่าง ปฏิกิริยาการตกตะกอน ปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน และปฏิกิริยารีดอกซ์ ปัจจุบันได้มีการประยุกต์และปรับปรุงเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ทันสมัย สามารถวิเคราะห์ได้อย่างอัตโนมัติ เช่น การใช้คอมพิวเตอร์มาควบคุมการทำงานของเครื่องมือ ทำให้การวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการที่มีการวิเคราะห์เป็นประจำ มีความสะดวก รวดเร็ว ถูกต้อง และแม่นยำสูง

### 1.9 การทดลองแบบไมโครสเกล

การทดลองแบบไมโครสเกลนี้เกิดจากการพัฒนามาบนพื้นฐานแนวคิดทางการทดลองที่เกี่ยวข้องกับพื้นฐานทางด้านเคมี อาทิเช่น กรด-เบส ปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน เคมีเชิงไฟฟ้า และอื่นๆ โดยใช้อุปกรณ์เคมีอย่างง่าย ๆ ได้แก่ injection dropper, syringes และ pipettes เป็นต้น และได้นำไปพัฒนาใช้กับเครื่องแก้วในห้องทดลอง และแพร่หลายจากห้องทดลองในห้องเรียนไปจนถึงห้องทดลองต่างๆ การใช้งานในส่วนของเครื่องมือที่ทำให้เป็นมาตรฐานมากขึ้น มีผู้ริเริ่มพัฒนาศึกษาในปี 1928 โดย Egerton C. Grey และในปี 1989 โดย Mahmoud K.El-Marsafy ในประเทศอียิปต์ จากนั้นก็มีผู้ทำการศึกษากันอย่างมากขึ้น จนในที่สุด Bradley ในแอฟริกาใต้ได้คิดค้นและออกแบบการทดลองจากในห้องทดลองภายในโรงเรียนขยายสู่สถานศึกษาต่างๆ รวมไปถึงงานทางการสังเคราะห์ในเคมีอินทรีย์ โดยไมโครสเกลนี้ได้รับความนิยมอย่างกว้างขวางใน



การเตรียมการทดลอง อีกทั้งยังได้รับการตีพิมพ์ลงในวารสารเกี่ยวกับเคมี โดยเรียกการศึกษานี้ว่า The Microscale Laboratory

ไม่มีใครสเกลทางด้านเคมีเป็นวิธีที่ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางทั้งสถานศึกษา มหาวิทยาลัย ต่างๆ จะเป็นในส่วนของงานที่ใช้ปริมาณสารที่น้อย โดยอาจเป็นการเตรียมสารในหน่วยของ มิลลิกรัม ได้มีการพัฒนาเป็นเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ในส่วนของเครื่องแก้วในห้องทดลอง โดยได้รับความสนใจในหลายสถานศึกษาในหลายๆ ประเทศ เนื่องจากเป็นการทำงานที่ง่ายขึ้น อีกทั้งยังลดปริมาณสารที่นำมาวิเคราะห์ การใช้งานส่วนมากจึงเป็นการวิเคราะห์ทางด้านปริมาณ แต่ก็ยังมีการศึกษาพัฒนาในด้านอื่นๆ ให้พบเห็นอีกด้วย

เครื่องมือที่เลือกใช้ในการวิเคราะห์นี้เป็นแบบ microscale เนื่องจากให้ศักยภาพที่ดีในการวิเคราะห์และมีเสถียรภาพที่ดีต่อปฏิกิริยา เพราะสามารถใช้ปริมาณเล็กน้อย ในการเตรียมสารละลายตัวอย่าง การใช้ปริมาณสารที่น้อยนี้จะไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม อีกทั้งยังง่ายต่อการจัดการของเสียในห้องปฏิบัติการ และยังเป็นการประหยัดค่าใช้จ่ายในด้านสารเคมีที่นำมาวิเคราะห์<sup>[3],[4]</sup>

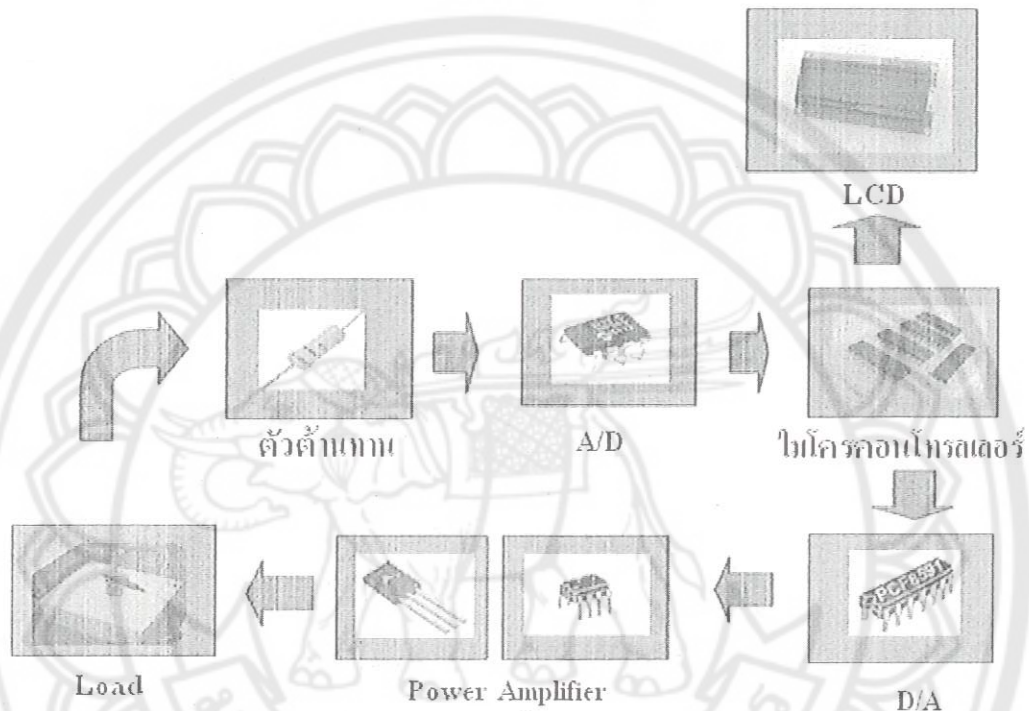


## บทที่ 2

### ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงาน

#### 2.1) ส่วนของอุปกรณ์

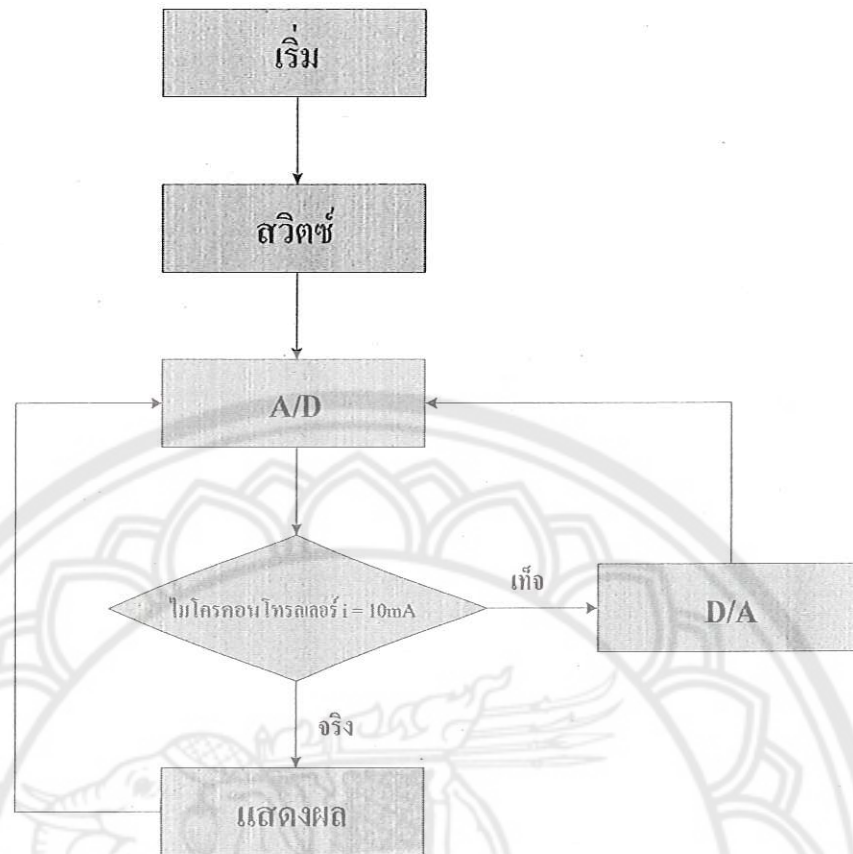
การออกแบบและสร้างเครื่องควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้า นั้นจะแบ่งเป็นส่วนต่าง ๆ ตามบล็อกไดอะแกรมนี้



รูปที่ 2.1 แผนผังการทำงานของวงจร

#### 2.2) หลักการทำงานของวงจร

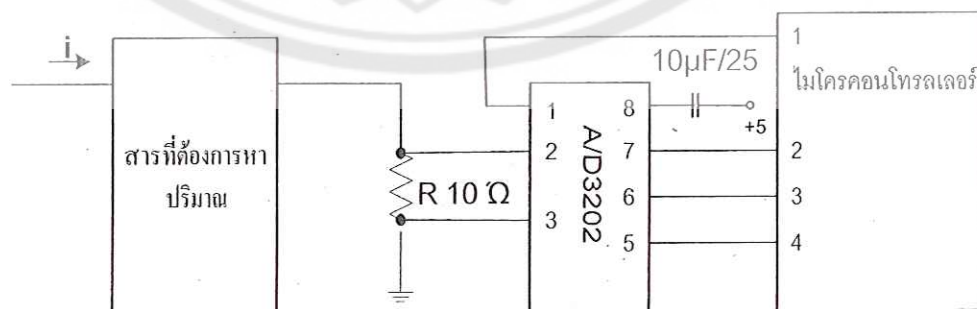
ไมโครคอนโทรลเลอร์จะส่งค่า V ที่มีค่าตั้งแต่ 0-255 ออกไปที่ไอซี D/A เพื่อแปลงค่า V ให้มีค่าตั้งแต่ 0-5V แล้วส่งต่อให้วงจร Power Amplifier เพื่อขับกระแส ก่อนจะส่งให้กับโหลดที่ต้องการหาปริมาณ ซึ่งได้ต่อตัวต้านทานเพื่อทำการวัดค่า V ที่คอมตัวต้านทานก่อนส่งค่าที่ได้ไปที่ A/D เพื่อแปลงสัญญาณให้ไมโครคอนโทรลเลอร์ประมวลผลหาค่า กระแสแล้วส่งให้แสดงผลที่จอ LCD ต่อไป



รูปที่ 2.2 บล็อกไดอะแกรมการทำงานของวงจร

### 2.3) หลักการวัดกระแสไฟฟ้า

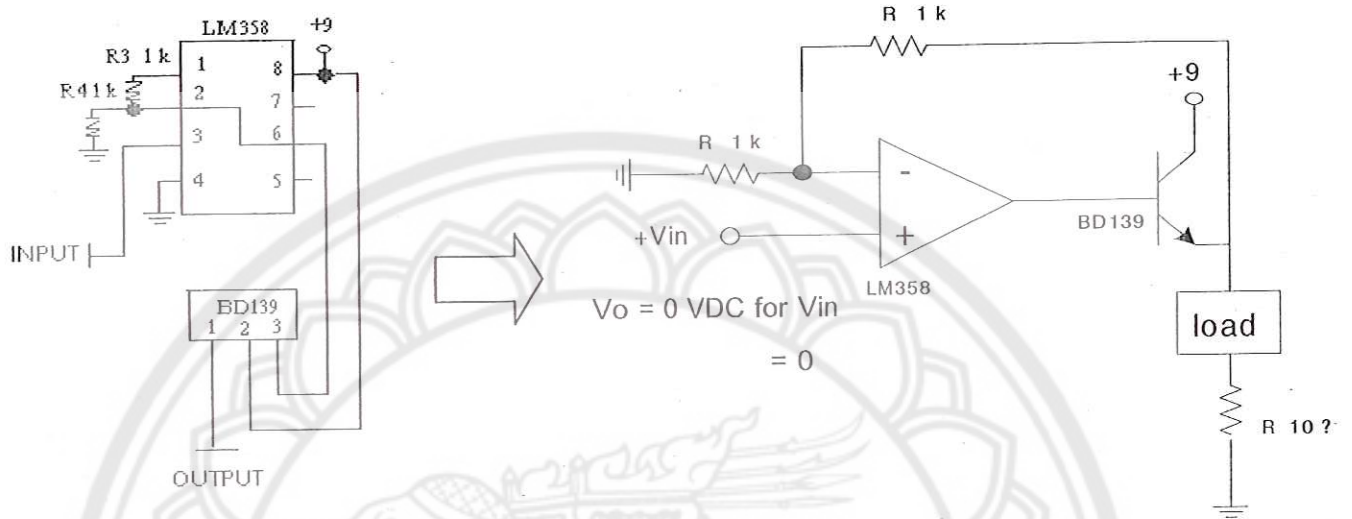
หลักการวัดค่ากระแสของเครื่องมือชนิดนี้ใช้หลักการวัดค่าโวลต์ที่ตกคร่อมตัวต้านทานที่มีค่าคงที่อยู่ที่ค่า  $i$  ดังนั้นจึงต้องใช้ MCP3202 ซึ่งเป็นไอซีแปลงสัญญาณอนาลอกเป็นดิจิตอล เพื่อที่จะส่งข้อมูลให้ไมโครคอนโทรลเลอร์ประมวลผลเพื่อให้ได้ค่ากระแสออกมาจากการแทนกฎของโอห์มในการคำนวณ



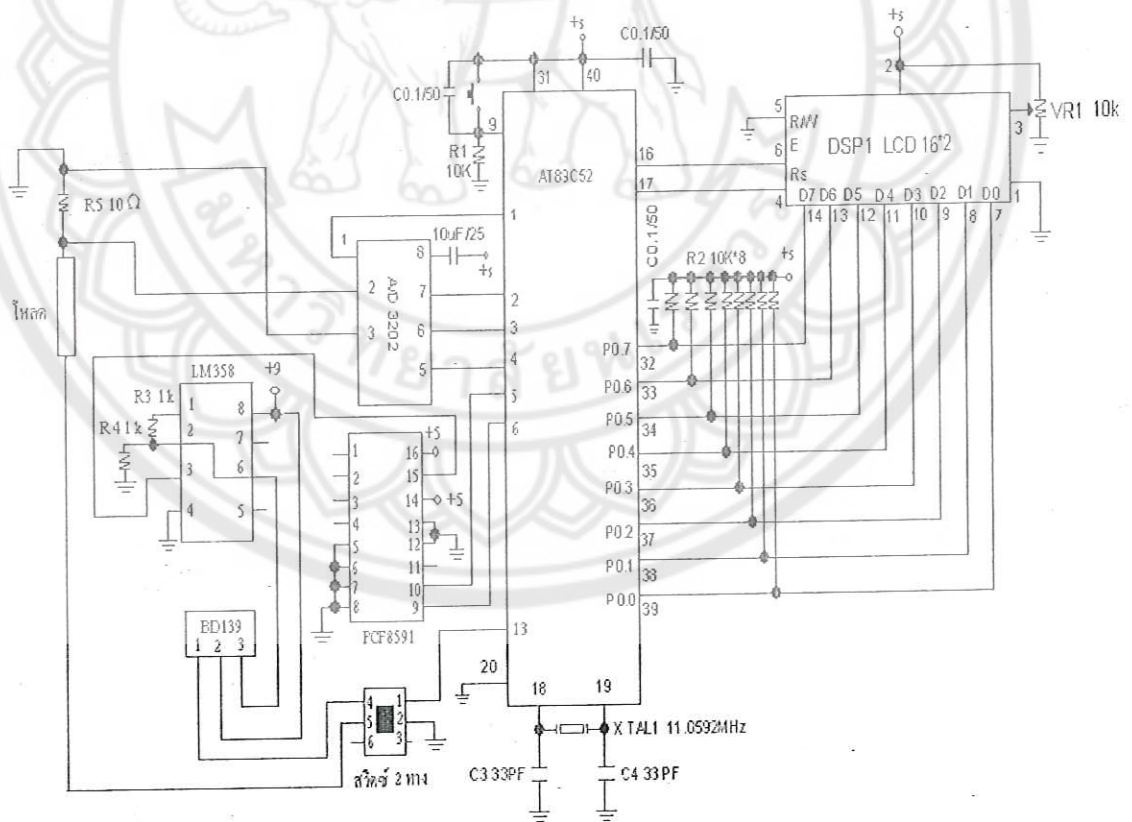
รูปที่ 2.3 การติดต่อระหว่าง MCP3202 และ ไมโครคอนโทรลเลอร์

2.4) วงจร Power Amplifier

เนื่องจากค่าโวลต์ที่จ่ายให้กับสารที่ต้องการหาปริมาณมีค่าที่น้อยจึงได้ใช้วงจร Power Amplifier เพื่อขยายแรงดันและขับกระแสให้กับวงจร ทั้งนี้ได้ใช้ LM358 เป็นไอซีขยายแรงดันและทรานซิสเตอร์ BD139 ทำหน้าที่ขับกระแส

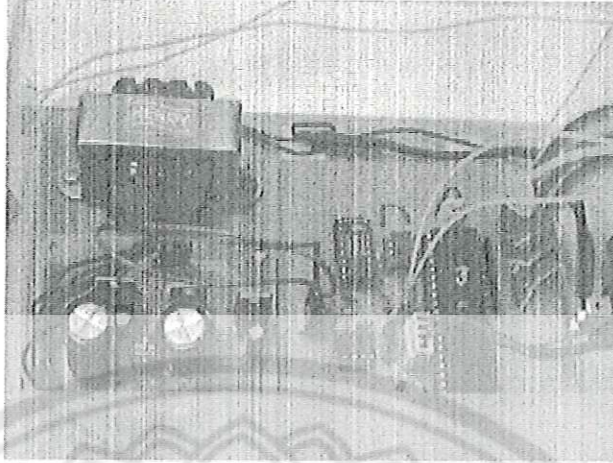


รูปที่ 2.4 วงจร Power Amplifier

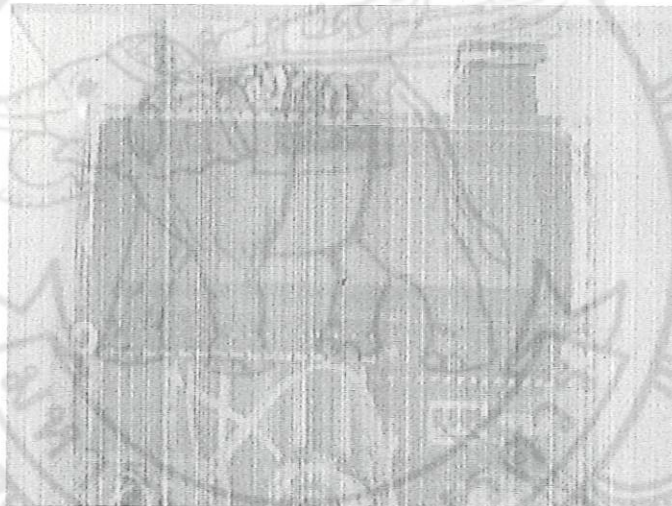


รูปที่ 2.5 แสดงวงจรของเครื่องควบคุมและวัดกระแส





รูปที่ 2.6 แสดงวงจรของเครื่องควบคุมและวัดกระแสสมบูรณ

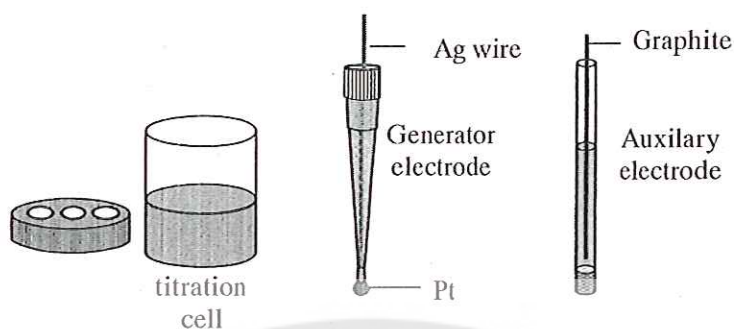


รูปที่ 2.7 แสดงหน้าจอเครื่องควบคุมและวัดกระแส

## 2.5) ชุดอุปกรณ์สำหรับการไทเทรตแบบไมโครสเกล

- 1) ภาชนะบรรจุสารละลายพร้อมฝา
- 2) ขั้วไฟฟ้าสำหรับการไทเทรตแบบไมโครสเกล
  - Generator electrode (Pt)
  - Auxiliary electrode
- 3) Magnetic stirrer ขนาดเล็ก
- 4) แท่งคนแม่เหล็กขนาดจิ๋ว<sup>+</sup>





รูปที่ 2.8 ชุดอุปกรณ์สำหรับการไทเทรตแบบไมโครสเกล

## 2.6) สารเคมี

- 1) สารละลาย 0.1 M KI
- 2) สารละลาย 0.1 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$
- 3) สารละลาย 0.0100 M KHP (potassium hydrogen phthalate)
- 4) สารละลาย 0.0100 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
- 5) สารละลายฟีนอล์ฟทาลีน
- 6) น้ำแข็ง

## 2.7) ขั้นตอนในการใช้เครื่องควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้า

ขั้นตอนในการใช้เครื่องควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้า เพื่อหาปริมาณสารจากเทคนิคคูโลมบิเมตริแบบควบคุมกระแสไฟฟ้า มีขั้นตอนดังนี้

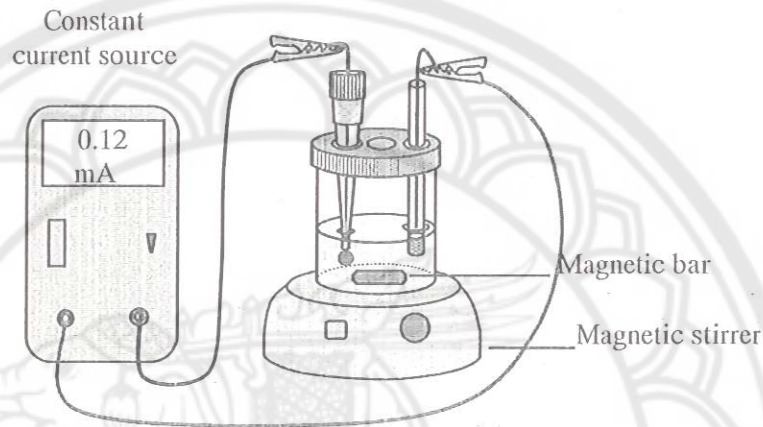
1. เตรียมสารที่ต้องการหาปริมาณ
2. เตรียมเครื่องควบคุมและวัดกระแสให้พร้อมใช้งาน
3. นำสายสัญญาณสีแดงต่อกับขั้วบวกของสารที่ต้องการวัด
4. นำสายสัญญาณสีดำต่อกับขั้วลบของสารที่ต้องการวัด
5. กดสวิตช์เพื่อเริ่มต้นวัดกระแสเมื่อเริ่มปฏิกิริยา
6. กดสวิตช์เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุด
7. บันทึกค่ากระแสและเวลาที่ใช้ในปฏิกิริยาทั้งหมด
8. นำไปคำนวณหาปริมาณสาร

## 2.8) การศึกษาความคงที่ของกระแส

### 2.8.1) ในสารละลาย 0.1 M $\text{Na}_2\text{SO}_4$

ปิเปตสารละลาย 0.1 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  3 mL ใส่ลงในไทเทรชันเซลล์ ตามด้วยสารละลาย 0.0100 M KHP 1 mL เติมฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 หยด ปิดฝาไทเทรชันเซลล์ พร้อมทั้งเสียบขั้วไฟฟ้าลงไปในสารละลาย ใส่แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปไทเทรชันเซลล์ ต่อขั้วไฟฟ้าเข้ากับเครื่องจ่ายไฟฟ้า เปิดเครื่องกวนสารละลายโดยปรับความเร็วรอบให้เหมาะสม

กดปุ่ม start ที่เครื่องจ่ายไฟ อ่านค่ากระแสที่ปรากฏบนหน้าจอตลอดๆ 1 วินาทีพร้อมบันทึกค่ากระแส จนครบ 200 วินาที



รูปที่ 2.9 การต่ออุปกรณ์สำหรับทำการไทเทรตแบบไมโครสเกล

#### 2.8.2) ในสารละลาย 0.1 M KI

ปิเปตสารละลาย 0.1 M KI 3 mL ใส่ลงในไทเทรชันเซลล์ ตามด้วยสารละลาย 0.0100 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  1 mL เติมน้ำแข็ง 2 หยด ปิดฝาไทเทรชันเซลล์ พร้อมทั้งเสียบขั้วไฟฟ้าลงไปในสารละลาย ใส่แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปไทเทรชันเซลล์ ต่อขั้วไฟฟ้าเข้ากับเครื่องจ่ายไฟฟ้า เปิดเครื่องกวนสารละลายโดยปรับความเร็วรอบให้เหมาะสม

กดปุ่ม start ที่เครื่องจ่ายไฟ อ่านค่ากระแสที่ปรากฏบนหน้าจอตลอดๆ 1 วินาทีพร้อมบันทึกค่ากระแส จนครบ 200 วินาที

#### 2.9) การศึกษาความถูกต้องของการหาความเข้มข้น

##### 2.9.1) การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 0.01 M KHP

ปิเปตสารละลาย 0.1 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  3 mL ใส่ลงในไทเทรชันเซลล์ ตามด้วยสารละลาย 0.0100 M KHP 1 mL เติมฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 2 หยด ปิดฝาไทเทรชันเซลล์ พร้อมทั้งเสียบขั้วไฟฟ้าลงไปในสารละลาย ใส่แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปไทเทรชันเซลล์ ต่อขั้วไฟฟ้าเข้ากับเครื่องจ่ายไฟฟ้า เปิดเครื่องกวนสารละลายโดยปรับความเร็วรอบให้เหมาะสม

กดปุ่ม start ที่เครื่องจ่ายไฟ ปลดปล่อยให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้น จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพู กดปุ่มหยุดการทำงาน อ่านกระแสและเวลาที่ใช้ไป

### 2.9.2) การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน $0.01 \text{ M Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

ปีเปตสารละลาย  $0.1 \text{ M KI}$   $3 \text{ mL}$  ใส่ลงในไทเทรชันเซลล์ ตามด้วยสารละลาย  $0.0100 \text{ M Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$   $1 \text{ mL}$  เติมน้ำแบ่ง 2 หยด ปิดฝาไทเทรชันเซลล์ พร้อมทั้งเสียบขั้วไฟฟ้าลงไปในสารละลาย ใส่แท่งแม่เหล็กคนสารลงไปในไทเทรชันเซลล์ ต่อขั้วไฟฟ้าเข้ากับเครื่องจ่ายไฟฟ้า เปิดเครื่องกวณสารละลายโดยปรับความเร็วรอบให้เหมาะสม

กดปุ่ม start ที่เครื่องจ่ายไฟ ปลดปล่อยให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้น จนสารละลายเปลี่ยนเป็นน้ำเงิน กดปุ่มหยุดการทำงาน อ่านกระแสและเวลาที่ใช้ไป



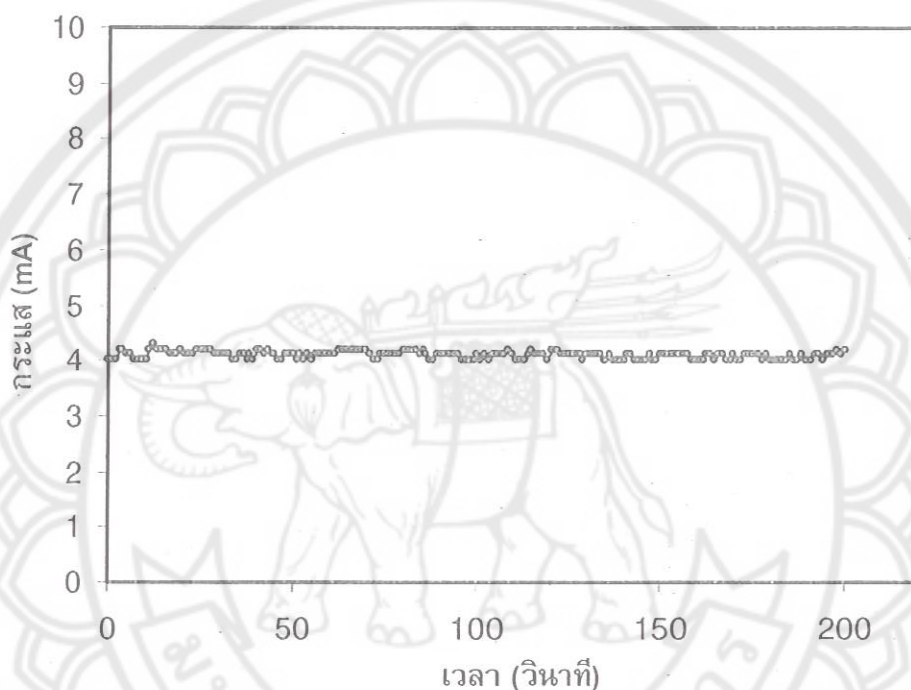
### บทที่ 3

#### ผลการทดลอง

#### 3.1) การศึกษาความคงที่ของกระแส

##### 3.1.1) ในสารละลาย 0.1 M $\text{Na}_2\text{SO}_4$

ได้ทำการศึกษาความคงที่ของกระแสเมื่อทำการไทเทรตหาปริมาณของ สารละลาย KHP ในช่วงเวลา 200 วินาที ได้ผลดังรูปที่ 3.1



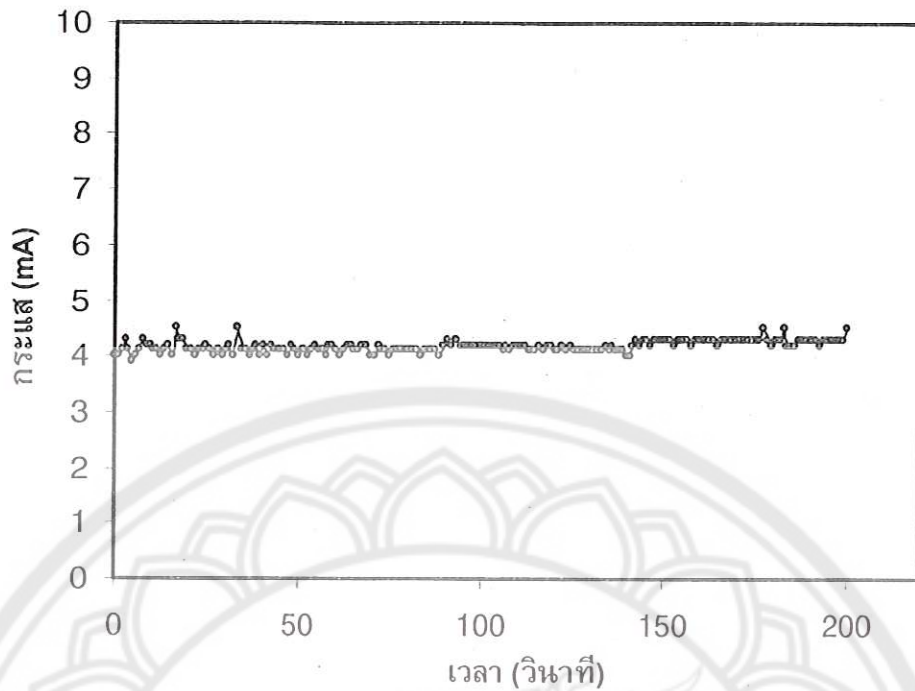
รูปที่ 3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับเวลา (ในสารละลาย 0.1 M  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

จากกราฟความสัมพันธ์พบว่ากระแสเฉลี่ยมีค่าเท่ากับ 4.09 mA และความแปรปรวนของกระแสโดยดูจากค่า SD มีค่าเท่ากับ 0.07

##### 3.1.2) สารละลาย 0.1 M KI

ได้ทำการศึกษาความคงที่ของกระแสในขณะที่ทำการไทเทรตหาปริมาณของ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ในช่วงเวลา 200 วินาที ได้ผลดังรูปที่ 3.2





รูปที่ 3.2 ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับเวลาเมื่อทำการทดลองจริง (ในสารละลาย 0.1 M KI)

จากกราฟความสัมพันธ์พบว่ากระแสเฉลี่ยมีค่าเท่ากับ 4.18 mA และความแปรปรวนของกระแสโดยดูจากค่า SD มีค่าเท่ากับ 0.11

### 3.2) การศึกษาความถูกต้องของการหาความเข้มข้น

#### 3.2.1) การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 0.01 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

ได้ทำการศึกษาความถูกต้องของการหาความเข้มข้นของสารละลาย 0.0100 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ได้ผลดังตาราง 3.1

ตาราง 3.1 ผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

ครั้งที่	ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (M)		Relative accuracy
	ค่าจริง	ค่าที่ได้จากเครื่อง	
1	0.0100	0.0099	99
2	0.0100	0.0100	100
3	0.0100	0.0098	98



จากผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 0.0100 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  พบว่าค่าที่ได้ใกล้เคียงกับค่าจริง โดยมีค่า Relative accuracy อยู่ในช่วง 98-100%

### 3.2.2) การหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 0.01 M KHP

ได้ทำการศึกษาความถูกต้องของการหาความเข้มข้นของสารละลาย 0.01 M KHP ได้ผลดังตาราง 3.2

ตาราง 3.2 ผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน KHP

ครั้งที่	ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน KHP (M)		Relative accuracy
	ค่าจริง	ค่าที่ได้จากเครื่อง	
1	0.0100	0.0096	96
2	0.0100	0.0097	97
3	0.0100	0.0097	97
4	0.0100	0.0097	97
5	0.0100	0.0096	96

จากผลการวิเคราะห์หาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน 0.0100 M KHP พบว่าค่าที่ได้ใกล้เคียงกับค่าจริง โดยมีค่า Relative accuracy อยู่ในช่วง 96-97%

## บทที่ 4

## สรุปผลและข้อเสนอแนะ

## สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองพบว่าเครื่องควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้าที่สร้างขึ้น สามารถนำไปใช้เป็นแหล่งจ่ายไฟสำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีแบบคูลอมเมตริกไทเทรชันได้จริง โดยมีความเบี่ยงเบนของกระแสไม่เกิน  $\pm 0.11$  mA ความถูกต้องของการวิเคราะห์ความเข้มข้นของสารโดยใช้ค่า Relative accuracy อยู่ในช่วง 96-100% เครื่องควบคุมและวัดกระแสไฟฟ้าที่สร้างขึ้นสามารถนำไปใช้สำหรับการเรียนการสอนในรายวิชาเคมีวิเคราะห์ 2 ในบทปฏิบัติการที่เรื่อง คูลอมเมตริกไทเทรชัน นอกจากนี้ยังสามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสารบางชนิดได้อีกด้วย

## ข้อเสนอแนะ

1. อุปกรณ์ที่นำมาใช้ในการทดลองยังมีความละเอียดไม่เพียงพอทำให้ค่าที่ได้มีความคลาดเล็กน้อย
2. มีข้อจำกัดในเรื่องค่าของกระแสไฟฟ้าสูงสุดที่วัดได้อยู่ในช่วงที่น้อย เมื่อเจอกับค่าความต้านทานของไหลที่สูงๆ จะไม่สามารถควบคุมกระแสไฟฟ้าได้

## เอกสารอ้างอิง



สำนักหอสมุด

- 5 JUL 2011

[1] [http://mulinet6.li.mahidol.ac.th/cd-rom/cd-rom0306t/web/Eanal/anal\\_coulometry.htm](http://mulinet6.li.mahidol.ac.th/cd-rom/cd-rom0306t/web/Eanal/anal_coulometry.htm)

สืบค้นเมื่อวันที่ 13 ตุลาคม พ.ศ. 2550

[2] <http://mail.chiangmai.ac.th/~scijkmn/simple%20coulom.htm> สืบค้นเมื่อวันที่ 13 ตุลาคม

พ.ศ. 2550

[3] คู่มือปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ 2, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์, 2548

[4] [http://en.wikipedia.org/wiki/Microscale\\_chemistry](http://en.wikipedia.org/wiki/Microscale_chemistry) สืบค้นเมื่อวันที่ 13 ตุลาคม พ.ศ. 2550

