

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

อุปกรณ์การทดลอง

1. ขั้นตอนการตกผลึก

1.1 ถังเตรียมสาร (storage tank)

อุปกรณ์คือถังทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 70 ซม สูง 50 ซม มีใบพัดกวนทางด้านล่าง ให้ความร้อนด้วยไอน้ำทางด้านข้าง ควบคุมอุณหภูมิโดยใช้เทอร์โมคัปเปิล (thermocouple) วัดอุณหภูมิแล้วใช้โซลินอยด์วาล์ว (solenoid valve) เป็นตัวควบคุมการไหลเข้าของไอน้ำจนสารละลายมีอุณหภูมิตามที่ต้องการ และจะมีท่อด้านล่างต่อกับปั๊ม (pump) เพื่อปั๊มสารละลายไปตามท่อ ควบคุมอัตราการไหลของสารละลายด้วยโรตاميเตอร์ (rotameter) และโกล์บวาล์ว (globe valve) สารละลายจะไหลผ่านโรตاميเตอร์ ไปตามท่อขึ้นไปบนหอตกผลึก

1.2 เครื่องตกผลึกแบบซาห์นไฮส (Zahn Hose crystallizer)

อุปกรณ์เป็นหอสูงทรงกระบอก ดังรูป 3.1 เส้นผ่านศูนย์กลางของหอ 0.25 เมตร สูง 2.3 เมตร มีพัดลมขนาด 1.5 แรงม้า เป่าลมเข้าทางด้านล่างของหอ ด้านบนจะมีท่อนำสารละลายเข้า และจะมีหัวสเปร์ยเป็นตัวควบคุมสารละลายให้ไหลเป็นหยดเล็ก ๆ ด้านบนสุดจะเป็นท่อให้อากาศไหลออก

1.3 ถังตกผลึก

อุปกรณ์ที่ใช้คือ ถังทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 50 ซม สูง 40 ซม มีใบพัดที่สามารถควบคุมความเร็วในรอบในการกวนได้

2. ขั้นตอนการร่อนแยกขนาด

อุปกรณ์ที่ใช้คือ เครื่องร่อนแยกขนาด (sieve) มีลักษณะเป็นเครื่องสั่น โดยมีตะแกรงร่อนแยกขนาดวางอยู่ด้านบน มีฝาเหล็กยึดติดกับแกนเหล็กสองข้าง เพื่อยึดตะแกรงให้อยู่กับที่ ตะแกรงร่อนแยกขนาดที่ใช้คือขนาด 75, 150, 300, 600, 850 และ 1180 ไมโครเมตร

3. ขั้นตอนการหาความเข้มข้น

3.1 อุปกรณ์ที่ใช้

- 3.1.1 บิวเรต 50 มิลลิลิตร
- 3.1.2 ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 มิลลิลิตร
- 3.1.3 ปีกเกอร์ 250 มิลลิลิตร
- 3.1.4 ขวดวัดปริมาตร 50 มิลลิลิตร
- 3.1.5 บีเปต 10 มิลลิลิตร

3.2 สารเคมีที่ใช้

- 3.2.1 สารละลายโซเดียมไอโอดิลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) A.R. grade
- 3.2.2 สารละลายโพแทสเซียมไอโอเดต (KIO_3) A.R. grade
- 3.2.3 โพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) A.R. grade
- 3.2.4 กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) A.R. grade
- 3.2.5 กรดอะซิติก (CH_3COOH) A.R. grade

วิธีการดำเนินการทดลอง

1. ขั้นตอนการทดลอง

2.1 เตรียมสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต ความเข้มข้นประมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ลงในถังเตรียมสาร

2.2 ตั้งอุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส เปิดไอน้ำเข้าชุดหลอดทองแดงที่ทำหน้าที่เป็นตัวให้ความร้อนกับสารละลายที่อยู่ในถังเตรียมสาร (ซึ่งเป็นความเข้มข้นที่ได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างคอปเปอร์ออกไซด์กับกรดซัลฟิวริก) เปิดใบพัดกวน จนกระทั่งอุณหภูมิของสารละลายเท่ากับ 80 องศาเซลเซียส เปิดวาล์วให้สารละลายไหลออกจากถัง เปิดพัดลมเป่าอากาศ โดยปรับความเร็วอากาศให้ได้ค่าตามที่ต้องการ เปิดปั๊มเพื่อดูดสารขึ้นไปบนหลอดทดลอง ปรับอัตราการไหลให้ได้ตามที่ต้องการ โดยการปรับไกลวาล์วเพื่อให้ได้ค่าที่ต้องการ สารละลายจะไหลขึ้นไปตามท่อ และจะผ่านท่อสเปรย์ตกลงมาในหลอดทดลอง เมื่อตกผลึกลงมาถึงด้านล่าง วัดอุณหภูมิของสารละลายที่ได้ จากนั้นจะทำการกวนในถังตกผลึกต่อไป

2.3 ทำการกวนสารละลายที่มีผลึกอยู่ด้วยในถังตกผลึก เพื่อให้ผลึกเกิดการขยายขนาด โดยตั้งค่าความเร็วรอบในการกวนตามที่ต้องการ เปิดใบพัดทำการกวนสารละลาย สุ่มเก็บสารละลายตัวอย่างที่เวลา 0, 15, 45, 90, 150 และ 210 นาที

2.4 ชั่งน้ำหนักสารละลายตัวอย่างที่เก็บมา กรองสารละลายเพื่อแยกผลึกที่ได้ออกจากสารละลาย เก็บสารละลายที่กรองได้ไปหาความเข้มข้นด้วยการไตเตรต ล้างผลึกที่กรองได้ด้วย เอทานอลความเข้มข้นร้อยละ 95 นำผลึกที่ได้ไปตากแห้ง

2.5 เมื่อผลึกแห้ง นำไปร่อนแยกขนาดโดยใช้ตะแกรงร่อนแยกขนาด ขนาด 75, 150, 300, 600, 850 และ 1180 ไมโครเมตร

2.6 นำสารละลายที่เก็บไว้ไปหาความเข้มข้น ด้วยการไตเตรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ศึกษาขั้นตอนการเกิดนิวคลีเอชันในหลอดทดลอง โดยทำการทดลองที่

อัตราการไหลคงที่ 0.0468 กิโลกรัม/วินาที ความเร็วรอบใบพัดกวนคงที่ 1500 รอบ/นาที ความเร็วอากาศ 0.0819, 0.1233, 0.1585 และ 0.1868 ลูกบาศก์เมตร/วินาที

ความเร็วอากาศคงที่ 0.0819 ลูกบาศก์เมตร/วินาที ความเร็วรอบใบพัดกวนคงที่ 1500 รอบ/นาที อัตราการไหล 0.0219, 0.0468, 0.0595 และ 0.0730 กิโลกรัม/วินาที

ความเร็วอากาศคงที่ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที ความเร็วรอบใบพัดกวนคงที่ 1500 รอบ/นาที อัตราการไหล 0.0468, 0.0595, 0.0730 และ 0.1076 กิโลกรัม/วินาที

ศึกษาชั้นการขยายขนาดของผลึกในถังตกผลึก โดยทำการทดลองที่

อัตราการไหลคงที่ 0.0468 กิโลกรัม/วินาที ความเร็วอากาศคงที่ 0.1585 ลูกบาศก์เมตร/วินาที ความเร็วรอบใบพัดกวน 1000, 1250, 1500 และ 1750 รอบ/วินาที ที่เวลา 0, 15, 45, 90, 150 และ 210 นาที

อัตราการไหลคงที่ 0.0468 กิโลกรัม/วินาที ความเร็วอากาศ 0.0819, 0.1233, 0.1585 และ 0.1868 กิโลกรัม/วินาที ความเร็วรอบใบพัดกวน 1500 รอบ/วินาที ที่เวลา 0, 15, 45, 90, 150 และ 210 นาที

2. ชั้นการหาความเข้มข้น

ความเข้มข้นของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต สามารถหาได้ด้วยการไตเตรตสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตกับสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต ซึ่งมีวิธีการทดลองดังนี้

2.1 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟต

2.1.1 เตรียมสารละลาย KIO_3 ความเข้มข้น 0.01 โมล/ลิตร

2.1.2 เตรียมสารละลาย $Na_2S_2O_3$

2.1.3 ปิเปตสารละลาย KIO_3 25 cm^3 ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 cm^3 เติมสารละลาย KI 10 cm^3 (KI 3 กรัม/น้ำ 10 cm^3) และกรด H_2SO_4 เข้มข้น 3 โมล/ลิตร จำนวน 20 cm^3 ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 3 นาที เพื่อให้แน่ใจว่าปฏิกิริยาเกิดโดยสมบูรณ์ จากนั้นเติมน้ำกลั่นประมาณ 100 cm^3

2.1.4 ไตเตรตสารในข้อ 2.1.3 ด้วยสารละลาย $Na_2S_2O_3$ จนกระทั่งสารละลายมีสีเหลืองอ่อน (pale straw) ให้เติมสารละลายแป้ง 5 cm^3 เพื่อใช้เป็นอินดิเคเตอร์ สารละลายจะเป็นสีน้ำเงิน ทำการไตเตรตต่อจนกระทั่งสีน้ำเงินจางหายไป

2.1.5 บันทึกปริมาตรสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ที่ใช้ เพื่อนำไปคำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย $Na_2S_2O_3$

2.2 หาความเข้มข้นของสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟต

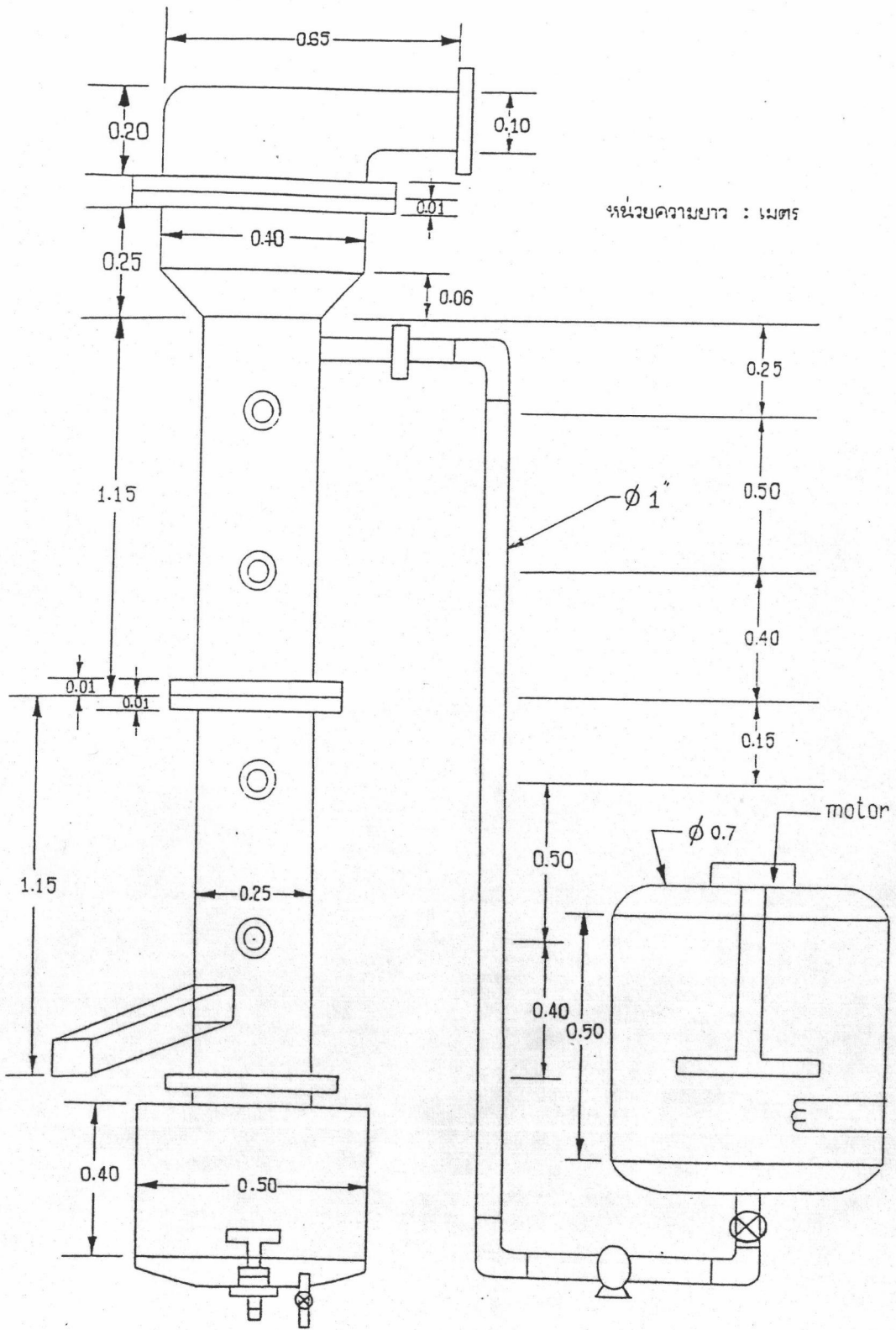
2.2.1 ชั่งน้ำหนักของสารละลายตัวอย่างที่เก็บมา

2.2.2 เตรียมสารละลายตัวอย่าง โดยเจือจางสารละลายให้มีปริมาตร 50 cm^3

2.2.3 ปิเปตสารละลายตัวอย่างจำนวน 10 ซม³ ลงในขวดรูปชมพู่ เติมน้ำกลั่นประมาณ 15 ซม³ เติมสารละลาย KI จำนวน 10 ซม³ และกรด CH₃COOH เข้มข้น 6 M จำนวน 20 ซม³

2.2.4 ไตเตรตสารละลายในข้อ 2.2.3 ด้วยสารละลายมาตรฐาน Na₂S₂O₃ จนกระทั่งสีของสารละลายเกือบจางหายไป เติมน้ำแบ่ง 2 ซม³ ทำการไตเตรตต่อจนกระทั่งได้สารละลายใส

2.2.5 บันทึกปริมาตรสารละลาย Na₂S₂O₃ ที่ใช้ เพื่อนำไปใช้ในการคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง



รูปที่ 3.1 สัดส่วนของถังเตรียมสาร เครื่องตกลูก และถังตกลูก