

บทที่ 10

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative Analysis)

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ เป็นสาขาหนึ่งของการวิเคราะห์ทางเคมี ซึ่งเป็นวิธีการตรวจวิเคราะห์หาองค์ประกอบในสารตัวอย่างว่า ประกอบด้วยอะไรบ้าง โดยอาศัยสมบัติทั้งทางกายภาพและเคมีของสารที่ต้องการวิเคราะห์ สำหรับวิธีการตลอดจนอุปกรณ์ที่วิเคราะห์มีมากมายเนื่องจากการศึกษาในระดับนี้มีวัตถุประสงค์และวิธีการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารอินทรีย์เคมีบางชนิดซึ่งพบว่าเมื่อละลายน้ำแล้วจะแตกตัวเป็นไอออน คือชนิดที่มีประจุบวก เรียกแคตไอออน และชนิดที่มีประจุลบ เรียกแอนไอออน การวิเคราะห์จะเลือกใช้วิธีที่เหมาะสมและเลือกวิเคราะห์บางไอออนที่จะกล่าวต่อไปเท่านั้น

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพนี้ สามารถแบ่งตามปริมาณสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ได้ 4 แบบ คือ

1. แบบ Macro analysis เป็นการวิเคราะห์ที่ใช้สารตัวอย่างมาก โดยถ้าเป็นของแข็งต้องใช้อย่างน้อย 500 มิลลิกรัม ถ้าเป็นของเหลว ต้องใช้อย่างน้อย 10 มิลลิลิตร
2. แบบ Semimicro analysis เป็นวิธีวิเคราะห์ที่ใช้สารตัวอย่างในปริมาณน้อย กรณีเป็นของแข็งใช้ประมาณ 50 มิลลิกรัม ถ้าเป็นของเหลวใช้ 1 มิลลิลิตร
3. แบบ Micro analysis เป็นวิธีวิเคราะห์ที่ใช้สารตัวอย่างในปริมาณน้อย กรณีเป็นของแข็งประมาณ 5 มิลลิกรัม ถ้าเป็นของเหลวใช้ 0.1 มิลลิลิตร

4. แบบ Ultramicro analysis ใช้สารน้อยที่สุด โดยถ้าเป็นของแข็งจะใช้น้อยกว่า 1 มิลลิกรัม

สำหรับวิธีการวิเคราะห์แบบ Semimicro analysis นั้นเป็นวิธีที่ดีที่สุดที่เลือกใช้ เนื่องจากไม่ต้องใช้เครื่องมือพิเศษตลอดจนประหยัดและให้ผลการทดลองดี ตลอดจนการใช้สารในการวิเคราะห์น้อยและวิเคราะห์ได้รวดเร็วกว่า คือสามารถตรวจวิเคราะห์แม้สารจะมีปริมาณน้อยกว่า 1 มิลลิกรัม หรือใช้เพียง 1-2 มิลลิลิตร เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ก็มีขนาดเล็กตามส่วน

อุปกรณ์เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์แบบ Semimicro analysis

หลอดทดลอง (Test tube) หลอดที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์คือ หลอดขนาดเล็กประมาณ 10 x 75 มิลลิเมตร หรือมีขนาดจุได้ประมาณ 10 มิลลิลิตร นอกจากนี้ หลอดขนาดเล็กนี้เป็นขนาดที่ใช้กับเครื่องเหวี่ยงตะกอนได้นวด

แท่งแก้วคน (Stirring rod) เป็นแท่งแก้วตันขนาดประมาณ 125 x 2 มิลลิเมตร ปลายข้างหนึ่งมักจะทำให้แบนหรืองอโค้ง ใช้คนสารเพื่อให้เกิดการละลายที่สม่ำเสมอ หรือทำให้สารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน บางครั้งมีการใช้เพื่อเขี่ยหรือบดสารที่เป็นของแข็งด้วย

กระบอกฉีดน้ำ (Wash bottle) ใช้บรรจุน้ำกลั่นเพื่อฉีดล้างตะกอนในหลอดทดลองทำด้วยโพลีเอทิลีน ขนาดบรรจุ 250-500 มิลลิลิตร

หลอดหยด (Dropper) เป็นหลอดแก้วที่เส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 มิลลิเมตร ปลายข้างหนึ่งเรียวเล็ก ปลายอีกข้างหนึ่งจะมีลูกยางสวมอยู่ ลักษณะจะเหมือนกับหลอดหยดตา ในการวิเคราะห์จำเป็นต้องใช้หลอดหยดเมื่อการวิเคราะห์บุ ปริมาตรการเติมสารเป็นหยด ซึ่งหนึ่งหยดของสารละลายจะมีปริมาตร 0.05 มิลลิลิตร หรือ 20 หยดจะมีปริมาตรประมาณ 1 มิลลิลิตร ในการใช้หลอดหยดนั้น

มีข้อพึงระมัดระวังที่สำคัญคือ เวลาดูดสารละลายระวังอย่าให้สารละลายไหลขึ้นไปถึงลูกยางเนื่องจากอาจเกิดปฏิกิริยากับลูกยางได้ และเมื่อดูดรีเอเจนต์จากขวดมาเพื่อหยดใส่ในหลอดทดลองจะต้องให้ปลายหลอดหยดอยู่สูงกว่าหลอดทดลองเสมออย่าให้ปลายหลอดหยดแตะกับปากหลอดทดลองเป็นอันขาด เพื่อป้องกันการปนเปื้อนของมลทินที่จะลงไปอยู่ในสารละลาย

เครื่องเหวี่ยงแยกตะกอน (Centrifuge)

วิธีการวิเคราะห์แบบ semimicro analysis นั้นมักจะต้องทำการแยกตะกอนออกจากสารละลายเสมอ วิธีที่สะดวกและรวดเร็วและเหมาะสมกับวิธีการวิเคราะห์แบบนี้คือการแยกตะกอนโดยใช้เครื่องเหวี่ยงแยกตะกอน เนื่องจากผลการทดลองปริมาณตะกอนและสารละลายมักจะมีปริมาณน้อย ถ้าใช้วิธีการกรองจะทำให้ล่าช้าหรือสูญหายได้ หลักการของเครื่องเหวี่ยงแยกตะกอนคืออาศัยแรงเหวี่ยงซึ่งเกิดจากการหมุนของเครื่องด้วยความเร็วสูง จากแรงหมุนที่ได้นี้จะเหวี่ยงตะกอนไปรวมกันอยู่ที่ก้นหลอด ส่วนของเหลวใสซึ่งเรียกว่า เซนทริฟิเกจ (Centrifugate) สามารถจะแยกออกจากตะกอนได้โดยการรินออกมา หรือใช้หลอดหยดดูดออกมาใส่ในหลอดทดลองอีกหลอดหนึ่ง

ข้อพึงปฏิบัติและระวังในการใช้เครื่องเหวี่ยงแยกตะกอน

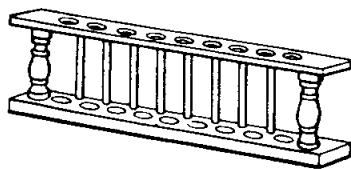
1. ต้องใช้หลอดทดลองขนาดเล็ก 2 หลอดที่มีน้ำหนักใกล้เคียงกัน วางอยู่ในทิศตรงข้ามกันและสารละลายที่มีในทั้งสองจะต้องมีปริมาตรใกล้เคียงกันด้วย เพื่อให้เกิดความสมดุลของเครื่องขณะหมุน เพราะอาจทำให้เกิดการสั่นสะเทือนและการเสียดัง หรือทำให้หลอดทดลองแตกทำให้เสียเวลาในการทดลอง
2. การใส่หลอดทดลองจะใส่ได้เฉพาะช่องที่มีปลอกที่ติดในตัวเครื่องเท่านั้น มิฉะนั้นหลอดทดลองจะเลื่อนไหลและแตกได้ขณะเครื่องหมุน

3. ปริมาตรของเหลวในหลอดทดลอง ไม่ควรใส่สารละลายมากจนเกือบเต็มหลอด (ควรแบ่งสารละลายเป็นสองหลอดเท่า ๆ กันแล้วเช่นกรณีวิจ) เนื่องจากอาจทำให้สารละลายหกหรือกระเด็นขณะเปิดเครื่อง และไม่ควรรีใช้หลอดขนาดใหญ่

4. เมื่อบรรจุหลอดแล้วปิดฝาเครื่องและกดสวิทช์ให้เครื่องหมุนวนไม่น้อยกว่า 20 วินาที (ขึ้นกับน้ำหนักของตะกอน โดยถ้าเป็นตะกอนที่มีน้ำหนักน้อย และมีขนาดเล็กก็ต้องใช้เวลานานขึ้น) ปิดสวิทช์เครื่องจะหมุนช้าลง ๆ และหยุดในที่สุด เครื่องเหวี่ยงแยกตะกอนบางรุ่นจะมีปุ่มเบรคซึ่งอาจใช้ภายหลังจากที่ปิดสวิทช์และหมุนช้าลงแล้ว เพื่อไม่ให้ตะกอนเกิดการฟุ้งกระจายขึ้นได้อีก

5. ขณะเปิดเครื่องถ้ามีเสียงดังผิดปกติให้ปิดสวิทช์ทันทีแล้วเปิดฝาดู ถ้ามีเศษหลอดแก้วอยู่ให้หยิบออกให้หมด หรือแจ้งอาจารย์ผู้ควบคุมทราบ

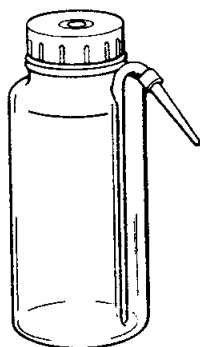
ถ้วยน้ำร้อน (Water bath) ใช้อุ่นสารละลายในหลอดทดลองเพื่อเร่งปฏิกิริยา เพื่อความสะดวกในการใช้ถ้วยน้ำเดือดให้ใช้บีกเกอร์ขนาดประมาณ 250 มิลลิลิตรใส่น้ำประปาสูงประมาณ 2/3 ของปริมาตรบีกเกอร์นำไปตั้งบนแผ่นให้ความร้อน (hot plate) ซึ่งปกติแล้วจะวางไว้ให้ใช้ในตู้เย็น ขณะที่นำหลอดทดลองไปอุ่นต้องระวังมิให้น้ำในบีกเกอร์หกกระเด็นเข้าไปในหลอดทดลอง โดยการใช้ที่จับหลอดทดลองวางในระดับที่เหมาะสม



test tube rack (ที่ตั่งหลอดทดลอง)



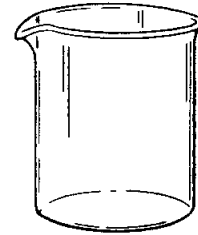
evaporating dish (ชามกระเบื้อง)



wash bottle (กระบอกฉีดน้ำ)



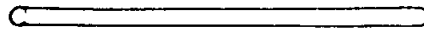
test tube (หลอดทดลอง)



beaker (บีกเกอร์)



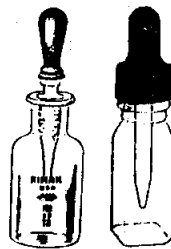
test tube brush (แปรงล้างหลอดทดลอง)



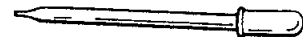
stirring rod (แท่งแก้วคน)



test tube holder
(ที่จับหลอดทดลอง)

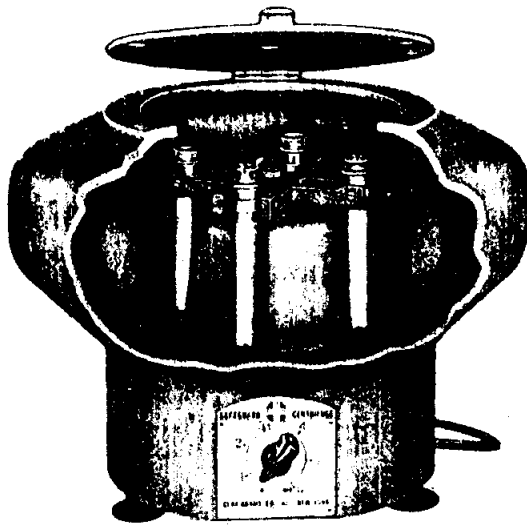


reagent bottle
(ขวดรีเอเจนท์)

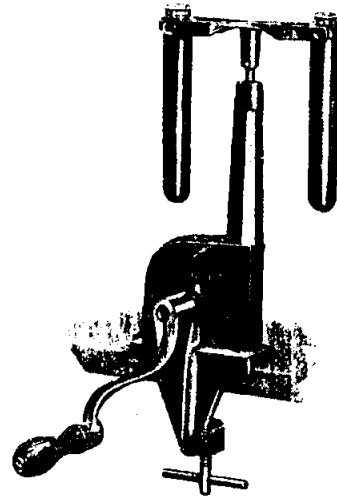


medicine dropper
(หลอดหยด)

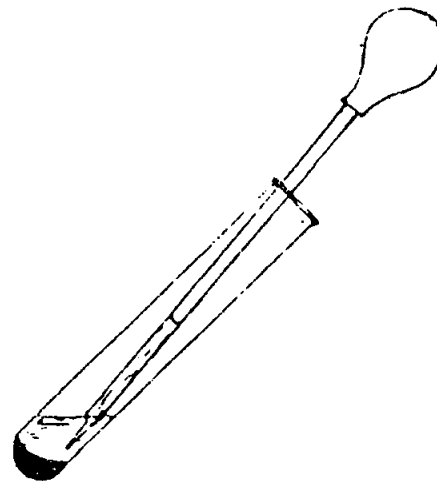
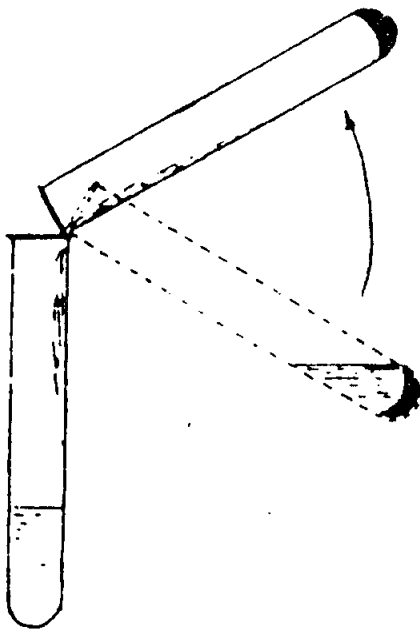
เครื่องเหวี่ยงแยกตะกอน



แบบมอเตอร์



แบบมือหมุน



การถ่ายเทสารละลายออกจากหลอดทดลอง

ข้อเสนอแนะเกี่ยวกับเทคนิคการปฏิบัติ

การปฏิบัติในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพนี้ สิ่งที่เราพึงระมัดระวังมากที่สุดคือความสะอาด กล่าวคือ อุปกรณ์ที่ใช้ต้องสะอาด สารละลายรีเอเจนท์จะต้องไม่มีมลทินเจือปน มิฉะนั้นจะทำให้ผลการทดลองผิดพลาด และไม่ได้ผลตามที่ต้องการ นอกจากเรื่องความสะอาดแล้วเทคนิคต่าง ๆ ในการปฏิบัติ ระหว่างดำเนินการวิเคราะห์ก็เป็นเรื่องที่สำคัญที่มีผลต่อการวิเคราะห์ เทคนิคที่มีจะพบเสมอคือ การตกตะกอน การล้างตะกอน การเติมรีเอเจนท์ การต้มของเหลวในหลอดทดลอง การทดสอบความเป็นกรด-ด่าง

1. การตกตะกอน

โดยทั่วไปแล้วในการตกตะกอน มีหลักกว้างดังนี้

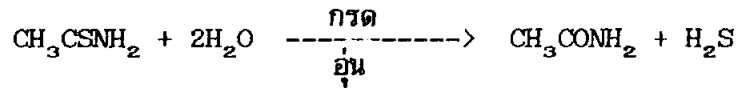
- ก. เติมรีเอเจนท์อย่างช้า ๆ ลงในสารละลายร้อนที่ต้องการจะตกตะกอน
- ข. สารละลายจะต้องเจือจางพอสมควร
- ค. คนสารละลายให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันอย่างรวดเร็ว

วิธีทั้ง 3 ข้อที่กล่าวมานี้จะทำให้ได้ตะกอนที่หยาบ และมีขนาดใหญ่ทำ

ให้การแยกจากของเหลวเกิดความสะดวกและรวดเร็ว

ในการทดสอบการตกตะกอนนั้น ในขั้นแรก ควรเติมรีเอเจนท์ลงในสารละลายที่จะทดสอบในปริมาณเล็กน้อยก่อน (อย่าเติมทีเดียวมาก ๆ) เพื่อทดสอบดูว่ามีตะกอนเกิดขึ้นหรือไม่ ถ้าไม่มีตะกอนเกิดขึ้น (เมื่อดำเนินการทุกอย่างถูกต้องแล้ว) ก็ไม่จำเป็นต้องเติมต่อไปอีก แต่ถ้าตะกอนเกิดขึ้นหรือในบางครั้งจะปรากฏว่าตะกอนหายไป ให้เติมรีเอเจนท์อย่างช้า ๆ จนกระทั่งปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ จากนั้นตั้งทิ้งไว้สักครู่เพื่อให้ตะกอนนอนกัน แล้วลองหยดรีเอเจนท์ลงไปอีก 1-2 หยด เพื่อให้แน่ใจว่าตกตะกอนได้หมดแล้ว สำหรับรีเอเจนท์ที่ใช้มากใน

การวิเคราะห์แคตไอออนเพื่อให้เกิดตะกอนซิลไฟด์ในการทดลองนี้คือสารละลายไทโออะเซตามิด (Thioacetamide) ซึ่งจะเกิดไฮโดรไลซิสในสารละลายกรดหรือเบสได้ที่อุณหภูมิ 70 - 90 °C และให้ H₂S ดังนั้นการให้ความร้อนสารละลายจะต้องอุ่นในน้ำเดือดนานอย่างน้อย 5 นาทีเสมอ เพื่อให้เกิดการไฮโดรไลซิสในสารละลายที่เป็นกรดหรือเบสดังสมการ



หมายเหตุ H₂S (แก๊สไข่เน่า) นี้จัดเป็นแก๊สที่มีพิษ จึงไม่ควรสูดดมเข้าไปในร่างกาย

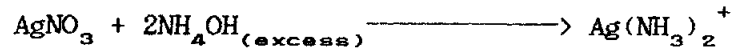
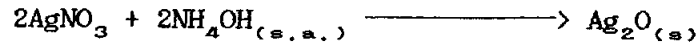
2. การเติมรีเอเจนต์

ในการเติมรีเอเจนต์ นั้นไม่ควรที่จะเติมลงไปเป็นปริมาณมาก ๆ ในสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ เพราะจะทำให้ผลการทดลองไม่ได้ตามที่คาดหวังไว้ นอกจากนี้ยังเป็นการสิ้นเปลืองสาร และเสียเวลาในการทดลอง ดังนั้นในการเติมรีเอเจนต์ควรเติมตามที่กำหนดไว้ในแผนการทดลอง เช่น เติม 2-3 หยดโดยใช้หลอดหยด เป็นต้น

ในการดำเนินการปฏิบัติทดลองนั้น นักศึกษามักจะพบคำอยู่ 2 คำเสมอ คือคำว่า "เติมลงไปเล็กน้อย" (add a small amount) และคำว่า "เติมลงไปจนมากพอ" (add an excess) คำ 2 คำนี้มีความหมายแตกต่างกันและสามารถแยกให้เห็นได้ชัด เมื่ออธิบายในเชิงปฏิกิริยาเคมี ในการเติมปริมาณเล็กน้อยนั้นเพื่อต้องการให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้น เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ (product) เพียงชนิดเดียวตามที่ต้องการ แต่การเติมในปริมาณที่มากเกินไปจะทำให้ปฏิกิริยาเกิดต่อไป

สมบูรณ์ทุกขั้นตอน ตัวอย่างเช่น

ถ้าเติม 2 หรือ 3 หยด (s.a.) ของ $5M.NH_4OH$ ลงใน 5 มิลลิลิตร ของ $0.1 M. AgNO_3$ จะเกิดตะกอนสีขาวตาลของ Ag_2O ขึ้น แต่ถ้าเติม NH_4OH ลงไปจนมากพอ (excess) ตะกอนจะหายไปดังแสดงได้จากสมการ



ดังนั้นในการปฏิบัติการทดลอง ถ้าเติมรีเอเจนท์ลงไปปริมาณที่มากเกินไป จากที่กำหนดไว้ในแผนการทดลองแล้ว จะทำให้ผลการทดลองผิดพลาดได้ ทำให้เสียเวลาและสิ้นเปลืองมากด้วย

3. การล้างตะกอน

การล้างตะกอนนับว่าเป็นสิ่งที่สำคัญ สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ทั้งนี้เพื่อขจัดมลทินที่เจือปนมา อันจะมีผลทำให้การวิเคราะห์ผิดพลาดได้และเกิดการเข้าใจผิดต่อผลการทดลองได้ ในการล้างตะกอนนั้นจะกระทำภายหลังจากที่ได้เหวี่ยงตะกอนและแยกตะกอนออกจากของเหลวใสแล้ว เนื่องจากในตะกอนที่เปียกที่แยกออกมา นั้นจะอ้อม ไอออนจากของเหลวใสไว้หรือสารเจือปนอื่น ๆ ที่ค้างอยู่ที่ตะกอน ดังนั้นจึงจำเป็นต้องล้างตะกอน เพื่อแยกมลทินออกไปจากตะกอน ในการล้างตะกอนมักใช้น้ำกลั่นโดยเติมน้ำกลั่นลงไปให้มีปริมาตรประมาณ 2 เท่าของปริมาตรของตะกอน แล้วคนด้วยแท่งแก้วคนอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นนำไปเหวี่ยงแยกตะกอนในการล้างตะกอนอาจจะต้องทำเช่นเดียวกับที่กล่าวมา 2-3 ครั้งตะกอนที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูง น้ำล้างตะกอนจะมีไอออนของเหลวใสปนอยู่ อาจนำไปรวมกับของเหลวใสที่แยกจากตะกอนในตอนแรก

4. การต้มของเหลวในหลอดทดลอง

ในการทดลองนี้บางครั้งจำเป็นที่จะต้องให้ความร้อนแก่ของเหลวในหลอดทดลอง แต่เนื่องจากปริมาณของเหลวในหลอดทดลองมีจำนวนน้อย การที่จะนำไปต้มด้วยเปลวไฟโดยตรง อาจจะทำให้ของเหลวเดือดพุ่งออกมาจากหลอดได้ และก่อให้เกิดอุบัติเหตุได้ง่ายในขณะที่ทำการต้ม ดังนั้นเพื่อป้องกันอันตรายที่จะเกิดขึ้น จึงมักจะใช้วิธีนำหลอดทดลองไปแช่ลงในน้ำเดือดที่อยู่ในบีกเกอร์ โดยให้ระดับของเหลวในหลอดทดลอง อยู่ในระดับที่ต่ำกว่าระดับของน้ำในบีกเกอร์ ทั้งนี้จะทำให้ของเหลวในหลอดทดลองร้อนทั่วกันและรวดเร็ว

ในบางครั้งการทดลอง อาจจะมีการเติมรีเอเจนต์ลงไปในตะกอน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอัตราเร็วของปฏิกิริยาที่ตะกอนทำกับรีเอเจนต์ก็แตกต่างกันไป ตะกอนบางชนิดสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทันที บางปฏิกิริยาอาจจะใช้เวลาที่นานขึ้น บางปฏิกิริยาอาจจะต้องให้ความร้อนเข้าไปปฏิกิริยาจึงเกิด ในการให้ความร้อนแก่สารในหลอดทดลองก็ทำนองเดียวกันกับที่กล่าวมาแล้ว โดยนำหลอดทดลองแช่ในน้ำเดือดในบีกเกอร์

5. การทดสอบความเป็นกรด-เบสของสารละลาย

ในการทดสอบสารละลายที่มีสมบัติเป็นกรด เบส หรือเป็นกลาง สามารถทดสอบได้โดยใช้กระดาษลิตมัส และดูการเปลี่ยนสีของกระดาษลิตมัส ในการทดสอบนี้เมื่อจะต้องสะอาดปราศจากกรดและเบส สำหรับกระดาษลิตมัสนั้นให้ฉีกเป็นชิ้นเล็ก ๆ พอสมควร วางบนกระดาษนาฬิกาหรือกระดาษที่สะอาด ต่อจากนั้นใช้แท่งแก้วคนที่สะอาดจุ่มสารละลายที่จะทดสอบ แล้วนำมาแตะบนแผ่นกระดาษลิตมัสสารละลายที่มีสมบัติเป็นกรดจะเปลี่ยนสีกระดาษลิตมัสจากแดงเป็นน้ำเงิน ถ้าสารละลายเป็นกลางไม่มีการเปลี่ยนสีของกระดาษลิตมัส ในการทดสอบความเป็นกรด-เบสนี้ข้อสำคัญสามารถนำกระดาษลิตมัสทั้งแผ่นจุ่มลงในสารละลายที่จะทดสอบเป็นอันขาด

เพราะกระดาษลิตมัสจะดูดซึมทำให้กระดาษเปียกสารละลายทั้งแผ่น และทำให้สารละลายมีมลทินเจือปนจากกระดาษลิตมัส และเป็นการสิ้นเปลืองกระดาษลิตมัสอย่างมาก

นอกจากนี้ในการทำสารละลายให้กรดหรือเบส นั้นให้ค่อย ๆ หยดสารละลายกรดหรือเบส ลงไปที่ละหยดพร้อมทั้งคนให้ทั่วแล้วทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส ค่อย ๆ เติมลงไปจนกระทั่งสารละลายมีสมบัติเป็นกรดและเบสตามต้องการ การเติมสารละลายกรดหรือเบสไม่ควรเติมลงไปปริมาณที่เดี่ยวนาน ๆ เพราะอาจจะทำให้สารละลายกรดหรือเบสมีปริมาณที่มากเกินไป ทำให้ผลการทดลองไม่ได้ตามที่ต้องการ