บทที่ 11

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของแอนไอออน

(Qualitative Analysis of Anions)

วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาปฏิกิริยาเคมีการวิเคราะห์ของแอนไอออนบางชนิด
2. เพื่อศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของแอนไอออน

สารเคมี

1. สารละลายโซเดียมซัลไฟด์ 0.2 M (0.2 M Na_2S)
2. สารละลายกรดอะซิติก 6 M (6 M CH_3COOH)
3. สารละลายเลดอะซิเตต 1 M (1 M $Pb(CH_3COO)_2$)
4. สารละลายโซเดียมซัลเฟต 0.2 M (0.2 Na_2SO_4)
5. สารละลายแบเรียมคลอไรด์ 1 M (1 M $BaCl_2$)
6. สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 0.2 M (0.2 M Na_2CO_3)
7. สารละลายแบเรียมไฮดรอกไซด์ 1 M (1 M $Ba(OH)_2$)
8. สารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (0.2 M Na_2HPO_4)
9. สารละลายกรดไนตริก 6 M (6 M HNO_3)
10. สารละลายโซเดียมคลอไรด์ 0.2 M (0.2 M NaCl)
11. สารละลายโซเดียมโบรไมด์ 0.2 M (0.2 M NaBr)
12. สารละลายโซเดียมไอโอไดด์ 0.2 M (0.2 M NaI)
13. สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 6M (6 M NH_4OH)
14. คาร์บอนเตตราคลอไรด์ (CCl_4)
15. โปตัสเซียมคลอเรต ($KClO_3$)
16. สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น (conc H_2SO_4)
17. เฟอรัสซัลเฟต ($FeSO_4.7H_2O$)
18. สารละลายกรดไฮโดรคลอริค 6 M (6 M HCl)
19. สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต 1 M (1 M$(NH_4)_2MoO_4$)
20. สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต 0.1 M (0.1 M $AgNO_3$)
21. สารละลายโซเดียมไนเตรต 0.2 M (0.2 M $NaNO_3$)

อุปกรณ์

1. หลอดทดลอง
2. กระบอกฉีดน้ำกลั่น
3. แท่งแก้วคน
4. บีกเกอร์
5. เครื่องเหวี่ยงตะกอน
6. แผ่นให้ความร้อน

ทฤษฎี

แอนไอออน คือไอออนที่มีประจุไฟฟ้าเป็นลบโดยอาจจะอยู่ในลักษณะอะตอมเดียวหรือเป็นอนุมูล การจัดแอนไอออนมีวิธีการแบ่งหลายแบบ ตามวิธีในที่นี้แบ่งชนิดแอนไอออนได้ 3 หมู่คือ

หมู่ที่ 1 เรียกหมู่ซัลเฟต (Sulfate group) ประกอบด้วยแอนไอออนที่ตกตะกอนกับ Ba^{2+}ในสารละลายด่างด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ได้แก่ SO_4^{2-}, SO_3^{2-} , CO_3^{2-} , AsO_4^{3-} ,AsO_3^{3-} , PO_4^{3-} , BO_3^{3-} , SiO_3^{2-}

หมู่ที่ 2 เรียกว่าหมู่เฮไลด์ (Halide group) แอนไอออนหมู่นี้จะตกตะกอนโดย $AgNO_3$ ในสารละลายกรดไนตริกเจือจาง ได้แก่ Cl^- , Br^- , I^- และ S^{2-}

หมู่ที่ 3 เรียกว่าหมู่ไนเตรต (Nitrate group) แอนไอออนพวกนี้จะไม่ตกตะกอนกับ $BaCl_2$ หรือ $AgNO_3$ ได้แก่ NO_3^-, NO_2^-, $C_2H_3O_2^-$

ในการวิเคราะห์แอนไอออนนี้พบว่า แคตไอออนที่มีอยู่ในสารละลาย (ยกเว้น Na^+ , K^+ และ NH_4^+) จะขัดขวางและทำให้การวิเคราะห์แอนไอออนนั้นเกิดความยุ่งยาก จึงต้องกำจัดแคตไอออนออกจากสารตัวอย่างไม่ว่าจะเป็นของแข็งหรือสารละลายก็ตาม โดยต้มกับ Na_2CO_3 ที่อิ่มตัว แคตไอออนทุกตัวจะตกตะกอนเป็นเกลือคาร์บอเนตที่ไม่ละลายน้ำ และจะแยกทิ้งไป ส่วนแอนไอออนจะอยู่ในรูปเกลือโซเดียมที่ละลายน้ำได้เรียก Soda solution หลังจากนั้นนำมาทำให้เป็นกรดด้วย 6 M CH_3COOH แล้วต้มไล่ CO_2 ออกไปใช้วิเคราะห์แอนไอออนได้ทุกชนิดยกเว้นชนิดที่ทำปฏิกิริยากับกรดเกลือเจือจางแล้วให้แก๊สเช่น CO_3^{2-},S^{2-} จะต้องทดสอบจากสารตัวอย่างที่ใช้ทดสอบโดยตรงเลย ปฏิกิริยาตัวอย่างที่เกิดเมื่อเตรียม soda solution เช่นสารตัวอย่างมี $PbCl_2$ ละลายอยู่จะถูกกำจัด

ในรูปตะกอนคาร์บอเนตและแอนไอออนจะอยู่ในรูปเกลือโซเดียมที่ละลายน้ำได้ด้วย ปฏิกิริยา

$$PbCl_2 + Na_2CO_3 \text{ ----------> } 2NaCl + PbCO_3$$

เมื่อเตรียม soda solution แล้วขั้นต่อไปก็จะทำการทดสอบเบื้องต้นทั่วไปว่าแอนไอออนที่ต้องการวิเคราะห์นั้นจัดอยู่ในประเภทใด โดยอาจจะเลือกวิธีทดสอบเบื้องต้นจากวิธีใดวิธีหนึ่งต่อไปนี้คือ

1. <u>การทดสอบหมู่</u> เพื่อให้ทราบว่าเป็นแอนไอออนหมู่ใดหรือเพื่อแสดงให้ทราบว่ามีหรือไม่มีแอนไอออนหมู่นั้น ๆ หรือไม่ โดยการเติมรีเอนเจนท์เพื่อแบ่งหมู่ ทำให้การตรวจวิเคราะห์ทำได้เร็วขึ้น

1.1 การทดสอบหาหมู่ 1 นำสารตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร ทำให้เป็นด่างด้วย 6 M NH_4OH เติม 1 มิลลิลิตร $BaCl_2$ ถ้ามีตะกอนแสดงว่าแอนไอออนที่ต้องการวิเคราะห์อยู่หมู่ 1

1.2 การทดสอบหาหมู่ 2 นำสารตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร เติม 0.5 M $AgNO_3$ และ 6 M HNO_3 จนสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด ถ้ามีตะกอนเกิดแสดงว่ามีแอนไอออนอยู่หมู่ 2

1.3 การทดสอบหาหมู่ 3 ไม่มีวิธีทดลองโดยตรง

2. <u>การทดสอบ Reducing ions</u> เป็นการทดสอบแอนไอออนที่มีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ ได้แก่ ซัลไฟท์ , โบรไมด์ , ไอโอไดด์ และ ซัลไฟด์โดยทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดส์ เช่น $KMnO_4$ ในสารละลายกรด จะเปลี่ยนสีจากม่วงเป็นชมพูอ่อน ตัวอย่างปฏิกิริยา

$$10\ Br^- + 2MnO_4^- + 16H^+ \text{ -------> } 5Br_2 + 2Mn^{2+} + 8H_2O$$

3. <u>การทดสอบ Oxidizing ions</u> เป็นการทดสอบแอนไอออนที่มีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ ได้แก่ CrO_4^{2-} , $Cr_2O_7^{2-}$, MnO_4^- ซึ่งทำปฏิกิริยาได้กับ KI ในสารละลายกรดให้ไอโอดีนออกมาดังตัวอย่างปฏิกิริยา

$$2CrO_4^{2-} + 6I^- + 16H^+ \longrightarrow 2Cr^{3+} + 3I_2 + 8H_2O$$

I_2 ที่เกิดจะให้สีม่วงในชั้นคาร์บอนเตตราคลอไรด์ (CCl_4)

4) <u>การทดสอบ Volatile ions</u> สารประกอบพวกคาร์บอเนต ซัลไฟท์และซัลไฟด์ จะให้แก๊สได้เมื่อเติมกรด เช่น ซัลไฟด์จะให้แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) เป็นต้น

การทดลอง

การทดสอบแอนไอออนเบื้องต้น (ในขั้นนี้จะทดสอบเพียง 8 ชนิด)

ซัลไฟด์ไอออน

หยดสารละลาย Na_2S 0.5 มิลลิลิตร ใส่ในหลอดทดลองทำให้เป็นกรดด้วย 6 M CH_3COOH ชุบกระดาษกรองด้วย $Pb(CH_3COO)_2$ อังที่ปากหลอดทดสอบ แล้วอุ่นใน water bath

อธิบาย ซัลไฟด์ไอออนจะทำปฏิกิริยากับกรดอะซิติกและให้แก๊ส H_2S ซึ่งทดสอบโดยทำปฏิกิริยากับ $Pb(CH_3COO)$ บนกระดาษกรอง

$$S^{2-} + 2H^{+} \xrightarrow{\text{heat}} H_2S$$

$$H_2S + Pb^{2+} \longrightarrow PbS + 2H^{+}$$

สังเกตและบันทึกผลการทดลอง

ซัลเฟตไอออน

หยดสารละลาย Na_2SO_4 0.5 มิลลิลิตร ใส่หลอดทดสอบทำให้เป็นกรดด้วย 6 M HCl เติม 1 M $BaCl_2$ 0.5 มิลลิลิตร สังเกตและบันทึกผล

อธิบาย ซัลเฟตไอออนทำปฏิกิริยากับ $BaCl_2$ ได้ตะกอนขาว $BaSO_4$ ซึ่งไม่ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเจือจางและกรดไนตริกเจือจางแต่ละลายได้ในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น

$$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \longrightarrow BaSO_4$$

คาร์บอเนตไอออน

หยดสารละลาย Na_2CO_3 1 มิลลิลิตร หยด 6 M HCl 4-5 หยด ทดสอบแก๊สที่เกิดโดยใช้ลวดนิเกิลโครม ที่ปลายเป็นห่วงจุ่มสารละลาย $Ba(OH)_2$ แล้วมารอรับแก๊สที่เกิด สังเกตและบันทึกผล

อธิบาย คาร์บอเนตไอออนทำปฏิกิริยากับกรดให้ CO_2 ซึ่งทดสอบโดย $Ba(OH)_2$ จะให้ตะกอนขาว $BaCO_3$

$$CO_3^{2-} + 2H^+ \longrightarrow CO_2 + H_2O$$

$$CO_2 + Ba(OH)_2 \longrightarrow BaCO_3 + H_2O$$

ฟอสเฟตไอออน

หยดสารละลาย Na_2HPO_4 0.5 มิลลิลิตร ในหลอดทดลอง เติม 6 M HNO_3 1 มิลลิลิตร และ 1 มิลลิลิตร ของ 1 M ammonium molybdate ต้มใน water bath 2-3 นาที สังเกตตะกอนเหลือง ammomium phosphomolybdate ที่เกิดและบันทึกผล ปฏิกิริยาที่เกิด

$$PO_4^{3-} + 3NH_4^+ + 12MoO_4^{2-} + 24H^+ \longrightarrow (NH_4)_3PO_4.12MoO_3 + 12H_2O$$

ตะกอนเหลือง

คลอไรด์ โบรไมด์และไอโอไดด์

1. หยด 5 หยดของ NaCl, NaI, NaBr ใส่ในหลอดทดลองแต่ละหลอด เติมสารละลาย 0.1 M $AgNO_3$ หลอดละ 2 หยด คนสารละลายแต่ละหลอด สังเกตและบันทึกผลการทดลอง เซนตริฟิวส์เก็บตะกอนไว้ ปฏิกิริยาที่เกิด

อธิบาย คลอไรด์ โบร์ไมด์และไอโอไดด์ไอออน จะทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ไอออนและให้ตะกอนออกมามีสีที่แตกต่างกัน

$Ag^+ + Cl^- \text{ ------> } AgCl$ สีขาว

$Ag^+ + Br^- \text{ ------> } AgBr$ สีเหลืองอ่อน

$Ag^+ + I^- \text{ -------> } AgI$ สีเหลือง

2. หยดสารละลาย 6 M NH_4OH ลงในตะกอนที่ได้ จากข้อ 1 หลอดละ 5 หยดสังเกตว่าตะกอนในหลอดใดละลาย นำมาเติม 6 M HNO_3 จนสารละลายมีสมบัติเป็นกรด สังเกตและบันทึกผลที่ได้

อธิบาย - ตะกอน AgCl ละลายได้หมดใน 6 M NH_4OH เกิดสารประกอบเชิงซ้อน

$AgCl + 2NH_3 \text{ --------> } [Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^-$

เมื่อเติม 6 M HNO_3 ในสารละลายที่ได้ AgCl จะรวมกันตกตะกอนกลับคืนมา

$[Ag(NH_3)_2]^+ + Cl^- + 2H^+ \text{ -------> } AgCl + 2NH_4^+$

- ตะกอน AgBr ละลาย 6 M NH_4OH ได้เล็กน้อยและเกิดปฏิกิริยาเหมือน AgCl

$AgBr + 2NH_3 \text{ ----------> } [Ag(NH_3)_2]^+ + Br^-$

$Ag(NH_3)_2^+ + Br^- + 2H^+ \text{ --------> } AgBr + 2NH_4^+$

- ตะกอน AgI ไม่ละลายใน 6 M NH_4OH

โบรไมด์และไอโอไดด์ไอออน

ผสมน้ำคลอรีน 3 หยดกับ CCl_4 0.5 มิลลิลิตร ในหลอดทดลอง 2 หลอด ใส่ 0.5 มิลลิลิตร NaBr ในหลอดที่ 1 และ 0.5 มิลลิลิตร NaI ในหลอดที่ 2 เขย่าหลอด สังเกตและบันทึกผลที่ได้

อธิบาย โบรไมด์และไอโอไดด์ไอออนจะถูกออกซิไดส์ และให้ฮาโลเจนอิสระซึ่งละลายได้ในชั้น CCl_4 ดีกว่าน้ำ จึงสังเกตการเกิดปฏิกิริยาโดยพิจารณาสีที่เกิดในชั้น CCl_4 (ชั้นล่าง)

$$2\,Br^- + Cl_2 \xrightarrow{CCl_4} Br_2 + Cl^-$$

orange brown

$$2\,I^- + Cl_2 \xrightarrow{CCl_4} I_2 + 2Cl^-$$

violet

ไนเตรตไอออน

หยด $NaNO_3$ 0.5 มิลลิลิตร ในหลอดทดลอง ทำให้เป็นกรดด้วย 6 M HCl เติมผลึก ferrous sulfate เล็กน้อย (ปลายช้อนตักสาร) เอียงหลอดทดสอบประมาณ 45° ค่อย ๆ ริน conc H_2SO_4 0.5 มิลลิลิตรโดยให้ไหลลงไปตามข้างหลอด จะเกิดวงแหวนสีน้ำตาลที่ไม่อยู่ตัวของ ferrous nitroso sulfate

$$6FeSO_4 + 2HNO_3 + 3H_2SO_4 \longrightarrow 3Fe_2(SO_4)_3 + 2NO + 4H_2O$$

$$FeSO_4 + NO \longrightarrow FeSO_4.NO$$

Ferrous nitroso sulfate

รายงานผลการทดลอง

ปฏิบัติการเคมีเรื่อง.....วันที่ทำการทดลอง.....

ชื่อผู้ทำการทดลอง.....รหัส.....เลขที่....

ชื่อผู้ร่วมทำการทดลอง.....รหัส.....เลขที่....

ชื่อผู้ร่วมทำการทดลอง.....รหัส.....เลขที่....

กลุ่มปฏิบัติการ.....section.....ตู้เลขที่.....ห้องที่ทดลอง.....

อาจารย์ผู้ควบคุม 1.....

2.....

3.....

ผลการทดลอง

ซัลไฟด์ไอออน

.....

.....

ปฏิกิริยาที่เกิด

.....

.....

ซัลเฟตไอออน

.....

.....

ปฏิกิริยาที่เกิด

.....

.....

คาร์บอเนตไอออน

.....

.....

ปฏิกิริยาที่เกิด

.....

.....

ฟอสเฟตไอออน

.....

.....

ปฏิกิริยาที่เกิด

.....

.....

คลอไรด์ โบรไมด์ และไอโอไดด์ไอออน และปฏิกิริยาที่เกิด

คลอไรด์ไอออน .....

.....

.....

.....

โบรไมด์ไอออน .....

.....

.....

.....

.....

ไอโอไดด์ไอออน .....

.....

.....

.....

โบรไมด์และไอโอไดด์ไอออน .....

.....

.....

.....

ปฏิกิริยาที่เกิด

.....

.....

ไนเตรตไอออน

.....

.....

.....

ปฏิกิริยาที่เกิด

.....

.....

.....