

## บทที่ 13

### การวิเคราะห์สารตัวอย่าง

**วัตถุประสงค์** เพื่อให้ศึกษามีความรู้และเข้าใจเกี่ยวกับ

1. การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของแอนไอออนในสารตัวอย่าง
2. การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของแคตไอออนในสารตัวอย่าง

สารเคมี

## วิเคราะห์แอนไอออน

- |     |                                 |  |
|-----|---------------------------------|--|
| 1.  | สารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 1.5 M  | (1.5M Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )                |
| 2.  | สารละลายกรดอะซิติก 6 M          | (6M CH <sub>3</sub> COOH)                              |
| 3.  | สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 6M | (6M NH <sub>4</sub> OH)                                |
| 4.  | สารละลายแบเรียมคลอไรด์ 1M       | (1M BaCl <sub>2</sub> )                                |
| 5.  | สารละลายกรดไนตริก 6M            | (6M HNO <sub>3</sub> )                                 |
| 6.  | สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต 0.5M     | (0.5M AgNO <sub>3</sub> )                              |
| 7.  | สารละลายเลดอะซิเตต 1M           | (1M Pb(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> )             |
| 8.  | สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 6M       | (6M HCl)   |
| 9.  | สารละลายแบเรียมไฮดรอกไซด์ 1M    | (1M Ba(OH) <sub>2</sub> )                              |
| 10. | สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต 1M   | (1M (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub> ) |
| 11. | สารละลายโพตัสเชียมโครเมต 1M     | (1M K <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> )                  |
| 12. | โพตัสเชียมคลอเรต                | (KClO <sub>3</sub> )                                   |
| 13. | คาร์บอนเตตราคลอไรด์             | (CCl <sub>4</sub> )                                    |
| 14. | สารละลายซิลเวอร์ซัลเฟต 0.04M    | (0.04M Ag <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )               |
| 15. | สารละลายกรดซัลฟูริก 3M          | (3M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )                   |
| 16. | เฟอร์รัสซัลเฟต                  | (FeSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O)                 |
| 17. | กรดซัลฟูริกเข้มข้น              | (conc. H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )                |

## สารเคมี

### วิเคราะห์แคตไอออน

1. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 6M (6M HCl)
2. สารละลายกรดอะซิติก 6M (6M CH<sub>3</sub>COOH)
3. สารละลายโปตัสเซียมโครเมต 1M (1M K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>)
4. สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 6M (6M NH<sub>4</sub>OH)
5. สารละลายกรดไนตริก 6M (6M HNO<sub>3</sub>)
6. สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 3% (3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)
7. สารละลายไทโออะเซตอะมิด 2M (2M CH<sub>3</sub>C(S)NH<sub>2</sub>)
8. สารละลายแอมโมเนียมไนเตรต 1M (1M NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>)
9. สารละลายสแตนเนสคลอไรด์ 1M (1M SnCl<sub>2</sub>)
10. สารละลายแอมโมเนียมซัลเฟต 5M (5M (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
11. สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต 6M (6M CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>)
12. สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น (conc NH<sub>4</sub>OH)
13. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 6M (6M NaOH)
14. สารละลายโปตัสเซียมเฟอโรไซยาไนด์ (K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>)
15. สารละลายโซเดียมไซยาไนด์ 1 M (1M NaCN)
16. สารละลายไฮดราซีนไฮโดรคลอไรด์ 3M (3M hydrazine hydrochloride)
17. สารละลายโปตัสเซียมไนเตรต 1M (1M KNO<sub>3</sub>)
18. สารละลายกรดซัลฟูริก 3M (3M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
19. สารละลายโปตัสเซียมไทโอไซยาเนต 1M (1M KCNS)
20. อลูมินอน (C<sub>22</sub>H<sub>14</sub>O<sub>9</sub>)

- |     |                                  |  |
|-----|----------------------------------|--|
| 21. | โซเดียมบิสมูเตต                  | (NaBiO <sub>3</sub> )  |
| 22. | ไดเมทิลไกลออกซิม                 | (C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )         |
| 23. | สารละลายแอมโมเนียมฟอสเฟต 1M      | (1M (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )                 |
| 24. | อะซิโตน                          | (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CO)                                    |
| 25. | กรดไนตริกเข้มข้น                 | (conc HNO <sub>3</sub> )   |
| 26. | สารละลายแอมโมเนียมออกซาเลต 0.25M | (0.25M (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ) |
| 27. | แมกนีเซียม                       | (magneson))  |

## อุปกรณ์

1. หลอดทดลอง
2. แท่งแก้วคน
3. ที่จับหลอดทดลอง
4. แปร่งล้างหลอดทดลอง
5. บีกเกอร์
6. เครื่องเหวี่ยงแยกตะกอน
7. ที่ตั้งหลอดทดลอง
8. กระจกฉีดยา
9. หลอดหยด
10. ขวดรีเอเจนท์
11. กระจกยาลิตมัส

## ทฤษฎี

การวิเคราะห์สารตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์หาแคตไอออนและแอนไอออน สิ่งแรกที่ต้องตรวจสอบคือสมบัติทางกายภาพ เช่นสถานะ สีและลักษณะของผลึกในกรณีที่ เป็นของแข็ง ซึ่งจะต้องเตรียมให้เป็นสารละลายก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ แอนไอออนและแคตไอออน เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็ว การละลายสารตัวอย่างทำได้โดย นำสารตัวอย่างของแข็งประมาณ 15 มก. ใส่ในหลอดทดลองละลายด้วยตัวทำละลายประมาณ 1 มิลลิลิตร ถ้าไม่ละลายให้ต้มหรืออุ่นในน้ำเดือดนร้อนทิ้งคืนถ้าไม่ละลายอีกก็ให้นำสารตัวอย่างของแข็งมาใหม่แล้วเปลี่ยนตัวทำละลายตามลำดับต่อไปนี้คือ น้ำ, HCl(dil), HCl(conc), HNO<sub>3</sub>(dil), HNO<sub>3</sub>(conc) และ Aquaregia (HCl:HNO<sub>3</sub> = 3:1 โดยปริมาตร)

ในการวิเคราะห์แคตไอออนของธาตุใดธาตุหนึ่งที่มีผสมกันอยู่กับธาตุอื่นหลาย ๆ ชนิด ถ้าธาตุอื่นที่รวมกันอยู่นั้นมีปฏิกิริยากับสารที่ใช้ทดสอบ ย่อมทำให้ผลการทดลองผิดพลาด ตัวอย่างเช่น ในการวิเคราะห์ Zn<sup>2+</sup> โดยตกตะกอนเป็น ZnS (ตะกอนขาว) ด้วย H<sub>2</sub>S ถ้าในสารตัวอย่างมี Cd<sup>2+</sup> ปนอยู่ด้วยก็จะเกิดตะกอน CdS (ตะกอนเหลือง) ด้วยทำให้การวิเคราะห์ผิดพลาดได้ ดังนั้นวิธีการวิเคราะห์ธาตุที่อยู่ในสารผสมหลาย ๆ ชนิด จึงจัดแบ่งแยกธาตุออกเป็นหมู่ ๆ โดยอาศัยสมบัติเกี่ยวกับปริมาณการละลายและการตกตะกอนคือค่า K<sub>sp</sub> (Solubility product constant) ที่แตกต่างกันของธาตุ เพื่อแยกไอออนต่าง ๆ ออกจากกันแล้วจึงทำการทดสอบปฏิกิริยาเฉพาะของแต่ละธาตุ ในการวิเคราะห์จะแบ่งแคตไอออนออกเป็น 5 หมู่ (ตามชนิดรีเอเจนท์ที่เติม) ได้ดังนี้คือ

- |          |                             |                          |
|----------|-----------------------------|--------------------------|
| หมู่ I   | เกลือคลอไรด์                | ไม่ละลายในกรด            |
| หมู่ II  | เกลือซัลไฟด์                | ไม่ละลายใน 0.25M HCl     |
| หมู่ III | เกลือซัลไฟด์ และ ไฮดรอกไซด์ | ที่ตกตะกอนในสารละลายต่าง |

หมู่ IV     เกลือฟอสเฟต หรือเกลือคาร์บอเนตที่ไม่ละลายน้ำ

หมู่ V     แคตไอออนที่ไม่เกิดตะกอนในรูปเกลือหมู่ I ถึง IV

ตารางการแบ่งหมู่ของแคตไอออนตามชนิดรีเอเจนท์ที่ใช้ตกตะกอน

| Group | Ions in Group   | Group Reagent                                 | Group Precipitate  |
|-------|---|---|--|
| I     | $\text{Ag}^+$ , $\text{Hg}_2^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$   | dil hydrochloric acid                         | $\text{AgCl}$ , $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ ,<br>$\text{PbCl}_2$  |
| II-A  | $\text{Hg}^{2+}$ , $\text{Pb}^{2+}$ , $\text{Bi}^{3+}$ , $\text{Cu}^{2+}$ ,<br>$\text{Cd}^{2+}$ | $\text{H}_2\text{S}$ in<br>0.25 M             | $\text{HgS}$ , $\text{PbS}$ , $\text{Bi}_2\text{S}_3$<br>$\text{CuS}$ , $\text{CdS}$ , $\text{As}_2\text{S}_3$ |
| II-B  | $\text{AsO}_4^{3-}$ , $\text{Sb}^{3+}$ , $\text{Sn}^{4+}$                                       | hydrochloric acid                             | $\text{Sb}_2\text{S}_3$ , $\text{SnS}_2$   |
| III-A | $\text{Cr}^{3+}$ , $\text{Al}^{3+}$ , $\text{Fe}^{3+}$  | $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ or                  | $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ,   |
| III-B | $\text{Mn}^{2+}$ , $\text{Zn}^{2+}$ , $\text{Ni}^{2+}$ , $\text{Co}^{2+}$                       | $(\text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_2\text{S})$ | $\text{Al}(\text{OH})_3$ , $\text{FeS}$ ,<br>$\text{MnS}$ , $\text{ZnS}$ , $\text{NiS}$ ,<br>$\text{CoS}$      |

| Group | Ions in Group  | Group Reagent                  | Group Precipitate  |
|-------|--|--------------------------------|--|
| IV    | $\text{Ba}^{2+}, \text{Sr}^{2+}, \text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+}$ | $(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$ | $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$ ,<br>$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ,<br>$\text{Sr}_3(\text{PO}_4)_2$ ,<br>$\text{MgNH}_4\text{PO}_4$ |
| V     | $\text{Na}^+, \text{K}^+, \text{NH}_4^+$                         | None                           | Soluble group  |



## วิธีการทดลอง

### ตอนที่ 1

#### การทดสอบหาแอนไอออนจากสารตัวอย่าง

##### 1.1 การเตรียม soda solution

นำสารละลายสารตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร (กรณีที่เป็นของแข็งใช้ประมาณ 0.1 กรัม) ใส่ในชามกระเบื้องเดิม 1.5 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  3 มิลลิลิตร นำขึ้นตั้งไฟ ต้มจนเดือด ทดตะกอนให้หมดด้วยและเติมน้ำกลั่นเล็กน้อย รินใส่ลงในหลอดทดลอง ถ้ามีตะกอนเกิดให้เขย่าตัวให้ละเอียดและทิ้งตะกอน หยด 6 M  $\text{CH}_3\text{COOH}$  จนสารละลายเป็นกรด และอุ่นสารใน water bath ประมาณ 5 นาที soda solution นี้ใช้ทดสอบในขั้นถัดไป

##### 1.2 การทดสอบหมู่ของแอนไอออนเพื่อทดสอบปฏิกิริยาเฉพาะของแอนไอออน

**หมู่ซิลิเกต** หยดสารละลายตัวอย่าง 5 หยดใส่หลอดทดลอง เดิม 6 M  $\text{NH}_4\text{OH}$  จนสารละลายเป็นกรด เดิม 1 M  $\text{BaCl}_2$  5 หยด ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้น แสดงว่ามีแอนไอออนหมู่ I ได้แก่  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{PO}_4^{3-}$

**หมู่เฮไลด์** หยดสารตัวอย่าง 5 หยด เดิม 6 M  $\text{HNO}_3$  5 หยด และ 0.5 M  $\text{AgNO}_3$  3 หยด ถ้าเกิดตะกอนแสดงว่ามีแอนไอออนหมู่ II ได้แก่  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Bi}^-$ ,  $\text{I}^-$  และ  $\text{S}^{2-}$

**หมู่ไนเตรต** ถ้าทดสอบ 2 หมู่แรกไม่เกิดตะกอน แสดงว่ามีแอนไอออนในหมู่ III ได้แก่  $\text{NO}_3^-$

##### 1.3 การวิเคราะห์แอนไอออน

###### 1.3.1 ซัลไฟด์ไอออน ( $\text{S}^{2-}$ )

ก. นำสารละลายตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร เดิม 6 M  $\text{CH}_3\text{COOH}$  จนกระทั่งสารละลายเป็นกรด

- ข. ชุบกระดาษกรองด้วย 1 M  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  แล้วนำไปอังบนปากหลอดทดลองในข้อ ก. ซึ่งอุ่นอยู่ใน water bath ถ้ามีสีน้ำตาลหรือดำเป็นเงาเกิดบนกระดาษกรองดังกล่าว แสดงว่ามี ซัลไฟด์ไอออน ( $\text{S}^{2-}$ )

### 1.3.2 ซัลเฟตไอออน ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

- ก. นำสารละลายตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร เติม 6 M HCl จนสารละลายเป็นกรดนำไปอุ่นใน water bath ประมาณ 5 นาที ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้น (เป็นตะกอนของไอออนที่แทรกสอด) ให้เขย่ารีวิวจ์และทิ้งตะกอน เก็บน้ำใสไปทดสอบต่อในข้อ ข. (กรณีไม่เกิดตะกอนไม่ต้องเขย่ารีวิวจ์ นำไปทดสอบต่อข้อ ข. เลย)
- ข. เติม 1 M  $\text{BaCl}_2$  3 - 5 หยดพร้อมทั้งคน ถ้าเกิดตะกอนขาวของ  $\text{BaSO}_4$  นำไปเขย่ารีวิวจ์ทั้งน้ำใส
- ค. เติม 1 มิลลิลิตร ของ 6 M HCl ลงในตะกอนที่ได้จากข้อ ข. ถ้าตะกอนไม่ละลาย แสดงว่ามีซัลเฟตไอออน ( $\text{SO}_4^{2-}$ )

### 1.3.3 คาร์บอเนตไอออน ( $\text{CO}_3^{2-}$ )

- ก. นำสารตัวอย่างตั้งต้นมา 1 มิลลิลิตร เติม 6 M HCl 2-3 หยด อุดปากหลอดด้วยจุกซึ่งมีหลอดนำแก๊สเสียบอยู่ และปลายอีกข้างจะจุ่มในสารละลาย  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  ถ้ามีตะกอนเกิดขึ้นในหลอดที่บรรจุ  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  แสดงว่ามีคาร์บอเนตไอออน ( $\text{CO}_3^{2-}$ )
- หรือ ข. ทดสอบแก๊สที่เกิด โดยใช้ลวดนิโครมที่ปลายทำเป็นห่วงและมีสารละลาย  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  เกาะอยู่ ถ้าสังเกตเห็นตะกอนขาวที่เกิดบริเวณปลายห่วง แสดงว่าตัวอย่างมีคาร์บอเนตไอออน ( $\text{CO}_3^{2-}$ )

#### 1.3.4 ฟอสเฟตไอออน ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

นำสารละลายตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร ทำให้เป็นกรดด้วย 6 M  $\text{HNO}_3$  เติม 1 M ammonium molybdate ( $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ ) 1 มิลลิลิตร ย่นสารละลาย 2-3 นาที ถ้าเกิดตะกอนเหลืองของ ammonium phosphomolybdate [ $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ ] แสดงว่ามี ฟอสเฟตไอออน ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

#### 1.3.5 คลอไรด์ไอออน ( $\text{Cl}^-$ )

- ก. นำสารละลายตัวอย่าง 1 มิลลิลิตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาดเล็กเติม 1 M  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5 หยด และ 6 M  $\text{HNO}_3$  6 มิลลิลิตร ต้มสารละลายจนเดือดครึ่งหนึ่ง และตั้งสารทิ้งไว้ให้เย็น (ทำขั้นตอนนี้ในตู้ควัน)
- ข. รินสารละลายจากข้อ ก. ใส่หลอดทดลอง เติม 1 มิลลิลิตร 6 M  $\text{HNO}_3$  และ 10 หยด 0.5 M  $\text{AgNO}_3$  ถ้าไม่มีตะกอนเกิดแสดงว่าไม่มีคลอไรด์ไอออน แต่ถ้าเกิดตะกอนให้เขย่าตริวิวิจ จากนั้นทิ้งน้ำใส่นำตะกอนไปทดสอบต่อในข้อ ค.
- ค. นำตะกอนที่ได้เติม 6 M  $\text{NH}_4\text{OH}$  จนตะกอนละลายหมด จากนั้นเติม 6 M  $\text{HNO}_3$  จนสารละลายเป็นกรด ถ้าเกิดตะกอนสีขาวของ  $\text{AgCl}$  ตกกลับมาอีกครั้ง แสดงว่ามีคลอไรด์ไอออน ( $\text{Cl}^-$ )

#### 1.3.6 ไอโอดีนและโบรไมด์ไอออน ( $\text{I}^-$ และ $\text{Br}^-$ )

- ก. เตรียมน้ำคลอรีน (chlorine water) โดยตัก 0.5 กรัมของ  $\text{KClO}_3$  ใส่หลอดทดลองขนาดใหญ่ และเติม 5 มิลลิลิตร 6 M  $\text{HCl}$  คนและตั้งทิ้งไว้ 5 นาที ก่อนนำไปใช้ (ขั้นตอนนี้ทางห้องปฏิบัติการจะเตรียมไว้ให้)

- ข. นำสารละลายตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร ทำให้เป็นกรดด้วย 6 M  $\text{HNO}_3$  และเติมเพิ่มอีก 5-10 หยด เติม 1 มิลลิลิตร  $\text{CCl}_4$  และหยดน้ำคลอรีนที่เตรียมไว้ในข้อ ก. 1-2 หยด ใช้จุกอุดหลอดทดลองพร้อมทั้งเขย่าแรง ๆ ประมาณ 10 ครั้ง และสังเกตสีที่เกิดขึ้นของ  $\text{CCl}_4$  (ชั้นล่าง) เท่านั้น ถ้าสีในชั้น  $\text{CCl}_4$  มีสีม่วง แสดงว่ามีไอโอดีนไอออน ( $\text{I}^-$ ) ถ้าชั้น  $\text{CCl}_4$  มีสีส้มปนน้ำตาล (orange brown) แสดงว่ามีโบรมไนด์ไอออน ( $\text{Br}^-$ ) ถ้าในสารละลายตัวอย่างมีทั้งโบรมไนด์และไอโอดีน จะพบว่าสีม่วงของชั้น  $\text{CCl}_4$  จะค่อย ๆ ชัดจางหายไป เหลือเป็นสีส้มปนน้ำตาลเพียงอย่างเดียว

หมายเหตุ การใช้  $\text{CCl}_4$  ควรใช้ด้วยความระมัดระวังเนื่องจากพบว่าเป็นสารที่ก่อให้เกิดมะเร็งโดยเฉพาะที่ตับได้ (Carcinogen)

### 1.3.7 ไนเตรตไอออน ( $\text{NO}_3^-$ )

- ก. นำสารละลายตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร ทำให้เป็นกรดด้วย 6 M  $\text{CH}_3\text{COOH}$  หยด 1 M  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  ทีละหยดพร้อมทั้งคนทุกครั้ง ที่หยดใหม่ หยด  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  จนกระทั่งหยดสุดท้ายที่หยด 1 M  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  แล้วไม่เกิดตะกอนในส่วนน้ำใสอีก (อย่าหยดมากเกินไป) นำไปเขย่าที่ผิววอร์และทิ้งตะกอน ( $\text{PbI}_2$ ,  $\text{PbS}$ ,  $\text{PbSO}_4$  และอื่น ๆ ) เก็บน้ำใสไว้ทดสอบต่อข้อ ข. (\*กรณีที่ยอด 1 M  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  2-3 หยดแล้วไม่มีตะกอนเกิดขึ้นให้นำน้ำใสไปทดสอบในข้อ ข. ต่อเลย)
- ข. นำน้ำใสจากข้อ ก. มาเติม 2 มิลลิลิตร 0.04 M  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  และ 5 หยดของ 3 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  คนให้ทั่ว เขย่าที่ผิววอร์และทิ้งตะกอน เก็บน้ำใสไว้ทดสอบต่อ

- ค. เติมผลึก ferrous sulfate หรือ ferrous ammonium sulfate  
ประมาณปลายช้อนตักสาร พร้อมทั้งคนให้ละลาย
- ง. เอียงหลอดทดลองทำมุมประมาณ  $45^\circ$  แล้วค่อยริน conc  $H_2SO_4$   
จนครบ 2 มิลลิลิตร โดยให้ไหลลงไปตามข้างหลอด ถ้ามีวงแหวน  
สีน้ำตาลเกิดขึ้นระหว่างรอยต่อของ conc  $H_2SO_4$  และสารละลาย  
แสดงว่ามีไนเตรตไอออน ( $NO_3^-$ )

## ตอนที่ 2

### การทดสอบหาแคตไอออนจากสารตัวอย่าง

นำสารละลายที่ต้องการทดสอบมา 1-2 มิลลิลิตร (กรณีที่เป็นของแข็ง ต้องละลายด้วยตัวทำละลายก่อนโดยละลายสารตัวอย่าง 50 มก. ด้วยตัวทำละลาย 1 มล.) นำไปวิเคราะห์แคตไอออน ตั้งแต่หมู่ I ถึง V ดังนี้

#### วิธีการวิเคราะห์หาแคตไอออนหมู่ I

แคตไอออนหมู่ I ประกอบด้วย  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{Hg}_2^{2+}$  และ  $\text{Pb}^{2+}$  ซึ่งจะตกตะกอนกับกรด HCl ได้ตะกอนสีขาวของ  $\text{AgCl}$ ,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$  และ  $\text{PbCl}_2$  ในการวิเคราะห์แคตไอออนหมู่ I มีขั้นตอนดังนี้

1. นำสารละลายตัวอย่างมา 1 มิลลิลิตร หยด 6 M HCl 5 หยด คนแล้วนำไปเช่นตริฟิวจ์ ทดสอบว่าตะกอนตกสมบูรณ์หรือไม่ โดยหยด HCl ลงไปอีก 2 หยด ถ้ามีตะกอนใหม่เกิดขึ้นอีกในน้ำใส่ให้นำไปเช่นตริฟิวจ์ ทดสอบการตกตะกอนสมบูรณ์ซ้ำอีกโดยหยด HCl หยดใหม่จนกระทั่งหยดสุดท้ายที่หยด HCl ไม่เกิดตะกอนอีกจึงค่อยเช่นตริฟิวจ์และรินน้ำใส่ออกเก็บไว้หาหมู่ II-V ต่อไป ส่วนตะกอนหมู่ I ที่เกิดขึ้นคือ  $\text{AgCl}$ ,  $\text{PbCl}_2$ ,  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$

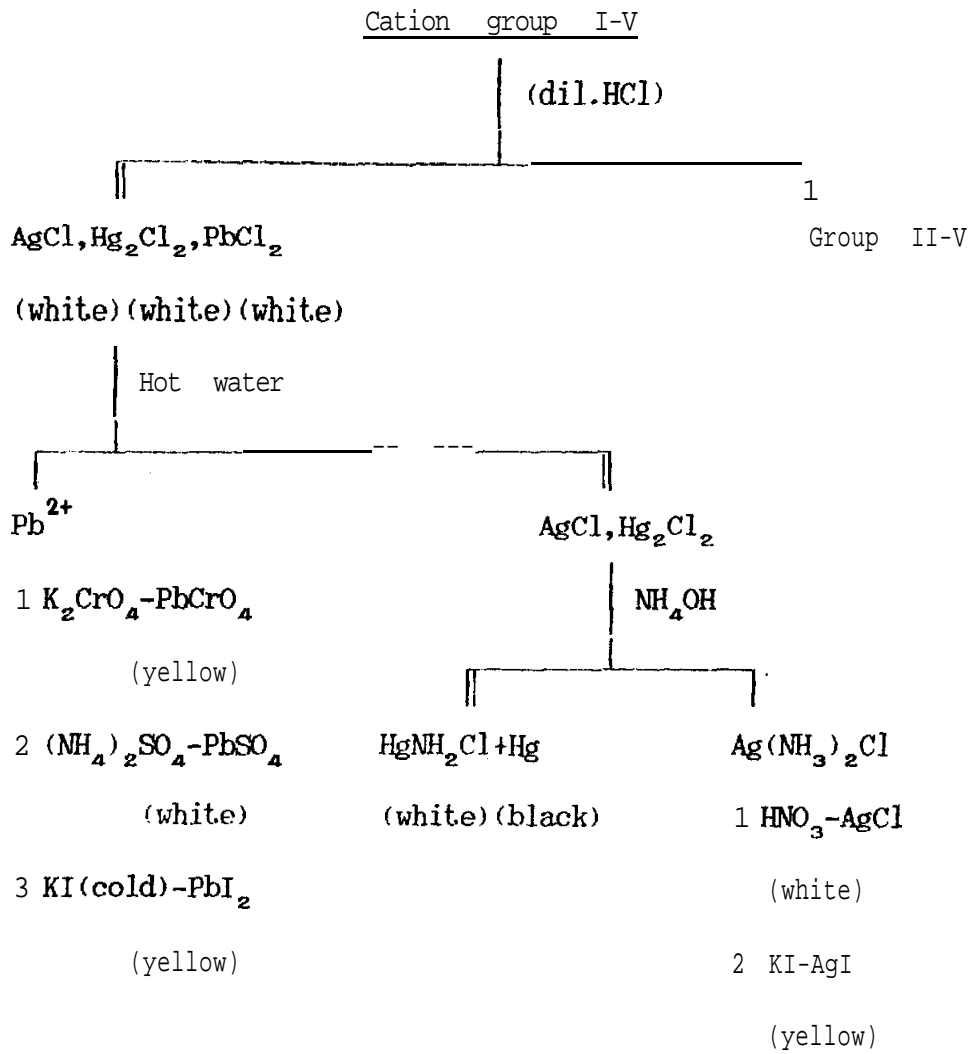
2. นำตะกอนหมู่ I ที่แยกจากน้ำใสข้อ 1 มาวิเคราะห์ชนิดของแคตไอออนหมู่ I ต่อตามแผนผัง

ตะกอนหมู่ I  $\text{AgCl}, \text{PbCl}_2, \text{Hg}_2\text{Cl}_2$

เติมน้ำกลั่นประมาณ 2 มิลลิลิตร ลงในตะกอน ทำให้ร้อนในน้ำเดือด พร้อมทั้งคนขณะร้อน ๆ และนำไปเช่นตริฟิวจ์กันที ( $\text{PbCl}_2$  ละลายได้ในน้ำร้อน) รินน้ำใส (เช่นตริฟิวเกจ) ลงในหลอดทดลอง และทำซ้ำอีกครั้ง แล้วรวมสารละลายที่ได้ทั้งสองครั้งเข้าด้วยกัน

|   |   |  |
|---|---|--|
| <p>เช่นตริฟิวเกจ : <math>\text{Pb}^{2+}</math></p> <p>เติม 3 หยด 1M <math>\text{K}_2\text{CrO}_4</math> จะ<br/>ได้ตะกอนสีเหลืองของ<br/><math>\text{PbCrO}_4</math></p>                                    | <p>ตะกอน : <math>\text{AgCl}, \text{Hg}_2\text{Cl}_2</math></p> <p>เติม 6 M <math>\text{NH}_4\text{OH}</math> ประมาณ 2 มล. คนให้<br/>ทั่วแล้ว ไปเช่นตริฟิวจ์ แยกเอาตะกอนออกมา</p> |  |
| <p>หรือเติม 5 หยด 5 M<br/><math>(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4</math> จะได้ตะกอน<br/>ขาวของ <math>\text{PbSO}_4</math></p> <p>หรือเติม 3 หยด KI ที่เย็น<br/>จะได้ตะกอนเหลืองของ <math>\text{PbI}_2</math></p> | <p>ตะกอน: สีดำหรือสีเทา<br/>ถ้าได้สีดำหรือเทาเข้ม<br/>ของ <math>\text{Hg}_2\text{NH}_2\text{Cl}</math> (ขาว)<br/>+Hg(ดำ) แสดงว่ามี<br/><math>\text{Hg}_2^{2+}</math></p>          | <p>เช่นตริฟิวเกจจะ <math>\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}</math><br/>เติม 6 M <math>\text{HNO}_3</math> ที่ละหยด<br/>จนเป็นกรด จะได้ตะกอน<br/>ขาวของ <math>\text{AgCl}</math> แสดงว่า<br/>มี <math>\text{Ag}^+</math></p> |

## สรุปการวิเคราะห์





## วิธีการวิเคราะห์หาแคตไอออนหมู่ II

ในการวิเคราะห์หาแคตไอออนหมู่ II ในขั้นนี้จะศึกษาเฉพาะแคตไอออนหมู่ II ซึ่งประกอบด้วย  $Pb^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  และ  $Bi^{3+}$  โดยจะตกตะกอนเป็นสารประกอบโลหะซัลไฟด์

### วิธีวิเคราะห์

นำน้ำใสซึ่งมีหมู่ II-V (แยกเอาหมู่ I ออกแล้ว) เติม 3%  $H_2O_2$  6-7 หยด แล้วอุ่นในน้ำเดือดเพื่อไล่  $O_2$  ออกแล้วทำให้เย็น จากนั้นทำสารละลายให้เป็นด่างด้วย 6 M  $NH_4OH$  โดยเติมทีละหยดจนเป็นด่าง แล้วเติม 6 M  $HCl$  ทีละหยดจนสารละลายเริ่มเป็นกรด แล้วเติมอีก 5 หยด เติมน้ำกลั่น 2 มล.

(สารละลายจะมีความเข้มข้นของกรดประมาณ 0.25 M) อุ่นในน้ำเดือด เติม Thioacetamide และทดสอบจนแน่ใจว่าตกตะกอนได้หมดสมบูรณ์แล้ว นำไปเซนตริฟิวจ์ แยกตะกอนเก็บไว้วิเคราะห์หมู่ II ต่อไป ส่วนสารละลายเก็บไว้ตรวจหาหมู่ III-V

ตะกอนหมู่ II :  $HgS$ ,  $Bi_2S_3$ ,  $CuS$  และ  $CdS$

1. เติม 1M  $NH_4NO_3$  2 มิลลิลิตร คนให้ทั่วต้มจนเดือดและนำไปเซนตริฟิวจ์ เก็บตะกอนไว้วิเคราะห์ต่อไป ส่วนสารละลายทิ้งไป
2. เติม 6 M  $HNO_3$  2 มิลลิลิตร ลงในตะกอนจากข้อ 1 อุ่นในน้ำเดือดนาน 5 นาที พร้อมทั้งคนขณะอุ่นด้วย
3. เซนตริฟิวจ์และรินน้ำใสใส่ในหลอดทดลองหลอดใหม่
4. ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นประมาณ 10-12 หยด เซนตริฟิวจ์ แล้วเทน้ำล้างตะกอนนี้ไปรวมกับน้ำในข้อ 3 เพื่อนำไปวิเคราะห์เซนตริฟิวเกจ  $Pb^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$  และ  $Cd^{2+}$  ส่วนตะกอนนำไปวิเคราะห์  $HgS$  ต่อไป

|   |  |   |  |
|---|--|---|--|
| <p>ตะกอน : HgS</p> <p>1. ใส่ 1 มล. ของ 6 M HCl และ 6M HNO<sub>3</sub> วางลงใน water bath ประมาณ 5-10 นาทีแล้วทำให้เย็น</p> <p>2. ถ้ามีตะกอนหรือกาก(residue) เหลืออยู่ให้นำไปเซนตริฟิวจ์ รินเอาน้ำใส่ใส่ลงในหลอดทดลอง</p>  | <p>เซนตริฟิวเจอร์ : Pb<sup>2+</sup>, Bi<sup>3+</sup>, Cu<sup>2+</sup> Cd<sup>2+</sup></p> <p>1. เติม 1 ml ของ 5 M (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> คนให้ทั่ว แล้วตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 5 นาที แล้วนำไปเซนตริฟิวจ์ รินน้ำใส่ในหลอดทดลองที่สะอาด</p> <p>2. ละลายตะกอนด้วยน้ำกลั่นประมาณ 10-15 หยดเซนตริฟิวจ์นำเอาน้ำใส่ไปรวมกับข้อ 1</p>  |   |  |
| <p>(ทิ้งตะกอนไป) เติม 2 มล. 1 M SnCl<sub>2</sub></p> <p>ถ้าได้ตะกอนเทาแกมขาวของ Hg<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> แสดงว่ามี Hg<sup>2+</sup></p>  | <table border="1"> <tr> <td data-bbox="766 806 1117 1467"> <p>ตะกอน PbSO<sub>4</sub></p> <p>1. เติม 3 หยดของ 6 M CH<sub>3</sub>COOH และ 1 มล. ของ 6 M CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> คนแล้วต้มจนเดือด</p> <p>2. เติม 1 มล. ของ 1M K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองของPbCrO<sub>4</sub> แสดงว่ามีPb<sup>2+</sup></p> </td> <td data-bbox="1117 806 1316 1467"> <p>เซนตริฟิวเจอร์:</p> <p>Bi<sup>3+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup></p> <p>(ทดสอบต่อหน้าถัดไป)</p> </td> </tr> </table> | <p>ตะกอน PbSO<sub>4</sub></p> <p>1. เติม 3 หยดของ 6 M CH<sub>3</sub>COOH และ 1 มล. ของ 6 M CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> คนแล้วต้มจนเดือด</p> <p>2. เติม 1 มล. ของ 1M K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองของPbCrO<sub>4</sub> แสดงว่ามีPb<sup>2+</sup></p> | <p>เซนตริฟิวเจอร์:</p> <p>Bi<sup>3+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup></p> <p>(ทดสอบต่อหน้าถัดไป)</p> |
| <p>ตะกอน PbSO<sub>4</sub></p> <p>1. เติม 3 หยดของ 6 M CH<sub>3</sub>COOH และ 1 มล. ของ 6 M CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> คนแล้วต้มจนเดือด</p> <p>2. เติม 1 มล. ของ 1M K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองของPbCrO<sub>4</sub> แสดงว่ามีPb<sup>2+</sup></p> | <p>เซนตริฟิวเจอร์:</p> <p>Bi<sup>3+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup></p> <p>(ทดสอบต่อหน้าถัดไป)</p>   |   |  |

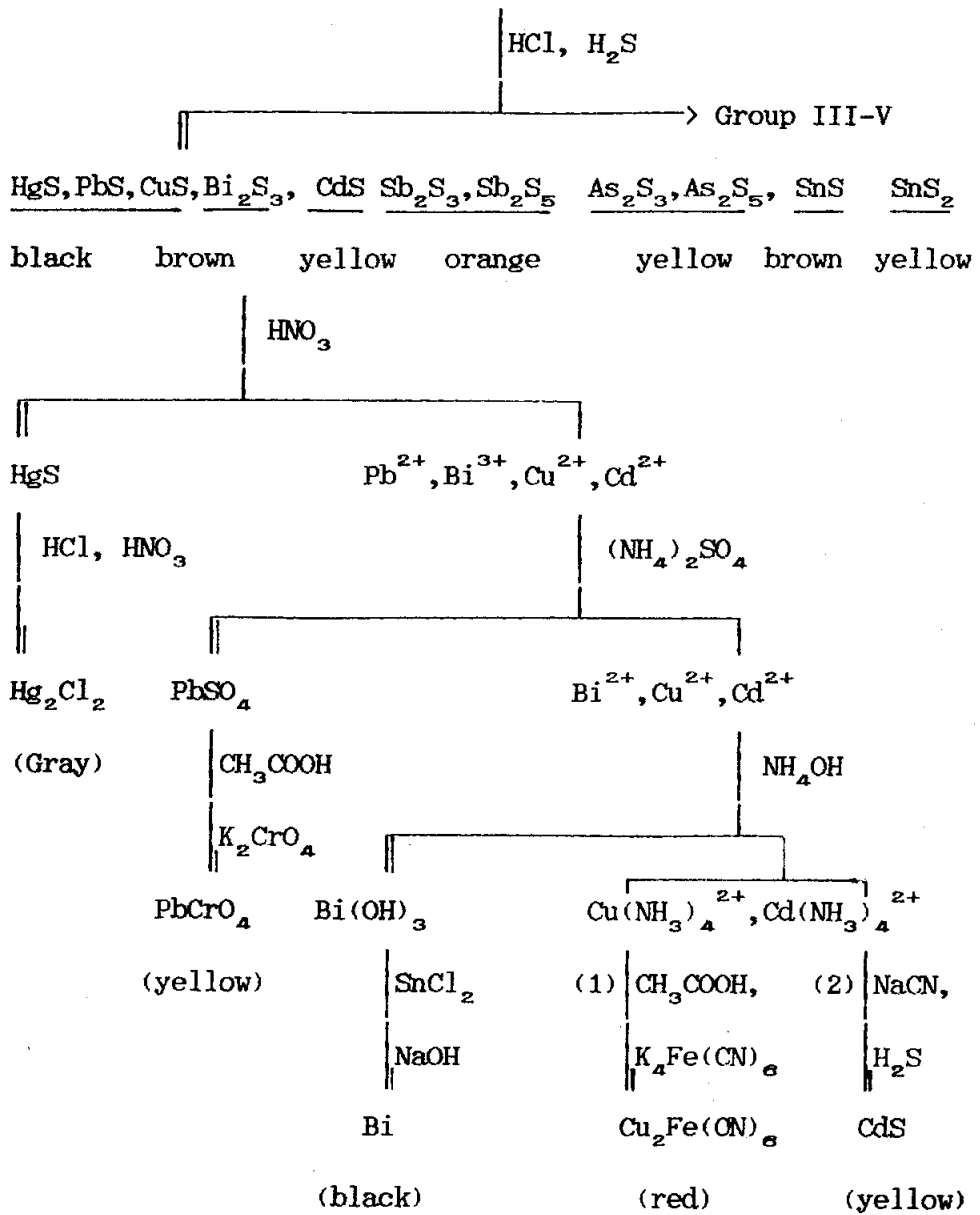
เขตรวฟิวเกจ :  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$

1. เติม  $\text{NH}_4\text{OH}(\text{conc})$  ที่ละลายพร้อมทั้งคนจนกระทั่งน้ำยาเริ่มเป็นด่าง แล้วเติมลงไปอีก 10 หยด เพื่อให้มากเกินพอ คนให้ทั่ว
2. เขตรวฟิวเกจและรินเอาน้ำใส่ ใสในหลอดที่สะอาด
3. ล้างตะกอนด้วยน้ำประมาณ 10 หยดเขตรวฟิวเกจรินเอาน้ำใส่รวมกับน้ำใส่ข้อ 2.

|   |   |   |
|---|---|---|
| ตะกอน $\text{Bi}(\text{OH})_3$                                | เขตรวฟิวเกจ : $\text{Cu}(\text{NH}_3)_4^{2+}$ , $\text{Cd}(\text{NH}_3)_4^{2+}$   |   |
| 1. เติม 5 หยดของ 1M $\text{SnCl}_2$ และ 2 มล 6 M              | แบ่งสารละลายออกเป็นสองส่วนเท่า ๆ กัน  |   |
| NaOH  | ส่วนที่ 1 ถ้าสารละลายมีสี   | ส่วนที่ 2   |
| 2. คนอย่างแรงถ้าได้ตะกอนสีดำของ Bi แสดงว่ามี $\text{Bi}^{3+}$ | น้ำเงินแสดงว่ามี $\text{Cu}^{2+}$ หรือน้ำสารละลายนี้ทำให้เป็นกรดด้วย 6M $\text{CH}_3\text{COOH}$ แล้วเติมสารละลาย $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$ ถ้าได้ตะกอนสีน้ำตาลแดงของ $\text{Cu}_2\text{Fe}(\text{CN})_6$ แสดงว่ามี $\text{Cu}^{2+}$ | 1. เติม 1M* $\text{NaCN}$ ที่ละลายพร้อมทั้งคน จนกระทั่งสีน้ำเงินหายไป (*ถ้าสารละลายไม่มีสีให้ทดสอบข้อ 2. เลย) |
|   |   | 2. เติม 10 หยดของ Thioacetamide แล้วนำไปอุ่น ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองของ $\text{CdS}$ แสดงว่ามี $\text{Cd}^{2+}$   |

## สรุปการวิเคราะห์

### Cation group II-V



### วิธีการวิเคราะห์แคตไอออนหมู่ III

แคตไอออนหมู่ III ประกอบด้วย  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$  และ  $\text{Co}^{2+}$  ตกตะกอนในรูปไฮดรอกไซด์และซิลไฟด์ ในสารละลายที่เป็นดังต่อไปนี้

เช่นตริฟิวเกจ หมู่ III-V

1. ทำเช่นตริฟิวเกจให้มีปริมาตรเหลือ 3-4 มล. โดยต้มในไอน้ำเดือด แล้วเติม  $\text{NH}_4\text{OH}$  (conc) พร้อมกับคน จนกระทั่งน้ำยาเป็นด่าง
2. เติม 1 มิลลิลิตร 2 M Thioacetamide แล้วอุ่นในน้ำเดือดนาน 10 นาทีจนตะกอนตกสมบูรณ์เช่นตริฟิวจ แล้วนำตะกอนหมู่ III ที่ได้ไปทดลองต่อในข้อ 3 ส่วนเช่นตริฟิวเกจเก็บใส่หลอดทดลองใหม่เพื่อนำไปหาหมู่ IV-V ต่อไป
3. เติมน้ำกลั่น 1 มิลลิลิตร ลงในตะกอนหมู่ III (จากข้อ 2) คนแล้วเติม 5 หยด 1 M  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  ต้มในน้ำเดือด แล้วนำไปเช่นตริฟิวจ เก็บน้ำใส่รวมกับเช่นตริฟิวเกจในข้อ 2 เพื่อหาหมู่ IV-V ส่วนตะกอนนำมาวิเคราะห์หาแคตไอออนหมู่ III ต่อไป

ตะกอนหมู่ III ที่เกิดประกอบด้วย  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Cr}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{S}_3$ ,  $\text{MnS}$ ,  $\text{ZnS}$ ,  $\text{NiS}$  ละลายตะกอนหมู่ III โดยเติม 2 มิลลิลิตร 6 M HCl คนแล้วต้มในน้ำเดือด 2 นาทีแล้วเติม 1 มิลลิลิตร 6 M  $\text{HNO}_3$  คนแล้วนำไปต้มในน้ำเดือดประมาณ 5 นาทีตะกอนหมู่ III จะละลายได้หมด (ถ้ามีกำมะถันลอยให้เขี่ยทิ้งไป)

### วิธีแยกแคตไอออนหมู่ IIIA และ IIIB

สารละลายหมู่ IIIA และ IIIB ที่ได้นำมาแยกเป็นตะกอนไฮดรอกไซด์ของ IIIA และตะกอนซิลไฟด์ของ IIIB ได้ดังต่อไปนี้

### การตกตะกอนหมู่ IIIA

1. เติม 5 หยด 3 M hydrazine hydrochloride ในสารละลายหมู่ IIIA-IIIB

2. หยด  $\text{NH}_4\text{OH}$  (conc) ทีละหยดจนสารละลายเป็นด่าง และเติมอีก 1 มล. เพื่อให้มากเกินพอ คนให้ทั่วและต้มในน้ำเดือด 2-3 นาทีแล้วนำไปเซนตริฟิวซ์ขณะยังร้อน เก็บน้ำใสไว้เพื่อตกตะกอนหมู่ IIIB ต่อไป

3. นำตะกอน หมู่ IIIA (จากข้อ 2) มาเติม 1 มิลลิลิตร 1 M  $\text{KNO}_3$  กับ 1 หยด ของ 3 M hydrazine hydrochloride และ 2 หยด 6 M NaOH คนอย่างแรงอุ่นในน้ำเดือดให้เดือด แล้วนำไปเซนตริฟิวซ์ เก็บน้ำใสไปรวมกับน้ำใสในหมู่ IIIB ในข้อ 2 เพื่อนำไปตกตะกอนหมู่ IIIB ต่อส่วนตะกอนนำไปวิเคราะห์ตะกอนแคตไอออนหมู่ IIIA ต่อไป

#### การตกตะกอนหมู่ IIIB

1. เติม 1 มิลลิลิตร 2 M thioacetamide ลงในน้ำใส (หมู่ IIIB) แล้วอุ่นในน้ำเดือดประมาณ 10 นาทีแล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็นอย่างน้อย 15 นาที

2. นำไปเซนตริฟิวซ์ ทิ้งน้ำใสไป ล้างตะกอนด้วย 2 หยด 6 M  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  และล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้งจนแล้วเซนตริฟิวซ์ ทิ้งน้ำที่ล้างตะกอนทั้งสองครั้งเก็บตะกอนไปวิเคราะห์ตะกอนหมู่ IIIB ต่อไป

### วิธีวิเคราะห์ตะกอนหมู่ IIIA

ตะกอน :  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  ,  $\text{Cr}(\text{OH})_3$

เติม 2 มล 6 M NaOH และ 1.5 มล 3%  $\text{H}_2\text{O}_2$  คนแล้วต้มในไอน้ำเดือดประมาณ 5 นาที เพื่อไล่ออกซิเจน และคนบ้างบางครั้งบางคราว เช่นตรีฟิวจ์ และรินน้ำใสลงในหลอดทดลอง

|  |  |   |
|--|--|---|
| <p>ตะกอน : <math>\text{Fe}(\text{OH})_3</math></p> <p>1. เติม 2มล 3M <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> คน และอุ่นจนตะกอนละลายแล้ว เช่นตรีฟิวจ์รินน้ำใสลงในหลอดทดลองถ้ามีตะกอน</p>                                     | <p>เช่นตรีฟิวเกจ : <math>\text{AlO}_2^-</math> , <math>\text{CrO}_4^{2-}</math></p> <p>1. เติม 2มล 6M <math>\text{CH}_3\text{COONH}_4</math> คนแล้วอุ่นในไอน้ำเดือดประมาณ 5 นาที</p> <p>2. นำไปเช่นตรีฟิวจ์แล้วรินน้ำใสลงในหลอดทดลอง</p>   |   |
| <p>(residue*) เหลืออาจเป็น <math>\text{MnO}_2</math> ที่ติดมาด้วย</p> <p>2. น้ำใสนำมาเติม 5 หยดของ 1M KCNS คนถ้าได้สารละลายสีแดงเข้มของ <math>\text{Fe}(\text{CNS})_3</math> แสดงว่ามี <math>\text{Fe}^{3+}</math></p> | <p>ตะกอน: <math>\text{Al}(\text{OH})_3</math></p> <p>1. เติมน้ำกลั่น 1 มล. เช่นตรีฟิวจ์ทิ้งน้ำใสเสีย</p> <p>2. เติม 1มล. 6M HCl อุ่นจนละลายหมดเติม 5 หยดของaluminonและ 6 M <math>\text{NH}_4\text{OH}</math> ทีละหยดจนเป็นด่างจะได้ตะกอนแดงของ <math>\text{Al}(\text{OH})_3</math> Aluminonแสดงว่ามี <math>\text{Al}^{+3}</math></p> | <p>เช่นตรีฟิวเกจ : <math>\text{CrO}_4^{2-}</math></p> <p>1. เติม 6 M <math>\text{CH}_3\text{COOH}</math> คนจนกระทั่งน้ำยาเป็นกรด</p> <p>2. เติม 10 หยด 1M <math>(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb}</math> คนจะได้ตะกอนสีเหลืองของ <math>\text{PbCrO}_4</math> แสดงว่ามี <math>\text{Cr}^{3+}</math></p> |

\* residue อาจเป็น  $\text{MnO}_2$  ให้นำมา 1) เติม 5 หยด 3%  $\text{H}_2\text{O}_2$  และ 2 มล. 6M  $\text{HNO}_3$  คนอุ่นในน้ำเดือดประมาณ 5 นาที 2) เติม Sodium bismuthate จนกระทั่งมี Sodium bismuthate เหลืออยู่ใน solution คน ถ้าส่วนที่เป็นสารละลายมีสีแดงแสดงว่าเป็น  $\text{Mn}^{2+}$

**วิธีวิเคราะห์หมู่ IIIB**

ตะกอน : MnS , ZnS , CoS , NiS

เติมน้ำกลั่น 1 มล และ 4 หยด 6 M CH<sub>3</sub>COOH คนแรง ๆ ประมาณ 2 นาที แล้วเข็นตรีฟิวจันน้ำใส่เก็บในหลอด

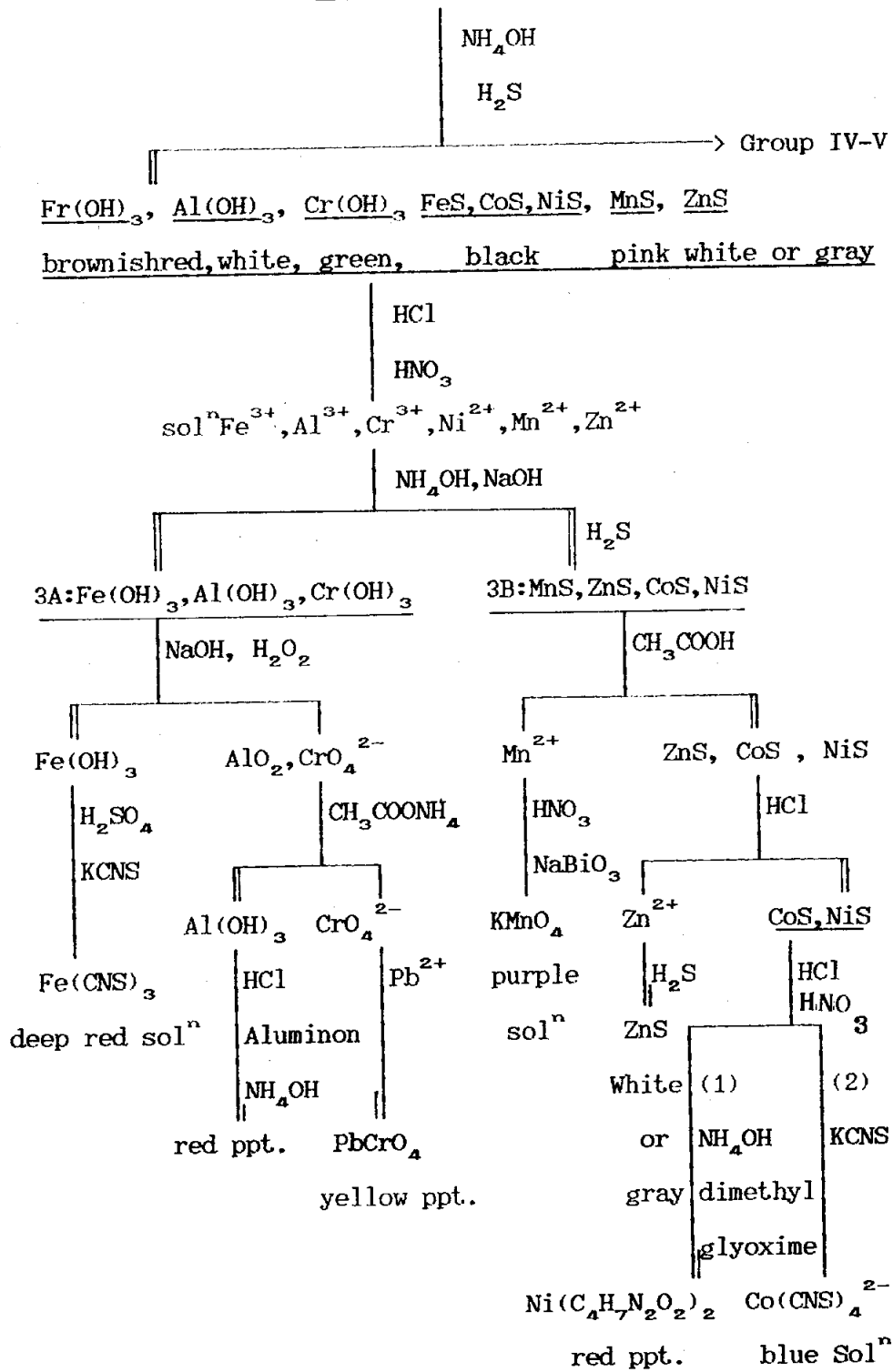
|   |   |   |   |
|---|---|---|---|
| <p><b>เข็นตรีฟิวเกจ :</b></p> <p>Mn<sup>2+</sup></p> <p>1. นำมาต้มในน้ำเดือด 2 นาทีเพื่อไล่</p> <p>H<sub>2</sub>S</p> <p>2. เติม 1 มล 6M HNO<sub>3</sub> อุ่นในน้ำเดือด 2 นาที</p> <p>3. เติมน้ำกลั่น 2 มล. คนแล้วเติม NaBiO<sub>3</sub> ที่ละน้อยและคนโดยยังมีตะกอน NaBiO<sub>3</sub> นอนก้นอยู่</p> <p>4. อุ่นแล้วเข็นตรีฟิวจัน ถ้าสารละลายมีสีม่วง แสดงว่ามี Mn<sup>2+</sup></p> | <p>ตะกอน: ZnS , CoS , NiS</p> <p>เติมน้ำกลั่น 1 มล แช่หลอดทดลองในน้ำเย็นแล้วเติม 6 M HCl 5 หยดเท่านั้น คนแรง ๆ ประมาณ 1 นาที แล้วเข็นตรีฟิวจันที่</p> | <p><b>เข็นตรีฟิวเกจ: Zn<sup>2+</sup></b></p> <p>1. เติม 1 มล 2 M Sodium citrate และ 5 หยด 3M hydrazine hydrochloride และ 5 หยดของ 2M thioacetamide</p> <p>2. คนและอุ่นในน้ำเดือด ถ้าได้ตะกอนขาวของ *ZnS แสดงว่ามี Zn<sup>2+</sup></p> | <p>ตะกอน : CoS, NiS</p> <p>1. เติม 1 มล 6M HCl และ 10 หยด 6M HNO<sub>3</sub> คนและอุ่นในน้ำเดือดประมาณ 5 นาที ถ้ามีกำมะถันลอยขึ้นให้เขี่ยทิ้งไป</p> <p>2. เติมน้ำกลั่น 2 มล คนและแบ่งเป็น 2 ส่วน</p>                                  |
|   |   | <p><b>ส่วนที่ 1 ทา Co<sup>2+</sup></b></p> <p>เติม 3 มล. 1M KCNS คน ถ้าได้น้ำยาสีฟ้าของ CO(NS)<sub>4</sub><sup>2-</sup> แสดงว่ามี Co<sup>2+</sup></p>   | <p><b>ส่วนที่ 2 ทา Ni<sup>2+</sup></b> เติม 6M NH<sub>4</sub>OH จนเป็นต่างแล้วเติม 10 หยด dimethyl glyoxime คนถ้าได้ตะกอนสีแดงของ Ni(C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>H)<sub>2</sub> แสดงว่ามี Ni<sup>2+</sup></p> |

\* ถ้าได้ตะกอนสีดำ หรือเทา ให้นำไปเข็นตรีฟิวจัน นำตะกอนมาล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วนำตะกอนมาทำตั้งแต่ตะกอน ZnS, CoS, NiS ใหม่



สรุปการวิเคราะห์

Cation group III-V



### วิธีวิเคราะห์หมู่แคตไอออนหมู่ IV

แคตไอออนหมู่นี้จะตกเป็นตะกอนสีขาวในรูปของฟอสเฟตมีวิธีวิเคราะห์ดังนี้

นำเซนตริฟิวเกจที่ประกอบด้วยแคตไอออนหมู่ IV และหมู่ V มา

1. ใส่ 2 มล.  $1M(NH_4)_2HPO_4$  แล้วคนต้มในไอน้ำเดือดประมาณ 5 นาที นำเอาหลอดทดลองมาทำให้เย็น โดยแช่น้ำเย็น แล้วตั้งไว้ 5 นาที เพื่อให้ตะกอนตกให้หมดแล้วล้างตะกอน นำไปเซนตริฟิวจ์ ทิ้งน้ำใสเสีย ส่วนตะกอนนำมาหาหมู่ IV ต่อไป

ตะกอนหมู่ IV  $Ba_3(PO_4)_2$ ,  $Sr_3(PO_4)_2$ ,  $Ca_3(PO_4)_2$ ,  $MgNH_4PO_4$

- เติม acetone 2 มล. คนและเซนตริฟิวจ์ ทิ้งน้ำใสเสีย
- ทำตามข้อ 1 ซ้ำ และระเหย acetone ที่เหลือออกโดยตั้งหลอดทดลองทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที (หรือใช้วิธีอังหลอดทดลองด้วยความร้อนสักครู่)
- เติม 2 มล. ของ  $HNO_3$  (conc) คนและทำให้เย็นโดยแช่ในน้ำแข็งนาน 10 นาที พยายามอย่าให้น้ำหยดลงในหลอดเป็นอันขาด เซนตริฟิวจ์นำเซนตริฟิวเกจเก็บไว้
- เติม 1 มล. ของ  $HNO_3$  (conc) ลงในตะกอน(จากข้อ 3) แล้วแช่หลอดในน้ำแข็งนาน 10 นาที เซนตริฟิวจ์นำเซนตริฟิวเกจที่ได้รวมกับเซนตริฟิวเกจในข้อ 3 เพื่อนำไปวิเคราะห์เซนตริฟิวเกจ  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$  ส่วนตะกอนนำไปวิเคราะห์  $Ba(NO_3)_2$ ,  $Sr(NO_3)_2$

|   |  |
|---|--|
| <p>ตะกอน : <math>\text{Ba}(\text{NO}_3)_2</math>, <math>\text{Sr}(\text{NO}_3)_2</math></p> <p>1. เติมน้ำกลั่น 5 หยด และ 2 มล. 6M <math>\text{CH}_3\text{COONH}_4</math> คน อุ่นจน - ตะกอนละลายหมด แล้วเติม 1 มล. 1M <math>\text{K}_2\text{CrO}_4</math> คน ตั้งใน - โอน้ำเดือด 2-3 นาที</p> <p>2. เชนตรีฟิวจ์</p>  | <p>เชนตรีฟิวเกจ : <math>\text{Ca}^{2+}</math>, <math>\text{Mg}^{2+}</math></p> <p>(ทดสอบต่อตามวิธีข้างล่าง)</p>  |
| <p>ตะกอน : <math>\text{BaCrO}_4</math></p> <p>1. เติมน้ำกลั่น 1 มล. เชนตรีฟิวจ์ ทั้งน้ำใสเสีย</p> <p>2. เติม 5 หยด 6M <math>\text{HCl}</math> ลงใน ตะกอนคนจนตะกอนละลาย</p> <p>3. เติม 1 มล. 6M <math>\text{CH}_3\text{COONH}_4</math> และ 2 หยด 1M <math>\text{K}_2\text{CrO}_4</math> คน จะได้ตะกอนสีเหลืองของ <math>\text{BaCrO}_4</math> แสดงว่ามี <math>\text{Ba}^{2+}</math></p> | <p>เชนตรีฟิวเกจ : <math>\text{Sr}^{2+}</math></p> <p>1. เติม 1 มล. 6M <math>(\text{NH}_2)\text{SO}_4</math> คนแล้ว อุ่นในโอน้ำเดือด</p> <p>2. เชนตรีฟิวจ์ ทั้งน้ำใส เติมน้ำกลั่น 2 มล. กับ 2 หยด 6M <math>\text{HCl}</math> แล้วเชนตรีฟิวจ์ถ้าได้ ตะกอนขาวแสดงว่ามี <math>\text{Sr}^{2+}</math> มี <math>\text{Sr}^{2+}</math></p> |

เชนตรีฟิวเกจ :  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$

1. เติม 1 มล. 1M  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  คนแล้วแช่หลอดทดลองในน้ำแข็งที่ใส่น้ำเย็นจัด
2. เติม  $\text{NH}_4\text{OH}(\text{conc})$  จนกระทั่งสารละลายเป็นด่างแล้วเติมอีก 5 หยด คนสารละลาย

3. ทำให้เห็นโดยแช่หลอดทดลองในน้ำแข็งไว้ 5-10 นาที

เซนต์ริฟิวจ์และทิ้งน้ำใส

4. เติม 1 มล. ของน้ำกลั่นลงในตะกอน คนให้ทั่วแล้วเซนต์ริฟิวจ์  
ทิ้งน้ำใส

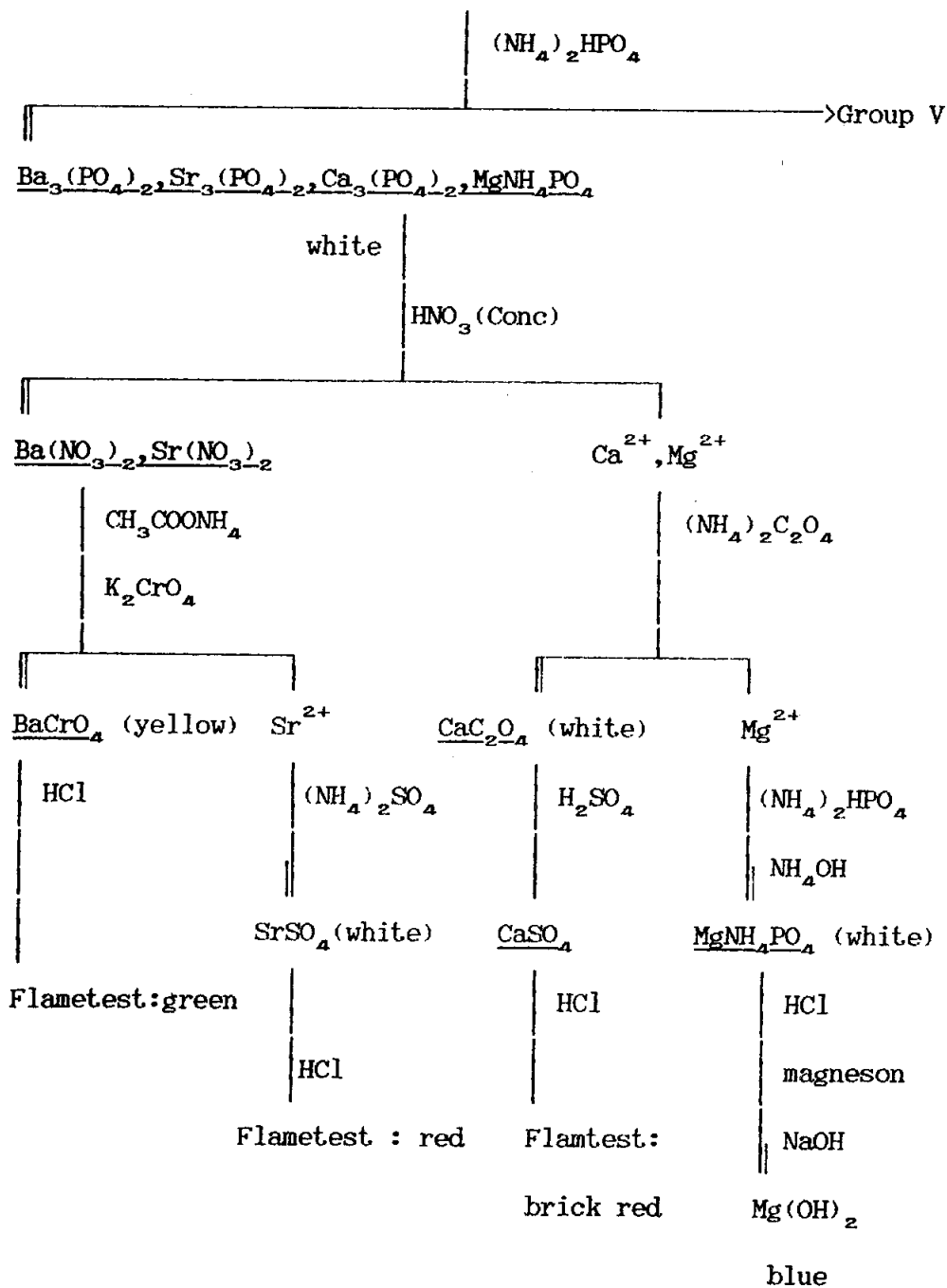
5. เติม 1 มล. 6M  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ลงในตะกอน คนแล้วอุ่น เติมน้ำกลั่น  
1 มล. คนแล้วอุ่นเซนต์ริฟิวจ์และรินน้ำใสลงในหลอดทดลอง ถ้ามีตะกอนหรือกาก  
(residue) เหลือให้ทิ้งเสีย

6. นำเอาน้ำใสจากข้อ 5 มาอุ่นแล้วเติม 1 มล. 0.25 M  
ammonium oxalate ( $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ) อุ่นในไอน้ำเดือดประมาณ 2 นาทีแล้วทำให้  
เย็น เซนต์ริฟิวจ์และรินน้ำใสลงในหลอดทดลองที่สะอาด

|  |   |
|--|---|
| <p>ตะกอน : <math>\text{CaC}_2\text{O}_4</math></p> <p>ถ้าได้ตะกอนสีขาวแสดง<br/>ว่ามี <math>\text{Ca}^{2+}</math></p> | <p>เซนต์ริฟิวเกจ : <math>\text{Mg}^{2+}</math></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. เติม 1 มล. 1M <math>(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4</math></li> <li>2. เติม <math>\text{NH}_4\text{OH}</math> (Conc) จนกระทั่งเป็นด่างแล้วเติมอีก<br/>3-5 หยดคนและทำให้เย็นด้วยน้ำในถ้วยประมาณ 1-2<br/>นาที เซนต์ริฟิวจ์และทิ้งน้ำใส</li> <li>3. ละลายตะกอนโดยเติม 5-6 หยด 6M HCl คนและ<br/>อุ่นประมาณ 1 นาที</li> <li>4. เติม 2 หยด "magneson" และ 2 มล. 6M. NaOH<br/>คนและอุ่นประมาณ 1 นาที ถ้าได้ตะกอนรุ้น <math>\text{Mg}(\text{OH})_2</math><br/>Magneson ซึ่งมีสีฟ้าแสดงว่ามี <math>\text{Mg}^{2+}</math></li> </ol> |
|--|---|

# สรุปการวิเคราะห์

## Cation group IV-V



วิธีการวิเคราะห์แคตไอออนใหญ่ V :  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$

วิธีวิเคราะห์  $\text{NH}_4^+$

นำสารละลายตัวอย่างเริ่มต้นมา 2 มล. (ถ้าสารตัวอย่างเป็นของแข็งนำมาประมาณ 100 มก.) ใส่ลงในบีกเกอร์เล็ก ๆ แล้วเติม 6M NaOH จนกระทั่งสารละลายเป็นด่าง (กรณีที่สารตัวอย่างเป็นของแข็งให้เติม 2 มล.) นำไปอุ่นใน water bath แล้วนำกระดาษลิตมัสสีแดงที่ชุบน้ำกลั่น ไปอังที่ปากหลอด (อย่าให้แตะปากหลอด) ถ้ากระดาษเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินแสดงว่ามี  $\text{NH}_4^+$

### การวิเคราะห์ $\text{Na}^+$ และ $\text{K}^+$

1. นำสารละลายตัวอย่างที่ตั้งต้นมา 2 มล. ใส่ในปิเปตเตอร์เล็ก ๆ เติม  $\text{CaO}$  (ของแข็ง) หรือ  $\text{Ca(OH)}_2$  (ของแข็ง) เล็กน้อยจนกระทั่งสารละลายเป็นด่าง แล้วเติม  $\text{CaO}$  เพิ่มอีกเล็กน้อย จนกระทั่งมี  $\text{CaO}$  เหลืออยู่ ต้มจนกระทั่งสารละลายแห้ง เติมน้ำกลั่น 3 มล. คนสารละลายและต้มจนเดือดแล้วถ่ายลงในหลอดทดลอง เช่นตริฟิวจ์แล้วรินเช่นตริฟิวจ์ลงในหลอดทดลอง ถ้ามีตะกอนหรือกาก (residue) ให้ทิ้งเสีย

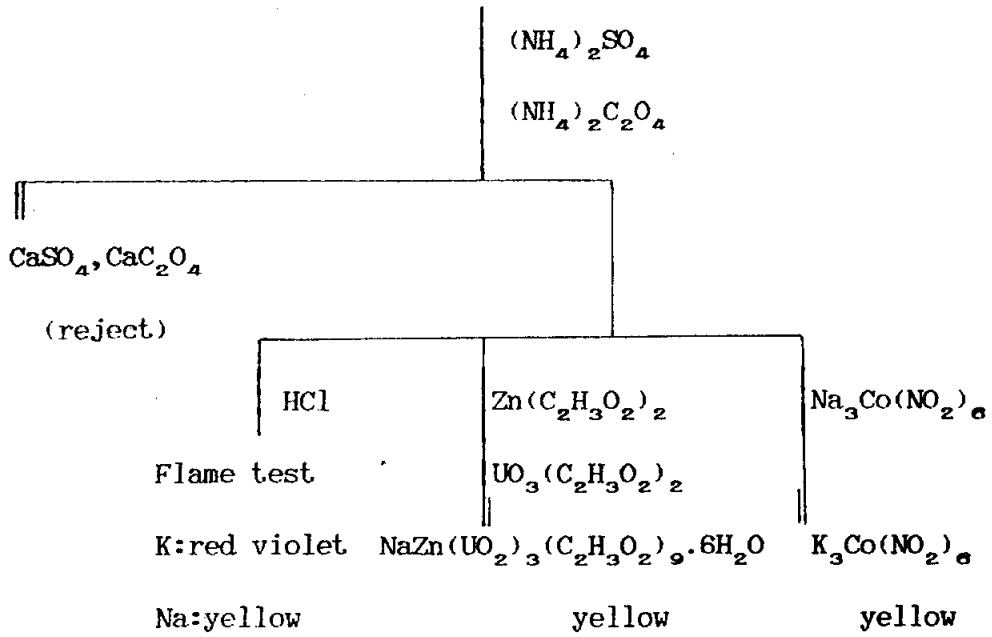
2. เติม 6M  $\text{CH}_3\text{COOH}$  ลงในเช่นตริฟิวจ์ จนกระทั่งสารละลายเป็นกรด แล้วเติมเพิ่มอีก 5 หยด ถ้าได้ตะกอนเกิดขึ้น ให้เช่นตริฟิวจ์แล้วทิ้งตะกอนเสียแบ่งน้ำยาใสออกเป็น 2 ส่วนเท่ากัน

ส่วนที่ 1 เติม 2 มล. ของ Zinc uranyl acetate ทำให้เย็น ถ้าได้ผลึกสีเหลืองของ sodium zinc uranyl acetate แสดงว่ามี  $\text{Na}^+$

ส่วนที่ 2 เติม 2 มล. ของ Sodium cobaltnitrite ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองของ  $\text{K}_2\text{NaCo(NO}_2)_6$  แสดงว่ามี  $\text{K}^+$

สรุปการวิเคราะห์

Cation group V



original sample

NaOH

NH<sub>3</sub>

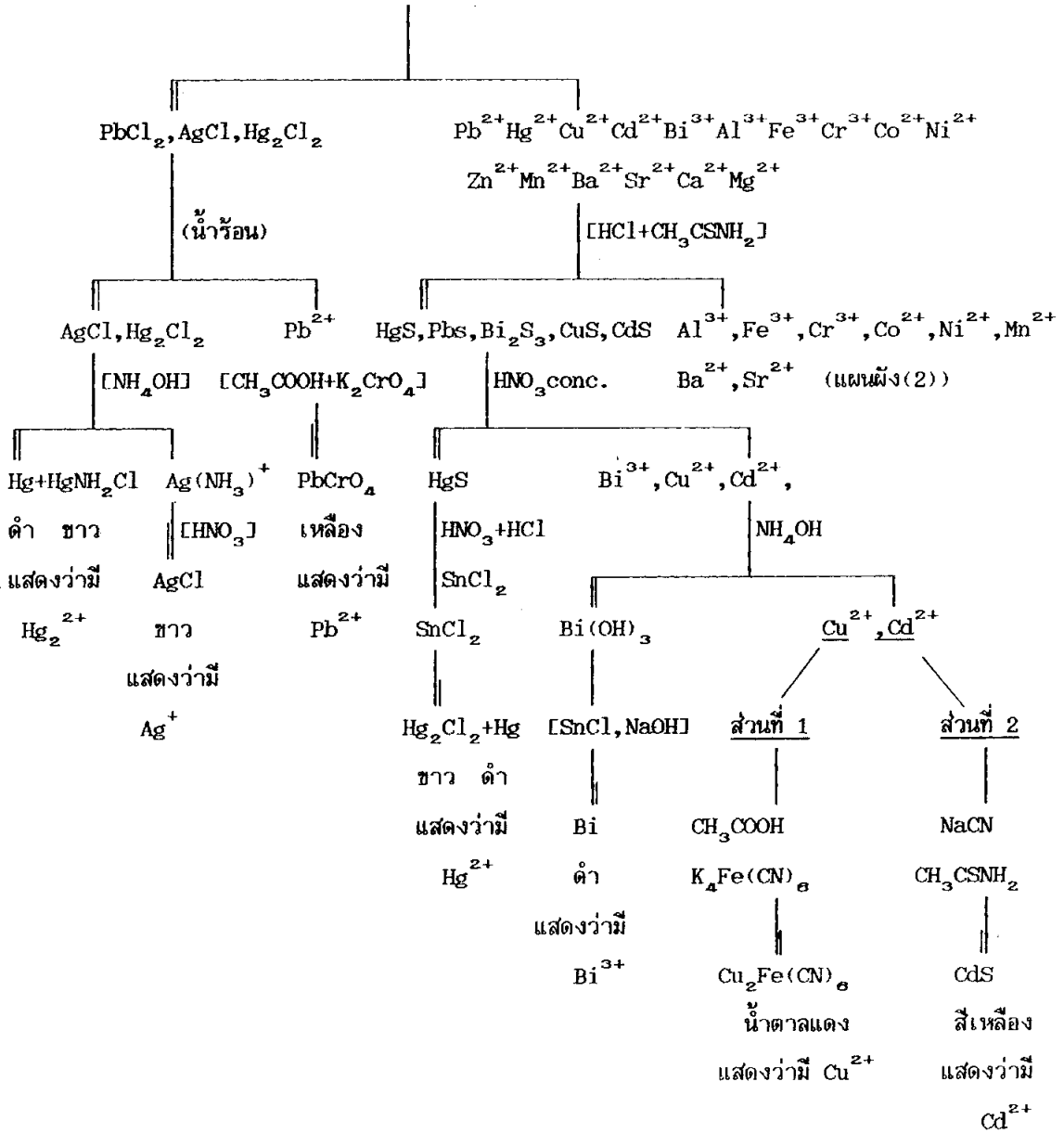
odor or action on litmus



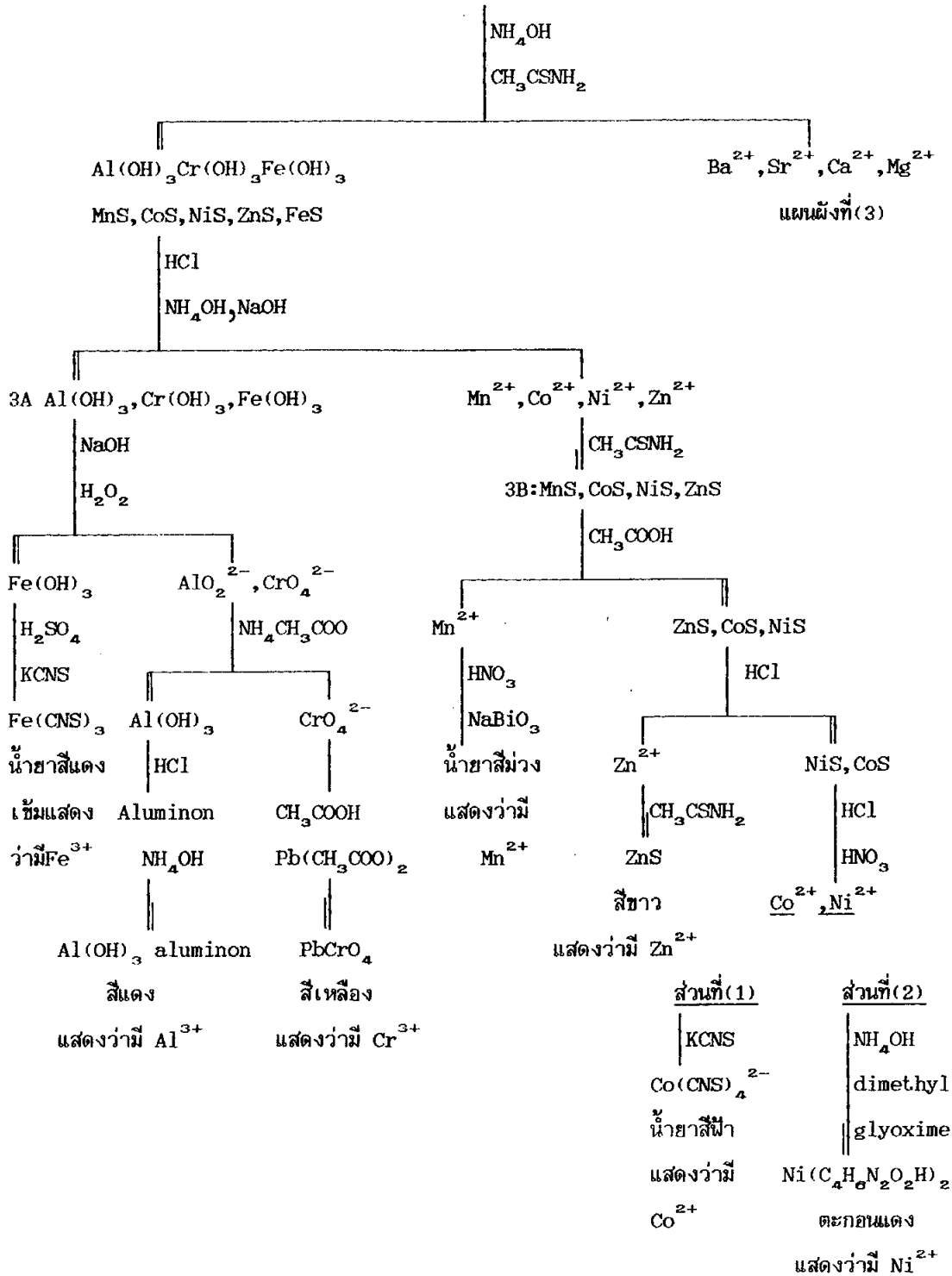
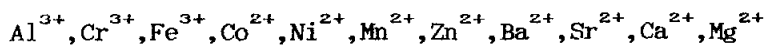
แผนผังสรุปการวิเคราะห์แคตไอออน

แผนผังที่ 1

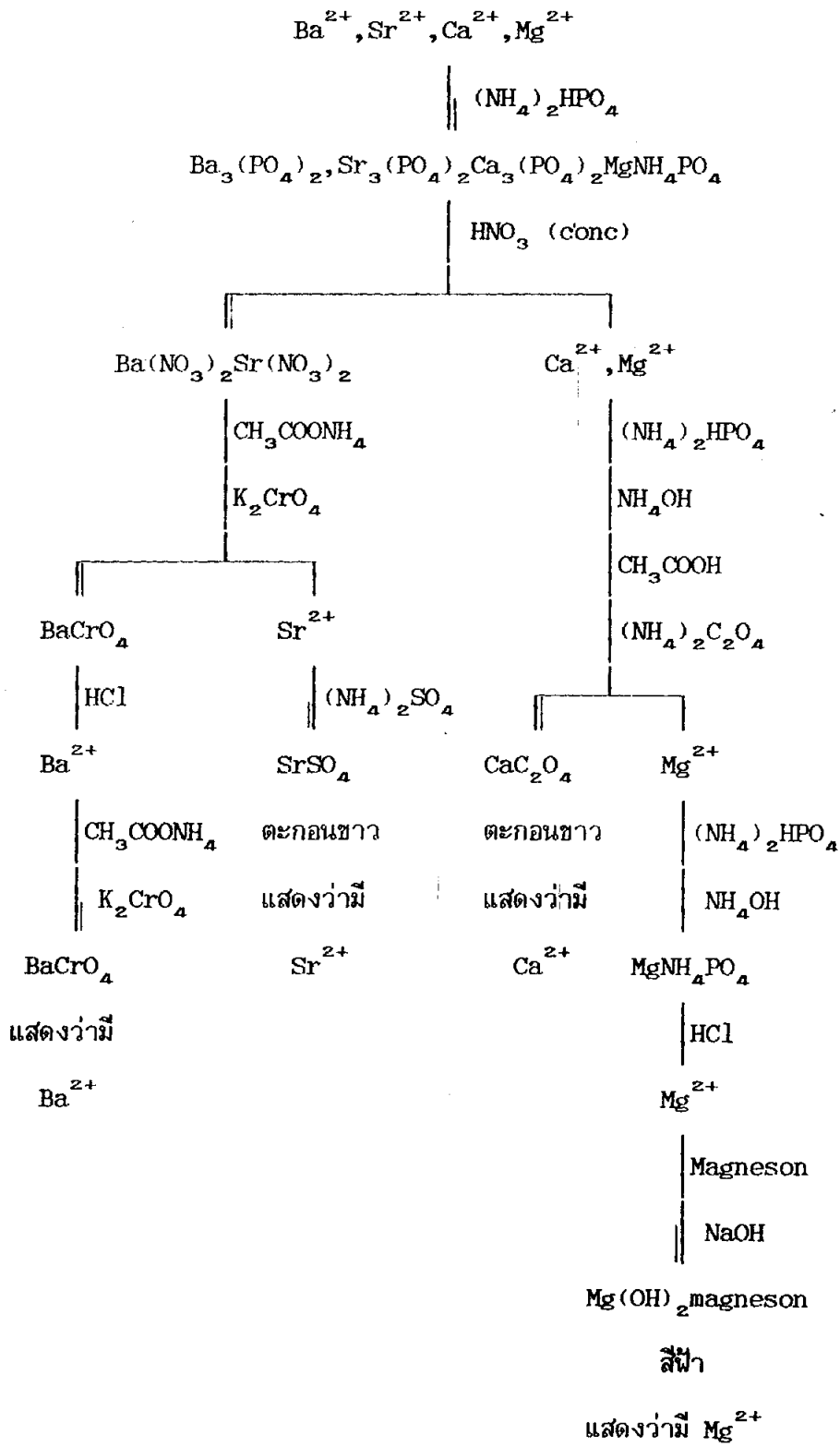
สารละลายตัวอย่าง 1.0 มล. ประกอบด้วย  $Pb^{2+}, Ag^+, Hg_2^{2+}, Bi^{3+}, Cd^{2+}, Al^{3+}, Fe^{3+}, Cr^{3+}, Co^{2+}, Ni^{2+}, Zn^{2+}, Mn^{2+}, Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}$



แผนผังที่ (2)



แผนผังที่ (3)



รายงานผลการทดลอง

ปฏิบัติการเคมี เรื่อง..... วันที่ทำการทดลอง.....

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

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

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

กลุ่มปฏิบัติการ..... section..... ที่เลขที่..... ห้องทดลอง.....

อาจารย์ผู้ควบคุม 1.....

2.....

3.....

ผลการวิเคราะห์เรื่อง.....

เลขที่ unknown.....

Anion ที่พบ .....

.....

.....

.....

.....

.....

Cation ที่พบ .....

.....

.....

.....

.....

מסמך מס' 100

.....

.....

.....

.....

.....