บทที่ 5

การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยตกตะกอนเป็นเงินคลอไรด์

วัตถุประสงค์ เมื่อศึกษาและทำปฏิบัติการบทเรียนบทนี้จบแล้วควรจะสามารถ

1. ทำการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ไอออนด้วยวิธีการวิเคราะห์โดยน้ำหนักได้
2. เลือกตัวตกตะกอนที่เหมาะสมสำหรับตกตะกอนคลอไรด์ไอออน
3. ทำการตกตะกอนเงินคลอไรด์ด้วยเทคนิคและวิธีการที่ถูกต้อง
4. ล้างตะกอนด้วยเทคนิคและวิธีการของดีแคนเทชัน
5. บอกความหมายของกระบวนการเกิดเปปไทเซชัน
6. เตรียมเครื่องกรองตะกอนชนิดเบ้ากรองกูช
7. เตรียมเบ้ากรองกูชให้มีน้ำหนักคงที่
8. ทำตะกอนเงินคลอไรด์ให้แห้งได้ ณ อุณหภูมิที่เหมาะสม
9. หาน้ำหนักที่คงที่ของตะกอนได้
10. คำนวณหาปริมาณของคลอไรด์ไอออนในสารละลายตัวอย่างคลอไรด์ที่ละลายน้ำ จากข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

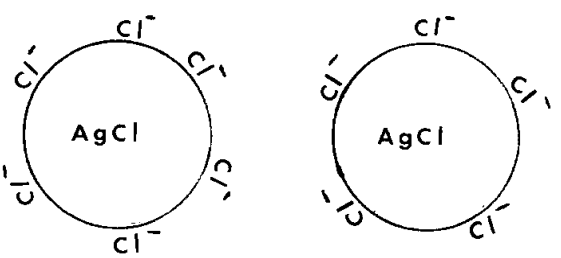
บทที่ 5
การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยตกตะกอนเป็นเงินคลอไรด์

ในบทนี้นักศึกษาจะได้ลงมือทำปฏิบัติการทดลองที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์โดยน้ำหนัก ในเรื่องของการหาปริมาณคลอไรด์ไอออนในสารตัวอย่าง นักศึกษาต้องนำเทคนิคและวิธีการวิเคราะห์ที่ได้เรียนรู้มาแล้วในบทที่ 2 มาใช้ในการทำปฏิบัติการทดลองให้ถูกต้องทุกขั้นตอนด้วย

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

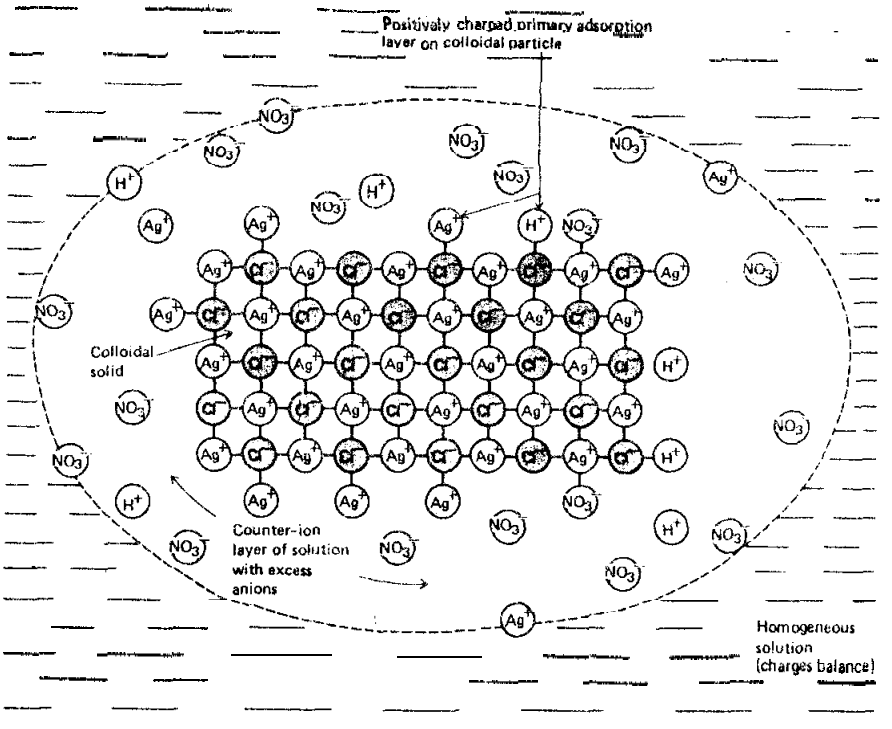
การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ไอออนในสารตัวอย่างด้วยวิธีวิเคราะห์โดยน้ำหนักสามารถทำได้โดยตกตะกอนกับเงินไอออน ทำให้เกิดตะกอนเงินคลอไรด์ สารตัวอย่างคลอไรด์ที่จะนำมาวิเคราะห์ต้องเป็นสารประกอบที่สามารถละลายน้ำได้ และต้องถูกทำให้มีสภาพเป็นกรดด้วยกรดไนทริก เพื่อป้องกันการตกตะกอนร่วมของเกลือเงินตัวอื่น เช่น ฟอสเฟต และคาร์บอเนต ซึ่งสามารถตกตะกอนกับเงินไอออนได้ในสารละลายที่เป็นกลาง สารละลายของเงินไอออนที่ใช้ในการตกตะกอน คือ เงินไนเทรต ($AgNO_3$) เมื่อเริ่มเติมเงินไนเทรตลงในสารละลายตัวอย่างคลอไรด์จะเกิดตะกอนเงินคลอไรด์ขึ้น (AgCl) ถ้าเติมเงินไนเทรตยังไม่มากพอ แสดงว่าในสารละลายจะมีคลอไรด์ไอออนเหลืออยู่ คลอไรด์ไอออนจะถูกดูดซับไว้ในชั้นแรกของตะกอนที่เกิดขึ้นดังแสดงในรูปที่ 5.1

$$Ag^+ + Cl^- \longrightarrow AgCl + \underset{\text{ที่เหลือ}}{Cl^-}$$



รูปที่ 5.1 การดูดซับคลอไรด์ไอออนไว้ที่ชั้นแรกของตะกอนทำให้ตะกอนผลักกัน

เมื่อมีการดูดซับคลอไรด์ไอออนไว้ในชั้นแรกของตะกอน จะทำให้ตะกอนมีสภาพที่เป็นประจุลบ ตะกอนจะเกิดการผลักกันทำให้ได้ตะกอนที่มีลักษณะเป็นคอลลอยด์แขวนลอยกระจัดกระจายอยู่ในสารละลาย ตะกอนจะมีขนาดเล็ก ๆ ทำให้ดูสารละลายขุ่นขาวคล้ายนม เมื่อเติมตัวตกตะกอนเงินไนเทรตต่อไปอีก จะได้ตะกอนเพิ่มมากขึ้น ๆ คลอไรด์ไอออนก็จะลดลง ความเป็นประจุลบของตะกอนก็จะค่อย ๆ หมดไป ตะกอนก็สามารถรวมตัวกันได้ขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อเติมเงินไนเทรตมากเกินพอ ตะกอนก็จะจับก้อนกันนอนก้น ทั้งนี้เพราะเงินไอออนที่มากเกินพอจะถูกดูดซับไว้ในชั้นแรก ซึ่งมีผลทำให้ตะกอนมีประจุบวก แต่ตะกอนจะไม่ผลักกันเพราะในสารละลายมีไนเทรตไอออนที่มีประจุเป็นลบมาทำให้ตะกอนที่มีประจุเป็นบวกเกิดสมดุลทางประจุ ทำให้จับก้อนกันนอนก้นได้ ไนเทรตไอออนที่ทำหน้าที่ทำให้ประจุของตะกอนสมดุลโดยเกิดการดูดซับกับตะกอนในชั้นที่ 2 (Secondary layer) จะถูกเรียกว่า เคาน์เตอร์ไอออน (Counter ion) ตะกอนที่จับก้อนลงมานอนก้น (coagulate) จะมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 5.2



รูปที่ 5.2 แสดงการเกิดตะกอน AgCl และจับก้อนกันนอนก้น

เราสามารถช่วยให้ตะกอนจับก้อนกันนอนก้นได้เร็วขึ้น โดยให้ความร้อนแก่สารละลายของตะกอนและคนแรง ๆ เมื่อตะกอนนอนก้นหมดแล้วสารละลายส่วนบนจะใส สามารถแยกตะกอนออกมาได้โดยการกรองด้วยเบ้ากรองกูชหรือเบ้ากรองแก้ว และทำให้ปราศจากมลทินได้โดยล้างตะกอนด้วยสารละลายกรดไนทริก ทั้งนี้ เพื่อป้องกันการเกิดเปไทเซชัน เพราะในการล้างตะกอนอาจทำให้ไนเทรตไอออนที่เป็นเคาน์เตอร์ไอออนหลุดไปได้ ซึ่งจะทำให้ตะกอนกลับมามีประจุและเกิดการผลักกันทำให้ได้ตะกอนเล็ก ๆ ที่เป็นคอลลอยด์กลับมาใหม่ ซึ่งกระบวนการที่เกิดขึ้นนี้เรียกว่า เปปไทเซชัน (peptization) ดังนั้น ถ้าใช้น้ำล้างตะกอนที่มีไนเทรตไอออนอยู่ด้วย จะมีผลทำให้ตะกอนมีไนเทรตไอออนเป็นเคาน์เตอร์ไอออนอยู่ตลอดเวลา ไนเทรตไอออนที่ติดมากับตะกอนจะไม่ทำให้ผลของการวิเคราะห์ผิดพลาด เพราะมันจะถูกทำลายไปเมื่อนำตะกอนไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 110-130°C ตะกอนจะเผาโดยมีสารอินทรีย์อยู่ด้วยไม่ได้ เพราะตะกอนสามารถถูกรีดิวซ์ด้วยสารอินทรีย์ที่อุณหภูมิสูงและอุณหภูมิที่ใช้ทำให้ตะกอนแห้งต้องไม่สูงเกินไป อุณหภูมิที่สูงเกิน 260°C จะทำให้ตะกอน AgCl สลายตัวได้

การเติมเงินไนเทรตต้องเติมให้มากเกินพอเล็กน้อย (ประมาณ 10%) เพื่อลดการละลายของตะกอนตามหลักการของผลของคอมมอนไอออน แต่การเติมเงินไนเทรตนี้ต้องไม่ให้มากเกินไป เพราะในสารละลายซึ่งมีเงินไอออนมากเกินไปนั้น อาจทำให้เกิด Ag_2Cl^+ ซึ่งเป็นคอมเพลกซ์ไอออนที่ละลายน้ำ ผลก็คือ จะทำให้การตกตะกอนคลอไรด์ไม่สมบูรณ์ให้ผลต่ำกว่าที่เป็นจริง เมื่อทำการตกตะกอน กรอง แล้วล้างตะกอน ต้องแน่ใจว่าล้างตะกอนได้สะอาดโดยต้องล้างสารละลายเงินไนเทรตที่ใช้มากเกินพอออกให้หมด การทดสอบว่าล้างตะกอนสะอาดโดยปราศจากเงินไอออน สามารถทำได้โดยใช้น้ำล้างตะกอนครั้งสุดท้ายประมาณ 3-5 ลบ.ซม. ที่เก็บได้มาเติมกรดเกลือเข้มข้น 0.1 M จำนวน 1-2 หยด ถ้าได้สารละลายขุ่นขาว เนื่องจากเกิดตะกอน AgCl ต้องล้างตะกอนด้วยสารละลายกรดไนทริกต่อไปอีก ถ้าได้สารละลายใส แสดงว่าล้างจนปราศจากเงินไอออนแล้ว

ตะกอนเงินคลอไรด์เป็นตะกอนที่ไวต่อแสง สามารถเกิดการสลายตัวได้เมื่อโดนแสง ให้เงินและก๊าซคลอรีน ทำให้เห็นตะกอนเป็นสีม่วงเนื่องจากเกิดเม็ดเงินรวมอยู่ด้วย ถ้าการสลายตัวด้วยแสงเกิดขึ้นเมื่อมีเงินไอออนอยู่มากเกินพอ จะได้ผลที่มากเกินความเป็นจริง ปฏิกิริยาทั้งหมดเกิดขึ้นได้ ดังนี้

(1) $2AgCl + light \longrightarrow 2Ag^{o} + Cl$;

(2) $3Cl_2^{o} + 3H_2O \longrightarrow 6H^+ + ClO_3^- + 5Cl^-$

(3) $5Cl^- + 5Ag^+ \longrightarrow 5AgCl$

นำสมการที่ (2) + (3) จะได้

$$3Cl_2 + 5Ag^+ + 3H_2O \longrightarrow 5AgCl + ClO_3^- + 6H^+$$

ถ้าหากการสลายตัวเมื่อถูกแสงเกิดขึ้นเมื่อไม่มีเงินไอออนมากเกินพอ ผลที่ได้ก็จะน้อยกว่าความเป็นจริง (เกิดการตกตะกอนไม่สมบูรณ์) แต่ถ้าตะกอนไม่อยู่ในสารละลาย คือถูกกรองให้แห้งแล้วถูกแสงและเกิดการสลายตัวจะไม่มีผลต่อน้ำหนักของตะกอน ดังนั้น ในขณะที่ทำการตกตะกอนหรือมีตะกอนอยู่ในสารละลาย ควรหลีกเลี่ยงไม่ให้ตะกอนในสารละลายโดนแสง ต้องเก็บสารละลายที่มีตะกอนอยู่ไว้ในที่มืด พบว่าในสารละลายที่มีตะกอนเงินคลอไรด์ และมี $AgNO_3$ เข้มข้น 0.2 M เกินพอ 1-2% เมื่อตั้งทิ้งไว้ให้โดนแสงแดดโดยตรง 5 ชั่วโมง โดยมีการคนสม่ำเสมอจะเกิดข้อผิดพลาดขึ้นได้ 2.1% ในทางมากขึ้น แต่ถ้าตั้งไว้ให้โดนแสงสว่างในห้องปฏิบัติการ (ไม่โดนแสงแดด) และมีการคนสม่ำเสมอจะเกิดข้อผิดพลาดในทางมากขึ้น 0.2% ในทางตรงกันข้าม ถ้าในสารละลายของตะกอนเงินคลอไรด์มี 0.2 M HCl มากเกินพอ ข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นจะเกิดในทางน้อยลงหรือเป็นลบ จะเกิดประมาณ 0.4% เมื่อตั้งทิ้งไว้ให้โดนแสงแดดโดยตรง 2 ชั่วโมง โดยไม่มีการคน และประมาณ 0.1% เมื่อตั้งทิ้งไว้ให้โดยแสงภายในห้องปฏิบัติการโดยการคนสม่ำเสมอ

กิจกรรมที่ 5.1

ให้นักศึกษานำสารละลายคลอไรด์ไอออนเข้มข้นประมาณ 0.01 M มาสองส่วน ๆ ละ 100 ลบ.ซม. แล้วเติมตัวตกตะกอนเงินไนเทรตเข้มข้น 0.1 M จำนวน 12.0 ลบ.ซม. ลงในสารละลายคลอไรด์ไอออนทั้งสองส่วนนั้น ให้เก็บสารละลายพร้อมตะกอนที่เตรียมได้ส่วนหนึ่งไว้ในที่สว่าง อีกส่วนหนึ่งไว้ในที่มืดสนิทเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายพร้อมตะกอนทั้งสองส่วนมาเปรียบเทียบกัน และอธิบายว่าเกิดอะไรขึ้นกับสารละลายทั้งสอง

การสอดแทรกเนื่องจากสารอื่น

ตะกอนเงินคลอไรด์มีคุณสมบัติที่สามารถดูดซับไอออนบางตัวไว้ได้ ถึงแม้นว่าปริมาณของไอออนที่เป็นมลทินจะมีอยู่ไม่มากนักก็ตาม ดังนั้น ในการตกตะกอน AgCl ควรมีการแยกไอออนที่สามารถเกิดการสอดแทรกได้ออกก่อน หรือเมื่อตกตะกอนเรียบร้อยแล้ว ควรมีการล้างตะกอนเพื่อ

ขจัดไอออนที่ถูกดูดซับไว้ที่ผิวของตะกอน สารที่เป็นตัวสอดแทรกหรือรบกวนการตกตะกอนสามารถแบ่งออกได้ ดังนี้

1. แอนไอออนที่สามารถเกิดตะกอนกับเงินไอออนในสารละลายของกรด ได้แก่ SCN^-, Br^-, I^-, CN^-, $S^=$, $S_2O_3^=$, $Fe(CN)_6^{3-}$ และ $Fe(CN)_6^{4-}$ ซึ่งจะตกตะกอนร่วมกับ AgCl ทำให้ผลที่ได้มากกว่าความเป็นจริง ดังนั้นก่อนที่จะทำการตกตะกอน AgCl ต้องขจัดไอออนเหล่านี้ออกไปก่อน

2. แคทไอออนที่อาจสอดแทรกในการตกตะกอนของคลอไรด์

ก) Ag^+, Hg_2^{2+} และ Pb^{2+} ที่ปนมากับสารตัวอย่าง เมื่อละลายสารตัวอย่างจะทำให้เกิดตะกอนเกลือคลอไรด์ของโลหะเหล่านี้ ควรแยกเอาคลอไรด์ออกจากโลหะเหล่านี้ก่อนทำการตกตะกอนเงินคลอไรด์ซึ่งอาจทำได้โดยต้มกับสารละลายที่เข้มข้นของ Na_2CO_3 ซึ่งจะทำให้แคทไอออนดังกล่าวตกตะกอนในรูปของเกลือคาร์บอเนตแยกออกจากสารละลาย

ข) Hg^{2+}, Cd^{2+}, Sn^{2+}, Sb^{3+}, Cr^{3+} และ Pt^{4+} สามารถรวมกับ Cl^- เป็นไอออนเชิงซ้อนที่ละลายน้ำได้ ทำให้ได้ตะกอน AgCl น้อยกว่าความเป็นจริง

3. แอนไอออนที่เกิดเกลือกับไอออนของเงินหรือแคทไอออนที่เกิดเกลือกับคลอไรด์อาจทำให้เกิดการตกตะกอนร่วมกับ AgCl ได้เช่น SO_4^{2-} ในสารละลายที่มีความเข้มข้นของซัลเฟตพอสมควร อาจเกิดตะกอน Ag_2SO_4 ร่วมกับ AgCl ได้ และทำให้ได้ผลมากกว่าความเป็นจริง

4. สารที่เป็นตัวรีดิวซ์จะรีดิวซ์ Ag^+ ให้กลายเป็นโลหะเงิน สารทางอินทรีย์บางชนิด เช่น ฟอร์มัลดีไฮด์สามารถทำให้ Ag^+ กลายเป็นโลหะเงิน Sn^{2+} และ SO_2 ก็อาจทำให้เกิดผลเช่นเดียวกัน การลดข้อผิดพลาดนี้ทำได้โดยเติมตัวออกซิไดส์ H_2O_2 ลงไปเพื่อทำลายตัวรีดิวซ์

ปฏิบัติการทดลอง

การทดลองหาปริมาณคลอไรด์โดยการตกตะกอนเป็นเงินคลอไรด์สามารถทำได้ตามขั้นตอนต่อไปนี้ คือ

1. เตรียมสารเคมีและอุปกรณ์เพื่อใช้ในการทดลอง

1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่

ก. สารตัวอย่างเกลือแกง

ข. กรดไนทริกเข้มข้น

ค. 0.01 M กรดไนทริก เตรียมได้โดยใช้กรดไนทริกเข้มข้น 0.64 ลบ.ซม.

ละลายเป็นสารละลาย 1,000 ลบ.ซม.

ง. สารละลายเงินไนเทรตเข้มข้น 0.1 M เตรียมได้โดยใช้ของแข็ง เงินไนเทรตหนัก 17.0 กรัม ละลายเป็นสารละลาย 1,000 ลบ.ซม.

จ. สารละลายแขวนลอยแอสเบสตอส และใยแก้ว ถ้าใช้เบ้ากรองแก้วไม่ต้องใช้สารละลายนี้

1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่

ก. เบ้ากรองกูช หรือเบ้ากรองแก้ว

ข. เตาอบไฟฟ้า

ค. โถอบ

ง. บีกเกอร์

จ. เครื่องปั๊มและขวดดูด

ฉ. เครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียด

2. วิธีทำการทดลอง

2.1 เตรียมเบ้ากรองกูชให้มีน้ำหนักคงที่ พร้อมที่จะใช้กรองตะกอนเงินคลอไรด์ 2 ใบ โดยนำเบ้ากรองกูชมาล้างทำความสะอาดด้วยสารละลายแอมโมเนียเจือจาง แล้วล้างน้ำจากนั้นล้างด้วยกรดไนทริกเจือจางอีกครั้ง แล้วล้างน้ำและน้ำกลั่นจนสะอาดเช็ดให้แห้ง ปูก้นเบ้ากรองกูชด้วยใยแก้วโดยตัดให้เป็นแผ่นกลม ๆ บาง ๆ เท่ากับก้นเบ้า นำเบ้าที่ปูใยแก้วแล้ววางลงบนขวดดูด เทสารละลายแขวนลอยแอสเบสตอสลงไปในเบ้าให้ได้ประมาณ $\frac{2}{3}$ ของเบ้ารอสักครู่ เพื่อให้ใยแอสเบสตอสปกคลุมก้นเบ้าได้สม่ำเสมอ แล้วเปิดเครื่องดูด เมื่อดูดน้ำแห้งแล้วให้ปิดเครื่อง แล้วนำเบ้ามาส่องดูความหนาของแอสเบสตอส ถ้าหนาเกินไปต้องทำใหม่ ถ้าบางเกินไปให้ใส่แอสเบสตอสเพิ่มไปอีก เมื่อได้ความหนาพอเหมาะแล้ว ให้ล้างเบ้ากรองกูชโดยวางเบ้ากูชที่ขวดดูดแล้วเปิดเครื่องดูด จากนั้นใช้แท่งแก้วนำน้ำกลั่นลงไปล้างเบ้า ไม่ควรใช้ขวดฉีดน้ำกลั่นฉีดไปโดยตรงที่ก้นเบ้าจะทำให้ชั้นของแอสเบสตอสพังได้ ให้ล้างเบ้าจนกระทั่งน้ำที่ล้างไม่มีใยแอสเบสตอสหลุดออกมาอีก นำเบ้ากรองกูชที่เตรียมเสร็จแล้วไปอบในตาอบไฟฟ้าที่อุณหภูมิเดียวกับที่จะอบตะกอน (ประมาณ 105-110°C) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำมาเก็บไว้ให้เย็นในโถอบอีกครึ่งชั่วโมง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนักและจดน้ำหนักที่ชั่งได้ในสมุดวางแผนงาน นำเบ้ากรองกูชไปอบอีกครั้ง ถ้าจะให้ถูกต้องมากขึ้นควรนำเบ้ากรองไปล้างน้ำกลั่นอีก 200 ลบ.ซม. แล้วจึงเอามาอบใหม่อีกครั้ง แต่การทำเช่นนี้จะทำให้เสียเวลามากขึ้น ดังนั้น จึงตัดขั้นตอนนี้ออกไป โดยเอาเบ้ากรองมาอบต่ออีกครั้งหนึ่งโดยใช้เวลา

เพียง 15 นาที แล้วทำให้เย็นในโถอบ แล้วนำไปชั่งจดน้ำหนักไว้ถ้าน้ำหนักที่ได้นี้แตกต่างกับน้ำหนักครั้งแรก ให้นำเบ้ากรองกูชไปอบและชั่งอีก ทำเช่นนี้จนกระทั่งได้น้ำหนักที่ชั่งสองครั้งสุดท้ายเท่ากันหรือคงที่ คือต่างกันไม่เกิน 0.0002 กรัม เบ้ากูชที่เตรียมได้ก็จะมีน้ำหนักคงที่ และพร้อมที่จะใช้งานได้ ให้เก็บเบ้ากูชไว้รอการใช้งานในที่ ๆ ไม่มีฝุ่นละอองลงไปได้

ถ้าใช้เบ้ากรองแก้วแทนเบ้ากรองกูช ให้นำเบ้ากรองแก้วมาล้างทำความสะอาดด้วยสารละลายแอมโมเนียเจือจางแล้วล้างน้ำ จากนั้นล้างด้วยกรดไนทริก แล้วล้างน้ำและน้ำกลั่นจนสะอาด เช็ดให้แห้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 105–110° C จนได้น้ำหนักคงที่ ทำเช่นเดียวกับเบ้ากรองบูช

2.2 เตรียมสารตัวอย่างโดยนำสารตัวอย่างคลอไรด์อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105-110°C เป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง แล้วเก็บให้เย็นในโถอบ จากนั้นชั่งสารตัวอย่างมาหนักประมาณ 0.25-0.4 กรัม โดยให้ได้น้ำหนักแน่นอนและละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม เทสารตัวอย่างใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250-400 ลบ.ซม. เติมน้ำ 150 ลบ.ซม. และกรดไนทริกเข้มข้น 1-2 ลบ.ซม. คนจนสารตัวอย่างละลายหมด

2.3 ทำการตกตะกอนโดยค่อย ๆ เติมสารละลาย 0.1 M $AgNO_3$ ลงทีละหยด โดยใช้หลอดหยดหรือบิวเร็ต พร้อมทั้งคนให้ทั่วเสมอ จำนวนปริมาตรของ $AgNO_3$ ที่ใช้ คำนวณได้เมื่อรู้น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ใช้และถือสารตัวอย่างเป็น NaCl 100% (นอกจากอาจารย์ผู้ควบคุมจะบอกว่าเป็นอย่างอื่น) แล้วเติมให้เกินอีก 10% การคำนวณเพื่อหาว่าควรเติม $AgNO_3$ ทั้งหมดกี่ ลบ.ซม. ทำได้ดังแสดงในตัวอย่างที่ 5.1

ตัวอย่างที่ 5.1 ชั่งสารตัวอย่าง NaCl ที่บริสุทธิ์มาหนัก 0.3850 กรัม เพื่อทำการตกตะกอนด้วย $AgNO_3$ จงหาว่าต้องเติม 0.1 M $AgNO_3$ กี่ ลบ.ซม. จึงจะทำให้ตกตะกอนคลอไรด์ได้หมดพอดี และถ้าต้องการเติมให้มากเกินพอ 10% จะต้องใช้ 0.1 M $AgNO_3$ กี่ ลบ.ซม.

วิธีทำ

สารตัวอย่าง NaCl หนัก 0.3850 กรัม มีค่า $= \frac{0.3850}{58.44}$ โมล

$= 6.588 \times 10^{-3}$ โมล

แสดงว่าต้องใช้ 0.1 M $AgNO_3$ เท่ากับ 6.588×10^{-3} โมลด้วย

นั่นคือ $\frac{M_{AgNO_3} \times V_{AgNO_3}}{1,000} = 6.588 \times 10^{-3}$

$\therefore$ ปริมาตรของ 0.1 M $AgNO_3$ ที่ต้องใช้ในการตกตะกอนคลอไรด์ได้พอดี

$= \frac{6.588 \times 10^{-3} \times 1,000}{0.1}$

$= 65.88$ ลบ.ซม.

ถ้าต้องการเติมให้มากเกินพอ 10% จะต้องเติมสารละลาย 0.1 M $AgNO_3$

$$= \frac{110 \times 65.88}{100}$$

$$= 72.47 \quad \text{ลบ.ซม.}$$

2.4 ต้มสารละลายดังกล่าวจนเกือบเดือดเพื่อย่อยตะกอนเป็นเวลา 10-15 นาที พร้อมกับคนเป็นครั้งคราว เพื่อช่วยให้ตะกอนจับรวมตัวกัน เอาไฟออกปล่อยให้ตะกอนตกลงก้นบีกเกอร์ แล้วตรวจดูว่าตะกอนตกหมดหรือยัง โดยเติม 0.1 M $AgNO_3$ ลงไปในสารละลายส่วนที่ใส ๆ อีก 2-3 หยด ถ้ามีตะกอนขุ่นขาวเกิดขึ้นอีก ก็ค่อย ๆ เติม 0.1 M $AgNO_3$ ลงไปทีละหยดอีกจนตกตะกอนได้หมด เอากระจกนาฬิกาปิดปากบีกเกอร์และเก็บไว้ในที่มืดประมาณ 1-2 ชั่วโมง แล้วจึงกรองตะกอน

2.5 ทำการกรองโดยค่อย ๆ เทน้ำใส ๆ ผ่านเบ้ากรองซึ่งต่อกับเครื่องดูด ควรลองหยด 0.1 M $AgNO_3$ ลงอีก 2-3 หยด เพื่อให้แน่ใจว่าตะกอนตกหมดอย่างสมบูรณ์ ล้างตะกอนในบีกเกอร์ด้วยวิธีดีแคนเทชัน ด้วยสารละลาย 0.01 M HNO_3 ครั้งละ 25 ลบ.ซม. จำนวน 2-3 ครั้ง แล้วจึงถ่ายตะกอนทั้งหมดลงสู่เบ้ากรอง (ถ้าตะกอนติดค้างบีกเกอร์ ควรใช้แท่งแก้วที่ติดโพลิสแมนช่วยกวาดออก) ล้างตะกอนบนเบ้ากรองประมาณ 3 ครั้งด้วย 0.01 M HNO_3 จำนวนน้อย ๆ ตรวจดูน้ำสุดท้ายว่าหมดเงินไอออนแล้วหรือยัง โดยนำมาประมาณ 2-3 ลบ.ซม. เติมกรดเกลือเจือจาง 2-3 หยด ถ้าไม่ขุ่นขาวก็แสดงว่าล้างหมดแล้ว เอาเบ้ากรองใส่ลงในบีกเกอร์ แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105-110°C จนได้น้ำหนักคงที่ด้วยวิธีการเดียวกับการเตรียมเบ้ากรองกูชให้ได้น้ำหนักคงที่ จดข้อมูลที่วิเคราะห์ได้ลงในตารางข้อมูลที่เตรียมไว้แล้วในสมุดวางแผนงาน ดังตัวอย่างของตารางข้อมูลที่ได้แสดงไว้ในตัวอย่างที่ 5.2

ข้อควรระวัง

ก. อย่าให้ตะกอนโดนแสงสว่างโดยตรง เพราะตะกอนจะสลายตัวได้

ข. การอบตะกอนจะต้องอบให้แห้งจนน้ำหนักคงที่จริง ๆ มิฉะนั้นจะเกิดข้อผิดพลาดได้ เพราะความชื้นที่ติดกับตะกอน

ค. เวลาชั่งเบ้ากูช ไม่ควรใช้มือจับเบ้าวางบนจานชั่ง ควรใช้คีมจับและควรหากระจกนาฬิการองเบ้าอีกครั้ง ไม่ควรวางเบ้าโดยตรงบนจาน

กิจกรรมที่ 5.2

ให้เก็บตะกอนเงินคลอไรด์ที่นักศึกษาเตรียมได้ 2 ชุด ไว้ โดยเก็บชุดหนึ่งไว้ในที่สว่าง อีกชุดหนึ่งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 1 วัน จากนั้นนำมาชั่งหาน้ำหนัก แล้วเปรียบเทียบกับน้ำหนักที่ชั่งได้จากการทดลอง พิจารณาว่าน้ำหนักเปลี่ยนไปหรือไม่ และหาเหตุผลมาอธิบายปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้น

ตัวอย่างที่ 5.2 การบันทึกข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ลงในตารางข้อมูลที่เตรียมไว้แล้วล่วงหน้าในสมุดวางแผนงาน

น้ำหนักเป็นกรัม		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
น.น.ขวดชั่ง + น.น.สารตัวอย่าง NaCl		23.3571	23.3956
น.น.ขวดชั่ง		22.9765	23.0824
น.น.สารตัวอย่าง NaCl		0.3806	0.3132
น.น.เบ้ากูช	1)	~~25.7813~~	~~24.2229~~
	2)	~~25.7784~~	~~24.2199~~
	3)	25.7183	~~24.2190~~
	4)		24.2191
น.น.เบ้ากูชที่คงที่		25.7783	24.2191
น.น.เบ้ากูช + น.น.ตะกอน AgCl	1)	~~26.7109~~	~~24.9860~~
	2)	~~26.7092~~	~~24.9856~~
	3)	26.7093	24.9855
น.น.เบ้ากูช + น.น.ตะกอน AgCl ที่คงที่		26.7093	24.9855
น.น.ตะกอน AgCl		0.9310	0.7664

3. การคำนวณผลที่ได้จากการวิเคราะห์ เมื่อเสร็จสิ้นการทดลองทุกครั้งจะต้องมีการคำนวณหาปริมาณของสิ่งที่สนใจจากผลที่ได้จากการทดลอง จากตัวอย่างของข้อมูลที่บันทึกลงในตาราง

ที่แสดงในตัวอย่างที่ 5.2 สามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของคลอไรด์ในสารตัวอย่างได้ดังนี้

การคำนวณสามารถทำได้ 2 วิธี คือ

วิธีที่ 1 จากสูตรสมการที่ 3.29

$$\% \text{ Cl} = \frac{\text{wt.AgCl} \times \frac{\text{M.W.Cl}}{\text{M.W.AgCl}} \times \text{loo}}{\text{wt.Sample}}$$

การทดลองครั้งที่ 1 ได้ % Cl $= \dfrac{0.9310 \times \frac{35.5}{143.32} \times 100}{0.3806}$

$= 60.59$

การทดลองครั้งที่ 2 ได้ % Cl $= \dfrac{0.7664 \times \frac{35.5}{143.32} \times 100}{0.3132}$

$= 60.61$

วิธีที่ 2 จากสูตรโมเลกุลของตะกอน AgCl พิจารณาได้ว่า AgCl 1 โมล จะมีคลอไรด์อยู่เท่ากับ 1 โมล นั่นคือ

ถ้าได้ตะกอน AgCl หนัก 143.32 กรัม จะมีคลอไรด์ $= 35.5$ กรัม

การทดลองครั้งที่ 1 ได้ AgCl หนัก 0.9310 กรัม จะมีคลอไรด์

$= \dfrac{35.5 \times 0.9310}{143.32}$

$= 0.2306$ กรัม

การทดลองครั้งที่ 2 ได้ AgCl หนัก 0.7664 กรัม จะมีคลอไรด์

$= \dfrac{35.5 \times 0.7664}{143.32}$

$= 0.1898$ กรัม

$\therefore$ การทดลองครั้งที่ 1 ได้ % Cl $= \dfrac{0.2306 \times 100}{0.3806}$

$= 60.59$

$\therefore$ การทดลองครั้งที่ 2 ได้ % Cl $= \dfrac{0.1898 \times 100}{0.3132}$

$= 60.61$

จะเห็นได้ว่า การคำนวณทั้งสองวิธีจะได้คำตอบเท่ากัน

$$\therefore \%\ Cl \text{ เฉลี่ย} = \frac{60.59 + 60.61}{2}$$

$$= 60.60$$

นั่นคือ สารตัวอย่าง NaCl จะมีเปอร์เซ็นต์ของคลอไรด์เท่ากับ 60.60%

ถ้าสมมุติว่า สารตัวอย่างที่ใช้คือ NaCl ที่บริสุทธิ์ เราสามารถคำนวณหาปริมาณตะกอน AgCl ที่ควรได้ตามทฤษฎี เมื่อเทียบตะกอนที่ได้ตามทฤษฎีกับที่ได้จากการวิเคราะห์จะทำให้สามารถคำนวณหาข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นจากการทดลองได้

– จากการทดลองครั้งที่ 1 ใช้สารตัวอย่าง NaCl หนัก 0.3806 กรัม แสดงว่า ควรได้ตะกอน AgCl เท่ากับ $0.3606 \times \frac{M.W.AgCl}{M.W.NaCl}$

$$= \frac{0.3806 \times 143.32}{58.44}$$

$$= 0.9334 \text{ กรัม}$$

นั่นคือ การทดลองครั้งที่ 1 มีเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาด ดังนี้

$$\%\ E = \frac{0.9310 - 0.9334}{0.9334} \times 100$$

$$= -0.25$$

– จากการทดลองครั้งที่ 2 ใช้สารตัวอย่าง NaCl หนัก 0.3132 กรัม แสดงว่า ควรได้ตะกอน AgCl เท่ากับ $\frac{0.3132 \times 143.32}{58.44}$

$$= 0.7681$$

$$\%\ E = \frac{0.7664 - 0.7681}{0.7681} \times 100$$

$$= -0.22$$

แสดงว่าข้อผิดพลาดเกิดขึ้นในทางที่ผลที่ได้จากการวิเคราะห์น้อยกว่าความเป็นจริง

$$\%\ E \text{ เฉลี่ย} = -0.24$$

หมายเหตุ

1. ควรอ่านบทนำเกี่ยวกับการใช้เครื่องมือและเทคนิคในการวิเคราะห์หาปริมาณมาล่วงหน้าและปฏิบัติตามนั้น
2. ควรทำการทดลองอย่างน้อย 2 สารตัวอย่างขึ้นไป โดยทำไปพร้อม ๆ กัน
3. ในกรณีไม่ทราบว่าสารตัวอย่างเป็นอะไร และไม่สามารถจะคำนวณหาปริมาตรของ

$AgNO_3$ ที่ใช้ ก็จะต้องพิจารณาเองว่าเมื่อใดตะกอนตกหมดซึ่งทำได้โดยหยด $AgNO_3$ พร้อมทั้งคนอยู่ตลอดเวลา เมื่อหยดลงไปจำนวนหนึ่งแล้วก็คนแรง ๆ แล้วปล่อยให้ตะกอนนอนก้น จากนั้นเติมไปอีกหยดถ้าไม่มีตะกอนขุ่นขาวเกิดขึ้นอีกก็แสดงว่าตะกอนตกหมดแล้ว

4. เนื่องจากคลอไรด์เป็นสิ่งปะปนที่มีอยู่ทั่วไปในรีเอเจนต์ต่าง ๆ ดังนั้น จึงเป็นการดีที่จะตรวจว่าไม่มีคลอไรด์ใน HNO_3 และในน้ำที่ใช้
5. สำหรับงานที่ต้องการความเร็วอาจทำให้แห้ง โดยล้างด้วยแอลกอฮอล์ แล้วล้างด้วยอีเทอร์ แล้วปล่อยให้อีเทอร์ระเหยไปที่อุณหภูมิของห้อง วิธีนี้จะขจัดน้ำออกไปหมด แต่ผลลัพธ์ก็สูงขึ้นไม่มากกว่า 0.1%
6. ในกรณีที่ใช้ซินเตอร์กลาสครูซิเบิล ตะกอนที่ยังติดค้างอยู่อาจเอาออกได้โดยละลายตามลำดับด้วยแอมโมเนียเข้มข้น น้ำ และ HNO_3เข้มข้น

บทสรุป

การตกตะกอนคลอไรด์ไอออนด้วยเงินไนเทรตสามารถทำได้ทั้งในสารละลายที่มีสภาพเป็นกลางและกรด แต่จำเป็นต้องตกตะกอนในสารละลายที่เป็นกรดเพราะต้องการป้องกันการตกตะกอนร่วมจากแอนไอออนตัวอื่นที่สามารถตกตะกอนกับเงินไอออนในสารละลายที่มีฤทธิ์เป็นกลางแต่ในสารละลายที่เป็นกรดไม่สามารถตกตะกอนร่วมได้ เนื่องจากเงินไอออนสามารถเกิดตะกอนกับแอนไอออนได้หลายตัว ดังนั้น จึงสามารถนำวิธีการตกตะกอนคลอไรด์ไปประยุกต์ใช้กับการหาปริมาณของแอนไอออนตัวอื่นได้ โดยดัดแปลงเพียงเล็กน้อย เช่น การหาปริมาณ Br^-, I^-, SCN^- และ Ag^+ การนำวิธีการตกตะกอนเงินคลอไรด์มาใช้ในการหาปริมาณเงินไอออน สามารถทำได้โดยใช้ HCl เป็นตัวตกตะกอน ซึ่งต้องระวังไม่ใช้ HCl มากจนเกินไป เพราะ AgCl ละลายได้มากพอประมาณใน HCl เนื่องจากเกิดสารประกอบเชิงซ้อน $AgCl_2^-$ นอกจากนี้ยังสามารถวิเคราะห์สารประกอบพวกกรดหรือเกลือของออกซีฮาโลเจน เช่น ไฮโปคลอไรด์ และคลอเรตได้โดยการรีดิวซ์สารประกอบเหล่านี้ให้เป็นเฮไลด์ไอออนก่อน จากนั้นจึงตกตะกอนด้วยเงินไอออนในสารละลายของกรดไนทริกเจือจาง สารประกอบอินทรีย์ของพวกฮาโลเจนก็สามารถทำได้โดยการหลอมกับโซเดียมเปอร์ออกไซด์เพื่อเปลี่ยนให้เป็นฮาโลเจนไอออนก่อน

คำถามท้ายบท

1. เปปไทเซชัน (Peptization) คืออะไร เกิดขึ้นได้อย่างไร
2. เมื่อไรควรใช้เบ้ากรอง และเมื่อไรควรใช้กระดาษกรอง ในการกรองตะกอน
3. ตะกอนเงินคลอไรด์สามารถสลายตัวได้ด้วยแสง จะทำให้ผลที่ได้มากกว่าหรือน้อยกว่าความเป็นจริง
4. เคาน์เตอร์ไอออน (Counter ion) คืออะไร และมีหน้าที่อย่างไร
5. มีไอออนหรือสารประกอบอะไรบ้าง ที่สามารถรบกวนการตกตะกอนเงินคลอไรด์
6. ตะกอนเงินคลอไรด์สามารถละลายได้ในสารละลายอะไร
7. จงอธิบายกระบวนการดูดซับที่เกิดขึ้นกับตะกอน AgCl
8. น้ำล้างตะกอนเงินคลอไรด์คืออะไร เหตุใดจึงใช้สารละลายชนิดนั้น
9. ด้วยวิธีการเดียวกับการตกตะกอนเงินคลอไรด์ เราสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการตกตะกอนสารละลายของไอออนใดได้บ้าง
10. จะต้องใช้สารละลาย $AgNO_3$ เข้มข้น 2.0% จำนวนเท่าไร เพื่อตกตะกอนคลอไรด์จาก NaCl 0.30 กรัม
11. 0.500 กรัม ของสารตัวอย่างคลอไรด์ให้ AgCl 0.623 กรัม
    a) จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของคลอไรด์ในสารตัวอย่าง
    b) ถ้าคลอไรด์ที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง คือ $CaCl_2$ จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ $CaCl_2$ ในสารตัวอย่าง

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 5

เรื่อง การหาปริมาณคลอไรด์โดยตกตะกอนเป็นเงินคลอไรด์

ผู้ทดลอง 1 ..... รหัส.....

2 ..... รหัส .....

3 ..... รหัส .....

ตอนที่ ..... กลุ่ม.. .....

ทำการทดลองวันที่.....

น้ำหนักเป็นกรัม		ครั้งที่ I	ครั้งที่ II
น.น.ขวดชั่ง + น.น.สารตัวอย่าง NaCl			
น.น.ขวดชั่ง			
น.น.สารตัวอย่าง NaCl			
น.น. เบ้ากูช	1)		
	2)		
	3)		
น.น.เบ้ากูชที่คงที่			
น.น.เบ้ากูช + น.น.ตะกอน AgCl	1)		
	2)		
	3)		
น.น.เบ้ากูช + น.น.ตะกอน AgCl ที่คงที่			
น.น.ตะกอน AgCl			

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 5

เรื่อง การหาปริมาณคลอไรด์โดยตกตะกอนเป็นเงินคลอไรด์

ผู้ทดลอง 1 .....รหัส.....

2 .. .. .รหัส.... .. ....

3 .....รหัส.....

ตอนที่ .. ..กลุ่ม.....

ทำการทดลองวันที่.....

น้ำหนักเป็นกรัม		ครั้งที่ I	ครั้งที่ II
น.น.ขวดชั่ง + น.น.สารตัวอย่าง NaCl			
น.น.ขวดชั่ง			
น.น.สารตัวอย่าง NaCl			
น.น. เบ้ากูช	1)		
	2)		
	3)		
น.น.เบ้ากูชที่คงที่			
น.น.เบ้ากูช + น.น.ตะกอน AgCl	1)		
	2)		
	3)		
น.น.เบ้ากูช + น.น.ตะกอน AgCl ที่คงที่			
น.น.ตะกอน AgCl			