

บทที่ 6

การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโดยตกตะกอนเป็นเหล็ก - ไฮดรอกไซด์

วัตถุประสงค์ เมื่อทำปฏิบัติการทดลองเรื่องนี้จบแล้วควรจะสามารถ

1. ทำการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กด้วยวิธีการวิเคราะห์โดยน้ำหนักได้
2. เลือกใช้กระดาษกรองสำหรับกรองตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ได้ถูกต้อง
3. บอกได้ว่าทำไมตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์จึงสามารถใช้กระดาษกรองกรองได้ในขณะที่ตะกอนเงินคลอไรด์ใช้ไม่ได้ต้องใช้เบ้ากรองกุชแทน
4. เปรียบเทียบตะกอนที่ต้องการความร้อนสูง ๆ จากตะกอนที่ง่ายกว่าได้ถูกวิธีโดยที่เบ้าครุชบีลไม่แตกร้าว
5. บอกเหตุผลในการใช้สารละลาย 1% NH_4NO_3 เป็นน้ำล้างตะกอน
6. คำนวณหาปริมาณของเหล็กในสารตัวอย่างจากข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

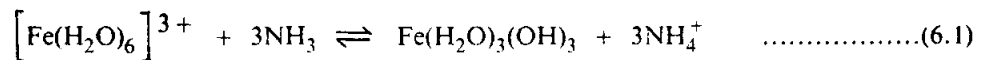
บทที่ 6

การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโดยตกตะกอน เป็นเหล็กไฮดรอกไซด์

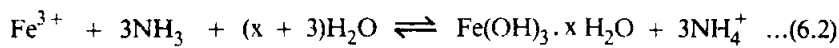
ในบทนี้นักศึกษาจะได้ลงมือทำการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กในสารตัวอย่างโดยตกตะกอนเป็นเหล็กไฮดรอกไซด์ จากนั้นจะทำการเผาตะกอนให้เป็นสารประกอบของเหล็กที่มีน้ำหนักคงที่คือเหล็กออกไซด์ ซึ่งในบทนี้นักศึกษาจะได้เรียนรู้เทคนิคและวิธีการกรองตะกอนและเผาตะกอนที่แตกต่างไปจากการทดลองบทที่ 5

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

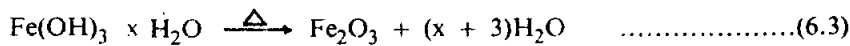
สารละลายตัวอย่างที่ประกอบด้วยเกลือของเหล็ก (3+) เมื่อนำมาเติมสารละลายแอมโมเนีย จะเกิดตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ขึ้น $(\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot x \text{H}_2\text{O})$ หรือบางที่เรียกว่าตะกอนไฮดรอกไซด์ออกไซด์ $(\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot (x + 3)\text{H}_2\text{O})$ ปฏิกิริยาของการตกตะกอนที่เกิดขึ้นสามารถเขียนได้ ดังนี้



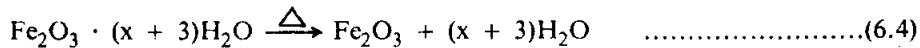
หรือ



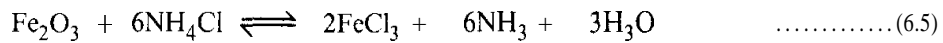
ตามปกติเหล็ก (3+) เมื่ออยู่ในสารละลายเอควิวสจะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับโมเลกุลของน้ำเสมอได้ $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ เมื่อเติมสารละลายแอมโมเนีย จึงเกิดตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ขึ้นตามสมการที่ 6.1 เนื่องจากตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นมีโมเลกุลของน้ำไม่แน่นอน ดังนั้นจึงต้องเปลี่ยนส่วนประกอบของตะกอนให้มีส่วนประกอบที่แน่นอน โดยการเผาตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิสูง ๆ เพื่อเปลี่ยนให้เป็นตะกอนเหล็กออกไซด์ที่ไม่มีน้ำอยู่



หรือ

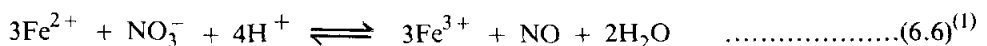


เนื่องจากตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์มีการละลายต่ำมาก ค่าผลคูณของการละลายมีค่าเพียง 10^{-38} ดังนั้น เราสามารถตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์ แม้สารละลายจะเป็นกรดเล็กน้อย ข้อผิดพลาดที่เกิดจากการล้างตะกอนและทำให้ตะกอนและทำให้ตะกอนละลายไปได้บ้างนั้นมีน้อยมากจนสามารถตัดทิ้งได้ จึงสามารถตกตะกอนและล้างตะกอนที่อุณหภูมิสูงได้ เพื่อป้องกันการเกิดเปปไทเซชันจึงเติมอิเล็กโทรไลต์ แอมโมเนียมไนเตรดลงไปในน้ำล้างตะกอนด้วย ซึ่งเกลือแอมโมเนียมไนเตรดจะละลายตัวไปเมื่อผา เราไม่ใช้แอมโมเนียมคลอไรด์เป็นน้ำล้างตะกอน เพราะจะทำให้เกิดเฟอริกคลอไรด์ขณะผา



ซึ่งมีผลทำให้การทดลองผิดพลาดได้

สารตัวอย่างเหล็กที่มีอยู่จะตกตะกอนได้หมดเมื่อไอออนของเหล็กมีประจุเป็น $3+$ ทั้งหมด ดังนั้น เมื่อละลายสารตัวอย่างเหล็กแล้ว ก่อนทำการตกตะกอนต้องแน่ใจว่าเหล็กอยู่ในรูปของ Fe^{3+} ทั้งหมด ซึ่งทำได้โดยการเติมกรดไนตริกลงในสารละลายของเหล็ก จะทำให้เหล็กที่อยู่ในรูป Fe^{2+} ถูกเปลี่ยนเป็น Fe^{3+} ทั้งหมด



การใช้กรดไนตริกเป็นตัวออกซิไดซ์ Fe^{2+} ให้เป็น Fe^{3+} มีข้อเสียอยู่บ้าง คือ ถ้าตัวอย่างเหล็ก คือ เกลือของซัลเฟต และต้องมีการนำสารละลายที่ตกตะกอนเหล็กไปแล้วมาวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟตต่อ โดยตกตะกอนเป็นแบบเวียมซัลเฟต พบว่าการวิเคราะห์ไม่สามารถทำได้ผลถูกต้องเมื่อมีไนเตรดปนอยู่ ดังนั้น ในการทดลองต้องมีการต้มไล่กรดไนตริกจนสารละลายเกือบแห้งเพื่อหลีกเลี่ยงปัญหายุ่งยากที่จะเกิดขึ้นนี้ เมื่อต้องการนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณซัลเฟตต่อ เราควรออกซิไดส์ Fe^{2+} ให้เป็น Fe^{3+} ด้วยน้ำโบรมีน หรือไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

(1) ถ้าต้องการทดสอบว่าปฏิกิริยาออกซิเดชันเกิดสมบูรณ์แล้วในขั้นนี้สามารถทำได้โดยใช้แท่งแก้วคนจุ่มลงในสารละลายของเหล็กเพื่อให้สารละลายติดมากับแท่งแก้วเพียงเล็กน้อย แล้วนำแท่งแก้วไปคนในน้ำประมาณ 1 ลบ.ซม. ที่บรรจุไว้ในหลอดทดลอง จากนั้นเติมโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอร์เรต (potassium hexacyanoferrate (III)) เข้มข้น 0.1% และเตรียมขึ้นใหม่ ๑ ลงไป 2-3 หยด ถ้าสารละลายปรากฏสีน้ำเงินแสดงว่ายังมี Fe^{2+} อยู่ หรืออาจใช้ 0.1% ของ 1, 10 ฟีนแอนโทรลีน (1,10 phenanthroline) 2-3 หยด ถ้ามี Fe^{2+} เหลืออยู่จะปรากฏสารละลายเป็นสีแดง ถ้าเป็นเช่นนี้ต้องนำการออกซิไดส์สารละลายตัวอย่างเหล็กต่อโดยการเติมกรดไนตริกเพิ่มขึ้นอีก

โดยการเติมน้ำโบรมีนที่อิ่มตัว 10-15 ลบ.ซม. ลงในสารละลายที่ร้อนของเหล็ก (น้ำโบรมีนต้องมากเกินพอเล็กน้อย สังเกตได้จากสีของสารละลาย และการใช้โบรมีนต้องระมัดระวังเป็นพิเศษ) เมื่อต้มสารละลายต่อไปน้ำโบรมีนจะออกซิไดส์ Fe^{2+} ให้เป็น Fe^{3+} จากนั้นจึงต้มสารละลายเพื่อไล่ Br_2 ออกให้หมด ถ้าใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถทำได้สะดวกกว่าโดยใช้ H_2O_2 1 ลบ.ซม. เติมลงในสารละลายของเหล็ก เมื่อเหล็กถูกออกซิไดส์หมดแล้ว ให้ต้มไล่ H_2O_2 ต่อไปจนหมด

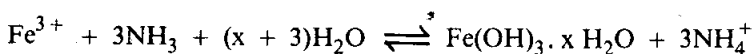
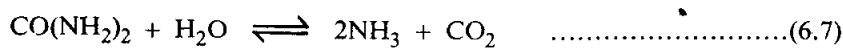
หลังจากที่เปลี่ยน Fe^{2+} เป็น Fe^{3+} แล้ว ให้เติมตัวตกตะกอน ตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นคอลลอยด์ ดังนั้น จึงมักดูดซับไอออนอื่นเข้าไปในตะกอนด้วย ถ้าตกตะกอนในสารละลายที่เป็นเบส ก็จะถูกดูดซับไฮดรอกไซด์ไอออนเข้าไปเป็นขั้นแรก ซึ่งจะทำให้ตะกอนมีประจุลบ ดังนั้น จึงดูดซับไอออนที่มีประจุบวกซึ่งมีอยู่ในสารละลายเข้าไปเป็นขั้นที่สอง ถ้ามีแอมโมเนียมไอออนอยู่เป็นจำนวนมากในสารละลายและในของเหลวที่ใช้ล้างตะกอน NH_4^+ ก็จะถูกดูดซับเข้าไปเป็นขั้นที่สอง จึงช่วยลดการดูดไอออนอื่น ๆ ที่มีประจุบวกเข้าไปในตะกอน ทำให้ตะกอนมีสิ่งปะปนน้อยลงและเกลือแอมโมเนียมจะระเหยไปเมื่อเผาตะกอน เนื่องจากการตกตะกอนรวมอาจเกิดได้มาก จึงมักจะละลายตะกอนใหม่เพื่อลดการตกตะกอนรวม

ตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ที่ตกได้ จะมีลักษณะคล้ายขุ่น และจะอุดรูของเครื่องกรอง ดังนั้น ควรใช้กระดาษกรองที่หยาบไม่มีถ้ำ และล้างตะกอนขณะกรองด้วยวิธีดีแคนเทชัน มีไอออนของโลหะอีกหลายตัวที่สามารถเกิดตะกอนกับไฮดรอกไซด์ไอออนได้ ดังนั้น ในการตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ สารละลายของเหล็กต้องปราศจากไอออนเหล่านั้น ซึ่งได้แก่ อะลูมิเนียมโครเมียม (3+) ไทเทเนียม และเซอร์โคเนียม ในสารละลายที่มีตัวออกซิไดส์ ยกเว้นออกซิเจนในอากาศ และมีแมงกานีสอยู่ด้วย พบว่าแมงกานีสสามารถตกตะกอนเป็น MnO_2 ได้ สำหรับแอนไอออน เช่น อาร์ซินัด ฟอสเฟต วานาเดต และซิลิเกต ต้องไม่มีอยู่ในสารละลายของเหล็กเมื่อต้องการตกตะกอนเป็นเหล็กไฮดรอกไซด์เช่นกัน เพราะในสารละลายที่เป็นกรดเล็กน้อย แอนไอออนเหล่านี้สามารถตกตะกอนกับเหล็กได้ เกลือของกรดอินทรีย์บางตัว เช่น กรดซิทริก กรดทาร์ทาริก และกรดซาลิไซลิก หรือสารประกอบไฮดรอกซีของสารอินทรีย์ เช่น กลีเซอรอล และน้ำตาล หรืออัลคาไลไฟโรฟอสเฟต หรือฟลูออไรด์ ก็ไม่ควรมีอยู่ในสารละลายของเหล็กเพราะจะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับเหล็กที่ละลายน้ำได้ ทำให้เหล็กไม่ตกตะกอน

เมื่อกรองตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ด้วยกระดาษกรองได้แล้ว ต้องนำมาเผาเพื่อไล่น้ำให้หมดไปโดยต้องทำที่อุณหภูมิสูงถึง $1000^{\circ}C$ แต่ส่วนมากน้ำก็จะระเหยไปที่อุณหภูมิต่ำกว่านี้

เหล็กออกไซด์อาจถูกรีดิวส์ด้วยคาร์บอนของกระดาดกรองได้ขณะเผา ทำให้ได้ Fe_3O_4 ดังนั้นจึงต้องระมัดระวังเวลาทำให้กระดาดกรองใหม่เกรียมเพื่อไล่คาร์บอนไปให้หมด ถ้ามีการรีดิวส์เกิดขึ้น อาจแก้ได้โดยเผาให้นานออกไปอีก หรือค่อย ๆ หยดกรดดินประสิวลงไปแล้วเผาใหม่ สำหรับตะกอนที่มีทั้งเหล็กและอะลูมิเนียมปนกัน ต้องใช้อุณหภูมิสูงเพราะอะลูมิเนียมออกไซด์ต้องเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า

การตกตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ นอกจากใช้วิธีการเติมสารละลายแอมโมเนียเป็นตัวตกตะกอนแล้ว ยังสามารถใช้วิธีการตกตะกอนที่เรียกว่า การตกตะกอนจากสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกันตลอด (Precipitated from Homogeneous Solution) ซึ่งสามารถทำได้โดยนำสารละลายตัวอย่างเหล็กมาเติมยูเรีย จากนั้นทำการไฮโดรไลซิสสารละลาย ยูเรียจะถูกไฮโดรไลซิสให้แอมโมเนียเกิดขึ้นซึ่งสามารถทำให้เหล็กตกตะกอนเป็นเหล็กไฮดรอกไซด์ได้



การตกตะกอนเหล็กด้วยวิธีนี้ จะทำให้ได้ตะกอนที่มีขนาดใหญ่และบริสุทธิ์กว่าการตกตะกอนด้วยวิธีธรรมดา ทำให้กรองตะกอนได้ง่ายกว่าด้วย

ปฏิบัติการทดลอง

การทดลองหาปริมาณเหล็กโดยตกตะกอนเป็นเหล็กไฮดรอกไซด์สามารถทำเป็นขั้นตอน ดังต่อไปนี้

1. เตรียมสารเคมีและอุปกรณ์เพื่อใช้ในการทดลอง

1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่

- ก. สารตัวอย่างเหล็ก คือ $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$
- ข. กรดเกลือเข้มข้น (1 : 1) หรือประมาณ 6 M เตรียมโดยใช้กรดเกลือเข้มข้น 50 ลบ.ซม. เติลงในน้ำ 50 ลบ.ซม. จะได้สารละลาย HCl (1 : 1) จำนวน 100 ลบ.ซม.
- ค. กรดไนตริกเข้มข้น
- ง. สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น (1 : 2) เตรียมได้โดยใช้แอมโมเนียเข้มข้น 50 ลบ.ซม. เติลงในน้ำ 100 ลบ.ซม. จะได้สารละลาย NH_3 (1 : 2) จำนวน 150 ลบ.ซม.
- จ. 1% NH_4NO_3 เตรียมได้โดยใช้ NH_4NO_3 1 กรัม ละลายในน้ำ 100 ลบ.ซม.
- ฉ. 0.3 M $AgNO_3$ เนื่องจากใช้ปริมาณน้อยมาก เพียงเพื่อทดสอบน้ำล้างตะกอน

เท่านั้น ดังนั้น สารละลายนี้ทางห้องปฏิบัติการจะเตรียมไว้ให้นักศึกษาใช้

1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่

- ก. เบ้าครุชเชิล 2 ใบ
- ข. ตะเกียงก๊าซ
- ค. กรวยกรอง
- ง. กระดาษกรอง
- จ. โถอบ
- ฉ. บีกเกอร์
- ช. เครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียด

2. วิธีทำการทดลอง

2.1 เตรียมเบ้าครุชเชิลให้มีน้ำหนักคงที่ 2 ใบ ให้นำเบ้าครุชเชิลมาล้างทำความสะอาดแล้วเช็ดให้แห้ง ต้องทำเครื่องหมายไว้ที่ครุชเชิลด้วยเพื่อป้องกันการสับสน ให้เผาครุชเชิลโดยตรงกับไฟตะเกียงก๊าซโดยให้เริ่มไฟอ่อน ๆ ก่อน เพราะถ้าใช้ไฟแรง ๆ ในตอนแรกทันทีจะทำให้เบ้าครุชเชิลแตกร้าวได้ จากนั้นให้เพิ่มไฟให้แรงขึ้นจนได้ความร้อนเท่ากับที่จะใช้เผาตะกอน ควรปรับเปลวไฟของตะเกียงไม่ให้มีเขม่า เพราะจะทำให้เป็นการเพิ่มน้ำหนักได้โดยปรับให้มีเปลวไฟเป็นสีน้ำเงินอ่อน การเผาครุชเชิลให้เผาพร้อมฝาเป็นเวลานาน 30-60 นาที จากนั้นตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 นาที แล้วนำไปเก็บให้เย็นในโถอบแล้วจึงนำไปชั่ง หลังจากนั้นให้นำมาเผาอีก 10-20 นาที นำไปเก็บให้เย็นในโถอบและนำไปชั่งให้ปฏิบัติเช่นนี้ จนกระทั่งได้น้ำหนักของครุชเชิลคงที่ (± 0.0002 กรัม)

2.2 ชั่งผลึกแอมโมเนียมเฟอรัสซัลเฟต $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ประมาณ 0.8 กรัม ให้น้ำหนักแน่นอนจำนวน 2 ส่วน เพื่อให้ทำการทดลอง 2 ครั้ง ควบคู่กันตลอดใส่สารตัวอย่างนี้ลงในบีกเกอร์ขนาด 400-600 ลบ.ซม. ส่วนละใบเติมน้ำกลั่น 40-50 ลบ.ซม. และกรดเกลือ 1 : 1 จำนวน 10 ลบ.ซม. ต้มจนสารละลายเดือดเบา ๆ แล้วเติมกรดดินปะสิวเข้มข้น 1-2 ลบ.ซม. โดยค่อย ๆ หยดลงไปทีละหยดพร้อมทั้งคนให้ทั่ว ครั้งแรกสารละลายจะเป็นสีดำเนื่องจากเกิดสารประกอบ $\text{FeSO}_4 \cdot \text{NO}$ แต่แล้วสารประกอบนี้จะสลายตัว และสารละลายจะเป็นสีเหลือง ต้มต่อไป (3-5 นาที) เพื่อไล่ออกไซด์ของไนโตรเจนจนได้สารละลายเป็นสีเหลืองใสให้เจือจางสารละลายนี้ด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตรประมาณ 200-300 ลบ.ซม.

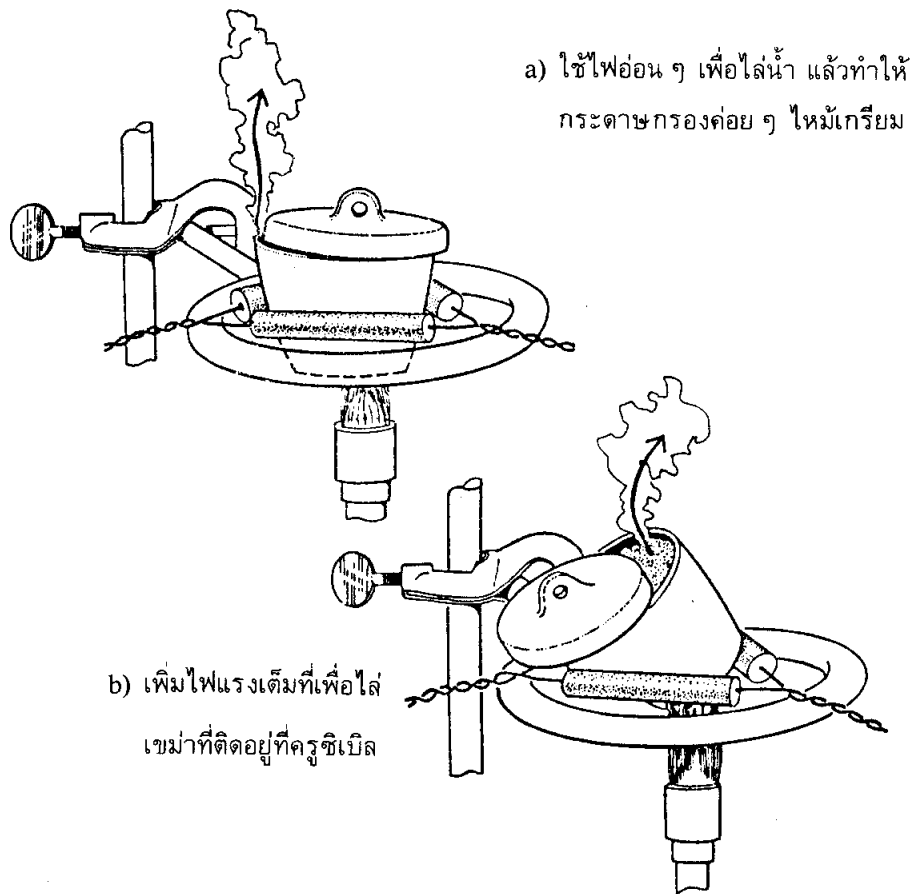
2.3 ต้มสารละลายตัวอย่างที่เตรียมได้จนเดือด แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น

1 : 2 ที่ละเอียด จนกระทั่งมากเกินไปซึ่งสังเกตได้จากมีกลิ่นของแอมโมเนียออกจากสารละลาย หรืออาจทดสอบด้วยกระดาษลิตมัสว่าสารละลายมีสภาพเป็นเบส ต้มสารละลายต่อไปอีก 1 นาที โดยให้สารละลายเดือดเบา ๆ แล้วเอาไฟออก และปล่อยให้ตะกอนตกกลงนอนกันจะเห็นสารละลาย ส่วนบนใส หลังจากที่ได้ตะกอนตกหมดแล้ว เพื่อความแน่ใจว่าตะกอนได้ตกหมดแล้วควรตรวจสอบโดยเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 1 : 2 อีก 2-3 หยด ลงบนส่วนใส ๆ นั้น ถ้าตะกอนตกหมดแล้วจะไม่เห็นการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น

2.4 ขณะที่สารละลายของตะกอนยังร้อนอยู่ ให้กรองตะกอนได้ที่ทันทีโดยค่อย ๆ เท สารละลายของตะกอนส่วนใส ๆ ลงบนกระดาษกรองที่พับอยู่ในกรวยกรอง (ให้ใช้กระดาษกรองไม่มี เถ้าที่ใช้สำหรับกรองตะกอนที่เป็นเจล) ให้ระมัดระวังไม่ให้ตะกอนตกลงไปบนกระดาษกรองด้วย จากนั้นให้เติมน้ำล้างตะกอนแอมโมเนียในเทรต 1% ที่ร้อน จำนวน 25-30 ลบ.ซม. ลงในตะกอนแล้ว คนตะกอนแรง ๆ ให้ทั่ว ตั้งทิ้งไว้ให้นอนกัน แล้วเทแต่ส่วนใส ๆ ลงสู่กระดาษกรอง เติมน้ำล้าง ตะกอนอีก 25-30 ลบ.ซม. ลงในตะกอนแล้วคนให้ทั่ว และกรองส่วนใส ๆ ทำเช่นนี้ 2-3 ครั้ง หรือมากกว่าจนแน่ใจว่าล้าง Cl^- ออกได้มากที่สุดเท่าที่จะมากได้ ซึ่งเป็นวิธีการล้างตะกอนแบบดีแคนเทชัน เมื่อแน่ใจว่าล้างตะกอนสะอาดแล้ว ให้กวาดตะกอนลงสู่กระดาษกรองให้หมดโดยใช้แท่งโพลิสแมน ในการกวาดตะกอนที่ติดอยู่ข้างบีกเกอร์ ถ้าเอาออกยากให้ใช้กระดาษกรองชิ้นเล็ก ๆ กวาดออก แล้ว ใส่รวมกับตะกอน

2.5 ล้างตะกอนบนกระดาษกรองอีกด้วยสารละลาย 1% NH_4NO_3 ที่ร้อนจนหมด คลอไรด์ คือ เมื่อเอาน้ำที่ล้างตะกอนที่ออกจากกรวยครั้งสุดท้ายมา 2-3 ลบ.ซม. ทำให้เป็นกรด ด้วยกรด HNO_3 แล้วเติมสารละลาย 0.3 M $AgNO_3$ 2-3 หยด ถ้าสารละลายขุ่นขาวก็แสดงว่ายังมีคลอไรด์อยู่อีก ให้ล้างตะกอนต่อไปอีก แต่ถ้าได้สารละลายใสหรือขุ่นน้อยมาก ก็แสดงว่า ล้างตะกอน สะอาดปราศจากคลอไรด์แล้ว

2.6 เอากระดาษกรองพร้อมตะกอนออกจากกรวยกรอง แล้วพับใส่ครุชชีเบลที่ผูกได้หน้าหนัก คงที่แล้ว (ให้พับตามวิธีที่แสดงไว้ในรูปที่ 2.11) จากนั้นนำเบ้าครุชชีเบลพร้อมตะกอนไปเผาโดยตรง ด้วยไฟจากตะเกียงก๊าซ โดยใช้ไฟอ่อน ๆ ก่อนเพื่อไล่น้ำซึ่งกันไม่ให้ตะกอนกระเด็น จากนั้นเพิ่มความแรงของไฟอีกเล็กน้อยเพื่อทำให้กระดาษกรองไหม้เกรียม ต่อจากนั้นให้เผาโดยใช้ไฟแรงเต็มที่ เพื่อไล่เขม่าที่ติดอยู่ที่ครุชชีเบลและเผาให้หมดไป ดังแสดงในรูปที่ 6.1 ตะกอนที่ได้ในครุชชีเบล คือ Fe_2O_3



รูปที่ 6.1 แสดงวิธีการเผาตะกอนในกระดาศกรองให้ได้น้ำหนักคงที่

เมื่อเผาจนเขม่าหมดไปแล้ว ให้ปิดตะเกียงก๊าซและตั้งครุชิบิลทิ้งไว้สักครู่จนหายร้อนแดงประมาณ 1-2 นาที แล้วนำครุชิบิลไปเก็บไว้ในโถอบ

2.7 นำครุชิบิลพร้อมตะกอนในโถอบไปชั่งน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียด แล้วนำไปเผาต่อที่อุณหภูมิเท่าเดิมอีก 10-20 นาที แล้วนำมาทำให้เย็นในโถอบและนำไปชั่งทำเช่นนี้จนได้น้ำหนักคงที่ คือ น้ำหนักสองครั้งสุดท้ายที่ชั่งได้ต่างกันไม่เกิน 0.2 มิลลิกรัม

ข้อควรระวัง

ก) ต้องออกซิไดส์ Fe^{2+} เป็น Fe^{3+} ให้หมด

ข) ต้องเผาตะกอนจนได้ Fe_2O_3 อย่างสมบูรณ์

ข้อมูลที่ได้จากการทดลองต้องจดบันทึกลงในตารางข้อมูลที่เตรียมไว้ล่วงหน้า จากการ

วางแผนงานทันที ตัวอย่างของตารางข้อมูลที่เตรียมไว้และการบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลองได้แสดงไว้ในตัวอย่างที่ 6.1

กิจกรรมที่ 6.1

หลังจากทำการทดลองเสร็จให้นำตะกอนเหล็กออกไซด์ที่ได้ไปเผาต่อโดยเพิ่มความร้อนให้สูงขึ้น และปิดฝาครุชชีเบลไว้ด้วยตะกั่ว จากนั้นทำให้เย็นในโถอบแล้วนำไปชั่ง ให้กระทำจนได้น้ำหนักคงที่ พิจารณาดูว่าน้ำหนักที่ได้ลดลงหรือไม่และสีของตะกอนเหล็กเปลี่ยนเป็นสีอะไร ทำไมจึงเป็นเช่นนั้น

ตัวอย่างที่ 6.1 การบันทึกข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์หลังในตารางข้อมูลที่เตรียมไว้แล้วล่วงหน้าในสมุดวางแผนงาน

น้ำหนักเป็นกรัม	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
น.น.ขวดชั่ง + น.น.สารตัวอย่างเหล็กเฟอร์ริสแอมโมเนียมซัลเฟต	32.4010	33.6779
น.น.ขวดชั่ง	31.5931	32.8782
น.น.สารตัวอย่างเฟอร์ริสแอมโมเนียมซัลเฟต	0.8079	0.7997
น้ำหนักเข้าครุชชีเบล		
1)	42.4787	42.2136
2)	42.4803	42.2144
3)	42.4802	42.2143
น้ำหนักเข้าครุชชีเบลที่คงที่	42.4802	42.2144
น.น.เข้าครุชชีเบล + ตะกอน Fe ₂ O ₃		
1)	42.6455	42.3805
2)	42.6450	42.3800
3)	42.6450	42.3798
น.น.เข้าครุชชีเบล + ตะกอน Fe ₂ O ₃ ที่คงที่	42.6450	42.3798
น้ำหนักตะกอน Fe ₂ O ₃	0.1648	0.1654

3. การคำนวณผลที่ได้จากการวิเคราะห์ จากน้ำหนักของตะกอนเหล็กออกไซด์ที่ซึ่ง
ได้สามารถนำมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของเหล็กในสารตัวอย่างได้จากข้อมูลที่บันทึกลงใน
ตารางของตัวอย่างที่ 6.1 สามารถทำการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของเหล็กได้ดังนี้

การคำนวณสามารถทำได้ 2 วิธี เช่นเดียวกับการคำนวณหาปริมาณคลอไรด์

วิธีที่ 1 คำนวณโดยใช้สูตรสมการที่ 3.29

จากสูตรโมเลกุลของตะกอน Fe_2O_3 แสดงว่า 1 โมลของ Fe_2O_3 จะประกอบด้วย
 Fe 2 โมล นั่นคือ $a = 2, b = 1$

$$\therefore \% \text{Fe} = \frac{\text{wt. Fe}_2\text{O}_3 \times \frac{\text{M.W. Fe}}{\text{M.W. Fe}_2\text{O}_3} \times \frac{2}{1} \times 100}{\text{wt. Sample}}$$

$$\begin{aligned} \text{จากการทดลองครั้งที่ 1 จะได้ \% Fe} &= \frac{0.1648 \times \frac{55.85}{159.69} \times \frac{2}{1} \times 100}{0.8079} \\ &= 14.27 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จากการทดลองครั้งที่ 2 จะได้ \% Fe} &= \frac{0.1654 \times \frac{55.85}{159.69} \times \frac{2}{1} \times 100}{0.7997} \\ &= 14.46 \end{aligned}$$

วิธีที่ 2 จากสูตรโมเลกุลของตะกอน แสดงว่าตะกอน Fe_2O_3 1 โมล จะมี Fe เท่ากับ
2 โมล นั่นคือ

$$\text{ถ้ามีตะกอน Fe}_2\text{O}_3 \text{ หนัก 159.69 กรัม จะมีเหล็ก} = 2 \times 55.85 \text{ กรัม}$$

$$\begin{aligned} \text{จากการทดลองครั้งที่ 1 ได้ Fe}_2\text{O}_3 \text{ หนัก 0.1648 กรัม จะมีเหล็ก} &= \frac{2 \times 55.85 \times 0.1648}{159.69} \text{ กรัม} \\ &= 0.1153 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จากการทดลองครั้งที่ 2 ได้ Fe}_2\text{O}_3 \text{ หนัก 0.1654 กรัม จะมีเหล็ก} &= \frac{2 \times 55.85 \times 0.1654}{159.69} \\ &= 0.1157 \end{aligned}$$

$$\therefore \text{การทดลองครั้งที่ 1 จะได้ \% Fe} = \frac{0.1153}{0.8079} \times 100$$

$$\begin{aligned}
 &= 14.27 \\
 \therefore \text{การทดลองครั้งที่ 2 จะได้ \% Fe} &= \frac{0.1157}{0.7997} \times 100 \\
 &= 14.46
 \end{aligned}$$

นั่นคือ สารตัวอย่างเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต จะมีเปอร์เซ็นต์ของเหล็กเฉลี่ย

$$\begin{aligned}
 &= \frac{14.27 + 14.46}{2} \\
 &= 14.36\%
 \end{aligned}$$

ถ้าสมมติว่า สารตัวอย่างคือ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่บริสุทธิ์ เราสามารถคำนวณหาปริมาณ Fe_2O_3 ที่ควรได้ตามทฤษฎี และหาข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นได้ ดังนี้

จากการทดลองครั้งที่ 1 ใช้สารตัวอย่าง $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ หนัก 0.8079 กรัม

$$\begin{aligned}
 \therefore \text{ควรได้ } \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ ตามทฤษฎี} &= 0.8079 \times \frac{\text{M.W. Fe}_2\text{O}_3}{\text{M.W. Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{1}{2} \\
 &= 0.8079 \times \frac{159.69}{392.14} \times \frac{1}{2} \\
 &= 0.1645
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{นั่นคือ การทดลองครั้งที่ 1 จะมี \% E} &= \frac{0.1648 - 0.1645}{0.1645} \times 100 \\
 &= 0.18
 \end{aligned}$$

จากการทดลองครั้งที่ 2 ใช้สารตัวอย่าง $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ หนัก 0.7997 กรัม

$$\begin{aligned}
 \therefore \text{ควรได้ } \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ ตามทฤษฎี} &= 0.7997 \times \frac{159.69}{392.14} \times \frac{1}{2} \\
 &= 0.1628
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{นั่นคือ การทดลองครั้งที่ 2 จะมี \% E} &= \frac{0.1654 - 0.1628}{0.1628} \times 100 \\
 &= 1.60
 \end{aligned}$$

แสดงว่าข้อผิดพลาดเกิดขึ้นในทางบวก คือ ผลที่ได้จากการวิเคราะห์มากกว่าความเป็นจริง

$$\begin{aligned}
 \% \text{ E เฉลี่ย} &= \frac{0.18 + 1.60}{2} \\
 &= 0.89
 \end{aligned}$$

หมายเหตุ 1. ถ้าเติมเยื่อกระดาษลงไปด้วย ก็จะทำให้การกรองและล้างตะกอนรวดเร็วขึ้น

2. ถ้าสารตัวอย่างที่ให้ เป็นผลึกเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่บริสุทธิ์ การทดลองก็ไม่จำเป็นต้องตกตะกอนซ้ำ แต่ถ้าทำเป็นสารละลายแล้วมีการเติมสารอื่นลงไปด้วย เพื่อทำให้เป็นสารตัวอย่างที่ไม่สมบูรณ์ก็จำเป็นต้องตกตะกอนซ้ำ สารตัวอย่างที่ให้ นักศึกษาทดลอง อาจให้เป็นลวดเหล็ก (เฟอร์ริกออกไซด์) แร่เหล็ก หรืออื่น ๆ ก็ได้

การตกตะกอนซ้ำให้ทำในขั้นตอนที่ยังไม่มีการถ่ายตะกอนลงสู่กระดาษกรอง คือ หลังจากล้างตะกอนด้วยวิธีดีแคนเทนชันเสร็จแล้ว ให้นำกระดาษกรองในกรวยซึ่งอาจจะมีตะกอนติดอยู่บ้างใส่ลงในบีกเกอร์ที่มีตะกอนอยู่ (ไม่มีน้ำปนอยู่กับตะกอน) แล้วเติมกรดเกลือเข้มข้นลงไปประมาณ 5 ลบ.ซม. ใช้แท่งแก้วขยี้กระดาษกรองให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ ตะกอนควรจะละลายหมด (อุ่นเพื่อช่วยให้ละลายได้เร็วขึ้น) เติมน้ำให้ปริมาตรเป็น 200 ลบ.ซม. แล้วตกตะกอนใหม่ด้วยสารละลายแอมโมเนีย (1 : 2) ดังที่กล่าวมาแล้ว จากนั้นให้ทำตามวิธีทำที่กล่าวมาแล้ว จนถึงเผาตะกอนให้ได้น้ำหนักคงที่ (ข้อ 2.3-2.7)

3. ถ้าสารละลายแอมโมเนียไม่ใสจะต้องกรองเสียก่อน เพราะในสารละลายเบส อาจมีซิลิกาแขวนลอยอยู่

4. ตะกอนจะต้องมีสีน้ำตาลแดง ถ้าตะกอนมีสีเขียวเข้มปน แสดงว่ามีเฟอร์ริกออกไซด์ตกมาด้วย เนื่องจากออกซิไดส์เป็นเฟอร์ริกไอออนไม่หมด ต้องละลายตะกอนด้วยกรดเกลือ แล้วออกซิไดส์ใหม่ด้วยกรดไนตริก

กิจกรรมที่ 6.2

ให้ทำการทดลองเช่นเดิมแต่เปลี่ยนตัวตกตะกอนเป็นโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10% แล้วเปรียบเทียบผลการทดลองกับเมื่อใช้แอมโมเนียเข้มข้น 1 : 2 เป็นตัวตกตะกอน ผลที่ได้ต่างกันหรือไม่ เพราะเหตุใด

บทสรุป

ในการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กตามวิธีการทดลองที่กล่าวมานี้เป็นการวิเคราะห์สารตัวอย่างเหล็กที่ละลายน้ำได้ ดังนั้น ขั้นตอนในการวิเคราะห์จึงไม่ยุ่งยากนัก แต่ถ้าต้องการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นแร่เหล็กหรือเหล็กกล้าซึ่งเป็นของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ จำเป็นต้องศึกษาขั้นตอนของการละลายเพิ่มขึ้นอีก และตัวทำละลายที่นำมาใช้ต้องไม่รบกวนการตกตะกอนเหล็กด้วย ตามปกติการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กไม่ค่อยนิยมใช้วิธีการวิเคราะห์โดยน้ำหนักที่ปฏิบัติอยู่นี้ เพราะวิธีปริมาตรวิเคราะห์ (volumetric analysis) และวิธีวิเคราะห์โดยเครื่องมือ (Instrumental analysis) สามารถทำได้สะดวกและให้ผลที่ถูกต้องมากกว่า แต่อย่างไรก็ตามในการวิเคราะห์แร่หรือผลิตภัณฑ์ในอุตสาหกรรมนั้น การแยกเหล็กและสารที่คล้ายคลึงเหล็กจะทำโดยวิธีตกตะกอนแล้วชั่งน้ำหนักแบบเดียวกับการทดลองนี้ ดังนั้นการฝึกหัดตกตะกอนเหล็กจึงยังคงมีประโยชน์และยังเป็นการฝึกการใช้เทคนิคของการวิเคราะห์สารที่ตกตะกอนเป็นตะกอนแบบเจลอีกด้วย และเทคนิคต่าง ๆ เหล่านี้ยังนำไปใช้กับการหาปริมาณของสารอื่น ๆ เช่น Al^{3+} , Cr^{3+} , Ti^{4+} และ Zr^{4+} ได้ สำหรับ Al^{3+} และ Cr^{3+} จะตกตะกอนสมบูรณ์ต่อเมื่อควบคุม pH ของสารละลายอย่างถูกต้อง เพราะไฮดรอกไซด์ของมันเป็นสารประกอบจำพวกแอมโฟเทอริก ดังนั้น ถ้าเติมแอมโมเนียมากเกินไปตะกอนจะละลายได้มากขึ้น

คำถามท้ายบท

1. เหตุใดจึงต้องล้างตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีดีแคนเทนชัน
2. การตกตะกอนเหล็กจะมีแคทไอออนใดที่สามารถรบกวนการตกตะกอนได้บ้าง
3. ในการเผาตะกอน $\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ให้เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 ต้องระมัดระวังอย่างไร
4. การออกซิไดส์ Fe^{2+} ไปเป็น Fe^{3+} ในบางครั้ง ควรใช้น้ำโบรมินดีกว่ากรดไนตริก เพราะเหตุใด
5. ทำไมจึงไม่สามารถกรองตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์ด้วยเข้ากรองกฐ
6. ทำไมจึงใช้สารละลายแอมโมเนียเป็นตัวตกตะกอนเหล็ก จะใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้หรือไม่ เพราะเหตุใด จงอธิบาย
7. ทำไมจึงใช้แอมโมเนียมไนเตรตเป็นน้ำล้างตะกอน
8. สารตัวอย่างเหล็กหนัก 0.4682 กรัม ให้ตะกอนเหล็กไฮดรอกไซด์หนัก 0.2047 กรัม จงคำนวณหา % Fe ในสารตัวอย่างเหล็ก
9. สารตัวอย่างแร่เหล็กมีเหล็กอยู่ 48% จงหาน้ำหนักของ Fe_2O_3 ที่เกิดขึ้นจากการใช้สารตัวอย่างแร่เหล็กหนัก 0.500 กรัม
10. แร่ที่ทราบว่ามีเหล็กอยู่ 30% จงหาว่าต้องใช้แร่หนักเท่าไร จึงจะให้ Fe_2O_3 หนัก 100 มิลลิกรัม ตอบ 230 มิลลิกรัม
11. สารตัวอย่างแร่เหล็กมี Fe_3O_4 90.0% จงหาว่าแร่เหล็ก 0.100 กรัม จะให้ Fe_2O_3 หนักเท่าไร และมี % Fe เท่าใดในสารตัวอย่างแร่เหล็กนี้

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 6

เรื่อง การหาปริมาณเหล็กโดยตกตะกอนเป็นเหล็กไฮดรอกไซด์

ผู้ทดลอง 1. รหัส.....
 2. รหัส.....
 3. รหัส.....

ตอนที่..... กลุ่มที่.....

ทำการทดลองวันที่.....

น้ำหนักเป็นกรัม	ครั้งที่ I	ครั้งที่ II
น.น.ขวดชั่ง + น.น.เฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต		
น.น.ขวดชั่ง		
น.น.เฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต		
น.น.เบ้าครุชเชิล	1)	
	2)	
	3)	
น.น.เบ้าครุชเชิลที่คั่งที่		
น.น.เบ้า + น.น. Fe_2O_3	1)	
	2)	
	3)	
น.น.เบ้า + น.น. Fe_2O_3 ที่คั่งที่		
น.น. Fe_2O_3		

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 6

เรื่อง การหาปริมาณเหล็กโดยตกตะกอนเป็นเหล็กไฮดรอกไซด์

ผู้ทดลอง 1. รหัส.....
 2. รหัส.....
 3. รหัส.....

ตอนที่..... กลุ่มที่.....

ทำการทดลองวันที่.....

น้ำหนักเป็นกรัม	ครั้งที่ I	ครั้งที่ II
น.น.ขวดชั่ง + น.น.เฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต		
น.น.ขวดชั่ง		
น.น.เฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต		
น.น.เบ้าครุชเชิล	1)	
	2)	
	3)	
น.น.เบ้าครุชเชิลที่คงที่		
น.น.เบ้า + น.น. Fe_2O_3	1)	
	2)	
	3)	
น.น.เบ้า + น.น. Fe_2O_3 ที่คงที่		
น.น. Fe_2O_3		