

บทที่ 14

ตัวทำละลายที่ไม่ใช่ น้ำ

(Non Aqueous Solvent)

1. จุดประสงค์ของการทดลอง

เตรียมสารประกอบอินทรีย์ของเลดเตตระอะซีเตต $[Pb(CH_3COO)_2]$, ทิน (IV) ไอโอไดด์ และไดไฟริดีเนียม เฮกซะคลอโรพอลัมเบต $[(PyH)_2PbCl_6]$ โดยใช้กรดอะซีติกและไฮโดรคลอริก เป็นตัวทำละลาย ในการเตรียมสารประกอบข้างต้นตามลำดับ

2. บทนำ

การศึกษาเกี่ยวกับตัวทำละลายเคมีของสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์นั้น ตัวทำละลายที่ใช้เป็นพื้นฐานสำหรับนักเคมีคือ ตัวทำละลายที่เป็นน้ำ ซึ่งข้อดีในการเลือกตัวทำละลายที่เป็นน้ำ คือ

- (1) เป็นตัวทำละลายที่บริสุทธิ์ และราคาถูก
- (2) ไม่มีพิษและสะดวกในการใช้งาน
- (3) ไม่มีควมหนืดสะดวกในการถ่ายเท
- (4) ใช้เป็นตัวทำละลายได้กับสารเกือบทุกชนิด

แต่ในการศึกษาสารเคมีอีกหลายชนิด ที่อาจจะต้องใช้ตัวทำละลายเคมีที่ไม่ใช่น้ำเพราะ การทดลองจะทำได้ยาก เช่น

(1) ปฏิกิริยาของสารที่ศึกษาเป็นตัวที่รีดิวซ์อย่างแรงในน้ำ น้ำก็จะถูกรีดิวซ์ทำให้เกิด ก๊าซไฮโดรเจน

(2) สารประกอบบางชนิดอาจถูกไฮโดรไลซ์ด้วยน้ำ จึงไม่สามารถแยกสารออกจากตัว ทำละลายที่เป็นน้ำได้

(3) ปฏิกิริยาที่ต้องทำที่อุณหภูมิสูง ($> 100^\circ C$) ไม่สามารถกระทำได้ ถ้าไม่ใช้เครื่องมือ ชนิดพิเศษ

ดังนั้น จึงต้องพัฒนาวิธีการโดยการใช้ตัวทำละลายที่ไม่ใช่น้ำแทน ตัวทำละลายที่ไม่ใช่น้ำ ที่ใช้เป็นส่วนใหญ่ เช่น แอมโมเนีย, ไดไนโตรเจนเตตระออกไซด์, ซัลเฟอร์ไดออกไซด์, กรดอะซีติก, โบรมีนไตรฟลูออไรด์ และกรดไฮโดรฟลูออริก เป็นต้น และยังมีตัวทำละลายที่ไม่ใช่น้ำอีกชนิด

หนึ่ง คือ การใช้เกลือหลอม (molten salt) ซึ่งปฏิกิริยาที่ใช้เกลือหลอมนี้ ต้องใช้อุณหภูมิสูง ๆ และมีประโยชน์มากในทางอุตสาหกรรม

สิ่งสำคัญในการใช้ตัวทำละลายที่ไม่ใช่น้ำคือ ในการทดลองนั้นทั้งภาชนะที่ทำทดลองและสถานะต่าง ๆ จะต้องไม่มีน้ำอยู่เลย ถ้ามีน้ำแต่เพียงเล็กน้อยก็จะมีผลต่อคุณสมบัติของสารที่ทำทดลองนั้น ในการทดลองบพนี้ เป็นการใช้อกรดอะซีติกเป็นตัวทำละลายในการเตรียมเลดเตตระอะซีเตต และทิน (IV) ไอโอไดด์ ซึ่งสารประกอบตัวนี้เป็นอนุพันธ์โควาเลนต์ของตะกั่วเป็นตัวออกซิได์ที่รุนแรง ใช้มากในการเตรียมสารประกอบอินทรีย์และสารประกอบอนินทรีย์หลายตัว และใช้กรดไฮโดรคลอริก เป็นตัวทำละลายในการเตรียมไดไฟริดิเนียมเฮกซะคลอโรฟอสเฟต

3. การทดลอง

3.1 การเตรียมเลดเตตระอะซีเตต

3.1.1 สารเคมีที่ใช้

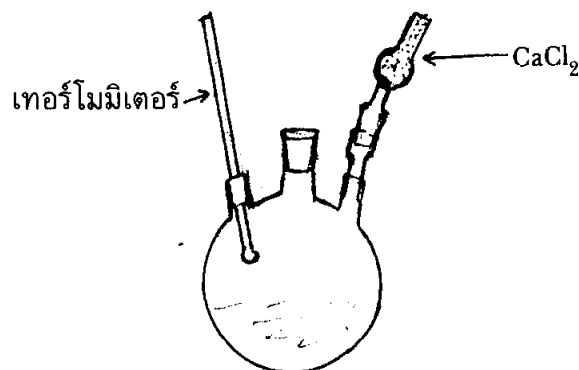
กรดอะซีติก

อะซีติกแอนไฮไดรด์

ตะกั่วแดง

3.1.2 วิธีการเตรียม

ผสมกรดอะซีติก 17 มิลลิลิตร และอะซีติกแอนไฮไดรด์ 10 มิลลิลิตรลงในขวดรูปกรวยหรือขวดก้นกลมสามคอที่สะอาดและทำให้แห้งสนิท ปิดจุกที่คอข้างขวดหนึ่งที่มีเทอร์โมมิเตอร์เสียบอยู่ และที่คอขวดอีกข้างหนึ่งต่อด้วยหลอดแก้วที่มีแคลเซียมคลอไรด์บรรจุอยู่ แล้วปิดจุกแก้วที่คอขวดที่เหลือตรงกลาง ดังรูปที่ 14.1 อนุสารละลายจนกระทั่งมีอุณหภูมิ



รูปที่ 14.1 ขวดก้นกลมสามคอ

ประมาณ 65 องศาเซนติเกรด เติบโตที่แห้ง (ทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิประมาณ 120 องศาเซนติเกรด) ครั้งละ 3 กรัม สองครั้ง ในขณะที่เติบโตให้เขย่าจนตะกั่วแดงที่ใส่ครั้งแรกละลายหมดแล้วจึงเติมส่วนที่สอง ขณะทำการทดลองต้องให้อุณหภูมิอยู่ระหว่าง 65–70 องศาเซนติเกรด จนกระทั่งตะกั่วแดงละลายหมด ตั้งสารละลายไว้จนตะกอนของสารที่ไม่ต้องการนอนก้น รินสารละลายใส่ลงในขวดแก้วรูปชมพู่ที่แห้งสนิทอีกใบหนึ่ง ปิดจุกแล้วทำให้เย็นโดยแช่ในภาชนะที่ใส่น้ำแข็ง ผลึกของสารจะเกิดขึ้นภายในครึ่งชั่วโมง รินสารละลายใส่ข้างบนออก ล้างตะกอนด้วยกรดอะซิติกที่ศูนย์องศาเซนติเกรดประมาณ 5 มิลลิเมตร กรองอย่างรวดเร็วด้วยกรวยบุชเนอร์ ถ่ายผลึกลงในภาชนะสำหรับระเหยแล้วเก็บในเคชิกเคเตอร์ ที่มีกรดซัลฟูริกเข้มข้นและกรดคอสติกโซดา เพื่อขจัดกรดอะซิติกและน้ำที่ติดอยู่ ตัวอย่างของเลดเตตระอะซิเตดที่เตรียมได้นั้นถูกไฮโดรไลซ์ได้ง่าย จึงควรเก็บในขวดที่มีจุกปิดแน่น

3.1.3 การทดสอบ

- (1) ใส่เลดอะซิเตดจำนวนเล็กน้อยในน้ำ สังเกตและบันทึกผล
- (2) ทดสอบความสามารถในการละลายของเลดเตตระอะซิเตดในคลอโรฟอร์ม, เบนซีน และคาร์บอนเตตระคลอไรด์ ที่ไม่มีน้ำปนอยู่

3.2 การเตรียมไพริดีนเฮกซะคลอโรฟอสฟอรัส

3.2.1 สารเคมีที่ใช้

เลดเตตระอะซิเตดที่เตรียมได้จาก 3.1

ไพริดีน

กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น

3.2.2 วิธีการเตรียม

- (1) เตรียมสารละลายเลดอะซิเตดโดยใช้เลดอะซิเตด 2 กรัม ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร
- (2) เตรียมสารละลายไพริดีน โดยใช้ไพริดีนที่กลั่นใหม่ ๆ 1.5 มิลลิลิตร ผสมกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร
- (3) เอาสารละลายจาก (2) หยดลงในสารละลายใน (1) ที่ละหยดพร้อมกับคนอย่างสม่ำเสมอ จะได้เกลือไพริดีนนิยมนสีเหลือง กรองสารที่ได้ผ่านกรวยกรองแบบซินเตอร์ ล้างตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นที่เย็น 2 ครั้ง ๆ ละ 2–3 มิลลิลิตร ทำให้แห้งในเคชิกเคเตอร์แบบสุญญากาศที่มีกรดซัลฟูริกเข้มข้นและกรดคอสติกโซดาบรรจุอยู่ ส่งผลของสารที่เตรียมได้

3.2.3 การวิเคราะห์และทดสอบ

(1) การวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของเกลือไพริดีเนียม โดยการวิเคราะห์ตะกั่ว ดังนี้

ชั่งเกลือไพริดีเนียมที่แห้งอย่างละเอียดประมาณ 0.6 กรัม ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง 1 M ปริมาณ 50 มิลลิลิตร และเติมโปแตสเซียมไอโอไดค์ 1 กรัม ไตเตรตไอโอดีนที่เกิดขึ้นด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.1 M โดยใช้น้ำแบ่งเป็นตัวชี้จุดยุติ แล้วหาอัตราร้อยละของตะกั่ว

(2) ทดสอบความสามารถในการละลายของเกลือไพริดีเนียมในน้ำ

(3) เติมเกลือไพริดีเนียมลงในสารละลายโปแตสเซียมไอโอไดค์ บันทึกผล

3.3 การเตรียมทิน (IV) ไอโอไดค์

3.3.1 สารเคมีที่ใช้

ไอโอดีน

แผ่นดีบุก

กรดอะซีติก

อะซีติกแอนไฮไดรด์

3.3.2 วิธีทดลอง

เตรียมตัวทำละลายโดยเทสารละลายอะซีติกแอนไฮไดรด์ 25 มิลลิลิตร ลงในกรดอะซีติก 25 มิลลิลิตร ที่อยู่ในขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร เติมดีบุก 0.5 กรัม ลงทีละน้อย ๆ และเติมไอโอดีน 2 กรัม ปิดปากขวดก้นกลมด้วยเครื่องกลั่นและรีฟลักซ์สารผสมจนกระทั่งดีบุกละลายหมด และไม่มีสีม่วงของไอโอดีนอยู่ ถ้าดีบุกยังเหลืออยู่ เติมกรดไอโอดีนเล็กน้อยและรีฟลักซ์อีกครั้ง ทำให้สารละลายผสมเย็นลง กรองตะกอนที่ได้แบบภายใต้ความดัน และตากผลึกใหม่ด้วยคลอโรฟอร์ม บันทึกผลที่ได้ และคำนวณหาอัตราเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารผลิตภัณฑ์

3.3.3 การทดสอบปฏิกิริยา

(1) เตรียมสารละลายทิน (IV) คลอไรด์ ในอะซีโตน 5 มิลลิลิตร และแบ่งออกเป็น 2 ส่วน โดยเอาส่วนแรกมาเติมน้ำ 2-3 หยด สังเกตผล เอาส่วนที่สองมาเติมสารละลายอิมตัวของโปแตสเซียมไอโอไดค์ สังเกตผลเปรียบเทียบระหว่างปฏิกิริยาทั้ง 2 ส่วน

(2) หาอัตราเปอร์เซ็นต์ของไอโอดีน ในผลิตภัณฑ์โดยการไตเตรตในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ด้วยสารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไอโอเดท

คำถามท้ายบท

- 1) จงเขียนปฏิกิริยาที่เกิดจากการเอาเลดเตตระอะซีเตตละลายในน้ำ และเสนอวิธีการหาปริมาณตะกั่วในเลดเตตระอะซีเตต
- 2) จงยกตัวอย่างที่ใช้เลดเตตระอะซีเตตเป็นตัวออกซิไดซ์ในสารประกอบอินทรีย์
- 3) หาอัตราร้อยละของสารประกอบที่ท่านเตรียมได้เปรียบเทียบกับผลทางทฤษฎี
- 4) อธิบายโครงสร้างและธรรมชาติของพันธะในเลดเตตระอะซีเตตและในเฮกซะ-คลอโรฟอสเฟตแอนไอออน
- 5) เตรียม เลด (IV) ไอโอไดด์ แบบเดียวกับ ทิน (IV) ไอโอไดด์ ได้หรือไม่