

บทที่ 15

การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (III) ออกซาเลท (Analysis of an Iron (III)-Oxalate Complex)

1. จุดประสงค์ของการทดลอง

เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณของออกซาเลทและเหล็กที่มีอยู่ในสารประกอบเชิงซ้อน โป-แตสเชื่อมไตรออกซาเลโตเฟอร์ต (III)

2. บทนำ

การวิเคราะห์เหล็ก (III) โดยทั่ว ๆ ไป ทำได้โดยการรีดิวซ์เหล็ก (III) ให้เป็นเหล็ก (II) แล้วไตเตรตด้วยเปอร์แมงกาเนต หรือไดโครเมต แต่ถ้ามีออกซาเลทแทรกสอดอยู่ด้วยก็จะทำให้การวิเคราะห์นั้นผิดพลาดได้ ดังนั้นการวิเคราะห์เหล็ก (III) ในสารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (III) -ออกซาเลท จึงต้องวิเคราะห์ออกซาเลทเสียก่อน โดยการไตเตรตกับเปอร์แมงกาเนต แล้วจึงเอาสารที่เหลือไปวิเคราะห์เหล็ก

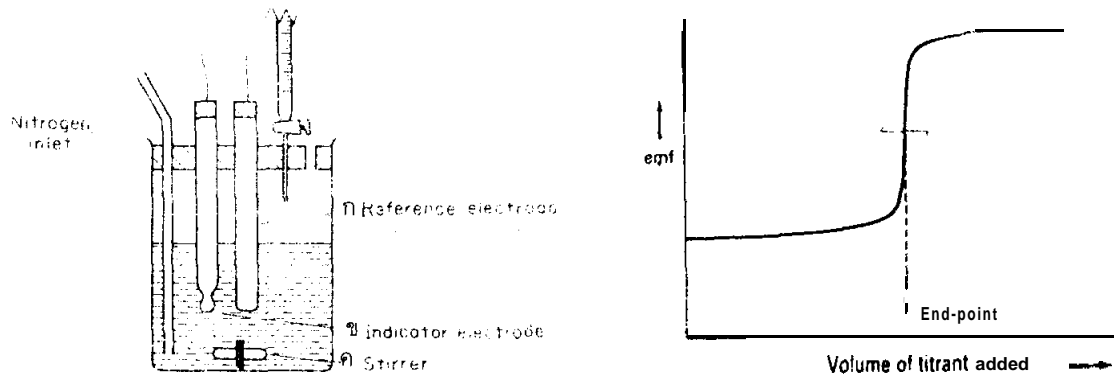
การวิเคราะห์เชิงปริมาณของเหล็กโดยทั่ว ๆ ไป ที่ทำในห้องปฏิบัติการมีอยู่ 2 วิธีคือการไตเตรตโดยใช้โพเทนชิออมิเตอร์ และวัดการดูดกลืนสีโดยใช้คัลลอร์ิมิเตอร์ สำหรับโพเทนชิออมิเตอร์ เป็นวิธีการวัดแรงเคลื่อนไฟฟ้าระหว่างอิเล็กโทรดทั้งสองโดยตรง ซึ่งในโพเทนชิออมิเตอร์จะมีอิเล็กโทรดอยู่ 2 ชนิดคือ

(1) อินดิเคเตอร์อิเล็กโทรด เป็นตัวกำหนดแรงเคลื่อนไฟฟ้าซึ่งเป็นฟังก์ชันกับความเข้มข้นของไอออน

(2) รีเฟอเรนซ์อิเล็กโทรด ซึ่งมีค่าแรงเคลื่อนไฟฟ้าคงที่และเป็นส่วนสำคัญในเครื่องมือ เพราะเป็นอิเล็กโทรดที่ทำให้เกิดความแตกต่างของประจุในขณะที่ทำการวัด ทำให้ทราบค่าความต่างศักย์ระหว่างขั้วทั้งสองได้

ในการไตเตรตแบบโพเทนชิออมิเตอร์ ไม่ต้องการค่าความต่างศักย์สมบูรณ์ หรือความต่างศักย์ที่ขึ้นต่อครึ่งเซลล์มาตรฐาน แต่เป็นการวัดแรงเคลื่อนไฟฟ้า ขณะที่กำลังไตเตรต และจากกราฟที่พลอตระหว่างแรงเคลื่อนไฟฟ้าที่อ่านได้กับปริมาณของสารละลายที่ไตเตรต จะเห็นจุดสมมูลของปฏิกิริยาได้อย่างชัดเจน วิธีการหาความต่างศักย์ที่เปลี่ยนอย่างกะทันหัน อาจใช้วิธีใดวิธีหนึ่ง เช่น กำหนดให้อิเล็กโทรดอันหนึ่งมีค่าศักย์คงที่ และไม่จำเป็นต้องทราบค่า และ

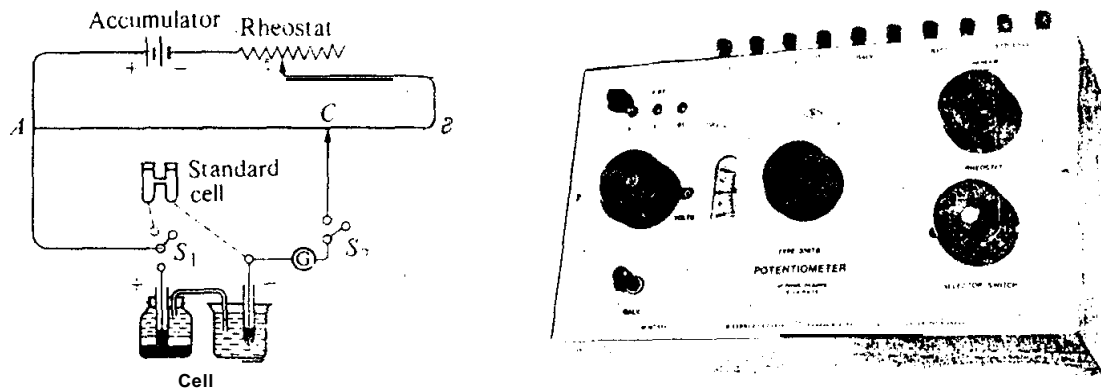
อิเล็กโทรดอีกอันหนึ่งเป็นอินดิเคเตอร์ที่แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนความเข้มข้นของอ็อกซิดอน และต้องมีความไวต่อสารเร็วมาก ขณะที่ดำเนินการไทเตรตอยู่นั้น จะต้องคนสารละลายตลอดเวลาที่ไทเตรต ดังไดอะแกรมที่ 15.1 ที่แสดงถึงการเตรียมโพเทนชิโอเมตริกไทเตรชันอย่างง่าย



รูปที่ 15.1 ไดอะแกรมแสดงการเตรียมโพเทนชิโอเมตริกไทเตรชันอย่างง่าย และกราฟที่พลอตได้

- ก. เป็นรีเฟอเรนซ์อิเล็กโทรด เช่น คาโลเมลอิเล็กโทรด
 - ข. เป็นอินดิเคเตอร์อิเล็กโทรด
 - ค. เป็นที่คนด้วยเครื่องกล หรืออาจใช้ที่คนแบบแมกเนติ
- ใส่สารละลายที่จะไทเตรตในบีกเกอร์

ในการวัดแรงเคลื่อนไฟฟ้า ระบบของอิเล็กโทรดจะต้องต่อกับโพเทนชิโอเมเตอร์ด้วยระบบเส้นลวดอย่างง่าย ๆ ดังรูปที่ 15.2 ก. แต่เครื่องโพเทนชิโอเมเตอร์ที่ใช้ทั่วไปในปัจจุบันและใช้ได้สะดวกกว่าดังรูปที่ 15.2 ข.



รูปที่ 15.2 ก) โพเทนชิโอเมเตอร์ระบบเส้นลวด
ข) โพเทนชิโอเมเตอร์สำเร็จ

สำหรับการวิเคราะห์สารที่มีสีโดยการวัดการดูดกลืนแสงของสาร ซึ่งมีหลักการคือ เมื่ออะตอมหรือโมเลกุลของสารมีการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงาน ทำให้สารแต่ละชนิดนั้นสามารถดูดกลืนคลื่นแสงในช่วงความยาวคลื่นหนึ่ง ๆ ได้ต่างกัน และสารที่มีสีมักจะดูดกลืนคลื่นแสงในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 380–780 นาโนเมตร สำหรับเครื่องมือที่ใช้วัดการดูดกลืนที่เรียก คัลลอริมิเตอร์ เป็นเครื่องมือขนาดเล็ก ใช้งานง่าย และแยกคลื่นโดยใช้ฟิลเตอร์ มีทั้งแบบเซลล์เดี่ยว (single beam) และสองเซลล์ (double beam)

การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก (III) -ออกซาเลท โดยการไตเตรตแบบโพเทนชิอเมตริก เริ่มต้นต้องรีดิวซ์สารละลายด้วยซิงค์-อิมัลชันที่มีกรดซัลฟูริกอยู่ แล้วไตเตรตเหล็ก (II) ด้วยเปอร์แมงกาเนต หรือออร์โทโรสด้วยสแตนดาร์ดที่มีกรดไฮโดรคลอริก และทำให้ร้อน แล้วไตเตรตเหล็ก (II) ด้วยไดโครเมต เนื่องจากเปอร์แมงกาเนตเป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรงกว่าไดโครเมต จึงไม่ควรใช้ในการไตเตรต ในกรณีที่ใช้สแตนดาร์ดไปรีดิวซ์เหล็ก (III) เนื่องจากเปอร์แมงกาเนตจะไปออกซิไดซ์คลอไรด์ให้เป็นคลอรีนได้

8. การทดลอง

3.1 การวิเคราะห์ออกซาเลท

3.1.1 สารเคมีที่ใช้

โปแตสเซียมไดรอกซาลेटไดไฮเดรต (III)*ⁿ

สารละลายมาตรฐาน 0.02 M โปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต

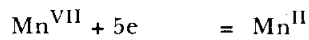
3.1.2 วิธีวิเคราะห์

นำผลึกโปแตสเซียมไดรอกซาลेट (III) มาทำให้แห้งในเตชิกเคเตอร์แบบสูญญากาศ 10–15 นาที นำมาชั่งอย่างละเอียดประมาณ 0.35 กรัม แล้วละลายในกรดซัลฟูริกเจือจาง ทำให้สารละลายร้อนประมาณ 60 องศาเซนติเกรด แล้วไตเตรตขณะสารละลายยังร้อนอยู่ด้วยสารละลายมาตรฐาน 0.02 M โปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต บันทึกผลการทดลองในรูปแบบรายงานข้อมูลแสดงผลการทดลองเก็บสารที่ไตเตรตนี้ไว้ เพื่อนำไปวิเคราะห์เหล็กต่อไป

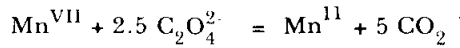
*n ได้จากการทดลองบทที่ 4

3.1.3 การคำนวณ

ปฏิกิริยาที่ใช้ในการคำนวณออกซาเลทเป็นดังนี้



ปฏิกิริยารวมเป็น



จากผลการทดลอง สามารถหาปริมาณออกซาเลทจากปฏิกิริยาข้างต้นนี้ได้

3.2 การวิเคราะห์เหล็กโดยการไตเตรตแบบโพเทนชิอเมตริก

3.2.1 สารเคมี และเครื่องมือที่ใช้

กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น

สแตนเนสคลอไรด์

เมอร์คิวริกคลอไรด์

โซเดียมไดเอมีนซัลโฟเนต

สารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไดโครเมต

โพเทนชิอมิเตอร์

3.2.2 วิธีวิเคราะห์

นำสารละลายที่ได้จากการทดลอง 3.1.2 มาเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 15 มิลลิลิตร ต้มสารละลายจนเดือด แล้วเติมสารละลายสแตนเนสคลอไรด์ลงไปทีละหยดพร้อมกับคนตลอดเวลาด้วยที่คนแมกเนติกจนได้สารละลายสีเหลือง แล้วเติมต่อไปอีก 2-3 หยด ทำให้สารละลายเย็นที่อุณหภูมิห้อง และเติมสารละลายเมอร์คิวริกคลอไรด์ 10 มิลลิลิตร ลงไปอย่างรวดเร็ว เพื่อกำจัดสแตนเนสคลอไรด์ที่มากเกินไปได้สารแขวนลอยหรือตะกอนสีขาวของเมอร์คิวรีคลอไรด์ ตั้งสารละลายไว้ประมาณ 5 นาที เอาสารละลายเหล็กนี้ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร รวมทั้งน้ำล้างขวดที่ใส่สารละลายนี้ด้วย นำไปวัดด้วยโพเทนชิอมิเตอร์ที่ปรับไว้เรียบร้อยแล้วใส่ที่คนแบบแมกเนติก คาโลเมลอิเล็กโทรด และแพลตินัมอิเล็กโทรดลงในสารละลายที่จะวัด*^ข บันทึกค่าความต่างศักย์ด้วยโวลต์มิเตอร์ แล้วเติม 40% กรดฟอสฟอริก 10 มิลลิลิตร และคนอย่างสม่ำเสมอ บันทึกค่าความต่างศักย์ จากนั้นเติมโซเดียมไดเอมีนซัลโฟเนต ซึ่งเป็นอินดิ-

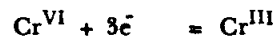
*ข เมื่อเอาอิเล็กโทรดออกจากสารละลายที่แช่พักไว้ (storage electrode) ให้จุ่มอิเล็กโทรดนั้นลงในน้ำกลั่นก่อนและซับเบา ๆ ด้วยกระดาษที่สะอาดก่อนนำไปวัด

เคเตอร์ลงไป 10 หยด และไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานไดโครเมต บันทึกค่าความต่างศักย์ และสีของสารละลายทุกครั้งที่เติมสารละลายไดโครเมตครั้งละ 0.5–1 มิลลิลิตร

*^c ในขณะที่ทำการทดลองให้พลอตกราฟระหว่างค่าความต่างศักย์กับปริมาณของไดโครเมตที่ไตเตรต เพื่อที่จะดูว่าควรใช้ขนาดที่เติมครั้งละเท่าไร จึงจะได้กราฟที่เหมาะสม และระมัดระวังเมื่อใกล้จุดยุติ ค่าความต่างศักย์ที่วัดได้จะไม่เรียบ และจะอยู่ในระดับปกติต่อเมื่อถึงจุดสมมูล หาจุดสมมูลของกราฟขณะเดียวกันดูการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ ด้วย

3.2.3 การคำนวณ

ปฏิกิริยาที่เกิดเป็นอิลอกโทรดเป็นดังนี้



ปฏิกิริยารวมเป็นดังนี้



บันทึกข้อมูลในแบบรายงานข้อมูล

3.3 การวิเคราะห์เหล็กโดยวัดการดูดกลืนสีด้วยคัลลอร์มิเตอร์

3.3.1 สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้

โปแตสเซียมไดโครออกซาเลโตเฟอเรต*^ก (III)

1,10 ฟิแนนโทลีน

คัลลอร์มิเตอร์

*^ก จะต้องพลอตกราฟจุดต่อจุด ในขณะที่ทำการทดลอง ไม่ควรอ่านข้อมูลทั้งหมดแล้วค่อยพลอตกราฟ เพราะการทำแบบนี้อาจจะทำให้ได้ค่าจุดยุติที่ผิดพลาดได้

3.3.2 วิธีวิเคราะห์

ซังโปแตสเซียมไตรออกซาลโตเฟอเรต (III) อย่างละเอียด 0.120 กรัม ละลายในน้ำกลั่น ทำให้เจือจางเป็น 250 มิลลิลิตร ในขวดปริมาตร กำหนดให้เป็นสารละลาย “ก” นำสารละลาย “ก” มา 2 มิลลิลิตร เติมสารละลาย 0.5% ของ 1,10 ฟีนานโทลีน 5 มิลลิลิตร และเติมสารละลายบัฟเฟอร์*^ง ที่มีพีเอช 4 ลงไป 5 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยน้ำจนถึง 20 มิลลิลิตร กำหนดให้เป็นสารละลาย “ข” เขย่าสารละลาย “ข” ให้เข้ากันอย่างดี แล้วถ่ายลงในหลอดทดลอง นำสารละลายในหลอดทดลองนี้มาวัดด้วยแสงให้เป็นเหล็ก (II) โดยวางลงในเครื่องมือ ที่มีแสงจากหลอดทังสเตนขนาด 100 วัตต์ ผ่านสารละลายนั้นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เตรียมสารละลายมาตรฐานของเหล็ก (II) 5 หลอด โดยใช้ 0.0005 M ของ เฟอร์รัสซัลเฟต 2 มิลลิลิตร เติมสารละลายฟีนานโทลีน 5 มิลลิลิตร และสารละลายบัฟเฟอร์ อีก 5 มิลลิลิตร แล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 20 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น ได้สารละลายมาตรฐานหลอดที่ หนึ่งกำหนดเป็น C₂ เตรียมสารละลายมาตรฐานอื่น ๆ อีก 4 หลอดเป็น C₃, C₄, C₅ และ C₆ โดยทำวิธี เดียวกับ C₂ ข้างต้น แต่ใช้สารละลาย 0.0005 M เฟอร์รัสซัลเฟตเป็น 3, 4, 5 และ 6 มิลลิลิตร ตามลำดับ นำสารละลายมาตรฐานทั้งหมดรวมทั้งสารละลาย “ข” มาวัดการดูดกลืนด้วยคัลลอร์มิเตอร์ โดยปรับ การดูดกลืนขณะที่ไม่มีหลอดใส่สารให้เท่ากับศูนย์แล้วนำสารละลายมาวัดค่าการดูดกลืน และเมื่อเอา หลอดใส่สารออก ค่าควรจะเท่ากับศูนย์ แต่ถ้าไม่เท่ากับศูนย์ให้ปรับค่าจนเป็นศูนย์ โดยวิธีการข้างต้น แล้วใช้สารละลายมาวัดค่าการดูดกลืน 3 ครั้ง จากข้อมูลหาค่าการดูดกลืนเฉลี่ยของแต่ละสารละลาย และพลอตกราฟระหว่างค่าดูดกลืน กับความเข้มข้นของเหล็กในสารละลาย C₂ ถึง C₆ ควรพลอต กราฟขณะทำการทดลอง และกราฟที่ได้ควรเป็นเส้นตรงหรือเป็นเคอฟที่เรียบ ถ้ามีบางจุดที่เบี่ยง-เบนไป ควรจะอ่านค่าการดูดกลืนใหม่อีกครั้ง หรือบางครั้งอาจจะต้องเตรียมสารละลายใหม่

3.3.3 การคำนวณ

จากกราฟมาตรฐาน สามารถอ่านค่าความเข้มข้นของสารละลาย “ข” แล้ว นำมาคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย “ก” ก็สามารถหาปริมาณของเหล็กในสารละลาย “ก” น้ำหนักของเหล็ก และอัตราเปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของเหล็กในสารประกอบเชิงซ้อนได้

*ง สารละลาย 20 กรัม โปแตสเซียมไฮโดรเจนพทาเลท และ 0.749 กรัม ได้โปแตสเซียมพทาเลทในน้ำกลั่น เจือจางเป็น 100 มิลลิลิตร

แบบรายงานข้อมูลการทดลอง

1. ข้อมูลที่ใช้คำนวณหาออกซาเลทในสารตัวอย่าง
สารละลายมาตรฐาน

| ตัวอย่าง | 1 | 2 |
|---------------------------------|---|-----------|
| น้ำหนักของโซเดียมออกซาเลทที่ใช้ | | กรัม |
| จำนวนของโซเดียมออกซาเลทที่ใช้ | | โมล |
| จำนวนของเปอร์แมงกาเนตที่ไตเตรต | | โมล |
| ปริมาตรของเปอร์แมงกาเนต | | มิลลิลิตร |
| ความเข้มข้นของเปอร์แมงกาเนต | | โมล |

การคำนวณ

| | |
|---------------------------------|-----------|
| ปริมาตรของเปอร์แมงกาเนตที่ใช้ | มิลลิลิตร |
| จำนวนของเปอร์แมงกาเนต | โมล |
| จำนวนของออกซาเลทในสารตัวอย่าง | โมล |
| น้ำหนักของออกซาเลทในสารตัวอย่าง | กรัม |
| น้ำหนักของสารตัวอย่าง | กรัม |
| % ของออกซาเลท | % |

2. ข้อมูลที่ใช้คำนวณหาเหล็ก

| | ที่จุดยุติจากกราฟ | ที่จุดยุติจากสีเปลี่ยน |
|--|-------------------|------------------------|
| ปริมาตรของสารละลายไดโครเมต จำนวนของไดโครเมตที่ใช้ จำนวนของเหล็กที่เกิดปฏิกิริยา น้ำหนักของเหล็ก น้ำหนักของสารตัวอย่าง % ของเหล็กในสารตัวอย่าง | | |
| ค่าเฉลี่ยและความผิดพลาด | | |

คำถามท้ายบท

- 1) ท่านสามารถหาเหล็กในสารประกอบโปแตสเซียมออกซาลेटเฟอเรต (III) ได้อย่างไรบ้าง
- 2) สามารถรีดิวซ์เหล็กจากเหล็ก (III) \longrightarrow เหล็ก (II) ด้วยสารอะไรได้บ้าง
- 3) ในการทดลองบหานี้ ทำไมจึงใช้ไดโครเมตเป็นตัวออกซิไดซ์ แทนเปอร์แมงกาเนต
- 4) การไตเตรตด้วยไดโครเมต ใช้อะไรเป็นอินดิเคเตอร์
- 5) ถ้าใช้โปแตสเซียมไดโครเมตเป็นสารไตเตรต ทำไมจึงไม่ต้องใช้อินดิเคเตอร์