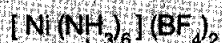


บทที่ 16

การวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนเฮกซะแอมมีนนิเกิล (II)

เตตระฟลูออโรโบเรตโดยน้ำหนัก

(Gravimetric Analysis of a Hexaamminenickel) (II) tetrafluoro borate,



1. จุดประสงค์ของการทดลอง

เป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารประกอบเชิงซ้อนเฮกซะแอมมีนนิเกิล (II) เตตระฟลูออโรโบเรต โดยใช้วิธีตกตะกอน และรู้จักเทคนิคในการตกตะกอน การเตรียมเครื่องแก้วที่ใช้ในการทดลองบทนี้

2. บทนำ

การวิเคราะห์โดยน้ำหนัก (Gravimetric analysis) เป็นการวิเคราะห์สารเชิงปริมาณ โดยการตกตะกอนแล้วแยกตะกอนออกมา ชั่งตะกอนที่รู้ส่วนประกอบนั้น

วิธีการทำการวิเคราะห์โดยน้ำหนักให้ได้ผล ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง ที่สำคัญที่สุดคือ การตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ของสารวิเคราะห์ และต้องเลือกหาวิธีตกตะกอนที่เหมาะสมในแต่ละสาร นอกจากนี้ตะกอนควรจะรวมกันและกรองได้ง่าย

การตกตะกอนที่บริสุทธิ์และมีปริมาณมากทำให้ง่ายต่อการกรอง ได้มีผู้ทำการทดลองมาแล้ว (ดูจากหนังสืออ้างอิงที่ 7)

สิ่งสำคัญในการตกตะกอนอีกอย่างคือ การตกตะกอนที่บริสุทธิ์ มิฉะนั้นค่าที่หาได้จะไม่ถูกต้อง ถ้าตะกอนที่ได้เป็นผลึกเล็ก ๆ จะมีพื้นผิวตะกอนมาก ดังนั้น ตะกอนอาจดูดซับเอาไอออนบางอย่างจากสารละลายมาติดอยู่กับที่พื้นผิวตะกอน ทำให้เกิดความผิดพลาดประการหนึ่ง นอกจากนี้การมีไอออนแปลกปลอมเข้ามาจะทำให้เกิดตะกอนได้ยาก

กรณีที่ตะกอนเกิดอย่างรวดเร็ว สารอื่นที่ละลายอยู่ในสารละลายนั้น อาจติดอยู่กับตะกอนในลักษณะของการตกตะกอนร่วม เนื่องจากอัตราเร็วของการเกิดตะกอนช้าลงเท่าใดก็จะทำให้ผลึกใหญ่มากขึ้นเท่านั้น ดังนั้นการทำให้ตะกอนร่วมลดลงได้ก็โดยการทำให้อัตราเร็วของการตกตะกอนลดลง และการเกิดตะกอนอย่างช้า ๆ นี้มีข้อดีอีกข้อคือ ทำให้ได้ตะกอนใหญ่และกรองได้ง่ายกว่าการกรองตะกอนที่ละเอียด ในการทดลองทั่ว ๆ ไป จึงใช้สารละลายของสารที่ต้องการตกตะกอนมาผสมกันอย่างช้า ๆ พร้อมกับคนไปด้วย

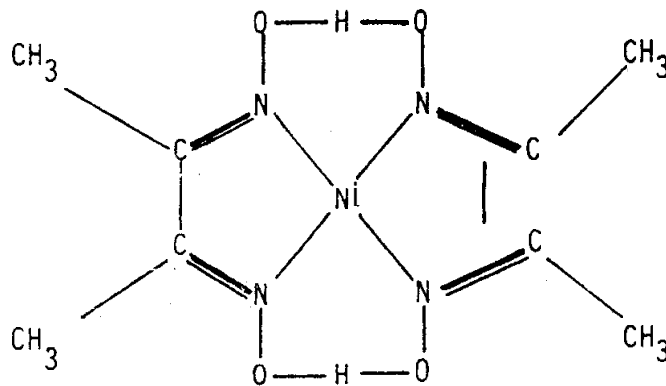
วิธีการย่อยตะกอน (โดยการทำให้ตะกอนในสารละลายนั้นร้อนเป็นเวลานาน) เป็นวิธีหนึ่งที่ลดการตกตะกอนร่วม และกรองตะกอนได้ง่าย แม้ว่าจะมีผลเสียจากการย่อยตะกอนก็ตาม แต่ก็น้อยมาก นั่นคือทำให้เกิดอันตรายของตะกอน และเกิดตะกอนมีลักษณะเป็นฝุ่น

การตกตะกอนให้ได้ตะกอนขนาดใหญ่อีกวิธีคือ การทำให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน โดยการใช้เทคนิคที่ทำให้เกิดตะกอนอย่างช้า ๆ ซึ่งทำให้สารละลายในปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นเป็นเนื้อเดียวกัน เช่น การไฮโดรไลซ์ยูเรียอย่างช้า ๆ ในน้ำเดือดจะเกิดปฏิกิริยาดังนี้



ค่าพีเอช จะค่อย ๆ สูงขึ้นเนื่องจากเกิดแอมโมเนีย

นิกเกิล (II) จะตกตะกอนด้วยไดเมทิลไกลออกซิม (dimethylglyoxime) และไอออนของนิกเกิล จะเกิดเป็นคีเลต (chelate) กับ 2 โมเลกุลของไดเมทิลไกลออกซิม ดังรูปที่ 16.1



รูปที่ 16.1 การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของนิกเกิลไอออนกับไดเมทิลไกลออกซิม 2 โมเลกุล มีลักษณะเป็นคีเลต

ปฏิกิริยาดำเนินไปดังนี้



เมื่อเกิดเป็นสารประกอบของนิกเกิลไดเมทิลไกลออกซิม โปรตอนจะถูกปล่อยออกมา และความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อนจะขึ้นอยู่ค่าพีเอช ถ้าค่าพีเอชต่ำสมดุลจะไปทางซ้าย แต่ถ้าพีเอชมากกว่า 5 สมดุลจะไปทางขวา ถ้าตัวทำปฏิกิริยาทั้งสองผสมกันที่ พีเอชเท่ากับ 3 จะไม่มีตะกอนเกิดขึ้น การเติมยูเรียและให้ความร้อนเล็กน้อยจะทำให้พีเอชของสารละลายเพิ่มอย่างช้า ๆ เนื่องจากการเกิดแอมโมเนียดังปฏิกิริยา (1) และตะกอนของนิกเกิลไกลออกซิมจะเกิดขึ้นอย่างช้า ๆ ทำให้ผลึกมีขนาดใหญ่

3. เครื่องมือสำเร็จที่ใช้ในการวิเคราะห์โดยน้ำหนัก

3.1 ขวดชั่งน้ำหนัก

เตรียมขวดชั่งน้ำหนักโดยล้างสิ่งสกปรกออกให้หมด และล้างด้วยน้ำกลั่นอีกครั้ง ทำให้แห้งในตู้อบ และทำให้เย็นในเดซิکเคเตอร์ และการเอาสารออกจากขวดให้เคาะออกห้ามใช้ช้อนตัก เพราะสารเคมีนั้นอาจจะติดอยู่ที่ช้อนตักนั้นทำให้ค่าที่ได้จากการทดลองผิดพลาดได้ และควรทำการชั่งน้ำหนักหลาย ๆ ครั้ง โดยให้ค่าแตกต่างที่ชั่งได้น้อยที่สุด

3.2 เดซิกเคเตอร์

เป็นที่เก็บสารกันความชื้น ซึ่งอาจจะใส่สารดูดความชื้น หรืออาจไม่ต้องใส่แล้ว แต่ความต้องการเก็บสารไหน เช่น ถ้าต้องการชั่งน้ำหนักของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ที่เผาเป็นออกไซด์แล้ว ควรเก็บในเดซิกเคเตอร์ที่ไม่ต้องมีสารดูดความชื้น เช่น ซิลิกา หรือกรดซิลฟูริก เพราะแคลเซียมออกไซด์เป็นตัวดูดความชื้นที่ดีอยู่แล้ว ทำให้สามารถดูดความชื้นจากสารดูดความชื้นอื่นได้ และต้องไม่เปิดเดซิกเคเตอร์ทิ้งไว้ในอากาศ เพราะทำให้สารดูดความชื้นในเดซิกเคเตอร์หมดสภาพต้องเอามาอบให้แห้งใหม่อีก

3.3 เป้าซินเตอร์ (Sinter glass crucible)

เป็นเครื่องแก้วอีกชนิดที่จะต้องล้างให้สะอาด อบให้แห้งและทำให้เย็น เพื่อหาน้ำหนักเริ่มต้น และหลังจากที่กรองตะกอนแล้วก็ต้องอบให้แห้งและทำให้เย็นด้วยอุณหภูมิและเวลาที่เท่ากัน

4. การทดลอง

4.1 สารเคมีที่ใช้

ใช้สารตัวอย่างของสารประกอบเชิงซ้อนแฮกซะแอมมีนนิกเกิล (II) เตตระฟลูออโรโบเรตที่เตรียมได้จากบทที่ 4

4.2 วิธีทดลอง

- 1) นำขวดชั่งน้ำหนักที่สะอาด อบในตู้อบ 10 นาที แล้วทำให้เย็นในเดซิกเคเตอร์
- 2) ชั่งน้ำหนักขวดชั่งอย่างละเอียด (4 ตำแหน่ง) แล้วชั่งตัวอย่างเกลือเอมีนอย่างละเอียด 2 ตัวอย่าง ประมาณ 0.08 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 30 มิลลิลิตร ปรับพีเอชด้วยสารละลาย 12 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก 1-5 หยด ทดสอบด้วยกระดาษพีเอชระหว่างการหยด
- 3) ทำให้สารละลาย 1% ไดเมทิลไกลออกซิม 10 มิลลิลิตร ที่ผสมอยู่ใน 1- โพรพานอล ร้อนที่ 80 องศาเซนติเกรด

4) เติมยูเรีย 4 กรัม ลงในสารละลายตัวอย่างจาก (2) แล้วเอาไปทำให้ร้อนที่ 80–85 องศาเซนติเกรด และตรวจดูพีเอชซึ่งควรจะต่ำกว่า 3

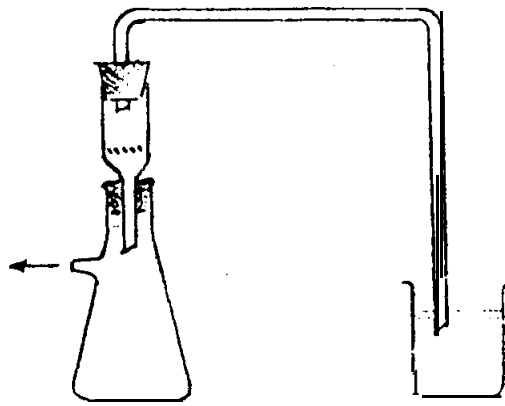
5) ใช้สารละลายจากข้อ 3) เติมลงในสารละลายข้อ 4) ตรวจดูพีเอชจะต้องไม่เกิน 3 ถ้าพีเอชสูงเกินกว่า 3 ให้หยดสารละลาย 12 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก แล้วปิดฝาปิ๊งเกอร์ ด้วยกระดาษพิกาทาให้ร้อนที่ประมาณ 80–85 องศาเซนติเกรด เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะมีตะกอน สีแดงเกิดขึ้น ตรวจดูพีเอชควรจะมากกว่า 7 ถ้าต่ำกว่า 7 ให้หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ แล้วตรวจพีเอชอีกครั้ง หลังจากเกิดตะกอนแล้วทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้องโดยแช่น้ำเย็น ถ้ามีตะกอน สีขาวเกิดขึ้นอีก แสดงว่ามีไคเมทิลไกลออกซิมเกิดขึ้นจึงละลายโดยการเติม 1- โพรพานอล 4 มิลลิลิตร และทำให้ร้อนที่ 60 องศาเซนติเกรด

6) * กรองลงในเบ้าซินเตอร์ที่ใช้กากน้ำ (ดูรูปที่ 16.2) ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น และถ้ามีตะกอนติดอยู่ข้างปิ๊งเกอร์ต้องใช้ policeman เกลี่ยออกมาให้หมด เอาเบ้าซินเตอร์นี้ไปอบที่ 130 องศาเซนติเกรด เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ 10 นาที แล้วชั่งน้ำหนัก จนได้น้ำหนักคงที่

การเตรียมเบ้าซินเตอร์

เสียบเบ้าซินเตอร์ลงในจุกยางที่ปิดขวดบุงเนอร์ แล้วต่อกับเครื่องดูดอากาศ ดูดกรด-ไนตริกเข้มข้นผ่านเบ้าซินเตอร์เล็กน้อย แล้วปิดเครื่องดูดโดยให้กรดยังคงมีในเบ้าสักครู่ หลังจากนั้นดูดเอากรดออกให้หมด ล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นจำนวนมาก ๆ แล้วตามด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ แล้วเอาแก้วไซฟอนเสียบลงในจุกยางปิดปากเบ้าซินเตอร์ (ดูรูปที่ 16.2) และล้างด้วยน้ำกลั่นอีก เอาเบ้าซินเตอร์นี้ไปทำให้แห้งโดยอบในตู้อบให้มีอุณหภูมิ 130 องศาเซนติเกรด แล้วทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักของเบ้าจนค่าคงที่ (+ 0.0002 กรัม) พร้อมทั้งนำไปใช้งาน

*ให้เตรียมเบ้าซินเตอร์ก่อน ดูการเตรียมเบ้าซินเตอร์ข้างล่าง



รูปที่ 16.2 เบ้าซินเตอร์ที่เตรียมสำหรับใช้ในการกรองตะกอน

4.3 การคำนวณ

จากน้ำหนักต่าง ๆ ที่ได้ (ดูในแบบรายงานข้อมูล) คำนวณหาอัตราเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของนิกเกิล (II) ในสารประกอบนิกเกิลไดเมทิลไกลออกซิม ซึ่งมีสูตรเป็น $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2$ และคำนวณหาอัตราเปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของนิกเกิลในสารประกอบเชิงซ้อนเฮกซะแอมมีนีนีเยมนิกเกิล (II) ไตรฟลูออโรโบเรต

คำถามท้ายบท

- 1) จงบอกสูตรของสารตัวอย่าง และสูตรของสารประกอบนิกเกิลไดเมทิลไกลออกซิม
- 2) จงหาอัตราเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของนิกเกิลในสารประกอบข้อ 1) และสารตัวอย่าง
- 3) ผลการทดลองที่ได้ และผลจากการคำนวณแตกต่างกันอย่างไร และจงวิจารณ์ข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นได้