ตอนที่ 2

คุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative Analysis)

11

จุดประสงค์

1. เพื่อศึกษาเทคนิคการใช้อุปกรณ์และวิธีการในคุณภาพวิเคราะห์

ทฤษฎี

การวิเคราะห์ทางเคมีจะแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

1. *ปริมาณวิเคราะห์ (quantitative analysis)* เป็นการวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณของแต่ละองค์ประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง ว่ามีปริมาณอยู่เท่าใด

2 *คุณภาพวิเคราะห์ (qualitative analysis)* เป็นการวิเคราะห์เพื่อหาชนิดขององค์ประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

ในการวิเคราะห์จะอาศัยทั้งสมบัติทางกายภาพและทางเคมี สมบัติง่ายๆที่ใช้ในการจำแนกคือ สมบัติที่สามารถสังเกตได้จากการทดลองโดยตรง เมื่อทำปฏิกิริยากับรีเอเจนส์ต่างๆ แล้วทำให้เกิดผลการทดลองที่สังเกตได้ เช่น เกิดสารละลายที่เป็นสี เกิดเป็นตะกอนสีต่างๆ การเกิดสารที่มีกลิ่นเฉพาะ มองเห็นได้ชัดเจน หรืออาศัยสมบัติการละลายของสารต่างๆ ด้วย

วิธีการที่มีประสิทธิภาพจะทำให้การวิเคราะห์ถูกต้องและแม่นยำ บางครั้งต้องใช้กระบวนการแยกเพื่อขจัดเจือปนก่อน สำหรับการวิเคราะห์สามารถแบ่งตามปริมาณสารที่นำมาวิเคราะห์ได้ 4 วิธี คือ

ชนิด	ปริมาณสารที่นำมาวิเคราะห์	
	ของแข็ง	ของเหลว
1 Macro analysis	> 500 mg.	> 10 มล.
2 Semimicro analysis	~ 50 mg.	~ 1 มล.
3 Micro analysis	~ 5 mg.	~ 0.1 มล.
4 Ultramicro analysis	< 1 mg.	< 0.1 มล.

การเลือกวิธีการใดมาใช้ขึ้นอยู่กับปริมาณสารที่มีอยู่ ในการทดลองในห้องปฏิบัติการเคมีทั่วไป II จะใช้วิธี semimicro analysis ซึ่งเป็นวิธีที่ไม่ต้องใช้สารตัวอย่างมากและไม่จำเป็นที่ต้องใช้เครื่องมือในการวิเคราะห์ที่ราคาแพงและมีประสิทธิภาพสูงมาก

คุณภาพวิเคราะห์ ที่ใช้ในการทดลอง จะมี***อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้***

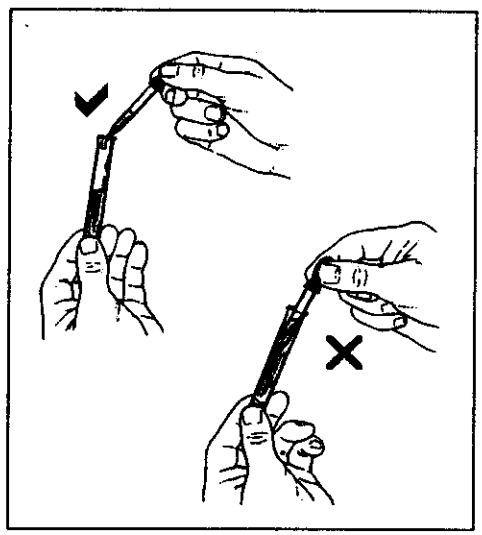
1. *หลอดทดลอง (test tube)* ใช้หลอดทดลองขนาดเล็กในการบรรจุสาร ซึ่งมีปริมาณไม่เกิน 10 มล. และใช้ใส่สารที่ต้องการแยกตะกอนออกจากสารละลายในเครื่องหมุนเหวี่ยงด้วย

2. *แท่งแก้วคนสาร (stirring rod)* เป็นแท่งแก้วปลายมน ใช้สำหรับคนสารละลายในหลอดทดลองและช่วยในการถ่ายสารละลายลงในภาชนะปากแคบ

3. *ขวดฉีดน้ำกลั่น (wash bottle)* เป็นขวดพลาสติกบรรจุน้ำกลั่น เพื่อใช้ในการฉีดล้างสาร เครื่องแก้ว เวลาใช้ต้องไม่ให้ปลายของขวดฉีดน้ำกลั่นสัมผัสกับสารหรือเครื่องแก้ว

4. *หลอดหยด (dropper)* ใช้สำหรับหยดสาร เป็นหลอดแก้วที่ปลายอีกด้านมีลูกยางสวมอยู่ มีข้อควรระวังในการใช้หลอดหยดคือต้องไม่ทำให้ละลายไหลเข้าไปในลูกยาง เพราะสารที่ค้างในลูกยางจะทำให้ลูกยางเสื่อมได้ หลอดหยดที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางภายในของปลายหลอด 1.5 มิลลิเมตร จะมีปริมาตรของหลอดหยด 1 หยด ประมาณ 0.05 มล. หรือ 20 หยดจะมีปริมาตรประมาณ 1 มล. ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความหนาแน่นและแรงดึงผิวของสารละลายด้วย เช่น สารละลายที่ใช้น้ำเป็นตัวทำ

ละลาย 1 มล. จะมีจำนวนหยด 20-22 หยด แต่ถ้าเป็นกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น มีจำนวนหยดเป็น 23-24 หยดต่อหนึ่งมิลลิลิตร ขณะที่กรดไนตริกเข้มข้น ใช้จำนวน 36-37 หยดต่อหนึ่งมิลลิลิตร ในขณะที่หยดสาร*ต้องระวัง*ไม่ให้ปลายของหลอดหยดแตะกับสารละลายหรือข้างหลอดทดลอง ดังรูปที่ 11.1

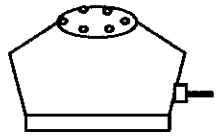


รูปที่ 11.1 การใช้หลอดหยดในการหยดสาร

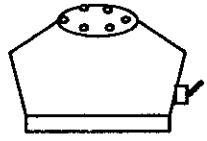
5. *เครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge)* เป็นเครื่องที่ใช้แยกตะกอนออกจากสารละลาย โดยอาศัยแรงเหวี่ยงหนีจุดศูนย์กลางซึ่งเกิดจากการหมุนด้วยความเร็วสูง ทำให้ตะกอนอัดกันแน่นที่ก้นหลอด หลักสำคัญที่ต้องจำคือ จะต้องใส่หลอดทดลองขนาดเล็กในเครื่องหมุนเหวี่ยงให้สมดุลกันเสมอ (สารละลายที่บรรจุอยู่ต้องมีปริมาณใกล้เคียงกัน ในตำแหน่งตรงกันข้ามกัน) มิฉะนั้นหลอดอาจถูกเหวี่ยงจนแตกได้ *ถ้าเกิดกรณีที่หลอดแตก*ให้นักศึกษาหยุดเครื่อง นำเศษแก้วออกและทำความสะอาดให้เรียบร้อยในช่องใส่หลอดแก้ว (อาจเป็นอลูมิเนียมหรือโพลีแทน)

เครื่องหมุนเหวี่ยง จะมี 3 รุ่นที่ใช้อยู่ในห้องปฏิบัติการ

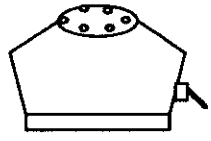
รุ่นที่ 1 จะมีช่องสำหรับใส่หลอดทดลอง 6 หลอด มีสวิทช์สำหรับเปิด-ปิดเพียงตัวเดียว แต่มีทั้งหมด 3 จังหวะ ดังนี้



- สำหรับปิด

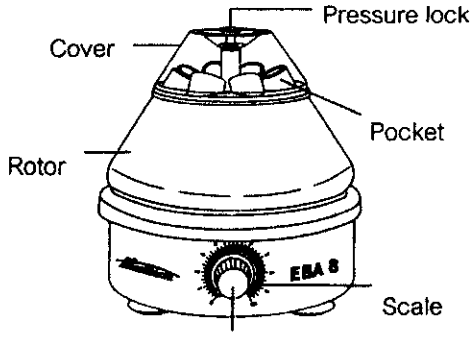


- สำหรับเปิด จะเปิดให้เครื่องหมุนประมาณ 2-3 นาที



- สำหรับเบรค เมื่อต้องการเบรคจะต้องปรับสวิทซ์ลงมาตรงกลางก่อนแล้วจึงปรับมาข้างล่างสุด เครื่องจะหมุนกลับในทิศทางตรงกันข้ามกัน จนกระทั่งหยุดหมุนจึงปรับสวิทซ์มาที่ตำแหน่งตรงกลางของเครื่อง คือ ปิด รอจนเครื่องหยุดหมุนจึงนำหลอดทดลองออกจากเครื่อง

รุ่นที่ 2 "Hettich"

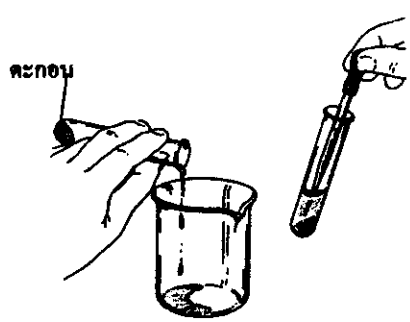


จะมีช่องใส่หลอดทดลอง 8 หลอด มีปุ่มหมุนสำหรับเลือกความเร็ว 0-10 เมื่อใส่หลอดทดลองในตำแหน่งสมดุลแล้ว ให้ปิดฝาครอบซึ่งมีล็อคด้านบน หมุนปุ่มความเร็ว โดยเพิ่มความเร็วอย่างช้าๆ จนถึงประมาณเลข 6 ปล่อยให้เครื่องทำงานประมาณ 1-2 นาที หยุดเครื่องโดยหมุนปุ่มปรับความเร็วมาที่ 0 รอจนเครื่องหยุดหมุน

ห้ามนักศึกษาใช้มือหยุดเครื่องเองโดยเด็ดขาด เมื่อเครื่องหมุนให้ดึงล็อคด้านบนออก แล้วจึงนำหลอดทดลองออกมาได้

รุ่นที่ 3 "Centurion" 1000 Series

เป็นเครื่องที่สามารถบรรจุหลอดทดลองได้ถึง 24 หลอด และมีฝาปิดแน่นหนา มีวิธีการใช้ตามลำดับดังนี้



การถ่ายเทสารละลายออกจากหลอดทดลอง จะใช้วิธีการเทออกโดยตรงหรืออาจใช้หลอดหยดดูดสารละลายออกดังรูป โดยเอียงหลอดทดลองเล็กน้อย แล้วดูดสารละลายออกมาอย่างช้าๆ

รูปที่ 11.2 การเทสารละลาย (centifugate) แยกออกจากตะกอน

6. *อ่างน้ำร้อน (water bath)* ใช้สำหรับให้ความร้อนแก่หลอดทดลอง เป็นอ่างน้ำร้อนปกติจะวางในตู้ดูดควัน ก่อนใช้ให้สังเกตว่าเสียบปลั๊กอยู่หรือเปล่า และขณะที่นำหลอดไปอุ่นต้องระวังมิให้สารละลายหกลงในอ่างน้ำร้อน

7. *ขวดใส่รีเอเจนต์และรีเอเจนต์ (reagent bottles and reagent)* ขวดรีเอเจนต์ที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ (ดังรูป) จะมีหลอดหยดปิดอยู่ สามารถบรรจุสารละลายได้ 60 มล. ควรใช้อย่างระมัดระวังไม่ให้ลูกยางสัมผัสกับสารละลายโดยตรง

รีเอเจนต์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ CM 118 จะมี 19 รีเอเจนต์ ดังนี้

1. 3M H_2SO_4 (Sulfuric acid)
2. 6M HNO_3 (Nitric acid)
3. 6M NH_4OH (Ammonium hydroxide)
4. 6M CH_3COOH (Acetic acid)
5. 6M CH_3COONH_4 (Ammonium acetate)
6. 6M HCl (Hydrochloric acid)
7. 6M NaOH (Sodium hydroxide)
8. 3M Hydrazine HCl (Hydrazine hydrochloride)
9. 1M NH_4NO_3 (Ammonium nitrate)
10. KSCN (Potassium thiocyanate)
11. 1M $Pb(CH_3COO)_2$ (Lead acetate)
12. 1M KNO_3 (Potassium nitrate)
13. 1M $BaCl_2$ (Barium chloride)
14. 1M $(NH_4)_2HPO_4$ (Ammonium phosphate)
15. 1M K_2CrO_4 (Potassium chromate)
16. 1M Magnesia Mixture

17. 0.5M $(NH_4)_2MoO_4$ (Ammonium molybdate)

18. 5M $(NH_4)_2SO_4$ (Ammonium sulphate)

19. CH_3CSNH_2 (Thioacetamide)

เทคนิคที่เกี่ยวข้องในการวิเคราะห์

1. การวิเคราะห์ความเป็นกรด-เบสของสารละลาย

ในการทดสอบความเป็นกรด-เบสของสารละลาย จะใช้กระดาษลิตมัสวางบนกระจกนาฬิกาหรือกระดาษที่สะอาด ใช้แท่งแก้วแตะสารละลายที่ทดสอบแล้วนำไปแตะบนกระดาษลิตมัส *ถ้าสารละลายเป็นกรดจะเปลี่ยนสีกระดาษลิตมัสจากสีน้ำเงินเป็นแดง ถ้าสารละลายเป็นเบสจะเปลี่ยนสีกระดาษลิตมัสจากแดงเป็นน้ำเงิน* การทดสอบความเป็นกรด-เบสนั้น **ห้ามนำกระดาษลิตมัสจุ่มในสารละลายที่ทดสอบ** เพราะอาจทำให้สารละลายปนเปื้อนมลทินที่ติดอยู่กับกระดาษลิตมัสได้

2. การเติมรีเอเจนต์

การเติมรีเอเจนต์ลงในหลอดทดลองนั้น จะต้องเติมในปริมาณที่กำหนดให้เท่านั้น ในกรณีที่การทดลองให้ *"เติมสารลงไปเพียงเล็กน้อย" (add a small amount)* แสดงถึงจุดประสงค์ในขณะนั้น เพื่อให้ได้สารผลิตภัณฑ์ (product) เพียงชนิดเดียวเท่านั้น แต่ถ้าการทดลองให้ *"เติมลงไปมากเกินพอ" (add an excess)* แสดงถึงปริมาณที่มากพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้อย่างสมบูรณ์ ดังนั้นในการทดลองจะต้องเติมรีเอเจนต์ตามที่กำหนดด้วย มิฉะนั้นจะทำให้การทดลองผิดพลาด เสียเวลาและสิ้นเปลืองสารเคมี

3. การตกตะกอน

การตกตะกอนสาร ทำได้โดยการเติมสารที่ทำให้เกิดตะกอน (precipitating agent) อย่างช้าๆ และคนอย่างสม่ำเสมอ ในการทดลองบางขั้นตอนจะพบว่าให้เติมสารที่เป็นรีเอเจนต์บางอย่างลงไปเพื่อทำให้ตะกอนที่ได้เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

"การตกตะกอนอย่างสมบูรณ์" ในความหมายคือให้เติมสารรีเอเจนต์ลงไป จนสังเกตเห็นว่าไม่มีตะกอนเพิ่มขึ้นอีก การสังเกตตะกอนจะทำได้ง่ายขึ้นถ้านำหลอดทดลองดังกล่าวเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยงให้ตะกอนนอนก้นก่อน (ถ้าตะกอนนอนก้นได้ง่าย ไม่จำเป็นต้องนำเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง เพียงตั้งทิ้งไว้สักครู่ตะกอนจะตกลงมาอยู่ที่ก้นหลอดทดลอง) แล้วหยดสารรีเอเจนต์ที่ทำให้เกิดตะกอนลงไป 2-3 หยด หากไม่มีตะกอนเกิดเพิ่มขึ้นในส่วนของน้ำใสชั้นบนอีก ก็แสดงว่าตะกอนตกอย่างสมบูรณ์แล้ว แต่ถ้ายังมีปริมาณตะกอนเพิ่มขึ้น จะต้องหยดสารรีเอเจนต์ต่อไปอีก

สำหรับรีเอเจนต์ที่นิยมใช้ในการตกตะกอนเพื่อวิเคราะห์หาแคตไอออน คือ ไทโออะเซตามีด (Thioacetamide, CH_3CSNH_2) สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซีสได้ทั้งในสภาวะที่เป็นกรดและเบสที่อุณหภูมิ 70-90°ซ เป็นเวลานานประมาณ 5 นาที โดยจะให้ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) เป็นสารผลิตภัณฑ์ H_2S เป็นก๊าซที่เป็นพิษ (ก๊าซไข่เน่า) ไม่ควรสูดดมเข้าร่างกาย

$$CH_3CSNH_2(aq) + 2H_2O(aq) \xrightarrow{\Delta} H_2S(g) + CH_3CONH_2$$

4. การล้างตะกอน

การล้างตะกอนทำให้ตะกอนที่ได้ปราศจากมลทิน เมื่อนำตะกอนออกจากเครื่องหมุนเหวี่ยง จะต้องล้างตะกอนก่อน ซึ่งปกติมักใช้น้ำกลั่นล้าง โดยการเติมน้ำกลั่นประมาณ 1 มล. ลงในหลอดทดลองที่มีแต่เฉพาะตะกอน แล้วใช้แท่งแก้วคนสารละลาย จากนั้นนำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง ทิ้งสารละลายที่ล้างตะกอนออกไป เพื่อแยกตะกอนออกมา ดังรูปที่ 11.3 ตะกอนที่ได้จะมีความบริสุทธิ์ขึ้น ในกรณีที่ตะกอนสามารถละลายในน้ำได้ ต้องใช้สารละลายอื่นในการล้างตะกอน ซึ่งจะระบุไว้ในการทดลอง

การล้างตะกอน เติมน้ำ คน เซนตริฟิวก์อีกครั้ง ทิ้งน้ำล้างตะกอน

รูปที่ 11.3 การล้างตะกอนที่ได้จากเครื่องหมุนเหวี่ยง

5. การให้ความร้อนแก่สารละลาย

ในการวิเคราะห์จะไม่ให้ความร้อนแก่หลอดทดลองโดยตรง เนื่องจากปริมาณของสารในหลอดทดลองมีน้อย การให้ความร้อนแก่สารด้วยเปลวไฟอาจทำให้สารละลายเดือดพุ่งออกมาจากหลอดได้ ดังนั้นเพื่อป้องกันอันตรายที่เกิดขึ้น จึงใช้**อ่างน้ำร้อน** (water bath) ในการให้ความร้อนแก่หลอดทดลอง

6 การล้างหลอดทดลอง

หลอดทดลองที่ใช้ในคุณภาพวิเคราะห์จะต้องสะอาดเสมอ เมื่อทำการทดลองเสร็จ ต้องทำความสะอาดโดยใช้แปรงล้างหลอดทดลองจุ่มน้ำยาล้างเครื่องแก้วล้างให้สะอาด แล้วจึงใช้น้ำกลั่นกลั้วหลอดทดลองก่อนใช้หรือเก็บเข้าตู้