

การวิเคราะห์แอนไอออน

(Anion Analysis)

12

จุดประสงค์

1. เพื่อศึกษาวิธีการวิเคราะห์แอนไอออนจากสารตัวอย่าง
2. เพื่อศึกษาเทคนิคในคุณภาพวิเคราะห์

ทฤษฎี

แอนไอออนเป็นไอออนที่มีประจุลบ มีทั้งที่เป็นอะตอมเดี่ยว เช่น เฮไลด์ไอออน (Cl^- , F^- , Br^-) หรือ เป็นอนุมูล เช่น ซัลเฟตไอออน (SO_4^{2-})

หลักในการจำแนกชนิดของแอนไอออนนั้นจะขึ้นอยู่กับหลักการวิเคราะห์ที่สำคัญดังต่อไปนี้

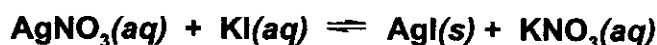
1. ความสามารถในการเกิดตะกอน (precipitate) กับแคตไอออนอื่น เช่น Ag^+ หรือ Ba^{2+} ในสารละลายกรดหรือด่าง เช่น

การทำปฏิกิริยาของซัลเฟต (SO_4^{2-}) กับแบเรียมคลอไรด์ ในสารละลายเบสของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เกิดตะกอนแบเรียมซัลเฟต



แต่สำหรับไฮโอไดต์ สามารถทำให้เกิดตะกอนได้ด้วยซิลเวอร์ไนเตรตในสารละลายกรดไนตริกเจือจาง

การวิเคราะห์แอนไอออน



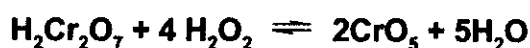
2. ความเป็นกรดของไอออนที่เป็นแอนไอออน เป็นชนิดแอนไอออนของกรดแก่หรือกรดอ่อน

3. แอนไอออนที่ทำปฏิกิริยากับกรดแล้วเกิดก๊าซ (volatile acid) เช่น สารประกอบของคาร์บอเนต ซัลไฟด์ หรือไนเตรต จะเกิดก๊าซได้เมื่อเติมกรดลงไป

4. แอนไอออนที่สนใจเป็นตัวออกซิไดส์ ตัวรีดิวซ์ หรือเป็นทั้งตัวออกซิไดส์และตัวรีดิวซ์ แอนไอออนที่มีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ ได้แก่ ซัลไฟท์ โบรไมต์ ไอโอไดต์ และซัลไฟด์ ดังนั้นจะทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดส์ เช่น โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) ในสารละลายกรดได้ Mn^{2+} ดังตัวอย่างปฏิกิริยาของคลอไรด์



แต่แอนไอออนบางตัวจะมีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ เช่น CrO_4^{2-} $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ MnO_4^- จึงสามารถทำปฏิกิริยากับตัวรีดิวซ์ได้ เช่น ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ที่ทำปฏิกิริยากับเปอร์โครมิก ไดโครมิก ไดเปอร์ออกไซด์ (CrO_5)



ตารางข้างล่างจะเป็นการจัดแอนไอออนเป็นหมู่ต่างๆ ตามปฏิกิริยาการเกิดตะกอนกับแคตไอออน

หมู่ที่	ชื่อ	สมบัติของแอนไอออน	ชนิดของแอนไอออน
1	หมู่ซัลเฟต	ตกตะกอนกับ Ba^{2+} ในสารละลายเบสเจือจาง	SO_4^{2-} SO_3^{2-} AsO_4^{3-} AsO_3^{3-} PO_4^{3-} BO_3^{3-} SiO_3^{2-}
2	หมู่เฮไลด์	ตกตะกอนกับ Ag^+ ในสารละลายกรด	Cl^- Br^- I^- S^{2-}
3	หมู่ไนเตรต	ไม่ตกตะกอนกับ Ba^{2+} และ Ag^+	NO_3^- NO_2^- $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2^-$

ในการวิเคราะห์สารประกอบอนินทรีย์นั้น มีทั้งแคตไอออนและแอนไอออนรวมกันอยู่ จึงต้องแยกแคตไอออนและแอนไอออนออกจากกันก่อน โดยนำสารตัวอย่างมาต้มกับสารประกอบอัมตัวของโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3 excess) แคตไอออนมีประจุบวกจะรวมตัวกับคาร์บอเนตเป็นเกลือคาร์บอเนตที่ไม่ละลายน้ำ ส่วนแอนไอออนจะรวมตัวกับโซเดียมเป็นเกลือโซเดียมซึ่งละลายได้ในน้ำ เรียกว่า *soda solution* และเมื่อนำมาวิเคราะห์หาชนิดของแอนไอออน จะต้องทำให้เป็นกรดด้วย 6M CH_3COOH แล้วต้มไล่ CO_2 ออกไปก่อน

แอนไอออนที่สนใจในวิชานี้ จะมีอยู่ 8 ชนิด คือ

ซัลไฟด์ไอออน (S^{2-}) ซัลเฟตไอออน (SO_4^{2-}) คาร์บอเนตไอออน (CO_3^{2-})

ฟอสเฟตไอออน (PO_4^{3-}) คลอไรด์ไอออน (Cl^-) ไอโอดิดไอออน (I^-)

โบรไมด์ไอออน (Br^-) ไนเตรตไอออน (NO_3^-)

ตารางแสดงสมบัติของสารประกอบของแอนไอออนกับโลหะบางชนิด

แอนไอออน	Ag^+	Ba^{2+}	Pb^{2+}
S^{2-}	Ag_2S (ดำ) ละลายได้ใน HNO_3 เข้มข้นที่ร้อน และ HNO_3 เจือจางที่ร้อน	ไม่เกิดตะกอน	PbS (ดำ) ละลายใน HNO_3
SO_4^{2-}	Ag_2SO_4 (ขาว)	BaSO_4 (ขาว) ไม่ละลายใน HNO_3 เจือจาง และ HCl เจือจาง แต่ละลายใน HCl เข้มข้นขณะร้อน	PbSO_4 (ขาว) ละลายใน H_2SO_4 เข้มข้นที่ร้อน และละลายใน $\text{CH}_3\text{COONH}_4$
Cl^-	AgCl (ขาว) ไม่ละลายในน้ำ และใน HNO_3 เจือจาง แต่ละลายใน NH_3	BaCl_2 (ขาว)	PbCl_2 (ขาว) ละลายได้ดีในน้ำร้อน

การวิเคราะห์แอนไอออน

แอนไอออน	Ag ⁺	Ba ²⁺	Pb ²⁺
Br ⁻	AgBr (ครีม) ไม่ละลายในน้ำ และ HNO ₃ แต่ละลายใน NH ₃ และละลายได้ดีในไซเตียมไทโอซัลเฟต	ไม่เกิดตะกอน	PbBr ₂ (ขาว) ละลายได้ดีในน้ำร้อน
I ⁻	AgI (เหลือง)	ไม่เกิดตะกอน	PbI (เหลือง) ละลายได้ในน้ำร้อนจัด
CO ₃ ²⁻	Ag ₂ CO ₃ (ขาว) ละลายใน NH ₃ และ HNO ₃	BaCO ₃ (ขาว) ละลายใน H ₂ CO ₃ และ HCl	PbCO ₃ ละลายใน HNO ₃
PO ₄ ³⁻	Ag ₃ PO ₄ (เหลือง) ละลายใน NH ₃ เจือจาง และ HNO ₃ เจือจาง	BaHPO ₄ (ขาว) ละลายใน CH ₃ COOH และ HCl เจือจาง	Pb ₃ (PO ₄) ₃ (ขาว) ละลายใน HNO ₃

ปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องกับแอนไอออน

ซัลไฟด์ไอออน (sulfide ion, S²⁻)

ซัลไฟด์ของโลหะอัลคาไลด์ สามารถละลายในน้ำได้ดี โดยปกติซัลไฟด์ของโลหะอื่นจะไม่ละลายน้ำ

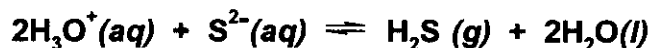
ปฏิกิริยาที่สำคัญ

1. Silver nitrate solution, AgNO₃ ได้ตะกอนสีดำของซิลเวอร์ซัลไฟด์ (Ag₂S) ไม่ละลายในกรดไนตริกเจือจางที่เย็น แต่เมื่อนำไปต้มสามารถถูกละลายได้



2. Lead acetate solution, Pb(CH₃COO)₂ ได้ตะกอนสีดำของเลดซัลไฟด์ (PbS) และละลายได้ในกรดไนตริกเจือจางที่ร้อน

3. **Dilute hydrochloric acid, HCl** ซัลไฟด์ไอออนที่เป็นแอนไอออนของกรดอ่อนที่ระเหยง่าย คือ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) มีกลิ่นฉุนเฉพาะตัวและสามารถทำปฏิกิริยากับเกลือของตะกั่ว (เลดอะซิเตต, $Pb(CH_3COO)_2$) ที่ซบบนกระดาษกรองกระดาษกรองจะเปลี่ยนเป็นสีดำของเลดซัลไฟด์ (PbS)

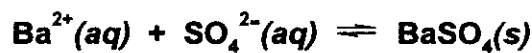


ซัลเฟตไอออน (sulfate ion, SO_4^{2-})

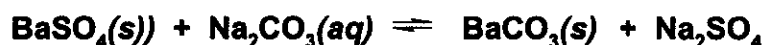
ซัลเฟตไอออนเป็นแอนไอออนของกรดแก่ และสามารถทำปฏิกิริยากับไอออนของโลหะเกิดตะกอนได้

ปฏิกิริยาที่สำคัญ

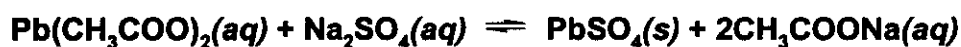
1. **Barium chloride solution, $BaCl_2$** เกิดตะกอนสีขาวของแบเรียมซัลเฟต ($BaSO_4$) ซึ่งไม่ละลายในกรดไนตริกเจือจางและกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง แต่ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นที่ร้อน



ถ้านำแบเรียมซัลเฟตไปต้มกับสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตจะได้ตะกอนของแบเรียมคาร์บอเนต



2. **Lead acetate solution, $Pb(CH_3COO)_2$** เกิดตะกอนสีขาวของเลดซัลเฟต ($PbSO_4$) ละลายได้ดีในกรดซัลฟูริกเข้มข้นและในสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต

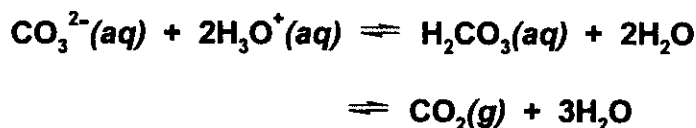


3. **Silver nitrate solution, $AgNO_3$** เกิดตะกอนสีขาวของซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4)



คาร์บอเนตไอออน (carbonate ion, CO_3^{2-})

คาร์บอเนตไอออนเป็นแอนไอออนของกรดอ่อน เมื่อทำปฏิกิริยากับกรดแก่ จะเกิดก๊าซ (volatile acid)



สำหรับการทดสอบคาร์บอเนตจะได้ก๊าซที่ไม่มีสีและไม่มีกลิ่นคือก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) สามารถตรวจสอบได้โดยการผ่านก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ลงในน้ำปูนใส ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) จะได้ตะกอนสีขาวของแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3)

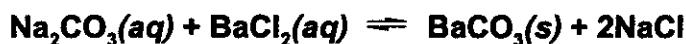


ปฏิกิริยาที่สำคัญของคาร์บอเนตไอออน เมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนต

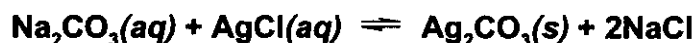
1. Dilute hydrochloric acid, HCl คาร์บอเนตสามารถทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกได้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ซึ่งสามารถกับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ดังสมการข้างต้น



2. Barium chloride solution, BaCl_2 หรือ Calcium chloride solution, CaCl_2 เกิดตะกอนสีขาวของแบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และแคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ตามลำดับ ตะกอนที่เกิดขึ้นสามารถละลายได้ในกรดคาร์บอนิกและกรดไฮโดรคลอริก



3. Silver nitrate solution, AgCl ได้ตะกอนสีขาวของซิลเวอร์คาร์บอเนต (Ag₂CO₃) ซึ่งละลายในกรดไนตริกและในสารละลายแอมโมเนีย



คลอไรด์ไอออน (chloride ion, Cl⁻) โบรไมด์ไอออน (bromide ion, Br⁻) และ ไอโอดิดไอออน (iodide ion, I⁻)

ไอออนเหล่านี้เป็นแอนไอออนของกรดแก่ที่ทำปฏิกิริยากับซิลเวอร์ไอออน (Ag⁺) ได้เกลือซิลเวอร์ที่ไม่ละลายน้ำ แต่จะละลายในสารละลายกรด แอนไอออนทั้งสามชนิดจะให้สีของตะกอนแตกต่างกัน



สีขาว



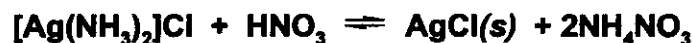
สีเหลืองอ่อน



สีเหลืองเข้ม

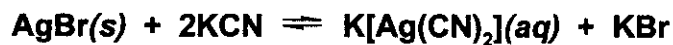
ตะกอนซิลเวอร์ทั้งสามชนิดไม่ละลายในน้ำและไม่ละลายในกรดไนตริกเจือจาง แต่บางชนิดละลายในสารละลายแอมโมเนีย ดังนั้นจึงทดสอบได้ด้วยการละลายในสารละลายแอมโมเนีย ซิลเวอร์คลอไรด์ละลายได้ดี ซิลเวอร์โบรไมด์ละลายได้เล็กน้อย และซิลเวอร์ไอโอดิดไม่ละลายในสารละลายแอมโมเนีย

การตรวจสอบซิลเวอร์คลอไรด์นั้น จึงทำโดยการละลายด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และตะกอนสามารถกลับคืนมาได้เมื่อเติมกรดไนตริกลงไปอีกครั้ง

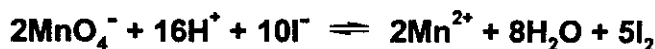
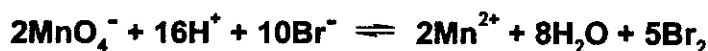
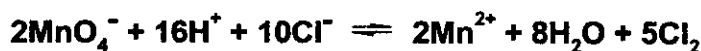


การวิเคราะห์แอนไอออน

การตรวจสอบซิลเวอร์โบรไมด์ (AgBr) ที่ละลายได้เล็กน้อยในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และละลายได้ดีในโพแทสเซียมไซยาไนด์



ทั้งคลอไรด์ไอออน โบรไมด์ไอออน และไอโอดีนไอออน นั้นสามารถถูกออกซิไดส์ได้ง่ายด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในกรด (KMnO_4/H^+) และในน้ำคลอรีน (chlorine water, Cl_2) ได้ฮาโลเจนอิสระของ Cl_2 Br_2 และ I_2 ตามลำดับ ดังสมการ



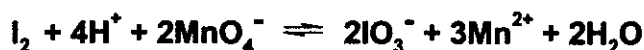
ฮาโลเจนอิสระจะให้สีที่แตกต่างกันในตัวทำละลายคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (CCl_4) หรือ ไคคลอโรมีเทน (CH_2Cl_2) ดังนี้

Cl_2 ไม่ให้สีในชั้นของ CCl_4

Br_2 ให้สีเหลืองในชั้นของ CCl_4

I_2 ให้สีม่วงในชั้นของ CCl_4

ในกรณีที่สารละลายมีทั้งโบรไมด์ไอออนและไอโอดีนไอออนปนกันอยู่ เมื่อถูกออกซิไดส์แล้ว สีของไอโอดีน (I_2) ในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (สีม่วง) จะบดบังสีของโบรมีน (Br_2) ในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (สีเหลือง) จึงจำเป็นต้องแยกไอโอดีนออกมาก่อน โดยเติม KMnO_4 ลงไปเรื่อยๆ จนสีม่วงหายไป และจะปรากฏสีเหลืองของโบรมีนในคาร์บอนเตตระคลอไรด์ขึ้นแทน ทั้งนี้เนื่องจาก KMnO_4 จะออกซิไดส์ไอโอดีนให้เป็นไอโอเดตไอออน (IO_3^-) ไม่มีสี ดังสมการ



ฟอสเฟตไอออน (phosphate ion, PO_4^{3-})

เป็นแอนไอออนของกรดอ่อน (กรดฟอสฟอริก, H_3PO_4) และไม่ระเหย สามารถเกิดปฏิกิริยากับแบเรียมไอออนในสารละลายแอมโมเนียเจือจาง เกิดตะกอนขาวของแบเรียมซัลเฟตได้



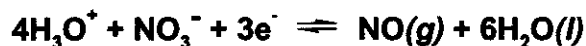
การทดสอบฟอสเฟตไอออนใช้สมบัติการตกตะกอนกับสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต (ammonium molybdate, $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$)^{II} ในกรด ทำให้ PO_4^{3-} ในสารละลายที่เป็นกรดอยู่ในรูปของ HPO_4^{2-} หรือ H_2PO_4^- จะได้ตะกอนสีเหลืองของแอมโมเนียมฟอสฟอโมลิบเดต (ammonium phosphomolybdate, $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$) ซึ่งสามารถละลายได้ในสารละลายแอมโมเนีย



ในการทดสอบหาฟอสเฟตไอออน พบว่าซัลไฟด์ไอออนสามารถเกิดปฏิกิริยาสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดตในกรดได้ด้วย ดังนั้นจึงต้องแยกซัลไฟด์ไอออนออกมาก่อน โดยการเติมกรดไฮโดรคลอริกแล้วนำไปต้ม

ไนเตรตไอออน (nitrate ion, NO_3^-)

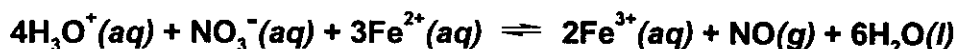
ในการวิเคราะห์หาไนเตรตไอออน ไม่สามารถใช้วิธีการตกตะกอนได้ เนื่องจากตะกอนไนเตรตทุกตัวละลายน้ำได้ จึงต้องทำปฏิกิริยากับตัวรีดิวซ์อื่น ไนเตรตไอออนเป็นตัวออกซิไดส์ที่ดีในสารละลายที่เป็นกรด



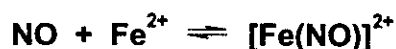
^{II} แอมโมเนียมโมลิบเดต ทางการค้า ใช้สูตร $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

การวิเคราะห์แอนไอออน

สำหรับ HNO_3 จะมีทั้ง H^+ และ NO_3^- ที่เป็นตัวออกซิไดซ์ทั้งคู่ แต่ NO_3^- เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรงกว่า H^+ ดังนั้น NO_3^- สามารถออกซิไดส์เฟอร์รัสไอออน (ferrous ion, Fe^{2+}) เป็นเฟอร์ริกไอออน (ferric ion, Fe^{3+}) ได้



ไนตริกออกไซด์ (NO) ที่เกิดขึ้น จะทำปฏิกิริยาได้อย่างรวดเร็วกับเฟอร์รัสไอออน ได้สารประกอบเชิงซ้อนสีน้ำตาลของ $[\text{Fe}(\text{NO})]^{2+}$ เกิดขึ้น การทดลองนี้เรียกว่า การทดสอบวงแหวนสีน้ำตาล (Brown ring test)



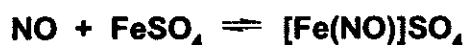
การทดสอบหาไนเตรตไอออน จะอาศัยการเกิดวงแหวนสีน้ำตาล โดยทำปฏิกิริยากับเฟอร์รัสซัลเฟต (Ferrous sulphate solution, FeSO_4) และกรดซัลฟูริกเข้มข้น การทดสอบมีได้ 2 วิธี

วิธีที่ 1. เติม 1 มล. ของสารละลายอิมัตัวของเฟอร์รัสซัลเฟต ลงในสารละลายไนเตรตไอออน และเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นอย่างช้าๆ ในหลอดทดลอง จะปรากฏรอยต่อสีน้ำตาลเกิดขึ้นเป็นวง

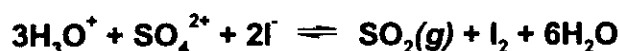
วิธีที่ 2. เติม 2 มล. ของกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงในสารละลายไนเตรตไอออน คนให้ทั่ว ทำให้เย็นลงโดยแช่น้ำแข็ง และเติมสารละลายอิมัตัวของเฟอร์รัสซัลเฟตอย่างช้าๆ ในหลอดทดลอง จะพบวงแหวนสีน้ำตาลเกิดขึ้นที่รอยต่อของสารละลายทั้งสอง

วงแหวนสีน้ำตาลที่เกิดขึ้นคือ เฟอร์สไนโตรซซัลเฟต (Ferrous nitroso sulfate, $[\text{Fe}(\text{NO})]\text{SO}_4$) เมื่อเขย่าและทำให้ร้อนวงแหวนดังกล่าวจะหายไป ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเมื่อใช้สารละลายโซเดียมไนเตรต เป็นดังสมการ





นอกจากนี้ยังพบว่า I^- และ Br^- มีผลทำให้เกิดวงแหวนสีน้ำตาลจากการถูกออกซิไดส์ด้วย H_2SO_4 เข้มข้น เกิด I_2 และ Br_2 ตามลำดับ ซึ่งจะมีสีน้ำตาลระหว่างรอยต่อของสารละลายด้วยเช่นเดียวกัน ดังนั้นก่อนทดสอบหาไนเตรตไอออนต้องแยกไอออนของไอโอดีนและโบรมีนออกมาก่อน โดยตกตะกอนกับสารละลายอิมตัวของซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) เพื่อให้เกิดเป็นตะกอนของเกลือซิลเวอร์ คือ AgI และ AgBr



ตารางที่ 1 เป็นปฏิกิริยาของแอนไอออนกับไอออนของโลหะต่างๆ และสมบัติของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้

วิธีการวิเคราะห์แอนไอออนในสารตัวอย่าง

การเตรียม soda solution

แบ่งสารตัวอย่าง 1 มล. หรือ 0.1 กรัม (ถ้าสารตัวอย่างเป็นของแข็ง) ใส่ขามกระเบื้อง เติมน้ำกลั่น 10 มล. แล้วทดสอบความเป็นกรด-เบสด้วยกระดาษลิตมัส (ถ้าสารละลายเป็นกรดให้เติม 6M NaOH จนกระทั่งสารละลายเป็นเบสก่อน) เติมสารละลายอิมตัวของโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) 5 มล. ต้มด้วยไฟอ่อนๆ จนเดือดประมาณ 10 นาที คอยเติมน้ำกลั่น อย่าให้แห้ง ถ้ามีตะกอนให้นำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง ทั้งส่วนของตะกอน (ซึ่งเป็นแคตไอออน) จากนั้นนำเซนติฟิวเกตไปหยด 6M CH_3COOH จนกระทั่งสารละลายเป็นกรด อุ่นในอ่างน้ำร้อนเพื่อไล่ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2)

TABLE 1
The Behavior of Some Negative Ions with the metallic ions Ag^+ , Ba^{2+} , Ca^{2+} , and Pb^{2+}

Negative ions	Metallic ions			
	Ag^+	Ba^{2+}	Ca^{2+}	Pb^{2+}
NO_3^-	Soluble	Soluble	Soluble	Soluble
Cl^- , Br^- , I^-	AgCl , white; AgBr , cream, AgI , yellow. All insoluble in HNO_3 . AgCl soluble AgBr slightly soluble, and AgI insoluble, in NH_3	Soluble	Soluble	PbCl_2 and PbBr_2 , white, soluble in hot water. PbI_2 , yellow, slightly soluble in hot water
SO_4^{2-}	Moderately soluble	BaSO_4 , white, insoluble in HNO_3	CaSO_4 , white, slightly soluble	PbSO_4 , white, insoluble in HNO_3
SO_3^{2-}	Ag_2SO_3 , white, soluble in NH_3 and in HNO_3	BaSO_3 , white, soluble in HNO_3	CaSO_3 , white, soluble in HNO_3	PbSO_3 , white, soluble in HNO_3
S^{2-}	Ag_2S , black, soluble in hot, conc. HNO_3	Soluble	Soluble	PbS , black, soluble in HNO_3
PO_4^{3-}	Ag_3PO_4 , yellow, soluble in NH_3 and in HNO_3	$\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$, white, soluble in HNO_3	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, white, soluble in HNO_3	$\text{Pb}_3(\text{PO}_4)_2$, white, soluble in HNO_3
CO_3^{2-}	Ag_2CO_3 , white, soluble in NH_3 and in HNO_3	BaCO_3 , white, soluble in HNO_3	CaCO_3 , white, soluble in HNO_3	PbCO_3 , white, soluble in HNO_3

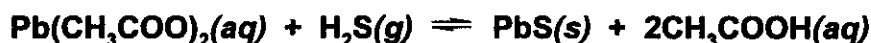
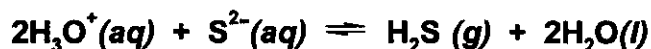
การวิเคราะห์แอนไอออน

การทดสอบสำหรับซัลไฟด์ไอออน (sulfide ion, S²⁻)

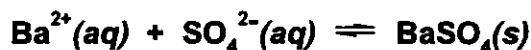
1. เตรียมกระดาษกรองซบสารละลายเลดอะซิเตต (lead acetate, Pb(CH₃COO)₂)

2. แบ่งสารละลายตัวอย่างมา 1 มล. ใส่หลอดทดลอง เติม 6M HCl 5-6 หยด นำกระดาษกรองที่เตรียมไว้มาอังที่ปากหลอด ถ้าเกิดสีดำหรือสีน้ำตาลของ PbS₂ บนกระดาษกรองแสดงว่ามี S²⁻ ในสารตัวอย่าง

3. ถ้ากระดาษกรองไม่เปลี่ยนสีให้นำไปอุ่นในอ่างน้ำร้อนที่อยู่ใกล้ตู้ดูดควัน สังเกตดูการเปลี่ยนแปลงอีกครั้ง

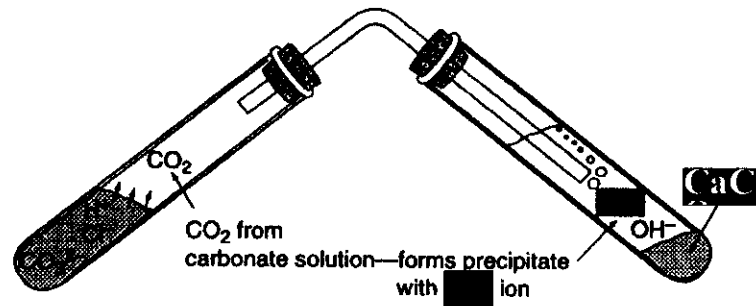
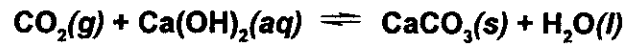
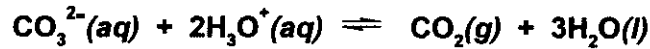
การทดสอบสำหรับซัลเฟตไอออน (sulfate ion, SO₄²⁻)

แบ่งสารตัวอย่างมา 1 มล. ทำให้เป็นกรดด้วย 6M HCl แล้วเติม 0.1M BaCl₂ 1 มล. ถ้าเกิดตะกอนสีขาวของ BaSO₄ แสดงว่าสารตัวอย่างมี SO₄²⁻

การทดสอบสำหรับคาร์บอเนตไอออน(carbonate ion, CO₃²⁻)

แบ่งสารตัวอย่างมา 1 มล. ใส่หลอดทดลองที่ปลายหลอดมีจุกยางที่มีหลอดนำก๊าซเสียบอยู่ โดยที่อีกปลายด้านหนึ่งของหลอดนำก๊าซจุ่มอยู่ในสารละลายอิมตัวของแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Ca(OH)₂) ดังรูปที่ 11.1

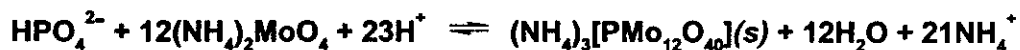
เติม 6M HCl 2-3 หยด รีบปิดจุกยาง นำไปอุ่นในอ่างน้ำร้อน ถ้ามีตะกอนสีขาวของ CaCO₃ เกิดขึ้นในหลอดที่ใส่ Ca(OH)₂ แสดงว่ามี CO₃²⁻ ในสารตัวอย่าง



รูปที่ 11.1 เทคนิคการทดสอบคาร์บอนไดออกไซด์ในสารตัวอย่าง

การทดสอบสำหรับฟอสเฟตไอออน (phosphate ion, PO_4^{3-})

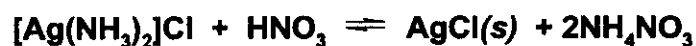
แบ่งสารตัวอย่าง 1 มล. ใส่หลอดทดลอง ทำให้เป็นเบสด้วย 6M NH_4OH เดิม magnesia mixture^๕ 1 มล. จะได้ตะกอนขาวของ $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4$ (magnesium ammonium phosphate เป็นตะกอนที่ละลายได้ในกรด) ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนสมบูรณ์นาน 5 นาที (ถ้าไม่เกิดตะกอนแสดงว่าไม่มี PO_4^{3-}) นำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง แล้วล้างตะกอนด้วย 1 มล. ของ magnesia mixture นำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยงอีกครั้ง แล้วละลายตะกอนที่ได้ด้วย 6M HNO_3 1 มล. นำไปอุ่นนาน 3 นาที เดิม แอมโมเนียมโมลิบเดต, $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 1 มล. ถ้าได้ตะกอนสีเหลืองของแอมโมเนียมฟอสฟอโมลิบเดต (ammonium phosphomolybdate, $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$) แสดงว่ามี PO_4^{3-} แต่ถ้าสารตัวอย่างมี S^{2-} อยู่ด้วย จะมีผลต่อการทดสอบ PO_4^{3-} จึงต้องกำจัด S^{2-} ก่อน โดยทำสารละลายให้เป็นกรดและต้มไล่ H_2S ออกไปก่อน



^๕ Magnesium Nitrate Reagent หรือ Magnesia Mixture ประกอบด้วย $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, NH_4NO_3 และ NH_3

การทดสอบสำหรับคลอไรด์ไอออน (chloride ion, Cl⁻)

แบ่งสารตัวอย่าง 1 มล. ใส่บีกเกอร์ขนาดเล็กเติม 1M K₂CrO₄ 5 หยด (เพื่อทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับเฮไลด์อื่น เช่น Br⁻ และ I⁻ ให้เป็น Br₂ และ I₂) เติม 6M HNO₃ 5 มล. นำไปต้มบนแผ่นให้ความร้อน (hot plate) ในตู้ดูดควัน (เพื่อต้มไล่ H₂S แยก S²⁻ ออกไป) ทำให้สารละลายเหลือประมาณครึ่งหนึ่ง แล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็น เติสารละลายใส่หลอดทดลอง เติม 0.1M AgNO₃ 1 มล. นำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่น (ถ้าไม่มีตะกอนแสดงว่าไม่มี Cl⁻) นำตะกอนที่ได้ไปละลายด้วย 6M NH₄OH จนตะกอนละลายหมด คนให้ทั่ว ถ้ายังมีตะกอนให้นำเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง แล้วนำเฉพาะสารละลายมาเติม 6M HNO₃ จนเป็นกรด จะได้ตะกอนของ AgCl กลับมาอีกครั้ง แสดงว่ามี Cl⁻ อยู่ในสารละลายตัวอย่าง



การทดสอบสำหรับไอโอไดด์และโบรไมด์ไอออน (I⁻ และ Br⁻)

วิธีที่ 1 แบ่งสารตัวอย่าง 1 มล. ใส่หลอดทดลองขนาดเล็กทำให้เป็นกรดด้วย 6M HNO₃ แล้วเติมเพิ่มอีก 10 หยด นำมาเติม CH₂Cl₂ หรือ CCl₄ 1 มล. และน้ำคลอรีน 2 หยด สารละลายจะแบ่งเป็นสองชั้น เขย่าแรงๆ สังเกตสีของสารละลายในชั้นล่าง (CH₂Cl₂ หรือ CCl₄)

วิธีที่ 2 แบ่งสารตัวอย่าง 1 มล. ใส่หลอดทดลองนำไปต้มในอ่างน้ำร้อนนาน 5 นาที เพื่อไล่ S²⁻ ที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง เติม 0.1M FeCl₃ 1 มล. และเฮกเซน 1 มล. เขย่าหลอดทดลองแรงๆ สังเกตสีในชั้นของเฮกเซน (ชั้นล่าง)

ถ้าสารละลายมีสีเหลืองแสดงว่ามี Br^- ในสารตัวอย่าง แต่ถ้าสารละลายมีสีม่วง (มี I^- ในสารตัวอย่าง) ต้องนำไปทดสอบหา Br^- ด้วย

ถ้าสารละลายมีสีม่วงแสดงว่ามี I^- ในสารตัวอย่าง นำสารละลายที่ได้ไปทดสอบหา Br^- โดยเติม KMnO_4 ที่ละลายจนสีม่วงของสารละลายชั้นล่างหายไปและถ้าสารละลายชั้นล่างที่ได้มีสีเหลืองออกน้ำตาลแสดงว่าสารตัวอย่างมีทั้ง I^- และ Br^-

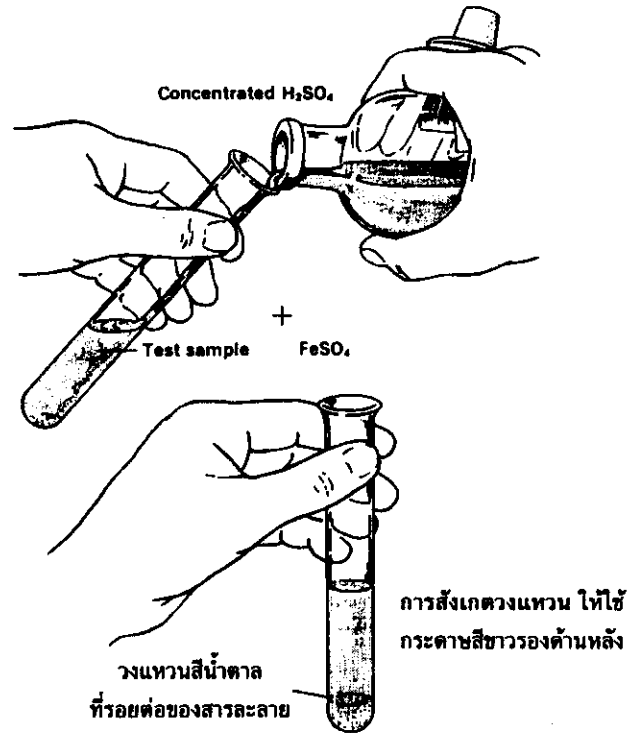
การทดสอบสำหรับไนเตรตไอออน (nitrate ion, NO_3^-)

แบ่งสารตัวอย่าง 1 มล. ใส่หลอดทดลองทำให้เป็นกรดด้วย 6M CH_3COOH แล้วตกตะกอนให้สมบูรณ์ด้วย $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ นำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง ที่ตะกอน (PbI , PbS และ PbSO_4) นำสารละลายที่ได้เติม 0.04M Ag_2SO_4 2 มล. และ 5 หยด ของ 3M H_2SO_4 ถ้ามีตะกอน (อาจเป็น AgCl , AgBr หรือ AgI) ให้นำไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยง ที่ตะกอน เติมผลึกของ FeSO_4 ประมาณหนึ่งปลายช้อน ตักสารด้านเล็ก ลงในสารละลาย แล้วคนให้ละลาย แล้วจึงเอียงหลอดทำมุม 45° ค่อยๆ รินกรดซัลฟูริกเข้มข้น (H_2SO_4 conc.) 1 มล. ดังรูปที่ 12.2 ถ้ามีวงแหวนสีน้ำตาลเกิดขึ้นที่รอยต่อระหว่างกรดซัลฟูริกและสารละลายแสดงว่าสารตัวอย่างมี NO_3^-



ถ้าสารตัวอย่างมีสารประกอบเฮไลด์ (Br^- , I^- และ Cl^-) อยู่ด้วย ต้องแยกออกก่อน เพราะ Br^- และ I^- เมื่ออยู่ใน H_2SO_4 เข้มข้น จะเกิด Br_2 และ I_2 ขึ้นระหว่างชั้นของสารละลายได้วงแหวนสีน้ำตาลเช่นเดียวกัน การกำจัดสารประกอบเฮไลด์ทำได้โดยการเติมสารละลายซิลเวอร์ซัลเฟต แต่จะให้ดีขึ้น ถ้าใช้สารละลายแอมโมเนียคอลล

ซิลเวอร์ซัลเฟต (ammoniacal silver sulphate solution, $[Ag(NH_3)_2]_2SO_4$) \rightarrow นำไป
เซนต์ปีวีสแยกตะกอนออกไป นำสารละลายไปวิเคราะห์หาไนเตรตไอออน



รูปที่ 12.2 เทคนิคสำหรับทดสอบไนเตรต

\rightarrow ammoniacal silver phosphate solution เตรียมได้จากละลาย 7-8 กรัมของ Ag_2SO_4 ใน 25 มล. ของ 4N ammonium solution แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 100 มล.

การวิเคราะห์แอนไอออน

ผลการทดลอง

แอนไอออน	สมการสุทธิ	ผลการทดลอง
1. S ²⁻		
2. SO ₄ ²⁻		
3. CO ₃ ²⁻		
4. PO ₄ ³⁻		
5. Cl ⁻		
6. I ⁻		
7. Br ⁻		
8. NO ₃ ⁻		

*** เฉพาะแอนไอออนที่พบในสารตัวอย่าง

สรุปผลการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

สารตัวอย่างเบอร์ มีแอนไอออนดังต่อไปนี้

1.

2.

3.

4.