

Electrogravimetric Method

บทที่ 8

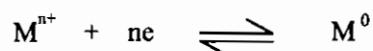
วิธีอิเล็กโทรกราวิเมต릭

Electrogravimetric Method

หลักการ (Principle)

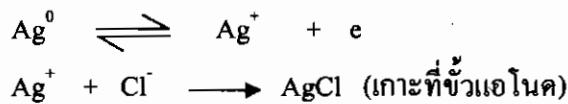
การทำอิเล็กโทรลิซิสสารละลายที่ประกอบด้วยไอออนของโลหะต่างๆ ถ้าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่เซลล์เพียงพอที่จะทำให้ไอออนเหล่านั้นเกิดปฏิกิริยาตัวกันได้ ไอออนเหล่านั้นจะเกิดการรับอิเล็กตรอนแล้วเกิดเป็นโลหะอิสระขึ้นซึ่งโลหะที่เกิดขึ้นนี้สามารถเกาะที่ขั้วแคโทดได้ ถ้ามีการซั่งขั้วก่อนที่จะมีโลหะมาเกาะกับขั้วเหล็กที่มีโลหะมาเกาะก็สามารถดูดหัวนักของโลหะที่เกิดขึ้นในการเกิดอิเล็กโทรลิซิสได้ วิธีการที่นำเทคนิคของการเกิดอิเล็กโทรลิซิสและการซั่งน้ำหนักรวมกันเป็นการวิเคราะห์หาปริมาณวิธีหนึ่งเรียกว่าวิธีอิเล็กโทรกราวิเมต릭 (Electrogravimetric method) ซึ่งการวิเคราะห์โดยวิธีนี้สามารถทำได้ทั้งการหาปริมาณของแคทไอดอนและแอนไอดอน

ในกรณีที่เป็นไอดอนของโลหะ ไอดอนเหล่านี้จะเกิดปฏิกิริยาตัวกันได้โลหะที่เกาะขั้วแคโทด



สำหรับขั้วที่ใช้ควรเป็นขั้วแพลตินัม เพราะแพลตินัมเป็นโลหะที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดีและไม่เกิดปฏิกิริยากับกรดหรือเบส นอกจากนี้ยังเป็น inert electrode คือไม่เกิดปฏิกิริยาเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าสูงๆ ในการทำรีดักชันไอดอนของโลหะ

ในกรณีที่เป็นแอนิโอดอน เช่น คลอร์ไอกอนสามารถวิเคราะห์หาปริมาณได้โดยใช้ข้อเงินเป็นแอนิโอดจะเกิดตะกอนเงินคลอร์เ加ตที่ขึ้นและในครั้งน้ำหนักได้เช่นเดียวกัน

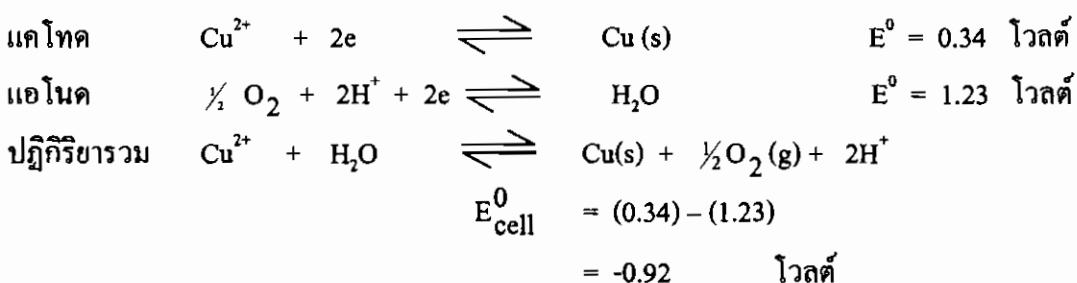


ในการทำอิเล็กโทรลิซสามารถทำได้ 3 วิธี คือ

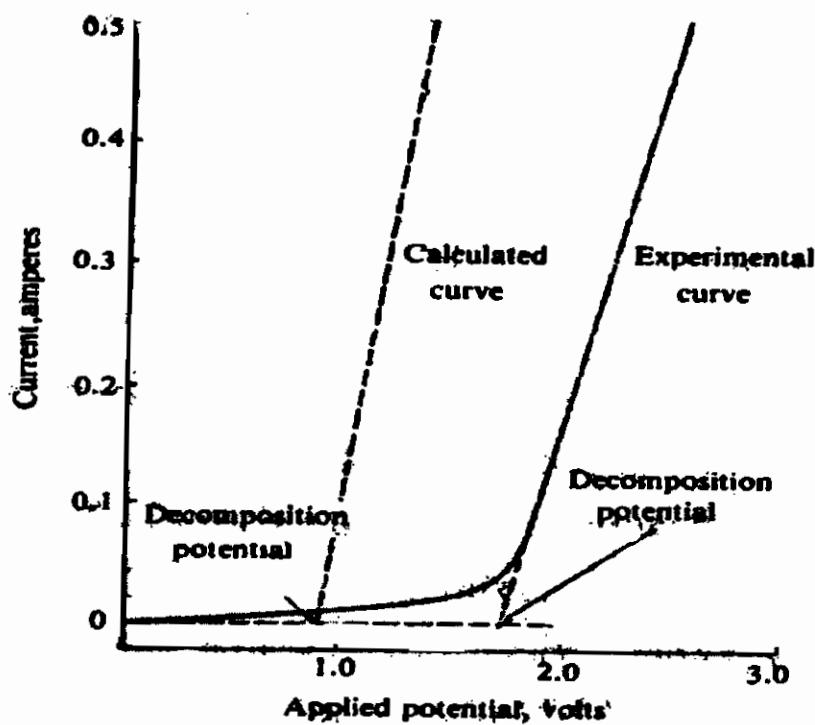
- 1) การควบคุมเซลล์ให้มีศักย์ไฟฟ้าคงที่
- 2) การควบคุมกระแสให้คงที่วิธีนี้ไม่ค่อยนิยมใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีอิเล็กโทรกราวิเมตริก จะนำไปประยุกต์ใช้ในหลักการของคุณอนันต์เมตริกมากกว่า
- 3) การควบคุมศักย์ไฟฟ้าของขั้วแค็ปติกให้คงที่

สำหรับการทดลองที่จะกล่าวถึงในหนังสือปฏิบัติการทดลองเล่มนี้จะเป็นการทดลองที่ควบคุมเซลล์ให้มีศักย์ไฟฟ้าคงที่เท่านั้น

การควบคุมศักย์ไฟฟ้าของเซลล์เป็นสิ่งจำเป็นมากในการทำอิเล็กโทรลิซ ถ้าการทดลองให้ศักย์ไฟฟ้าแก่เซลล์มากเกินไปจะทำให้ไอออนอื่นๆ ที่ไม่ต้องการเกิดปฏิกิริยาแล้วเข้าเมาที่ขึ้นได้ ถ้าศักย์ไฟฟ้าที่ให้นั้นเพียงพอที่จะทำให้มันเกิดปฏิกิริยารีดักชัน โดยการคำนวณตามทฤษฎีเราสามารถหาค่าศักย์ไฟฟ้าที่ทำให้ไอออนของโลหะเกิดรีดักชันกลยุปเป็นโลหะเมาที่ขึ้นได้ ตัวอย่างเช่น การทำอิเล็กโทรลิซทองแดงไอออน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ขั้วทึบสองมิตันนี้



ศักย์ไฟฟ้าของเซลล์มีค่าเท่ากับ -0.92 โวลต์ หมายความว่าต้องให้ศักย์ไฟฟ้าจากภายนอกแก่เซลล์อย่างน้อยเท่ากับจำนวน 0.92 โวลต์จึงจะทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างบนนี้ได้ ซึ่งศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่เซลล์แล้วสามารถเกิด ปฏิกิริยาตามที่ต้องการได้ เรียกว่า Decomposition Potential ค่าที่คำนวณได้ -0.92 โวลต์นี้เป็นค่าศักย์ไฟฟ้าที่พอดีที่เริ่มทำให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่านภัยในเซลล์ ในทางปฏิบัติต้องการให้มีกระแสไฟฟ้าไหลผ่านในเซลล์ให้มากขึ้นเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาได้อ่ำงสมบูรณ์จึงต้องมีการให้ศักย์ไฟฟ้ามากกว่าที่คำนวณได้ทางทฤษฎี ถ้าสร้างกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับศักย์ไฟฟ้ากราฟที่ได้จากการทดลองจะแตกต่างจากที่คำนวณได้ตามทฤษฎีดังแสดงในรูปที่ 8.1



รูปที่ 8.1 เครื่อง斐stead ความสัมพันธ์ระหว่างกระแสกับศักย์ไฟฟ้าของตัวอย่าง
ในการทำอิเล็กโทรลิซิส

จะเห็นได้ว่าในการทดลองต้องให้สักยีไฟฟ้าแก่เซลล์มากกว่าที่คำนวณได้ จึงจะทำให้เกิดอิเล็กโทรลิซิสได้สมบูรณ์ ทั้งนี้เพราะภายในเซลล์ยังมีสักยีไฟฟ้าที่เกิดจากสักยีไฟฟ้าส่วนเกิน (over voltage) การเกิดสักยีไฟฟ้าส่วนเกินสามารถเกิดได้ทั้งที่ขั้วแคโทดและขั้วแอดโนดนั้นคือการคำนวณสักยีไฟฟ้าที่ทำให้เกิดการเกาะของโลหะที่ขั้วต้องรวมถึงสักยีไฟฟ้าส่วนเกินนี้ด้วย

$$E_D = (E_{\text{cathode}} + E_{\text{o.c.}}) - (E_{\text{anode}} + E_{\text{o.a.}})$$

E_D = decomposition potential

$E_{\text{o.c.}}$ = สักยีไฟฟ้าส่วนเกินที่เกิดขึ้นที่ขั้วแคโทด

$E_{\text{o.a.}}$ = สักยีไฟฟ้าส่วนเกินที่เกิดขึ้นที่ขั้วแอดโนด

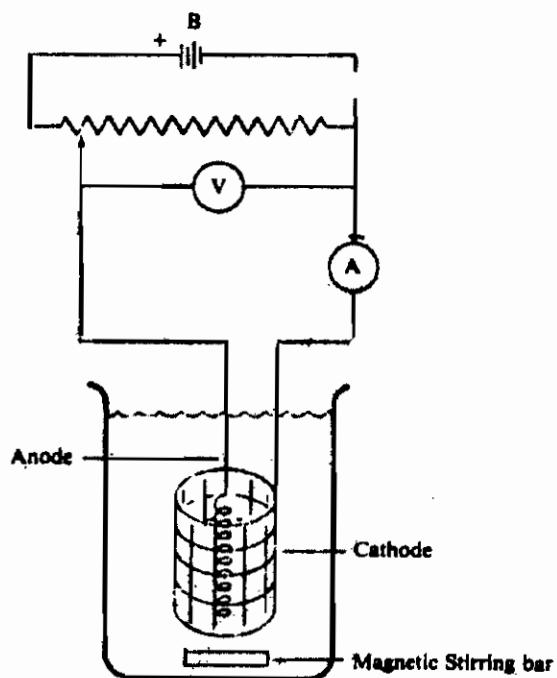
ในการทดลองจริงๆ จะเป็นต้องให้สักยีไฟฟ้าแก่เซลล์มากกว่า E_D อีกจำนวนหนึ่ง ทั้งนี้ เพราะว่าภายในเซลล์ยังมีความด้านทานซึ่งสักยีไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากความด้านทานภายในบังคับเป็นไปตามกฎของโอล์มคือ $E = IR$

นั่นคือ $E_{\text{applied}} = E_D + IR$

ไอออนของโลหะแต่ละชนิดสามารถเกิดปฏิกิริยาแล้วให้โลหะเกาะที่ขั้วได้ที่สักยีไฟฟ้า แตกต่างกัน ดังนั้นจึงสามารถทำการแยกโลหะทั้งสองออกกันโดยใช้หลักของการทำอิเล็กโทรลิซิส ไอออนของโลหะสองชนิดที่ต้องการแยกออกจากกันด้องมีค่าสักยีไฟฟารีดักชันต่างกันมากๆ ไอออนที่มีค่าสักยีไฟฟารีดักชันเป็นค่าลบน้อยจะเกิดการเกาะที่ขั้วแคโทดก่อน ถ้าให้สักยีไฟฟ้าแก่เซลล์มีค่าสูงมาก ไอออนของโลหะทั้งสองสามารถเกิดปฏิกิริยาแล้วเข้าเกาะที่ขั้วได้พร้อมๆ กัน ดังนั้นการควบคุมสักยีไฟฟ้าที่ให้แก่เซลล์จึงมีความสำคัญมากสำหรับในการแยกไอออนของโลหะออกจากกัน นอกจากนี้การควบคุมสภาพของสารละลายก็มีผลต่อการเกาะของโลหะที่ขั้วตัว เช่น การควบคุมค่า pH ความเป็นกรด – 鹼 ของสารละลาย การเติม complexing agent เป็นต้น ตัวอย่างเช่นการแยกทองแดงออกจากนิกเกิล พนวจในการทำอิเล็กโทรลิซิสในสารละลายของกรดทองแดงสามารถเกิดการเกาะที่ขั้วได้ดีสามารถแยกออกจากนิกเกิลได้ก่อน และเมื่อควบคุมสภาพสารละลายให้เป็นเบสนิกเกิลสามารถเกาะที่ขั้วได้อ่าย สมบูรณ์หลังจากแยกทองแดงออกไปแล้ว

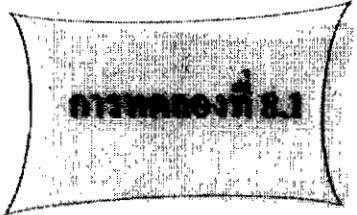
ชั้งสภาวะของการแยกไฮอนตัวหนึ่งๆ ออกจากไฮอนอื่นๆ นั้นเป็นเรื่องที่ศึกษาหาวิธีการเฉพาะในการควบคุมสภาพของความเป็นกรด – เบสของสารละลายนี้สามารถนำมากล่าวรวมๆ กันเป็นหลักหรือกฎเกณฑ์ได้

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองมีแผนภาพแสดงการทำงานและการต่อวงจรเครื่องดังรูปที่ 8.2 ข้าวที่ใช้เป็นแอลูมิโนดและแคโทดคือขั้วแพลตินัม โดยที่ขั้วแคโทดจะเป็นแพลตินัมที่มีลักษณะเป็นตาข่าย (Pt – guaze) ที่ประกอบเป็นรูปทรงกระบอกทั้งนี้เพื่อทำให้มีพื้นผิวมากๆ และเพื่อทำให้โลหะไม่เกาะได้ง่ายและสะดวก ส่วนขั้วแอลูมิโนดจะใช้ขั้วแพลตินัมที่ขดเป็นเกลียว (spiral) ขั้วแอลูมิโนดสามารถใส่ไว้ในทรงกระบอกของขั้วแคโทด หรือจะไว้ข้างนอกก็ได้ กระแสไฟฟ้าที่ใช้ต้องเป็นกระแสตรง (DC – current) ที่ได้มาจากการ supply power



รูปที่ 8.2 แสดงการต่อเครื่องมือและการทำงานของเครื่องอิเล็กโทรลิซิส

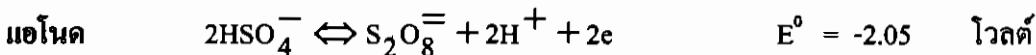
โลหะที่แยกออกมาน่าจะเป็นขี้แคร์โตกความมีลักษณะที่ติดแน่นและเรียบเพื่อว่าในการล้างและอบให้แห้งไม่เกิดการสูญเสียของน้ำหนักโลหะที่หลุดออกไป สิ่งสำคัญที่มีผลต่อการเกาของโลหะที่ขี้แคร์โตกคือความหนาแน่นของกระแส (current density) การแยกที่ดีควรใช้ความหนาแน่นของกระแสมากกว่า 0.1 แอมเปอร์/ตารางเซนติเมตร และการเติมสารประกอบที่ทำให้เกิดสารเชิงซ้อน (complexing agent) พบว่าโลหะหลายชนิดสามารถเกาได้แน่นและเรียบเมื่อทำการอิเล็กโทรลิชิตจากสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะกับไชยาไนด์หรือแอนโนเนนิค นอกจากนี้อุณหภูมิและ pH ก็มีผลต่อการเกาของโลหะที่ขี้แคร์แย่นกัน



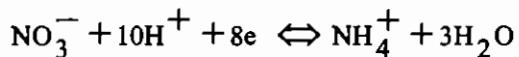
การห้ามปิรินามของดองโดยวิธีอิเล็กโทรกราวิเมต릭

กุญแจที่เกี่ยวข้อง

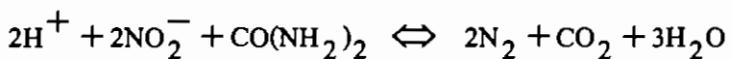
ห้องดอง ไอออนสามารถเกิดปฏิกิริยาได้เป็นโลหะห้องดองมาเกะ (deposite) ที่ขึ้นได้ในสารละลายนองกรดซัลฟูริกหรือกรดไนตริก โดยปกติในการหดลองจะใช้สารละลายนอน ของกรดทั้งสอง ถ้าทำการอิเล็กโทรลิชิสท์ศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 2 – 3 โวลต์ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นมีดังนี้



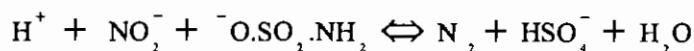
ความเข้มข้นของกรดที่ใช้ไม่ควรสูงจนเกินไป เพราะจะทำให้ห้องดองเกะที่ขึ้นได้ไม่หมด และเกะได้ไม่แน่น เพราะเกิดก๊าซไฮโดรเจน การแก้ไขการเกิดไฮโดรเจนที่ขึ้นแคลโนดทำได้โดยการเติมตัว cathode depolarizer ซึ่งก็คือไนเตรตไอออน การเติมไนเตรตไอออนลงในสารละลายนจะทำให้ไฮโดรเจนไอออนเกิดปฏิกิริยาดังสมการ



ดังนั้นถ้ามีไนเตรตไอออนในสารละลายนากๆ จะไม่เกิด H_2 ที่ขึ้นแคลโนด สารละลายนกรดไนตริกที่นำมาใช้ต้องปราศจากการดไนตรัส เพราะจะทำให้เกิดปฏิกิริยาที่บุ่งยากและซับซ้อนกว่า กรดไนตรัสที่มีประปนอยู่กับกรดไนตริกสามารถกำจัดได้โดยดันกรดไนตริกก่อนนำมาใช้หรือโดยการเติมยูเรียลงในสารละลายนก่อนนำมาใช้ทำปฏิกิริยา



หรือโดยการเติม Sulphamic acid จะทำให้เกิดปฏิกิริยา



ความผิดพลาดที่เกิดขึ้นเนื่องจากมีกรดในตัวอย่างในสารละลายนี้เพิ่มมากขึ้นถ้ามีเหล็ก ไอออนอยู่ในสารละลายน้ำ เพราะเหล็กไอออนจะถูกเรียกว่าโดยกระแทกที่ผ่านลงไปในเซลล์ทำให้เกิดเป็นเฟอร์รัสไอออนที่สามารถรีดิวซ์กรดในตัวอย่างได้ ข้อผิดพลาดนี้สามารถแก้ไขได้โดยการควบคุม pH หรือการแยกเอาเหล็กไอออนออกก่อนที่จะอิเล็กโทรลิซิต หรือทำให้เหล็กไอออนเกิดเป็นสารประกอบเชิงชั้นกับฟอสฟेट (PO_4^{3-}) หรือฟลูออไรด์ (F^-)

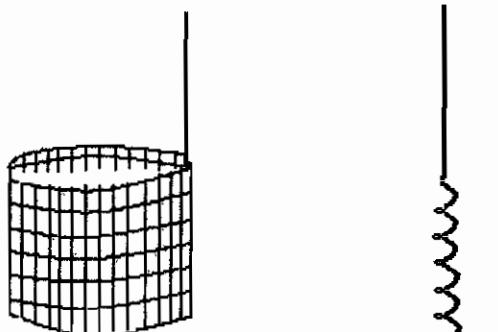
สำหรับสารละลายน้ำที่ต้องการวิเคราะห์หาปริมาณโดยใช้อิเล็กโทรกราวิเมตริก ค้องปราศจากไอออนของโลหะที่รบกวนดังนี้คือ เงิน proto บิทมัส ชีลีเนียม เทลลูเรียม อาชินิก พลาวดีบิก ไนโตรบิโน้ม และทอง สำหรับแอนไฮเดรตที่สามารถรับกระบวนการวิเคราะห์ได้คือ โซเดียมไนเตรต และคลอไรด์ไอออน

จุดประสงค์ของการทดลอง

เพื่อศึกษาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณท้องแดง โดยวิธีอิเล็กโทรกราวิเมตริก

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

▣ ขัวแพลตินัม 2 ขัว ขัวหนึ่งเป็นตาข่ายที่ทำเป็นทรงกระบอกเพื่อใช้เป็นแคโทด ส่วนอีกขัวหนึ่งเป็นเกลียวใช้เป็นแอดโนด



<input checked="" type="checkbox"/> เครื่องมือสำหรับทำอิเล็กโทรลิซิส			
<input checked="" type="checkbox"/> เครื่องคนพาร์อมแท่งแม่เหล็ก			
<input checked="" type="checkbox"/> บีกเกอร์ทรงสูง	ขนาด	250 มล.	1 ใบ
<input checked="" type="checkbox"/> ปีเปต	ขนาด	25 มล.	2 อัน
<input checked="" type="checkbox"/> กระบอกตวง	ขนาด	100 มล.	1 ใบ
<input checked="" type="checkbox"/> ถุงยางดูดสารละลาย			1 ถุง

สารละลายที่ใช้ในการทดลอง

- สารละลายตัวอย่างของทองแดง
- อะซิโตน (acetone)
- สารละลายตัวอย่าง $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.002 % (w/v)
- H_2SO_4 (เข้มข้น)
- 6 M HNO_3
- HNO_3 (เข้มข้น)

วิธีการทดลอง

1. ล้างขวดแพลตินัมทึ้งสองข้างให้สะอาด โดยแช่ไว้ในกรดไนดริกเจ็จชั่ง หลังจากนั้น ล้างด้วยน้ำகลั่นเพื่อทำให้สะอาดแล้วล้างตามด้วยอะซิโตนหรือเมธานอลเพื่อทำให้แห้งรีบีนจากนั้นนำไปอบในตู้อบเป็นเวลา 3 – 4 นาที ที่อุณหภูมิ 100 – 110 องศาเซลเซียส

2. ปล่อยให้ขวดด�บเย็นเท่าอุณหภูมิห้องทดลอง (ใช้เวลาประมาณ 5 นาทีทิ้งไว้ให้เย็นในโถคุณภาพชั้น) แล้วนำมาซั่งให้ได้น้ำหนักที่ละเอียดและถูกต้องถึง 0.1 มิลลิกรัม จากนั้น นำมาอบอีก 5 นาที ทิ้งให้เย็นในโถคุณภาพชั้น นำมาซั่งน้ำหนักทำซ้ำจนได้น้ำหนักคงที่

3. นำเครยญทองแดงมาขัดทำความสะอาดแล้วล้างด้วยน้ำகลั่น นำไปอบให้แห้งในตู้อบไฟฟ้าอุณหภูมิประมาณ 110° C เป็นเวลา 10 – 15 นาที แล้วทำให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้องในโถคุณภาพชั้น จากนั้นนำเครยญทองแดงไปซั่งน้ำหนักอย่างละเอียด แล้วนำมาละลายด้วยกรดไนดริก

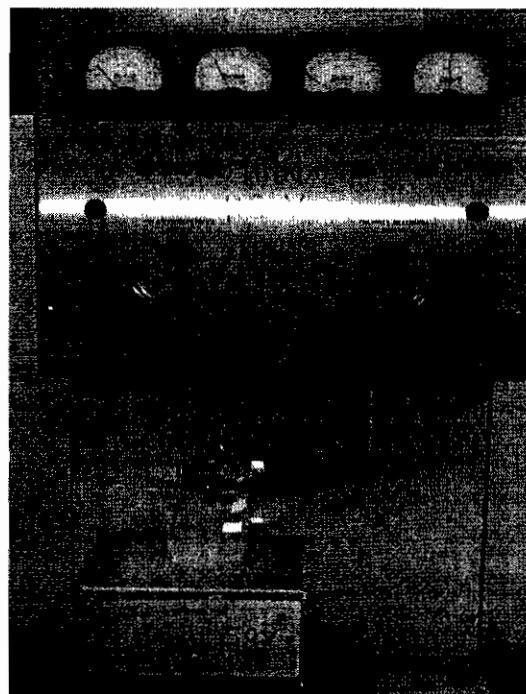
เข้มข้น โอดก่ออหชา เดิมทีจะหยด (ประมาณ 2 – 3 มล.) ภายในดูดควัน อุ่นสารละลายเพื่อໄດ້ອอกໄສຕໍ່
ของในໂຄຣເຈນປະມາມ 1 ນາທີ ນໍາເຮືອຍຜູອອກຈາກສາຮລະລາຍແລະນີ້ຈະສ້າງເຮືອຍຜູດວ້ານໍາກຳລັ້ນ ໃຫ້
ສ່ວນທີ່ສ້າງລົງໄປອູ້ຮ່ວມກັນ ນໍາສາຮລະລາຍທີ່ໄດ້ທັງໝາຍໃສ່ລົງໃນບຶກເກອຮ໌ທຽງສູງນາດ 250 ມລ. ເດີນ
ກຣຄຊ່ລຸກໂຮກເຂັ້ມຂັ້ນ 2 ມລ. ຕົ້ມສາຮລະລາຍໃຫ້ເດືອດອີກ 5 ນາທີ ແລ້ວເຈືອງຈຳວ້ານໍາກຳລັ້ນໄຫ້ມີປຣິມາຕົກທີ່
ເໜາະສົມປະມາມ 200 ມລ. ເຮືອຍຜູ້ທີ່ຖູກຈະສ້າງດ້ວຍນໍາກຳລັ້ນແລ້ວ ໄກ້ນໍາມາອັບໃຫ້ແໜ່ງໃນດູ້ອັບໄຟຟ້າ
ເຫັນເຄີຍກັນຕອນເຮັ້ນຕົ້ນ ແລ້ວນໍາໄປໜ້າໜັກອ່າງລະເອີ້ນອີກຄົງທີ່

4. ໄສ່ແທ່ງຄົນແມ່ເຫັນກົງໄປໃນບຶກເກອຮ໌ແລະວາງນົນເກົ່າງຄົນສາຮລະລາຍ

5. ຈຸ່ນຂ້ວພະລິນນັ້ນທີ່ສອງລົງໃນບຶກເກອຮ໌ແລ້ວນໍາໄປຕ່ອເຫັນກັນເຄື່ອງມືອໂດຍໃຊ້ຂ້ວຕາຢ່າຍ
ເປັນຂ້ວແຄໂໂດ ແລະຮວັງໄນ້ໄໝຂ້ວທີ່ສອງແຕກກັນ ແລະຂ້ວແຄໂໂດຕ້ອງຈຸ່ນໃນສາຮລະລາຍປະມາມ 80 –
90 ເປົ້ອງເຊື່ອນີ້ ປຶກປາກບຶກເກອຮ໌ດ້ວຍກະຈຸນາພິກາທີ່ແຍກເປັນ 2 ສ່ວນດັ່ງຮູບ



ໜ້າຍໜູ້ ອາຈານຍັງຈະເປັນຜູ້ສາທິກິດວິທີການຕ່ອເກົ່າງມືອໃຫ້ ເມື່ອນັກສຶກຍາຕີ່ຮົມສາຮລະລາຍ ເຮັບຮ້ອຍແລ້ວ



ຮູບແສດງວິທີການທໍາອີເລີກໂທຣີເຊີສ

6. เปิดเครื่องคนสารละลายปรับให้ได้ความเร็วตามที่ต้องการ แต่ต้องไม่สูงจนทำให้สารละลายถูกคนกระเด็นออกมานอกภาชนะ

7. เปิดเครื่องอิเล็กโทรลิซิส ปรับแรงเคี้ยวไฟฟ้าให้ได้ 3 – 4 โวลต์ และปรับความด้านท่านจนได้กระแสเท่ากับ 2 – 4 แอมเปอร์

8. ทำการอิเล็กโทรลิซิสจนกระหั่งสีน้ำเงินของสารละลายทองแดงจางหายไป (โดยปกติจะใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง หรือสังเกตได้จากสีของสารละลายที่จางจนเกือบไม่มีสี)

9. ลดศักย์ไฟฟ้าให้เหลือเพียง 2 โวลต์ เพื่อทดสอบว่าไม่มีทองแดงเหลืออยู่ในสารละลายให้เดินน้ำลงในบิกเกอร์จนกระหั่งสารละลายท่วมบริเวณส่วนของข้าวที่เริ่มไว้ในตอนแรกประมาณ 0.2 ซม. แล้วทำการอิเล็กโทรลิซิสต่ออีก 10 – 15 นาที ถ้ามีทองแดงไอก้อนเหลืออยู่ในสารละลายอีก ก็จะเข้ามาเกาะที่ข้าวครงส่วนบนที่มีสารละลายเพิ่มมาเหนือข้าวแค trod ถ้าครงส่วนบนของข้าวไม่มีทองแดงมาเกาะแสดงว่าการทำอิเล็กโทรลิซิสก็ได้สมบูรณ์ให้ใช้หลอดคุณสารละลายในบิกเกอร์ และในขวดบรรจุสารละลายมาตรฐาน $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 0.002 % มาอย่างละ 5 หยด ใส่ลงในหลอดทดลอง เดินสารละลาย $K_4Fe(CN)_6$ ลงไป 3 – 4 หยด ในแต่ละหลอดถ้าสารละลายในหลอดทั้ง 2 ปราฏูส์ใกล้เคียงกัน ให้หยุดทำการอิเล็กโทรลิซิส

10. ปิดเครื่องแล้วนำข้าวแค trod มาจุ่มในน้ำกลั่นจนสะอาดแล้วล้างด้วยอะซิโคน หรือเมทานอล

11. นำข้าวไปอบในตู้อบเป็นเวลา 5 – 6 นาที แล้วคั่งทิ้งไว้ให้เย็น 5 นาที ในโถดูดความชื้น หลังจากนั้นนำไปปั่นนาน้ำหนักของแค trod

12. ความแตกต่างของน้ำหนักของข้าวที่ซึ่งได้ก่อนและหลังทำการอิเล็กโทรลิซิส คือน้ำหนักของทองแดงในสารละลายตัวอย่าง

13. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของทองแดงในเหรียญ

14. ก่อนเก็บข้าวแพลงดินให้ทำความสะอาดโดยล้างด้วยกรดในตริกเจ็จางแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง

ตัวอย่างผลที่ได้จากการทดสอบ

กรณีคำนวณจากตัวอย่างเที่ยบ

$$\begin{aligned} \Rightarrow & \text{น้ำหนักของข้าวแคโทดก่อนทำอิเล็กโทรลิชิส} & = 22.2292 & \text{กรัม} \\ & \text{น้ำหนักของข้าวแคโทดหลังทำอิเล็กโทรลิชิส} & = 22.3542 & \text{กรัม} \\ \therefore & \text{น้ำหนักของทองแดง} & = 22.3542 - 22.2292 \\ & & = 0.1250 & \text{กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow & \text{น้ำหนักเที่ยบเริ่มดัน} & = 2.9956 & \text{กรัม} \\ & \text{น้ำหนักเที่ยบหลังละลาย} & = 2.8606 & \text{กรัม} \\ \therefore & \text{ส่วนที่ละลาย} & = 0.1350 & \text{กรัม} \end{aligned}$$

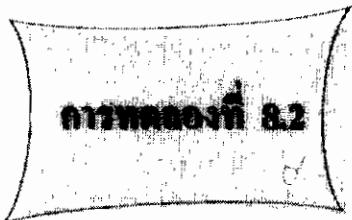
$$\begin{aligned} \Rightarrow & \text{เที่ยบทองแดงหนัก } 0.1350 \text{ กรัม วิเคราะห์ทองแดงได้ } 0.1250 & \text{กรัม} \\ & \text{เที่ยบทองแดงหนัก } 100 \text{ กรัม วิเคราะห์ทองแดงได้ } & = \frac{0.1250 \times 100}{0.1350} \\ & \text{เที่ยบทองแดงมีทองแดง} & = 92.59\% \end{aligned}$$

กรณีคำนวณจากตัวอย่างสารละลาย

$$\begin{aligned} \Rightarrow & \text{นำสารตัวอย่างมา } 25 \text{ มล. เพื่อทำการวิเคราะห์} \\ \text{นั่นคือ} & \text{สารละลาย } 25 \text{ มล. มีทองแดง } 0.1250 & \text{กรัม} \\ & \text{สารละลาย } 100 \text{ มล. มีทองแดง } & = \frac{0.1250 \times 100}{25} \\ & & = 0.50 \% \end{aligned}$$

หรือ

$$\begin{aligned} & \text{สารละลาย } 25 \text{ มล. มีทองแดง } & = \frac{0.1250}{63.5} \text{ โอมล} \\ & \text{สารละลาย } 1000 \text{ มล. มีทองแดง } & = \frac{0.1250 \times 1000}{25 \times 63.5} \text{ โอมล} \\ \therefore & \text{สารละลายทองแดงเข้มข้น} & = 0.08 \text{ M} \end{aligned}$$



การวิเคราะห์สารละลายนมของทองแดงกับนิกเกิลโดยวิธี อิเล็กโทรกรารามิเมติก

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง และวัสดุประสงค์การทดลอง
เหมือนกับที่กล่าวไว้ใน การทดลองที่ 8.1

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เหมือนกับการทดลองที่ 8.1

สารละลายนี้ในการทดลอง

- 3 M H_2SO_4
- H_2SO_4 (เข้มข้น)
- 6 M HNO_3
- HNO_3 (เข้มข้น)
- NH_3 (เข้มข้น)
- อะซิโตน หรือ เมทานอล
- 1 % dimethylglyoxime in alcohol (สำหรับใช้ทดสอบ Ni^{2+})
- สารละลายนมของทองแดงกับนิกเกิล

วิธีทดลอง

1. เตรียมข้าวและชั่งน้ำหนักก่อนทำอิเล็กโทรลิซิสเหมือนกับการทดลองที่ 8.1
2. ปั๊บสารละลายน้ำด้วย 25 มล. ใส่ลงในบีกเกอร์ทรงสูงขนาด 250 มล.

3. ทำการละลายตัวอย่างให้สะเทินด้วยสารละลายแอมโมเนียมเข้มข้น (ถ้าสารละลายตัวอย่างที่นำมาเป็นกลางอยู่แล้วก็ไม่จำเป็นต้องทำการทดลองขั้นนี้)

4. เติม $3\text{ M H}_2\text{SO}_4$, 6 มล. และ 6 M HNO_3 , 2 มล. แล้วเจือจางให้สารละลายมีปริมาตรเป็น 100 มล. (หรือทำให้สารละลายมีปริมาตรตามความเหมาะสมกับการทดลอง)

5. วางบีกเกอร์บนเครื่องคนและต่อขัวเข้ากับเครื่องอิเล็กโทรลิซิส (ทำเช่นเดียวกับการทดลองที่ 8.1)

6. เปิดเครื่องคนปรับให้ได้ความเร็วพอเหมาะสม

7. เปิดเครื่องอิเล็กโทรลิซิสโดยปรับแรงเคี้ยวไฟฟ้าให้มีค่าเท่ากัน 2 ถึง 4 โวลต์ และให้ได้กระแส 3 ถึง 4 แอมป์

8. ทำอิเล็กโทรลิซิสเป็นเวลา 45 ถึง 60 นาที (หรือจนกระทั่งสีน้ำเงินของทองแดงหายไป)

9. ล้างกระชักที่ปิดอยู่และขอบบีกเกอร์ด้วยน้ำกลั่นให้ลงไปอยู่ในบีกเกอร์แล้วทำการอิเล็กโทรลิซิสต่ออีก 15 นาที ถ้าไม่พบว่ามีทองแดงมาเกาะขัวแค่ไหนส่วนที่ยังอยู่ในสารละลายใหม่ (อีก 10 %ของขัวที่เหลือที่ไม่ได้ยุ่นในสารละลายในตอนต้น) ก็แสดงว่าทองแดงได้ถูกอิเล็กโทรลิซิสหมดแล้ว

10. ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างขัวแค่ไหนเพื่อให้สารละลายที่ยังมีนิกเกลติดอยู่ลงไปอยู่รวมกันในบีกเกอร์

11. นำขัวแค่ไหนมา เชื่อมต่อในน้ำกลั่นเพื่อล้างจนแน่ใจว่าสะอาด หลังจากนั้นล้างตามด้วยอะซิไดค หรือเมทานอล

12. ทำให้แห้งในศูนย์เป็นเวลา 5 - 6 นาทีแล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในโคลุคความชื้นประมาณ 5 นาที หลังจากนั้นนำมาซั่งหน้าหานัก

13. น้ำหนักที่แตกต่างกันระหว่างขัวแค่ไหนก่อนและหลังทำการอิเล็กโทรลิซิสจะเป็นน้ำหนักของโลหะทองแดงในสารละลายตัวอย่างผสม

14. นำสารละลายในบีกเกอร์ซึ่งเป็นสารละลายของนิกเกิลมาต้มให้ระเหยไปจนเกือบแห้งในตู้คั่วเพื่อทำให้ไนเตรตไอออนระเหยไปให้หมด (ต้องทำภายในตู้คั่ว)

15. นำสารละลายที่เหลือเพียงเล็กน้อยมาเติมกรดซัพฟูริกเข้มข้นแล้วต้มค่อนสารละลายเกือบแห้ง

16. ปล่อยให้สารละลายส่วนที่เหลือเย็นแล้วเติมน้ำ 25 มล. และทำให้สะเทินคายสารละลายเอนไมเนยเข้มข้น

17. เทสารละลายที่ได้จากข้อ 16 ลงในบีกเกอร์ทรงสูงขนาด 250 มล. และเติมแอลูมิเนียมเข้มข้น 15 มล. แล้วเจือจางให้ปริมาตรเป็น 100 มล. ด้วยน้ำกลั่น

18. ทำการอิเล็กโทรลิซสารละลาย เช่นเดียวกับการอิเล็กโทรลิซทองแดงใน ข้อ (7)
- ข้อ(13)

19. ทดสอบว่านิกเกิลไอออนเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรลิซหมดหรือไม่ โดยนำเอาสารละลายที่ทำอิเล็กโทรลิซมา 3 – 4 หยดเติมลงใน 1 – 2 มล. ของ 1% dimethylgloxime ถ้าไม่มีสีแดงเกิดขึ้นแสดงว่าการอิเล็กโทรลิซสมบูรณ์แล้ว

20. ถังขี้วัคโอดทำให้แห้งแล้วนำไปปั๊ง

21. คำนวณหาความเข้มข้นของทองแดงและนิกเกิลในสารละลายตัวอย่างผ่าน

คำถาม

1. ทำไมถึงจำเป็นต้องขัดในเครต์ไอออนจากสารละลายก่อนทำการอิเล็กโทรลิซของนิกเกิล
2. จะมีอะไรเกิดขึ้นถ้าเติมแอลูมิเนียมลงไปไม่เพียงพอ ก่อนทำการอิเล็กโทรลิซนิกเกิล