

# บทที่ 11

## การวิเคราะห์ปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก (Gravimetric Analysis)

### 11. การวิเคราะห์ปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก (Gravimetric Analysis)

#### 11.1 บทนำ

การวิเคราะห์ปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก เป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารที่เร้าสนใจ โดยทำปฏิกิริยาการตกตะกอนออกมาจากสารละลาย แล้วตามด้วยการชั่งน้ำหนักของตะกอนที่ได้ โดยจะให้ความสนใจและเอาใจใส่อยู่ที่วิธีการตกตะกอน ว่าทำอย่างไรจึงจะตกตะกอนออกมาได้มากที่สุด และมีการปนเปื้อนน้อยที่สุด วัตถุประสงค์ เพื่อที่จะทำการแยกสารที่สนใจออกจากสิ่งเจือปนอื่นๆโดยการทำให้อยู่ในรูปของตะกอนให้ได้มากที่สุด

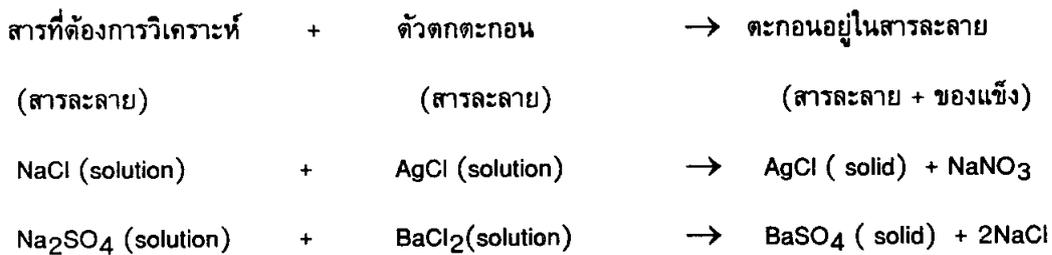
#### 11.2. หลักของการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก ( Principle of gravimetric Analysis)

ในการวิเคราะห์จะเกี่ยวข้องกับการวัดปริมาณของสารที่สนใจโดยการชั่งน้ำหนัก ซึ่งจัดเป็นวิธีการวิเคราะห์ที่ง่ายที่สุด จะเกี่ยวข้องกับการใช้ปฏิกิริยาเคมีเปลี่ยนสารที่สนใจ ไปอยู่ในรูปของตะกอนที่มีองค์ประกอบที่แน่นอน มีวิธีการต่างๆมากมายที่สามารถนำมาใช้กับเทคนิคนี้

- (1) การตกตะกอน (Precipitation) วิธีการนี้สารที่สนใจจะเกิดปฏิกิริยาไปอยู่ในรูปสารประกอบที่ไม่ละลายซึ่งสามารถแยกออกจากองค์ประกอบที่ไม่ละลายอื่นๆในตัวอย่างได้โดยการกรอง
- (2) การระเหย (Volatilisation) วิธีการนี้ตัวอย่างจะถูกให้ความร้อน และสารที่สนใจจะระเหยไป การลดลงของมวลของสารตัวอย่าง สามารถคำนวณหามวลของสารที่สนใจได้

(3) การเกาะที่ขั้วไฟฟ้า (Electrodeposition) ในเซลล์ไฟฟ้าเคมี ไอออนของโลหะจะแยกตัวออกจากสารละลายมาเกาะที่ขั้วไฟฟ้าซึ่งสามารถนำมาชั่งน้ำหนักได้

ในทั้งสามวิธี การตกตะกอนเป็นวิธีที่ถูกนำมาใช้มากที่สุด โดยจะกล่าวในรายละเอียดต่อไป โดยหลักการของเทคนิคนี้ กระบวนการตกตะกอนจะต้องเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ภายใต้เงื่อนไขที่กำหนด และตะกอนที่ได้ต้องสมบูรณ์และมีปริมาณสูงในระยะเวลาที่เหมาะสม ตลอดจนการละลายตะกอนจะต้องต่ำ เพื่อให้ทำการแยกตะกอนออกมาได้และสามารถกรองตะกอนได้ และสิ่งที่สำคัญที่สุดคือ ปฏิบัติการเกิดตะกอนจะต้องมีอัตราส่วนมวลสารสัมพันธ์ที่แน่นอน ตัวอย่าง



ไอออนของสารอนินทรีย์ (Inorganic Ions) ซึ่งได้แก่ไอออนของโลหะเป็นส่วนใหญ่ จะทำการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีนี้ ซึ่งเป็นวิธีที่ให้ค่าความถูกต้องและแม่นยำสูงมาก ซึ่งจะใช้อย่างกว้างขวางในการวิเคราะห์หาปริมาณของโลหะในตัวอย่างแร่ หรือในสารตัวอย่างโลหะอื่นๆ ในการวิเคราะห์โดยน้ำหนักนี้ ปริมาณสารตัวอย่างจะต้องมีขนาดตั้งแต่ 100 มิลลิกรัมขึ้นไป ตะกอนที่ได้ควรมีขนาดใหญ่ มีความบริสุทธิ์สูง มีการละลายต่ำ และต้องเสถียร แต่อย่างไรก็ดี วิธีนี้ก็มีข้อจำกัดอยู่ด้วยกันหลายประการ เช่น

1. ต้องมีความระมัดระวังสูงมาก
2. ใช้เวลายาวนาน
3. ความละเอียดในการชั่ง
4. มีการปนเปื้อนมาจากสารเจือปน

### 11.3. ขั้นตอนต่าง ๆ ของการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก

ขั้นตอนต่าง ๆ ของการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักเขียนเป็นแผนผังได้ดังนี้

สารที่ต้องการวิเคราะห์ และสิ่งเจือปน (แยกออกก่อน)

ทำการชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

↓ เลือกตัวทำละลายที่เหมาะสม

สารละลายตัวอย่าง

↓ เลือกตัวตกตะกอนที่เหมาะสม

↓ เลือกเงื่อนไขในการตกตะกอน

↓ วิธีการตกตะกอน

ตะกอนในสารละลาย

↓ การละลายของตะกอน

↓ การแยกตะกอนออกจากสารละลาย

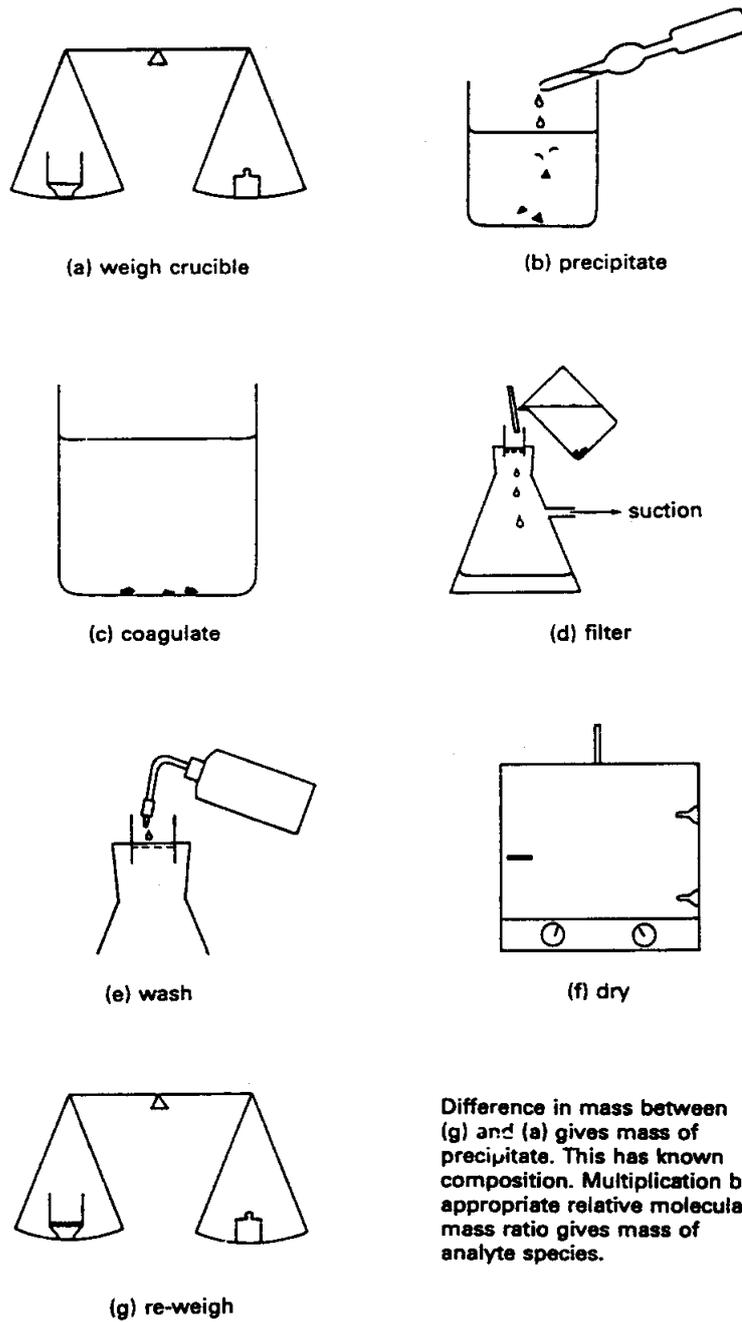
ตะกอนเปียก

↓ การทำตะกอนให้แห้ง

ตะกอนที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอน

↓

การคำนวณหาปริมาณสาร



รูปที่ 11.1. ขั้นตอนต่างๆในการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก

## 11.4. กลไกของการตกตะกอน ( Mechanism of Precipitation )

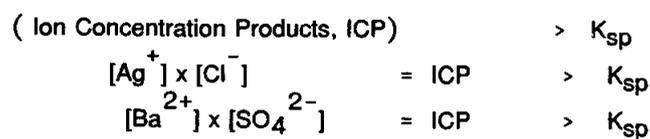
### 11.4.1. เงื่อนไขที่จำเป็นสำหรับการหาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก

สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักที่ให้ผลที่ถูกต้อง สารที่สนใจทั้งหมดในสารละลาย ต้องถูกชั่งในรูปของของแข็งที่ทราบองค์ประกอบที่แน่นอน ซึ่งจะต้องพิจารณาขั้นตอนต่างๆ ในการออกแบบ กระบวนการหาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักในทางปฏิบัติ

- (1) ปฏิกริยาต้องเกิดสมบูรณ์
- (2) ตะกอนต้องแยกออกมาได้สมบูรณ์โดยการกรอง
- (3) ต้องทราบองค์ประกอบที่แน่นอนของตะกอน

กระบวนการตกตะกอน เป็นกระบวนการที่เข้าสู่สมดุล (Equilibrium) โดยมีส่วนประกอบและสมบัติ ของปฏิกริยาขึ้นตรงต่อเวลา เช่น สารละลายอิ่มตัว มีความเข้มข้นของสารละลายไม่เปลี่ยนแปลง เป็น กระบวนการที่ระบบเข้าสู่สมดุล ซึ่งอาจควบคุมอัตราเร็วและเงื่อนไขที่จะทำให้ตกตะกอน เพื่อให้ได้ตะกอน แบบที่ต้องการ การตกตะกอนจะเกิดขึ้นเมื่อมีการเติมตัวตกตะกอนลงในสารละลายตัวอย่างจนกระทั่งสาร ละลายนั้นเป็นสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturation solution) เป็นสภาวะไม่อยู่ตัว (Unstable State) ซึ่งสามารถเปลี่ยนสู่สภาวะที่คงตัว (Saturation State) โดยการตกตะกอนออกมา สภาวะ และ เงื่อนไขของ สภาพของสารละลายว่าจะมีตะกอนตกออกมาหรือไม่ มีดังนี้

ความเข้มข้นตัวตกตะกอน x ความเข้มข้นของไอออนสารที่สนใจ > ค่าคงที่ของผลคูณของการละลาย



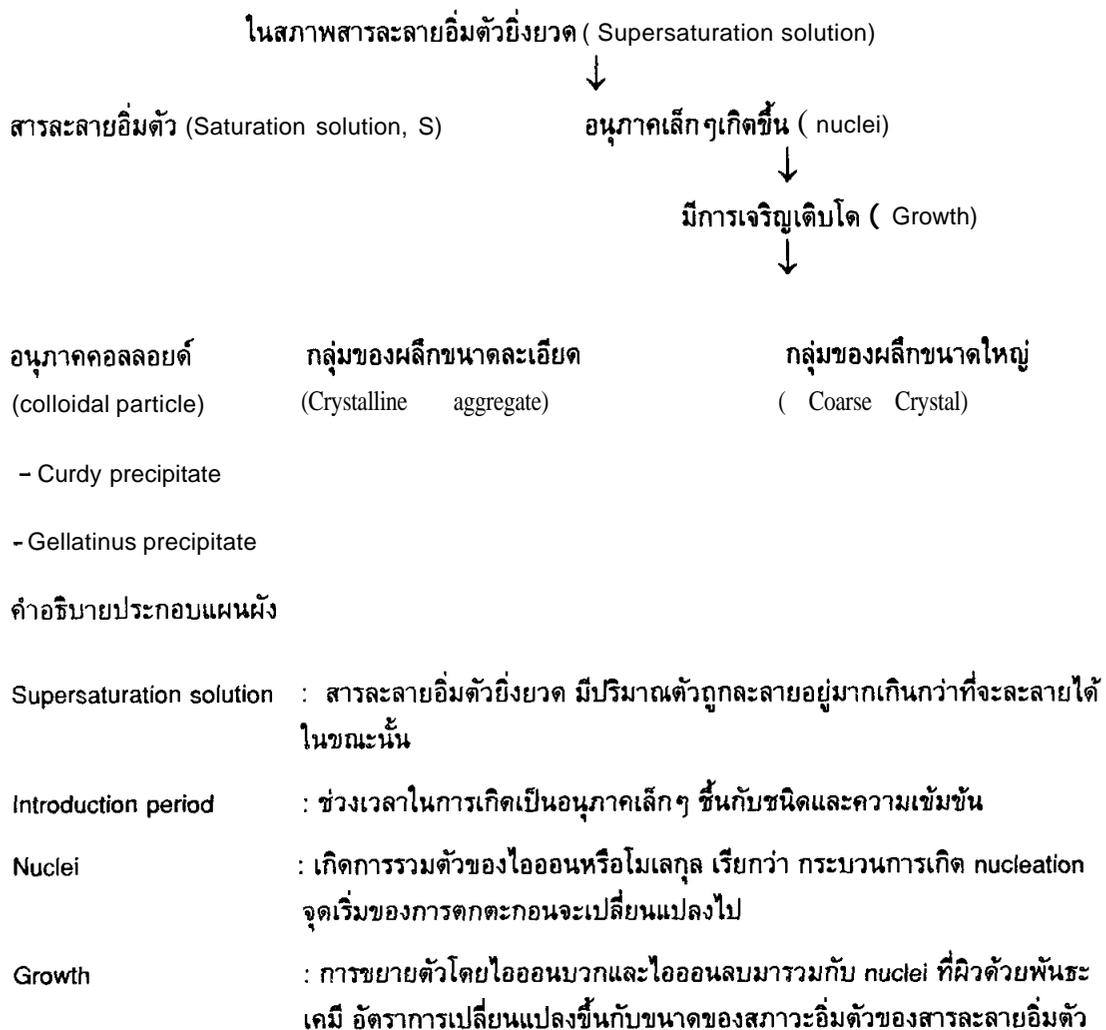
ICP >  $K_{sp}$  จะอยู่ในสภาพสารละลาย : ไม่มีตะกอนตกออกมา

ICP =  $K_{sp}$  จะอยู่ในสภาพสารละลายอิ่มตัว ( Saturation solution, S) : ไม่มีตะกอนตกออกมา

ICP <  $K_{sp}$  จะอยู่ในสภาพสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด ( Supersaturation solution, Q) : มีตะกอนตกออกมา

### 11.4.2. กลไกของการรวมตัวของตะกอน ( The mechanics of precipitate formation)

เพื่อที่จะปรับและดำเนินการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก มีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องเข้าใจบางสิ่งเกี่ยวกับกลไกของการตกตะกอน เพื่อที่จะหลีกเลี่ยงปัญหาบางอย่างที่อาจเกิดขึ้น วัตถุประสงค์คือต้องการตะกอนที่มีขนาดใหญ่และกรองออกได้ง่าย ขั้นตอนที่เกี่ยวข้องจะขึ้นอยู่กับสมบัติของตะกอน ซึ่งสมบัติที่สำคัญที่สุดก็คือขนาดของตะกอน ตะกอนที่มีขนาดใหญ่กรองได้ง่ายและจะจับเอาสิ่งเจือปนน้อยกว่าตะกอนที่มีขนาดเล็ก ซึ่งบางครั้งกรองไม่ได้เลย ลองพิจารณาแผนผังกลไกของการเกิดตะกอน



ในกระบวนการตกตะกอน จะมีตะกอนเกิดขึ้น 3 ชนิด ซึ่งขึ้นกับภาวะที่มีการอิมตัวยังยวด

1. กลุ่มก้อนของคอลลอยด์ (Colloidal aggregate) ประกอบด้วยอนุภาคที่มีขนาดเล็กมากเกินกว่าที่จะมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า (มีเส้นผ่าศูนย์กลาง  $10^{-6} - 10^{-4}$  mm) แบ่งออกเป็น

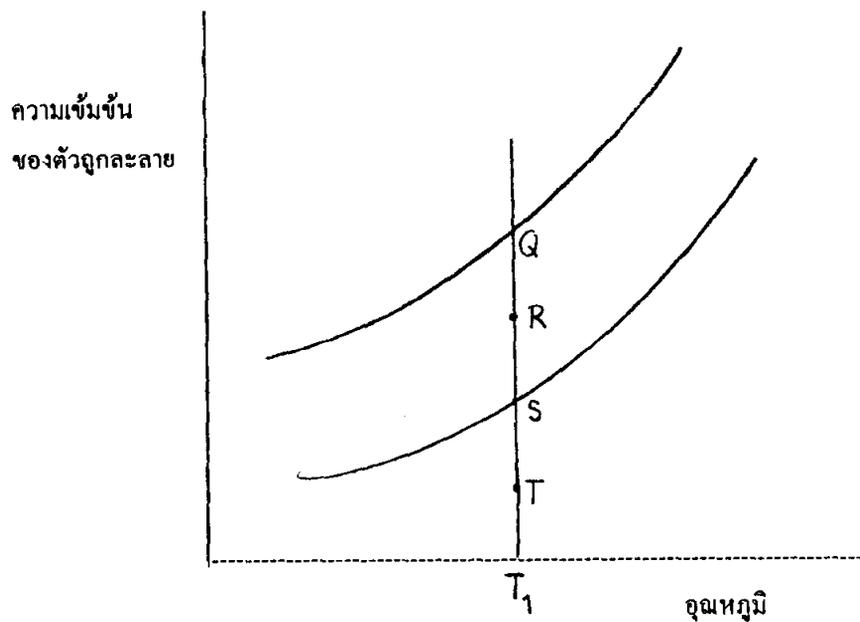
- Curdy Precipitates : ประกอบด้วยอนุภาคชนิด sols เช่น เฮไลต์ของซิลเวอร์
- Gellatinous Precipitates: ประกอบด้วยอนุภาคชนิด Gels เช่น ไฮดรอกไซด์ของโลหะ (+3)

2. กลุ่มผลึกขนาดเล็ก (Crystalline aggregates) ประกอบด้วยอนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางใหญ่ถึง 1 mm และมีแนวโน้มที่จะแยกตัวออกจากสารละลาย

3. ผลึกขนาดใหญ่ (Coarse Crystals)

ในกรณีที่อัตราเร็วในการเกิดเป็นนิวคลีไอไม่สูงมากนัก เมื่อเกิดเป็นนิวคลีไอบ้างแล้ว อนุภาคของอิมตัวยังยวดยังคงมีอยู่บ้าง จะเกิดการเจริญเติบโตของอนุภาคคอลลอยด์เป็นผลึกขนาดเล็ก ๆ ถ้าองศาของการอิมตัวยังยวดหมดลงในขั้นนี้ ผลึกขนาดเล็ก ๆ เหล่านี้จะรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนของผลึกขนาดเล็ก เรียกตะกอนแบบ Crystalline precipitate ตะกอนแบบนี้จะมีกว่าแบบแรก แต่ก็ยังคงกรองยากและเวลาดตกตะกอนลงมา มักเกิดการแทรกสอดทำให้ตะกอนไม่บริสุทธิ์ เช่น  $\text{BaSO}_4$ ,  $\text{CaCO}_3$  ถ้าอัตราเร็วในการเกิดนิวคลีไอต่ำ จะมีการเจริญเติบโตต่อไปได้ผลึกขนาดใหญ่ เช่น  $\text{PbCl}_2$  ดังนั้นในการทดลองที่ใช้ไอออนที่มีแอกติวิตีต่างกัน โดยใช้สภาวะและเงื่อนไขเดียวกัน ก็จะพบได้ว่าตะกอนแต่ละแบบต่าง ๆ กันไป

จากที่กล่าวมาแล้วว่า การทำให้เกิดการตกตะกอนอาจทำได้โดยการลดอุณหภูมิหรือการเพิ่มความเข้มข้นของตัวถูกละลาย ในกรณีนี้ เราจะมาพิจารณาการตกตะกอนโดยการเพิ่มความเข้มข้นของตัวถูกละลาย โดยให้อุณหภูมิคงที่



จุด T อยู่ใน Unsaturation region สภาพยังคงเป็นไอออนอยู่ในสารละลาย

จุด S เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวถูกละลายไปจนถึง solubility curve ก็จะเป็นจุดเริ่มต้นของการเกิดนิวคลีโอ

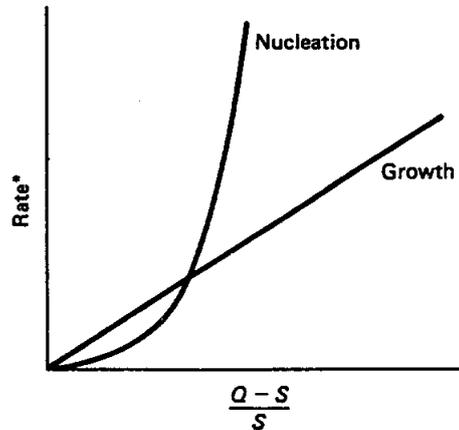
จุด R เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวถูกละลาย การเกิดนิวเคลียส (nucleation) เพิ่มขึ้น ถ้าความเข้มข้นของตัวถูกละลายไม่เพิ่มขึ้นอีก นิวคลีโอจะเจริญต่อไปจนได้ผลึก ขนาดใหญ่

จุด Q เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของตัวถูกละลายจนถึงจุด Q อัตราการเกิดนิวคลีโอเพิ่มขึ้นมา และมากกว่าการเพิ่มของอัตราการเจริญเติบโต ดังนั้นนิวคลีโอจะกลายเป็นกลุ่มก่อนคอลลอยด์ เป็นตะกอนเม็ดเล็ก ๆ แบบ curdy หรือ gelatinous ความแตกต่างของความเข้มข้นของสารละลายที่จุด Q และ S คือ  $Q - S$  เรียกว่าองศาการอิ่มตัวยิ่งยวด

### 11.4.3. ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของตะกอนและอัตราเร็วในการเกิดตะกอน

ผู้ทำการศึกษาคือ Von Weimann เขาพบว่า ถ้าจุด S อยู่ใกล้กับจุด Q มากจะได้นิวคลีโอ จำนวนมาก และตะกอนมีขนาดเล็ก ถ้าจุด S ห่างจากจุด Q มาก ก็จะได้ตะกอนมีขนาดใหญ่

ขนาดของตะกอน แปรผกผันกับการอิ่มตัวยิ่งยวดสัมพัทธ์



เขาได้ตั้งความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเร็วในการเกิดตะกอนกับค่าการอิ่มตัวยิ่งยวดสัมพัทธ์ (relative supersaturation)

$$\text{ค่าการอิ่มตัวยิ่งยวดสัมพัทธ์} = Q - S / S \quad (11.1)$$

Q = ความเข้มข้นของสารที่ต้องการตกตะกอน (M)

S = ค่าการละลายคิดเป็นโมลาร์ (Molar Solubility)

Q - S / S - มีค่าสูง อัตราการตกตะกอนเร็ว ได้ตะกอนมีขนาดเล็กและขยายตัวน้อยพื้นที่ผิวมาก

Q - S / S - มีค่าต่ำ อัตราการตกตะกอนช้า ได้ตะกอนขนาดใหญ่และการขยายตัวมาก พื้นที่ผิวน้อย

Q - S / S เรียกว่า Von Weimarn ratio

อัตราเร็วในการตกตะกอน  $\propto$  Q - S / S

สมการนี้จะใช้เป็นเพียงการคาดคะเนเท่านั้น จะนำไปใช้ประโยชน์ในการเลือกเงื่อนไขและสภาวะของการตกตะกอน เพื่อให้ได้ตะกอนขนาดใหญ่ กรองและล้างได้

### 11.5. กระบวนการตกตะกอนในทางปฏิบัติ

ในทางปฏิบัติ การตกตะกอนจะต้องดำเนินการอย่างเป็นขั้นตอนและต้องมีการตรวจสอบในแต่ละขั้นตอนอย่างละเอียดและระมัดระวังเพื่อให้ได้ตะกอนสมบูรณ์และปราศจากมลทิน ดังแสดงในตารางที่ 11.1

ตารางที่ 11.1 แสดงขั้นตอนการตกตะกอนในทางปฏิบัติ

ขั้นตอน	การปฏิบัติ	ข้อสังเกต
1. การเตรียมสารตัวอย่าง	1. ละลายสารตัวอย่าง 2. การแยก หรือควบคุมไอออนที่มารบกวน	ป้องกัน การเกิด simultaneous precipitation และการเกิด inclusion ของตัวรบกวน
2. การตกตะกอน ตัวตกตะกอน - Inorganic precipitant - Organic precipitant	จากสารที่เจือจางและร้อน โดยค่อยๆเติมตัวตกตะกอนอย่างระมัดระวัง หรือโดยใช้เทคนิค Homogeneous Precipitation เพื่อป้องกันการเกิดความเข้มข้นของรีเอเจนต์มากเกินไปเฉพาะที่ (local high concentration of reagents). มากเกินไปเล็กน้อย พร้อมกับทำการคนตลอดเวลา ทำการย่อยตะกอน	เพิ่มการเจริญเติบโตของอนุภาค และลด occlusion ข้อสังเกต การย่อยตะกอน สามารถเพิ่ม post precipitation
3. การกรอง	กรองสารละลายเมื่อเย็น ล้างสารละลายด้วยอิเล็กโตรไลต์เจือจาง	ลดการละลาย ลดการดูดซับของสิ่งปนเปื้อน และป้องกัน peptization
4. การทำให้แห้งและการเผาตะกอน	ทำให้แห้งโดยอบที่ 110-140° C	ป้องกันการกระเด็นสูญหายของตะกอน แน่ใจว่าเกิด Oxidation อย่างสมบูรณ์ เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสูตรสารประกอบที่แน่นอน
5. การชั่งน้ำหนัก	จะต้องทำการชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด ทำการเผาซ้ำอีกครั้งหนึ่งแล้วทำการชั่ง จนได้น้ำหนักคงที่ จากนั้นนำตัวอย่างเก็บไว้ใน desiccator	ต้องคอยระมัดระวังเอาใจใส่ กรณีที่สารตัวอย่างสามารถดูดความชื้นได้

### 11.6. การเกิดปนเปื้อนของตะกอน (The Contamination of Precipitates)

เนื่องจากในสารละลายตัวอย่างที่เราศึกษานั้นมักมีสารอื่น ๆ ปะปนอยู่ เมื่อทำการตกตะกอนสารที่เราสนใจแยกออกมา ตะกอนส่วนใหญ่จะมีมลทิน (impurities) หรือสารที่ไม่ต้องการปะปนมากับตะกอนได้ด้วยเสมอ เรียกว่า เกิดการปนเปื้อนของตะกอนในการหาปริมาณโดยการตกตะกอน เราต้องการตะกอนที่มีความบริสุทธิ์สูง ดังนั้นเราจำเป็นต้องศึกษาให้ทราบถึงการเกิดมลทินว่าเกิดได้อย่างไร สามารถที่จะกำจัดหรือลดการเกิดมลทินนั้นได้อย่างไร ในการเกิดการปนเปื้อนของตะกอนแบ่งออกเป็น 2 แบบคือ

1. การเกิดการปนเปื้อนโดยการตกตะกอนจริง (Contamination by true precipitation)
2. การเกิดการปนเปื้อนโดยการตกตะกอนร่วม (Contamination by coprecipitation)

#### 11.6.1. การเกิดการปนเปื้อนโดยการตกตะกอนจริง แบ่งออกได้ 2 แบบคือ

##### 11.6.1.1. การตกตะกอนเกิดขึ้นพร้อม ๆ กัน (Simultaneous precipitation)

สารที่เราสนใจ

+ ตัวตกตะกอน --> ตกตะกอนออกมาพร้อม ๆ กัน

มลทิน

สารที่เราสนใจและมลทินสามารถรวมตัวกับตัวตกตะกอนแล้วได้ตะกอนออกมาพร้อมกันหรือเกือบพร้อมกัน เนื่องจากมีปริมาณมากพอที่ผลคูณของไอออนในสารละลายมีค่ามากกว่าค่า  $K_{sp}$  การเกิดการปนเปื้อนแบบนี้ เกิดขึ้นต่อเมื่อความเข้มข้นเกินค่า  $K_{sp}$  ถ้าความเข้มข้นต่ำกว่าค่า  $K_{sp}$  คอนทาคิเนชันแบบนี้จะไม่เกิดขึ้นและการเกิดการปนเปื้อนแบบนี้จะมากหรือน้อย ย่อมแตกต่างกันไป แล้วแต่ค่า  $K_{sp}$  ของสารแต่ละตัว

### 11.6.1.2. มลทินตกตะกอนหลังสารที่สนใจ ( Post Precipitation)

สารที่เราสนใจ + ตัวตกตะกอน --> ตะกอนสมบูรณ์



มากเกินไป + มลทิน -> ตกตะกอนออกมาทีหลัง

ในกรณีจะเกิดขึ้นเมื่อมลทินมีอัตราเร็วในการเกิดตะกอนต่ำกว่าสารที่สนใจหาปริมาณ ทำให้มลทินตกตะกอนหลังสารที่เราสนใจตกตะกอนสมบูรณ์แล้ว

### 11.6.2. การเกิดการปนเปื้อนโดยการตกตะกอนร่วม

เป็นการปนเปื้อนที่เกิดขึ้นโดยมลทินที่สามารถละลายได้ในสารละลายเข้าไปปนเปื้อนระหว่างกระบวนการเกิดตะกอน และมักเกิดได้ในขณะที่สารละลายยังเป็นสารละลายไม่อิ่มตัว (Unsaturation Solution) เมื่อตกตะกอนลงมาแล้ว มลทินก็ยังคงอยู่ในตะกอนนั้น แบ่งออกเป็น 3 แบบคือ

#### 11.6.2.1 การดูดซับที่ผิว (Surface Adsorption)

การเกิดการปนเปื้อนของตะกอนแบบซึ่งมลทินเป็นสารที่เกิดขณะที่มีการดูดซับระหว่างไอออนบนผิวของตะกอนชั้นที่หนึ่ง (primary layer) กับ counter ion ในสารละลาย โดยที่มลทินเข้าถึงดูดบนผิวหน้าของตะกอนเป็นชั้นที่หนึ่ง (primary layer) จากนั้น counter ion จาก Coagulation salt เข้าถึงดูดเป็นชั้นที่สอง (secondary layer) เช่นตกตะกอน AgCl ถ้ามี  $I^-$  เป็นมลทิน

$K^+ \quad H^+ \quad Na^+ \quad - - - - -$ counter layer  $Cl^- \quad Cl^- \quad I^- \quad I^- \quad - - - - -$ primary layer  $- - - - -$ $Ag^+ \quad Cl^- \quad Ag^+ \quad Cl^- \quad Ag^+ \quad Cl^- \quad Ag^+$  $Cl^- + Ag^+ \quad Cl^- \quad Ag^+ \quad Cl^- \quad Ag^+ \quad Cl^-$	<p><math>I^-</math> จะถูกดึงดูดได้ใน ชั้นที่หนึ่ง เนื่องจาก AgI เป็นสารประกอบที่มีการละลายต่ำกว่า AgCl ดังนั้น AgI จะเป็นผลทินของตะกอน AgCl</p> <p>การเกิดการปนเปื้อนแบบนี้มีโอกาสเกิดได้มาก สำหรับตะกอน แบบที่มีพื้นที่ผิวมาก เช่น ตะกอนแบบ curdy หรือ gellatinous precipitate</p> <p>ส่วน Crystalline precipitate มีโอกาสเกิดน้อยกว่า</p>
--	---

ในการตกตะกอน เรานิยมจะเติมตัวตกตะกอนมากเกินไปเล็กน้อย เช่น ในการตกตะกอน  $Cl^-$  โดยใช้  $AgNO_3$  มากเกินไป Counter ion ในชั้นที่สองจะเป็นตัวทำให้ประจุสมดุล แล้วทำให้ตะกอนรวมตัวกันแยกออกมา ถ้ามีไอออน 2 ชนิดหรือมากกว่าอยู่ในสารละลาย ซึ่งไอออนทั้งสองมีความสามารถในการรวมตัวเป็นสารประกอบที่มีการละลายหรือแตกตัวได้ต่ำกว่ากัน counter ion จะเป็นตัวที่มีประจุสูงกว่า

ในกรณีเติม  $AgNO_3$  ไม่มากเกินไปพอ ตะกอน AgCl ยังคงความเป็นแบบ curdy precipitate และเคลื่อนที่ไปได้ทั่วในสารละลาย เนื่องจากการที่อนุภาคของ AgCl ในขณะนั้นมีประจุประจำตัวเป็นลบอนุภาค เมื่อเคลื่อนที่เข้ามาใกล้กันจะผลัดกัน ทำให้อนุภาคเหล่านี้เคลื่อนที่ไปได้ทั่วสารละลาย จะเห็นสารละลายขุ่นเหมือนนม ต่อเมื่อเติม  $AgNO_3$  จนมากเกินไป อนุภาค AgCl จะถูก  $Ag^+$  ที่มากเกินไปทำให้ประจุประจำตัวถูก neutralized จึงทำให้จับกลุ่มตกตะกอนลงมาได้ แต่การจับกลุ่มตกตะกอนแบบ Coagulation พบว่าแรงยึดเกาะกลุ่มตกลงมามีค่าไม่มากนักและไม่หนาแน่นพอ มักพบว่าตะกอนแบบนี้ไม่บริสุทธิ์ เนื่องจากมีการอ้อม (occlusion) สารละลายไว้ในกลุ่มของตะกอนด้วย แต่การล้างตะกอนอาจทำให้ counter ion หลุดออกมากับน้ำล้างตะกอน ได้แต่อนุภาคที่มีชั้นที่หนึ่งซึ่งมีประจุประจำตัว จะเกิดการผลัดกันกลับคืนสู่ Colloidal state ได้ อีก กระบวนการ coagulation reverse เรียกเปปไทเซชัน (peptization) ดังนั้น ถ้าล้างตะกอน AgCl ด้วยน้ำครั้งแรกน้ำล้างตะกอนอาจจะใส แต่ต่อมาจะมีสีขุ่นมัว เนื่องจากการเกิดเปปไทเซชัน ตะกอนอาจจะรอดูของกระดาษกรองลงมาได้นั่นเอง วิธีป้องกันใช้น้ำล้างตะกอนที่เหมาะสม ส่วนใหญ่มักใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีไอออนที่มีประจุ ป้องกันไม่ให้ counter ion หลุดออกมาในสารละลายได้ แม้ในกรณีที่เติมตัวตกตะกอน

มากเกินไป เวลาทำการล้างตะกอน counter ion ก็มีโอกาสดูดได้เหมือนกัน เพราะว่าเกาะกันอย่างหลวม ๆ

#### 11.6.2.2 การแทรกสอด (occlusion)

เป็นกระบวนการที่มลทินเกิดอยู่ในโครงผลึกของตะกอน สาเหตุอาจเกิดได้ 2 แบบคือ

- (1) อาจทำการตกผลึกเร็วเกินไป ผลึกที่ได้โตเร็ว จึงมีโพรงข้างในมาก สารละลายเดิม (mother liquor) ก็ติดเข้าไปมาก มลทินที่ละลายอยู่ในสารละลายก็มีอยู่มากด้วย
- (2) อาจเกิดโดยตะกอนแบบ Colloidal aggregates ที่จะกลุ่มตกลงมาอย่างหลวม ๆ ได้ เป็นตะกอนที่ไม่แน่นอาจมีสารละลายเดิม (mother liquor) ติดเข้ามาได้ การปนเปื้อนแบบนี้ วิธีลดทำได้ โดยการตกผลึกอย่างช้า ๆ หรืออาจทำการย่อยตะกอน (digestion) หรือตกตะกอนซ้ำ (Reprecipitation)

#### 11.6.2.3. ไอโซมอร์ฟิซอินคลูชัน (Isomorphous Inclusion)

เป็นการปนเปื้อนของตะกอนแบบที่ไอออนที่เป็นมลทินซึ่งมีขนาดและส่วนประกอบสามารถเข้าไปอยู่ข้างใน โครงสร้างผลึกของตะกอน โดยที่ทำให้ตะกอนเสียรูปร่างและผิดแบบไป

Isomorphic Compound หมายถึงสารประกอบที่มีสูตรโมเลกุลแบบเดียวกันและมีโครงสร้างผลึกแบบเดียวกัน เช่น NaCl, KCl, KBr เป็น Isomorphic ซึ่งกันและกัน และมีโครงผลึกเป็นรูปลูกบาศก์แบบเดียวกัน พวกนี้สามารถตกตะกอนร่วมแบบ Isomorphous Inclusion ได้ ที่สำคัญคือ มีอัตราเร็วในการเกิดตะกอนได้พอ ๆ กัน

ตารางที่ 11.2 ชนิดหลักๆของการตกตะกอนร่วม และความสัมพันธ์กับชนิดของตะกอน

ชนิดของการตกตะกอนร่วม	รูปแบบของการปนเปื้อน	ชนิดของตะกอนที่ถูกרבกวน
Isomorphic Inclusion	การแทนที่ของไอออนที่รบกวนในโครงสร้างผลึกของตะกอน ซึ่งมีความคล้ายคลึงกัน	Crystalline ( เมื่อเกิดแล้วกำจัดได้ยาก มักจะแยกเอาไอออนที่รบกวนออกไป ก่อนทำการตกตะกอน)
Non-isomorphic Inclusion	สิ่งเจือปนจะอยู่ในลักษณะ Solid solution กับตะกอน	Crystalline และ Colloidal
Surface Adsorption	การดูดซับทางเคมีของสิ่งเจือปน	Colloidal

### 11.7. วิธีลดการเกิดการปนเปื้อน (Ways to minimize contamination)

#### 11.7.1. พยายามรักษาระดับของศาการอิ่มตัวของสารละลาย ( degree of supersaturation,

$Q - S$ ) ให้ต่ำลงซึ่งสามารถทำได้ดังนี้

(1) รีเอเจนต์และสารละลายที่ใช้ ควรจะเจือจางให้พอเหมาะ ซึ่งมีผลทำให้ค่า  $Q - S$  มีค่าน้อย นิวคลีโอไซด์มีจำนวนน้อย ผลึกที่ได้จะโตและอัดแน่น มลทินมีโอกาสติดมาได้น้อย

(2) เดิมรีเอเจนต์ลงไปช้า ๆ และคนให้ทั่ว และเติมรีเอเจนต์ให้มากเกินไปจนพอเล็กน้อย วิธีนี้ลดอัตราในการเกิดตะกอน นั่นคือ  $Q - S$  มีค่าน้อย

(3) ตกตะกอนในสารละลายที่ร้อน (แต่ไม่ใช่สารละลายที่เดือด) ซึ่งจะช่วยให้เกิดผลดีในการลด  $Q - S$  เพราะว่าค่าการละลาย ( $S$ ) เพิ่มขึ้นเมื่อสารละลายมีอุณหภูมิสูงขึ้น

### 11.7.2. ทำการย่อยตะกอน (digestion)

การย่อยตะกอนนี้ จะเป็นการทำให้ลักษณะของตะกอนที่ตกลงมาครั้งแรกได้เปลี่ยนแปลงรูปร่าง คือ หลังจากทำการย่อยแล้ว ตะกอนจะจัดตัวเองเป็นรูปแบบที่ถูกต้อง วิธีการย่อยตะกอนทำโดย การเพิ่ม อุณหภูมิให้กับตะกอนในสารละลาย อุณหภูมิสูงจะทำให้ตะกอนละลาย แล้วค่อย ๆ รวมกันใหม่ได้ผลึกที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าเดิม

### 11.7.3. การตกตะกอนซ้ำ (Reprecipitation)

เป็นวิธีการที่ทำโดยแยกเอาตะกอนที่ตกครั้งแรกมาโดยให้มีสารละลายเดิมติดมาน้อยที่สุด ทำการล้าง แล้วนำตะกอนมาละลายใหม่ในตัวทำละลายที่บริสุทธิ์แล้วทำการตกตะกอนใหม่ จะทำให้ตะกอนรวมตัวกันใหม่ ในสภาวะที่มีปริมาณมลทินที่น้อยลงมากและตะกอนจะบริสุทธิ์ขึ้น

### 11.7.4. การล้างตะกอน (Washing)

การล้างตะกอนจะมีผลมากในการกำจัดมลทินที่ดูดซับผิว ส่วนแบบอื่น ๆ อาจไม่ได้ผลเลย การล้างตะกอนเป็นสิ่งจำเป็นมาก เมื่อแยกตะกอนออกมาจากสารละลายเดิม (mother liquor) ในการล้างตะกอน น้ำล้างตะกอนเป็นสิ่งที่สำคัญและจะต้องมีสมบัติดังนี้

- (1) ต้องไม่ไปละลายตะกอนหรือละลายได้น้อยที่สุด อาจทำได้โดย
  - (ก) เดิมสารที่มีไอออนร่วมกับตะกอนลงไปเล็กน้อยในน้ำล้างตะกอน
  - (ข) เดิมตัวทำละลายอินทรีย์ลงไปเพื่อลดการละลาย หรืออาจใช้สารละลายเจือจางของตัวทำละลายอินทรีย์เป็นน้ำล้างตะกอนเลยก็ได้
- (2) ต้องไม่มีปฏิกิริยาเคมีกับตะกอน และไม่เหลือติดอยู่กับตะกอนเมื่อเผาให้แห้ง

- (3) ต้องไม่ทำให้ตะกอนกลับกลายเป็น Colloidal particles คือไม่ควรเกิด peptization
- (4) ควรมีสสมบัติทำให้มลทินหลุดออกไปจากตะกอนให้ได้มากที่สุด

### 11.8. ตัวอย่างและปฏิกิริยาเคมีที่ให้ตัวตกตะกอน

#### ปฏิกิริยาของการตกตะกอน (Precipitation Reactions)

สารที่ต้องการวิเคราะห์ ( Analytes ) + ตัวตกตะกอน ( Precipitating agent ) → ตะกอน (precipitates)

ตะกอน อาจจะได้โดยตรง จากการเติมตัวตกตะกอนลงในสารละลาย หรือมีการปรับสภาวะของการทดลอง เช่น การปรับสภาพความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้เหมาะสม ตะกอน (precipitates) คือ สารเคมีที่อาจจะอยู่ได้ในรูปของ เกลือ (salts), สารประกอบเชิงซ้อน ( complexes), สารประกอบไฮดรอกไซด์ ( Hydroxides), สารประกอบออกไซด์ ( Hydrous Oxides) เป็นต้น

#### 11.8.1. สารเคมีที่ใช้ในการตกตะกอน (Precipitating agent)

สารที่ใช้เป็นตัวตกตะกอนมีทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ ทั้งนี้การเลือกตัวตกตะกอนจะต้องศึกษาชนิดและสมบัติของตะกอนที่ได้ ซึ่งสามารถจะแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ คือ

##### 11.8.1.1 ตัวอย่างสารอนินทรีย์ที่ใช้เป็นตัวตกตะกอน ( ตัวอย่างในตารางที่ 11.3)

ตารางที่ 11.3 ตัวอย่างสารอนินทรีย์ที่ใช้เป็นตัวตกตะกอน

รีเอเจนต์ที่ใช้	สารที่สนใจ	รูปของตะกอน	สารที่สนใจในรูปที่หาน้ำหนัก
NH <sub>3</sub> (aq)	Be	Be hydrous oxide	BeO
	Al	Al hydrous oxide	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Sc	Sc hydrous oxide	Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Fe	Fe hydrous oxide	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	In	In hydrous oxide	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	U	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> U <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>
H <sub>2</sub> S	Zn	ZnS	ZnO
	Ge	GeS	GeO <sub>2</sub>
	As	As <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	Mg	MgNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub>	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
	Ca	Ca <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	CaSO <sub>4</sub>
	Mn	MnNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O	Mn <sub>2</sub> P <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	Zn	ZnNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub> ·H <sub>2</sub> O	Zn <sub>2</sub> P <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
	Zr	Zr(HPO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Zr <sub>2</sub> P <sub>4</sub> O <sub>7</sub>
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Sr, Cd, Pb, และ Ba W	Sr, Cd, Pb, และ Ba W sulphates	Sulphates
HCl	Ag	AgCl	AgCl
	Si	Si ( Silicic acid)	SiO <sub>2</sub>
AgNO <sub>3</sub>	Cl	AgCl	AgCl
	Br	AgBr	AgBr
	I	AgI	AgI
HClO <sub>4</sub>	Nb	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
	Si	SiO <sub>2</sub>	SiO
BaCl <sub>2</sub>		BaSO <sub>4</sub>	BaSO <sub>4</sub>

## 11.8.1.2 ตัวอย่างสารอินทรีย์ที่ใช้เป็นตัวตกตะกอน ( ตัวอย่างในตารางที่ 11.4)

ตารางที่ 11.4 ตัวอย่างสารอินทรีย์ที่ใช้เป็นตัวตกตะกอน

รีเอเจนต์ที่ใช้	วิธีการใช้
8-Hydroxyquinoline	เป็นรีเอเจนต์ที่ไม่จำเพาะเจาะจง เกิดสารเชิงซ้อนกับโลหะได้มากกว่า 20 ชนิด การควบคุม pH จะมีผลต่อความจำเพาะเจาะจง
Dimethylglyoxime	เป็นรีเอเจนต์ที่มีความจำเพาะเจาะจงสูง เกิดสารเชิงซ้อนกับ Ni(II) ในสารละลายที่เป็นเบส และกับ Pd(II) ในสารละลายที่เป็นกรดเท่านั้น
Sodium tetraphenylboron (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub> B <sup>-</sup> Na <sup>+</sup>	เป็นรูปตะกอนคล้ายเกลือกับ K <sup>+</sup> และ NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> มีตัวรบกวนคือ Hg <sup>2+</sup> , Rb <sup>+</sup> และ Ca <sup>2+</sup>
Benzidene	รวมตัวเป็นเกลือกับ SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ในสารละลายที่เป็นกรด (C <sub>12</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) อาจทำการชั่งตะกอน หรือทำการไทเทรตด้วย NaOH หรือ KMnO <sub>4</sub>
Cuferron	ตกตะกอนกับโลหะหนักจำนวนมากในสารละลายกรดเจือจาง และโลหะบางตัวเช่น Fe, Ti, Zr, V, U, Sn, Nb, Ta จากสารละลายที่มี HCl หรือ H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> เข้มข้น 10% v/v
α-benzoin oxime (cuproin)	ใช้เป็นรีเอเจนต์ที่มีความจำเพาะเจาะจงกับ Cu จากสารละลายแอมโมเนีย (โดย tartrate ion จะจับ Fe, Al ในสารละลาย) และสำหรับ Mo จากกรดเจือจาง (มี Ni, Nb, Ta รบกวน)
tetraphenylarsonium chloride (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub> As <sup>+</sup> Cl <sup>-</sup>	ให้ตะกอนคล้ายเกลือกับไอออนลบจำนวนมาก เช่น ReO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , MoO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , WO <sub>4</sub> <sup>-</sup> , HgCl <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , SnCl <sub>6</sub> <sup>2-</sup> , CdCl <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , ZnCl <sub>4</sub> <sup>2-</sup>

### 11.8.2. การตกตะกอนจากสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน

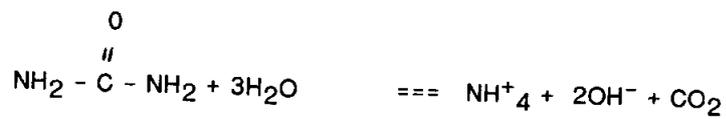
#### (Precipitation from Homogeneous Solution)

เพื่อป้องกันการเกิดจุดอิ่มตัวสูงเฉพาะที่ของรีเอเจนต์ ( local high concentration of reagents) จะทำโดยใช้เทคนิคการตกตะกอนจากสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน คือการใช้ปฏิกิริยาเคมี ให้ตัวตกตะกอนออกมาในสารละลายตัวอย่างในขณะที่ทำการตกตะกอน ตัวอย่างของปฏิกิริยาดังจะไดกล่าวต่อไป

ในการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก ซึ่งการใช้ตัวตกตะกอนเติมลงในสารละลาย ทำให้สารตกตะกอนในสารละลายที่เป็นสารละลายอิ่มตัวยังยวด โดยมีการกำจัดหรือลดมลทินแล้วก็ตาม ยังมีปัญหาหนึ่งซึ่งเกิดขึ้นเป็นความผิดพลาดจากวิธีการตกตะกอนเอง ปัญหานี้เกิดจากจุดอิ่มตัวสูงเฉพาะที่ ซึ่งเป็นการอิ่มตัวยังยวดของสารละลายบางส่วน อันเนื่องมาจากการที่ไอออนจากตัวตกตะกอนรวมตัวกับไอออนที่ต้องการจะตกตะกอนในสารละลายเกิดเป็นสารที่มีการละลายต่ำ ทำให้เกิดจุดอิ่มตัวขึ้นเป็นบางส่วนของสารละลายผลทำให้ได้ตะกอนมีขนาดเล็ก หากจุดอิ่มตัวสูงเฉพาะที่เกิดขึ้นแล้ว แม้จะมีการคนให้ทั่วสารละลายก็ไม่สามารถกำจัดได้ ผลทำให้สารละลายบางส่วนยังคงเป็นจุดอิ่มตัวต่ำทำให้การตกตะกอนของสารจากสารละลายได้ไม่หมด วิธีกำจัดจุดอิ่มตัวสูงเฉพาะที่ทำได้โดยวิธีการตกตะกอนจาก สารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous solution) ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาเคมีปล่อยให้ไอออนที่ต้องการทำให้ตกตะกอนทั่วทุกจุดในสารละลาย เนื่องจากปฏิกิริยาเคมีจะเกิดการให้ไอออนของตัวตกตะกอนออกมาทุก ๆ จุดทั่วสารละลาย ทำให้สารละลายเป็นสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน และสามารถทำให้ไอออนที่เราสนใจเข้าร่วมกับไอออนของตัวตกตะกอนได้ทุก ๆ จุด โดยวิธีการนี้ นิยมใช้สารอินทรีย์เป็นตัวตกตะกอนโดยให้แอนไอออน ออกมาแล้วรวมตัวกับแคทไอออนที่เราสนใจ

11.8.2.1. ตกตะกอนเป็นไฮดรอกไซด์ ( $\text{OH}^-$ )

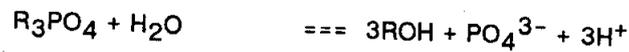
สารที่ใช้คือ Urea ( $\text{NH}_2 - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{NH}_2$ ) โดยมีปฏิกิริยากับน้ำดังนี้



$\text{OH}^-$  ที่ได้ก็คือไฮดรอกไซด์ไอออนที่เป็นตัวตกตะกอนที่ถูกปล่อยออกมาจาก Urea ทำปฏิกิริยากับน้ำ ซึ่งใช้ในการตกตะกอน  $\text{Fe}^{+3}$ ,  $\text{Zn}^{+2}$ ,  $\text{Al}^{+3}$

11.8.2.2. ตกตะกอนเป็น phosphate ( $\text{PO}_4^{3-}$ )

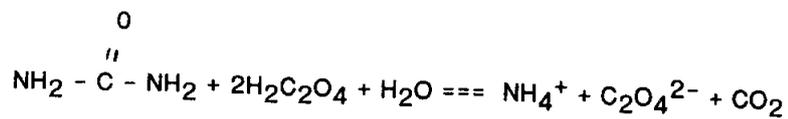
สารที่ใช้คือ trimethyl phosphate ( $\text{R}_3\text{PO}_4$ ),  $\text{R} = \text{CH}_3$  โดยมีปฏิกิริยากับน้ำดังนี้



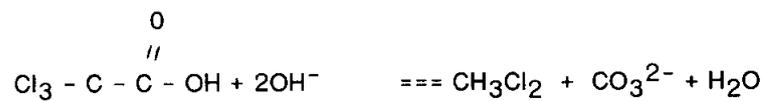
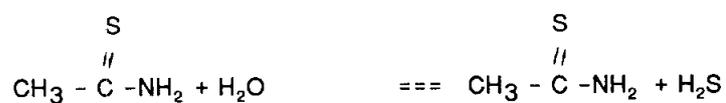
ใช้ในการตกตะกอน  $\text{Bi}^{3+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Hf}$ ,  $\text{Zr}$

11.8.2.3. ตกตะกอนเป็น oxalate ( $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ )

จะใช้ Urea เป็นตัวเพิ่ม pH ในการตกตะกอน  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  จากสารละลายกรด เพราะว่า  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  จะไม่ตกตะกอนในสารละลายกรด



ใช้ในการตกตะกอน  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$

11.8.2.4. ตกตะกอนเป็น sulphate ( $\text{SO}_4^{2-}$ )สารที่ใช้คือ Sulphamic acid ( $\text{NH}_2 - \text{SO}_3\text{H}$ )ใช้ในการตกตะกอน  $\text{Ba}^{+2}$ ,  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Cr}^{+3}$ ,  $\text{Pb}^{+2}$ 11.8.2.5. ตกตะกอนเป็น carbonate ( $\text{CO}_3^{2-}$ )สารที่ใช้คือ Trichloro acetic acid ( $\text{Cl}_3 - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{OH}$ )ใช้ในการตกตะกอน  $\text{Ca}^{+3}$ ,  $\text{Pr}^{+3}$ 11.8.2.6.. ตกตะกอนเป็น sulphide ( $\text{S}^{2-}$ )สารที่ใช้คือ Thioacetamide ( $\text{CH}_3 - \overset{\text{S}}{\parallel} \text{C} - \text{NH}_2$ )ใช้ในการตกตะกอน  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$

### 11.9. การคำนวณที่เกี่ยวข้องกับวิธีการหาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก (Gravimetric Calculation)

ในกระบวนการหาปริมาณวิเคราะห์ทางเคมีใดๆ ความต้องการในขั้นตอนสุดท้ายคือต้องการที่จะทราบว่า มีปริมาณขององค์ประกอบที่สนใจในสารตัวอย่างที่ศึกษาอยู่ในปริมาณเท่าใด ซึ่งสามารถแสดงได้ในเทอมเปอร์เซ็นต์ (part per hundred), ส่วนในพันส่วน (parts per thousand, ppt), ส่วนในล้านส่วน (parts per million, ppt), หรืออาจจะอยู่ในหน่วยความเข้มข้นอื่นๆ

ในการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก สามารถทำได้โดยตรง (direct) หรือโดยอ้อม (indirect)

#### (1) การคำนวณหาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักวิธีตรง

โดยปกติ การวิเคราะห์หาองค์ประกอบในสารตัวอย่างจะต้องอาศัยการแยก บางครั้งสามารถทำได้โดยง่าย โดยอาศัยคุณสมบัติทางกายภาพเบื้องต้น เช่น การระเหย การละลาย ปริมาณองค์ประกอบ A ซึ่งถูกแยกออกมาจากองค์ประกอบอื่นๆในสารตัวอย่างในรูปของสารประกอบบริสุทธิ์ ที่ทราบชนิดและองค์ประกอบที่แน่นอน จากน้ำหนักของสารประกอบที่ได้ จะสามารถคำนวณหาน้ำหนักของสารที่ต้องการวิเคราะห์ได้

#### (2) การคำนวณหาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักวิธีอ้อม

ในเทคนิคการตกตะกอน การหาปริมาณของธาตุหรือสารประกอบที่เราสนใจจะคำนวณออกมาในรูปเปอร์เซ็นต์ของสารในสารตัวอย่าง และผลจากการทดลองโดยการชั่งน้ำหนักจะทราบน้ำหนักของสารตัวอย่างและน้ำหนักของตะกอน แต่ธาตุหรือสารประกอบที่เราสนใจไม่ได้ถูกวัดโดยตรง เพราะไม่เป็นตะกอนทั้งหมด แต่เป็นองค์ประกอบในตะกอนเราสามารถคำนวณหาน้ำหนักของสารที่เราสนใจจากน้ำหนักตะกอนที่ได้ โดยในการคำนวณใช้หลักปริมาณมวลสารสัมพันธ์น้ำหนักของสารประกอบหนึ่งที่เกี่ยวข้องในปฏิกิริยาเคมี (อาจ

จะเป็นสารตั้งต้น หรือผลิตภัณฑ์) ถูกเปลี่ยนเป็นน้ำหนักของสารประกอบอีกตัวหนึ่ง (อาจจะเป็นสารตั้งต้น หรือผลิตภัณฑ์) ที่ปรากฏอยู่ในปฏิกิริยาเดียวกัน จากสมการที่ดุลแล้ว

ในการคำนวณเกี่ยวกับการวัดปริมาณแบบนี้ไม่ยุ่งยากมากนัก เพราะว่าการทดลองเริ่มต้นจากการชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่าง และขั้นตอนสุดท้ายก็มีการชั่งน้ำหนักตะกอนที่ได้ จากนั้นจึงนำมาคำนวณส่วนมากสารตัวอย่าง 1 โมเลกุล ซึ่งมีหนึ่งอะตอมขององค์ประกอบที่ต้องการหาปริมาณประกอบอยู่นั้น จะปรากฏหนึ่งอะตอมในตะกอนซึ่งเราสามารถชั่งได้ ดังนั้นจึงไม่มีความจำเป็นต้องเขียนรายละเอียดของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นทั้งหมด ในการคำนวณจะใช้หลักที่ว่า อะตอม ไอออนหรือโมเลกุลที่เข้าทำปฏิกิริยาเคมี จะเข้าทำปฏิกิริยากันเป็นอัตราส่วนของเลขลงตัวจำนวนน้อย ดังนั้นจึงง่ายต่อการคำนวณ

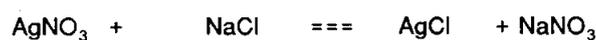
บ่อยครั้งต้องอาศัยปฏิกิริยาเคมี เพื่อเปลี่ยนองค์ประกอบไปอยู่ในรูปสารประกอบอย่างอื่น เพื่อสะดวกต่อการแยกและสามารถชั่งได้อย่างถูกต้อง น้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยา เช่น ตะกอน จะต้องทำการแยก และทำให้แห้ง และคำนวณย้อนกลับไปหาน้ำหนักขององค์ประกอบ โดยใช้ปริมาณมวลสารสัมพันธ์จากปฏิกิริยาที่ดุลแล้ว ซึ่งวิธีการจะอาศัยหลักความจริงที่ว่า สารประกอบตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป ที่มีปริมาณที่สมมูลกัน ภายใต้เงื่อนไขของการทดลองเดียวกัน แต่มีการเปลี่ยนแปลงในน้ำหนักที่แตกต่างกัน จะสามารถใช้ความสัมพันธ์หาปริมาณสารที่สนใจได้



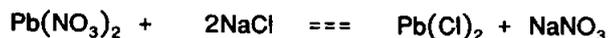
ถ้าทราบน้ำหนักของ D และต้องการทราบน้ำหนักของ A ซึ่งสามารถคำนวณได้จากปฏิกิริยาเคมีที่ดุลแล้วโดยอาศัยปริมาณมวลสารสัมพันธ์ได้ดังนี้

$$\text{น้ำหนักสาร A} = \text{น้ำหนักสาร D} \times \frac{1}{FW_D} \times \frac{a \text{ mole}_A}{d \text{ mole}_D} \times FW_A \quad (11.3)$$

$$\text{น้ำหนักสาร A} = \text{น้ำหนักสาร D} \times \frac{FW_A}{FW_D} \times \text{mole ratio} \frac{a}{d} \quad (11.4)$$



$$\text{น้ำหนัก NaCl} = \text{น้ำหนัก AgCl} \times \frac{FW_{\text{NaCl}}}{FW_{\text{AgCl}}} \times \frac{1}{1}$$



$$\text{น้ำหนัก NaCl} = \text{น้ำหนัก Pb}(\text{Cl})_2 \times \frac{\text{FW}_{\text{NaCl}}}{\text{FW}_{\text{Pb}(\text{Cl})_2}} \times \frac{2}{1}$$

การเปลี่ยนน้ำหนักของสารประกอบที่ทราบไปเป็นน้ำหนักของสารประกอบที่ต้องการวิเคราะห์ โดยอาศัยน้ำหนักสูตรของสารที่ต้องการศึกษาต่อน้ำหนักสูตรของสารที่ทราบปริมาณ คูณด้วยอัตราส่วนของตัวเลขที่ได้มาจากการดุลธาตุที่เป็นตัวร่วมในสารที่ต้องการศึกษาและสารที่ทราบปริมาณ ค่าที่นำมาใช้นี้เรียกว่า "Gravimetric factor"

### 11.9.1. นิยามของ gravimetric factor

หมายถึงจำนวนกรัมของสารที่เราสนใจที่สามารถทำปฏิกิริยาพอดีหรือสมมูลกับ 1 กรัมของตะกอนที่สามารถชั่งได้

$$= \text{น้ำหนักกรัมสูตรของสารที่สนใจ} / \text{น้ำหนักกรัมสูตรของตะกอน} \times a / b$$

a,b เป็นเลขจำนวนเต็มลงตัว ซึ่งเป็นค่าที่ทำให้จำนวนอะตอมของสารที่สนใจและตะกอนเท่ากัน

เมื่อต้องการคำนวณหาน้ำหนักของสาร A ที่มีอยู่ในตะกอนที่ชั่งได้ สามารถคำนวณได้โดยใช้ gravimetric factor โดย

$$\text{น้ำหนักสาร A} / \text{น้ำหนักตะกอน} = \text{gravimetric factor}$$

$$\text{น้ำหนักสาร A} = \text{น้ำหนักตะกอน} \times \text{gravimetric factor}$$

ค่า Gravimetric factor, F สามารถคำนวณได้โดยใช้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$F = \frac{a \times (\text{FW}_A)}{b \times (\text{FW}_B)} \quad (11.5)$$

เมื่อ a , b คือสัมประสิทธิ์ของ A และ B ตามลำดับ ซึ่งแสดงถึงอัตราส่วนของมวลสารสัมพันธ์ระหว่าง A และ B ซึ่งได้จากสมการที่ดุลแล้ว และ FW คือน้ำหนักสูตร ตัวอย่างเช่น

ในการหาปริมาณ Fe ในรูปของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  โดยวิธีการชั่งน้ำหนัก

$$\text{ค่า gravimetric factor มีค่าเท่ากับ } \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{2 \times 55.847}{159.692} = 0.6694$$

ในการหาปริมาณ  $\text{Cl}_2$  ในรูปของ  $\text{AlCl}_3$  โดยวิธีการชั่งน้ำหนัก

$$\text{ค่า gravimetric factor มีค่าเท่ากับ } \frac{3\text{Cl}_2}{2\text{AlCl}_3} = \frac{3 \times 70.906}{2 \times 133.34} = 0.79765$$

ในการหาปริมาณสารที่สนใจในตัวอย่าง อาจคำนวณในรูปเปอร์เซ็นต์ขององค์ประกอบ A ในสารตัวอย่าง สามารถคำนวณได้จากข้อมูลที่มาจากการทดลอง โดยใช้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$\% A = \frac{W \times F}{S} \times 100 \quad (11.6)$$

W = น้ำหนักเป็นกรัมของสารประกอบ B ที่ซึ่งได้ในขั้นตอนสุดท้ายของกระบวนการวิเคราะห์ ( นั่นคือ น้ำหนักของตะกอน หรือผลิตภัณฑ์ที่ได้รับจากการเปลี่ยนแปลงมา)

F = Gravimetric factor หรือ Conversion factor คือตัวเลขที่จะต้องนำมาคูณกับค่า W เพื่อให้สอดคล้องกับน้ำหนักของสารประกอบ A

### ตัวอย่างที่ 11.1

จงคำนวณค่า gravimetric factors จากการเปลี่ยนแปลงต่อไปนี้

a)  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  จาก Fe

b)  $\text{Mg}_2\text{P}_4\text{O}_7$  จาก MgO

c)  $\text{Mg}_2\text{P}_4\text{O}_7$  จาก  $\text{P}_2\text{O}_5$

d)  $\text{BaSO}_4$  จาก  $\text{SO}_3$

e)  $\text{BaSO}_4$  จาก  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

f) AgCl จาก  $\text{KClO}_3$

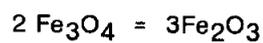
g) CaO จาก  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

h) AgCl จาก As (  $\text{As} \rightarrow \text{Ag}_3\text{AsO}_4 \rightarrow 3\text{AgCl}$  )

(a) F =	$\frac{3\text{Fe}}{\text{Fe}_3\text{O}_4}$	$\frac{3 \times 55.847}{231.539}$	= 0.7236
(b) F =	$\frac{2\text{MgO}}{\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7}$		= 0.3623
(c) F =	$\frac{\text{P}_2\text{O}_5}{\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7}$		= 0.6377
(d) F =	$\frac{\text{SO}_3}{\text{BaSO}_4}$		= 0.3430
(e) F =	$\frac{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3}{\text{BaSO}_4}$		= 0.4886
(f) F =	$\frac{\text{KClO}_3}{\text{AgCl}}$		= 0.8551
(g) F =	$\frac{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{\text{CaO}}$		= 2.389
(h) F =	$\frac{\text{As}}{3\text{AgCl}}$		= 0.1742

### ตัวอย่างที่ 11.2

จงพิจารณาและหาค่า gravimetric factor



$\text{Fe}_3\text{O}_4$  2 โมลจะได้  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  3 โมล

$$\text{no.fw. Fe}_3\text{O}_4 = 2/3 \times \text{no. fw. Fe}_2\text{O}_3$$

$$\text{wt.Fe}_3\text{O}_4 / \text{g.fw Fe}_3\text{O}_4 = 2 / 3 \text{ wt.Fe}_2\text{O}_3 / \text{g.fw Fe}_2\text{O}_3$$

$$\text{wt.Fe}_3\text{O}_4 = \text{wt.Fe}_2\text{O}_3 \times \text{g.fw.Fe}_3\text{O}_4 / \text{g.fw Fe}_2\text{O}_3 \times 2/3$$

จากตัวอย่างในการคำนวณหาน้ำหนักของสาร A (สารที่สนใจ) ที่มีในตะกอน

1. พยายามหาความสัมพันธ์ของสาร A และตะกอนให้ได้
2. เทียบปริมาณที่สมมูลกัน หรืออาจหา gravimetric factor จากนิยามหรือจากสูตร

## 3. นำมาหา % ในสารตัวอย่างโดยใช้สูตร

$$\% A = \text{น้ำหนักตะกอน} \times \text{g.f.w สารA} / \text{g.f.w ตะกอน} \times a/b \times 100$$

## ตัวอย่างที่ 11.3

สารตัวอย่างหนัก 0.1803 กรัมประกอบด้วย  $\text{Pb}_3\text{O}_4$  และสารเจือย ทำการตกตะกอนให้อยู่ในรูป  $\text{PbSO}_4$

หนัก 0.2378 กรัม จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ  $\text{Pb}_3\text{O}_4$  และ Pb ในสารตัวอย่าง

## วิธีทำ

เปอร์เซ็นต์ของ  $\text{Pb}_3\text{O}_4$  ในสารตัวอย่างคำนวณได้โดย

$$\begin{aligned} \% \text{Pb}_3\text{O}_4 &= \frac{W_{\text{PbSO}_4} \times F}{S} \times 100 \\ &= \frac{0.2378 \times \frac{\text{Pb}_3\text{O}_4}{3\text{PbSO}_4}}{0.1803} \times 100 \\ &= \frac{0.2378 \times \frac{658.57}{3 \times 303.25}}{0.1803} \times 100 = 99.4\% \end{aligned}$$

เปอร์เซ็นต์ของ Pb ในสารตัวอย่างสามารถคำนวณได้ดังนี้

## วิธีทำ

เปอร์เซ็นต์ของ Pb ในสารตัวอย่างมีค่าเท่ากับ

$$\begin{aligned} \% \text{Pb} &= \frac{W_{\text{PbSO}_4} \times F}{S} \times 100 \\ &= \frac{0.2378 \times \frac{\text{Pb}}{\text{PbSO}_4}}{0.1803} \times 100 \\ &= \frac{0.2378 \times \frac{207.19}{303.25}}{0.1803} \times 100 = 90.1\% \text{ Pb} \end{aligned}$$

## ตัวอย่างที่ 11.4

สารตัวอย่างชุดหนึ่ง มีปริมาณซัลเฟตเป็นองค์ประกอบอยู่ระหว่าง 20.0 - 48.0% ซึ่งทำการวิเคราะห์โดยการตกตะกอนเป็น  $\text{BaSO}_4$

ก) น้ำหนักที่น้อยที่สุดของสารตัวอย่างที่จะต้องใช้ในการวิเคราะห์เพื่อให้แน่ใจว่า ได้ตะกอน  $\text{BaSO}_4$  น้อยที่สุด 0.3125 กรัม

ข) น้ำหนักที่มากที่สุดของ  $\text{BaSO}_4$  ที่สามารถได้รับจากสารตัวอย่างปริมาณข้างต้น

## วิธีทำ

ก) เปอร์เซนต์ของ  $\text{SO}_4$  ในสารตัวอย่างหาได้จากความสัมพันธ์ดังนี้

$$\begin{aligned} \% \text{ so4} &= \frac{W_{\text{BaSO}_4} \times F}{s} \times 100 \\ &= \frac{W_{\text{BaSO}_4} \times \frac{\text{SO}_4}{\text{BaSO}_4}}{S} \times 100 \\ S \text{ ( gram of sample)} &= \frac{W_{\text{BaSO}_4} \times \frac{\text{SO}_4}{\text{BaSO}_4}}{\% \text{SO}_4} \times 100 \\ &= \frac{0.3125 \times \frac{96.06}{233.40}}{20} \times 100 = 0.643 \end{aligned}$$

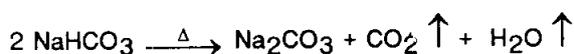
ข) น้ำหนักที่มากที่สุดของ  $\text{BaSO}_4$  จาก 0.643 กรัม ของสารตัวอย่างที่จะได้รับจากสารตัวอย่างที่

มีปริมาณซัลเฟตมากที่สุด 48%

$$\begin{aligned} S \text{ ( gram of sample)} &= \frac{W_{\text{BaSO}_4} \times \frac{\text{SO}_4}{\text{BaSO}_4}}{\% \text{SO}_4} \times 100 \\ W_{\text{BaSO}_4} &= \frac{\% \text{SO}_4}{100} \times \frac{\text{BaSO}_4}{\text{so4}} = 0.750 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

**ตัวอย่างที่ 11.5**

โซเดียมไบคาร์บอเนต (Sodium bicarbonate,  $\text{NaHCO}_3$ ) ถูกเปลี่ยนเป็น โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) โดยการเผาตั้งสมการ



ทำการเผาสารตัวอย่างของ  $\text{NaHCO}_3$  ที่ไม่บริสุทธิ์จำนวน 0.4827 กรัม มีสารตกค้างเหลืออยู่ 0.3189 กรัม

ถ้าสิ่งเจือปนอยู่ไม่ระเหยที่อุณหภูมิที่ทำการเผา จงคำนวณเปอร์เซ็นต์ของ  $\text{NaHCO}_3$  ในสารตัวอย่าง

**วิธีทำ**

น้ำหนักที่หายไปเนื่องมาจาก  $\text{CO}_2$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ที่ระเหยไปเนื่องจากการเผา

จากสมการเคมีที่ดุลแล้ว

2 โมลของ  $\text{NaHCO}_3$  สมมูลกับ 1 โมลของ  $\text{CO}_2$  และ 1 โมลของ  $\text{H}_2\text{O}$

เราจะได้ว่า

$$\begin{aligned} \% \text{NaHCO}_3 &= \frac{W_{\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}} \times \frac{2\text{NaHCO}_3}{\text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}}}{S} \times 100 \\ &= \frac{(0.4827 - 0.3189) \times \frac{2 \times 84.01}{44.01 + 18.015}}{0.4827} \times 100 = 91.92 \end{aligned}$$

**11.9.2. การคำนวณหาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักโดยวิธีอ้อม (Indirect Gravimetric****Analysis)**

ชนิดที่ง่ายที่สุดของวิธีโดยอ้อม คือสารประกอบหนึ่งใน 2 ชนิดของสารประกอบบริสุทธิ์จะถูกแยกออกไป และทำการชั่งน้ำหนักด้วยกัน จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์ทางเคมีต่อ หรือโดยการวิเคราะห์สารตัวอย่างใหม่ เพื่อให้ได้ข้อมูลเพิ่มเติม จากนั้นทำการคำนวณองค์ประกอบใดองค์ประกอบหนึ่ง แล้วนำไปหักออกจากน้ำหนักของสารตัวอย่างทั้งหมด ก็จะสามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบที่เหลือได้

ในชนิดทั่วไปอื่นๆ ของการวิเคราะห์โดยอ้อม สารประกอบ 2 ชนิด หลังจากการแยก และชั่งด้วยกันแล้ว จะถูกเปลี่ยนเป็นสารประกอบอื่นๆโดยใช้สารเคมีที่เป็นที่รู้จักกันโดยทั่วไป ดังนั้น สามารถคำนวณหาผลรวมของน้ำหนักของสารประกอบใหม่ทั้งสอง หรือโดยการคำนวณหาปริมาณสารเคมีที่ถูกใช้ไปในการเปลี่ยนแปลงสารที่กำลังศึกษา

### ตัวอย่างที่ 11.6

สารตัวอย่างหนัก 0.5095 กรัม ประกอบด้วย  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  เมื่อทำการเผาในบรรยากาศของก๊าซไฮโดรเจน น้ำหนักหายไปเท่ากับ 0.1187 กรัม ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ถูกรีดิวซ์เป็น Fe ในขณะที่  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ) จงคำนวณเปอร์เซ็นต์ของ Fe และ Al ในสารตัวอย่าง

วิธีทำ

สารตัวอย่างหนัก 0.5095 กรัม สมมุติว่ามี  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  x กรัม และ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  0.5095 - x กรัม

น้ำหนักที่หายไป 0.1187 กรัม จะมีค่าเท่ากับ x กรัมของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

ในขณะที่การหายไปของน้ำหนัก  $16.00 \times 3 = 48.00$  กรัมจะสัมพันธ์กับ 159.69 กรัมของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

( 1 โมล ของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  159.69 กรัม มี  $\text{O}_2 = 16.00 \times 3 = 48.00$  กรัม )

$$\frac{x}{159.69} = \frac{0.1187}{48.00}$$

$$x = 0.3949 \text{ กรัม } \text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ หรือ } \frac{0.3949}{0.5095} \times 100 = 77.51\% \text{ Fe}_2\text{O}_3$$

$$\text{ดังนั้น } \text{Al}_2\text{O}_3 = 100.00 - 77.51 = 22.49$$

$$\% \text{ Fe} = 77.51 \times \frac{2 \times 55.85}{159.69} = 54.22$$

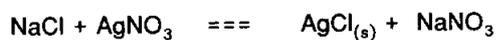
$$\% \text{ Al} = 22.49 \times \frac{2 \times 26.98}{101.96} = 11.90$$

## ตัวอย่างที่ 11.7

สารตัวอย่างหนัก 0.4828 กรัม ประกอบด้วย NaCl และ KCl เพียง 2 ชนิดเท่านั้น นำมาทำปฏิกิริยากับ  $\text{AgNO}_3$  ให้สารประกอบ  $\text{AgCl}$  หนัก 1.1280 กรัม จงคำนวณเปอร์เซ็นต์ของ NaCl และ KCl ในสารตัวอย่าง

## วิธีทำ

สมมุติว่ามี NaCl = x กรัม และมี KCl = y กรัมในสารตัวอย่างหนัก 0.4828 กรัม



$$58.44 \qquad \qquad \qquad 143.32$$

$$x \qquad \qquad \qquad \frac{143.32x}{58.44}$$



$$74.55 \qquad \qquad \qquad 143.32$$

$$y \qquad \qquad \qquad \frac{143.32y}{74.55}$$

$$x + y \qquad \qquad = \quad 0.4828 \text{ กรัม} \qquad \qquad (11.7)$$

$$\frac{143.32x}{58.44} + \frac{143.32y}{74.55} \qquad = \quad 1.1280 \text{ กรัม} \qquad \qquad (11.8)$$

จากการแก้สมการจะได้  $x = 0.3771$  กรัม และ  $y = 0.1057$  กรัม

ในสารตัวอย่างประกอบด้วย

$$\frac{0.3771}{0.4828} \times 100 = 78.11 \% \text{ NaCl}$$

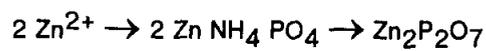
$$\frac{0.1057}{0.4828} \times 100 = 21.89 \% \text{ KCl}$$

### หมายเหตุ

ในการวิเคราะห์ทางอ้อม จะได้ผลการทดลองถูกต้องน้อยกว่าการวิเคราะห์โดยตรง เพราะความผิดพลาดใดๆในการวิเคราะห์จะถูกคูณด้วยสัมประสิทธิ์ของ x และ y วิธีการเช่นนี้สามารถจะประยุกต์ใช้ได้กับของผสมใดๆที่มีสารประกอบของเกลือที่มาจากกรด หรือเบสที่เหมือนกัน โดยจะมีอยู่ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน นอกจากนี้ยังสามารถประยุกต์ใช้ได้กับ ของผสมที่มีองค์ประกอบมากกว่า 2 ชนิด โดยมีข้อแม้ว่า สามารถจะเขียนปฏิกิริยาแยกกันได้อย่างชัดเจน

### ตัวอย่างที่ 11.8

นำตัวอย่างของสังกะสีหนัก 0.15000 g จะมีสิ่งเจือปนที่ไม่เกิดปฏิกิริยามาละลายในกรด และสังกะสีจะตกตะกอนออกมาในรูป Zinc ammonium phosphate ( $\text{ZnNH}_4\text{PO}_4$ ) จากนั้นทำการแยกเอาตะกอนออกมาและเผาให้อยู่ในรูป Zinc pyrophosphate ( $\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) ถ้าหากว่า Zinc pyrophosphate หนัก 0.3333 g จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ Zn(%Zn) ในสารตัวอย่างเริ่มต้น (Zn = 65.38 , P = 30.944)



จะได้ว่าความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนโมลของ Zn ในมวลระหว่าง ( $n_{\text{Zn}}$ ) และ

จำนวนโมลของ Zinc pyrophosphate ( $n_{\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7}$ ) ที่เกิดขึ้นคือ

$$n_{\text{Zn}} = 2n_{\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7}$$

$$n_{\text{Zn}} = 2 \times (0.3333/304.7)$$

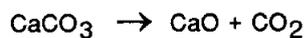
ใน 0.1500 g ของสารตัวอย่างจะมี Zn =  $(2 \times 0.3333 \times 65.38) / 304.71$  g

ใน 100 g ของสารตัวอย่างจะมี Zn =  $((2 \times 0.3333 \times 65.38) / (304.71)) \times 100 = 95.35$

## ตัวอย่างที่ 11.9

ในของผสมซึ่งประกอบด้วย CaO และ CaCO<sub>3</sub> เมื่อทำการเผาของผสมนี้และทำให้เย็นใน desiccater พบว่า น้ำหนักหายไป 5% จงคำนวณหาร้อยละของ CaCO<sub>3</sub> ในของผสม (Ca=40.08)

จากการเผาจะพบว่า



ถ้า 100 g ของของผสมถูกเผา 5 กรัมที่หายไปกลายเป็น CO<sub>2</sub> ซึ่งจะมาจาก CaCO<sub>3</sub>

$$\begin{aligned} n_{\text{CO}_2} &= n_{\text{CaCO}_3} \\ (5/44.00) &= n_{\text{CaCO}_3} \end{aligned}$$

จำนวนกรัมของ CaCO<sub>3</sub> ใน 100 กรัมของของผสม คือ

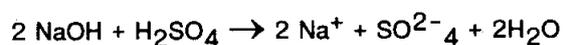
$$(5/44.00) \times 100.00 = 11.37$$

$$\text{ในของผสม \% CaCO}_3 = 11.37$$

## ตัวอย่างที่ 11.10

จงคำนวณหาปริมาตรของสารละลาย NaOH เข้มข้น 5.00 M ที่ต้องใช้ในการทำปฏิกิริยาพอดีกับ H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

เข้มข้น 0.3222 M จำนวน 55.55 mL



$$n_{\text{NaOH}} = 2 \times n_{\text{H}_2\text{SO}_4}$$

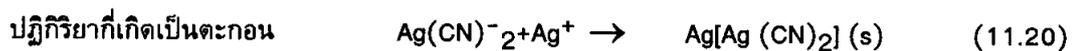
$$V_{\text{NaOH}} \times 0.5000 = 2 \times 55.55 \times 0.3222$$

$$V_{\text{NaOH}} = (2 \times 55.55 \times 0.3222) / 0.5000 = 71.59 \text{ mL}$$

## ตัวอย่างที่ 11.11

สารละลาย  $\text{AgNO}_3$  เข้มข้น 0.1245 M ถูกใช้ในการไทเทรตกับสารละลาย KCN จำนวน 25.00 ลบ.ซม. โดยมี  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$  เป็นอินดิเคเตอร์ ถ้าหากว่า  $\text{AgNO}_3$  18.56 ลบ.ซม. ถูกใช้ในการทำปฏิกิริยาจนถึงจุดจบ (ที่จุดจบนี้ จะเห็นสารละลายมีสีเหลืองอ่อน) จงคำนวณความเข้มข้นเป็น M ของ KCN ในสารละลาย

หลักในการวิเคราะห์  $\text{CN}^-$  โดยแบ่งการเกิดปฏิกิริยาเป็น



เมื่อรวม (11.19) และ (11.20) เข้าด้วยกัน



ปริมาณมวลสารสัมพันธ์จากสมการ

$$\begin{aligned} n_{\text{Ag}^+} &= n_{\text{CN}^-} \\ 0.1245 \times 18.56 &= 25.00 \times M_{\text{KCN}} \\ M_{\text{KCN}} &= (0.1245 \times 18.56) / 25.00 \\ &= 0.9243 \end{aligned}$$

ที่จุดจบของการไทเทรต จะเติม  $\text{Ag}^+$  ปริมาณน้อยมาก ๆ เกินพอเพื่อทำการตกตะกอน  $\text{CN}^-$  ในรูป  $\text{Ag}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$  เพื่อเกิดเป็นสารละลายสีส้มเหลือง สีนี้มาจากการรวมตัวของ  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$  ซึ่งมาจากปฏิกิริยาของ  $\text{Ag}^+$  ที่มากเกินไปกับอินดิเคเตอร์  $\text{CrO}_4^{2-}$

จากตัวอย่างเดียวกันนี้ ถ้าหากไม่มี  $\text{CrO}_4^{2-}$  เป็นอินดิเคเตอร์ และเมื่อหยุดการไทเทรตเมื่อเห็นตะกอนสีขาวเกิดขึ้น จงคำนวณปริมาตรของ  $\text{AgNO}_3$  ที่ใช้

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นสารเชิงซ้อน  $\text{Ag}^+ + 2\text{CN}^- \rightarrow \text{Ag}(\text{CN})_2^-$  (Soluble dicyanosilver complex)

$$\text{จะได้ว่า } 2 \times n_{\text{Ag}} = n_{\text{CN}}$$

$$\text{กำหนด } 2 \times 0.1245 \times V_{\text{AgNO}_3} = 25.00 \times 0.09243$$

$$V_{\text{AgNO}_3} = (25.00 \times 0.09243) / (2 \times 0.1245) = 9.28 \text{ mL}$$

การไทเทรตจะหยุดเมื่อเติม  $\text{Ag}^+$  มากเกินพอเล็กน้อยลงในสารละลายที่มีไอออนเชิงซ้อน  $2\text{Ag}(\text{CN})_2^-$  .

ผลให้เกิดการรวมตัวของตะกอนสีขาวของ  $\text{Ag}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$

### ตัวอย่างที่ 11.12

ในสารละลายประกอบด้วย 8.00 mmol ของ HCl เติมลงใน  $\text{CaCO}_3$  ซึ่งเป็นของแข็งจำนวน 9 กรัม จะมี  $\text{CaCO}_3$  ที่ไม่ได้เข้าทำปฏิกิริยาเหลืออยู่เท่าไร? (Ca = 40, C = 28, O = 16)

$$9.00 \text{ g ของ } \text{CaCO}_3 \text{ คิดเป็น } \text{CaCO}_3 = (9.00 \times 1000) / 100.9 = 89.92 \text{ mmole}$$

จากปฏิกิริยา  $\text{CaCO}_3 + 2\text{HCl} \rightarrow \text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$

จากปฏิกิริยา HCl 2 mmol ทำปฏิกิริยาพอดีกับ  $\text{CaCO}_3$  1 mmol

ถ้า HCl 8.00 mmol ทำปฏิกิริยาพอดีกับ  $\text{CaCO}_3$   $(1 \times 8.00) / 2 = 4.0$  mmol

$$\therefore \text{จะมี } \text{CaCO}_3 \text{ เหลืออยู่ไม่เข้าทำปฏิกิริยา} = (89.92 - 4.00) / 1000 = 0.0859 \text{ mol}$$

ในตัวอย่างนี้สามารถทำการคำนวณได้อย่างง่ายดายจากสมการที่ดุลแล้ว ดังนี้

$$n_{\text{HCl}} = 2 \times n_{\text{CaCO}_3}$$

$$n_{\text{CaCO}_3} = 1/2 \times n_{\text{HCl}} = 1/2 \times 8.00 / 1000 = 4.0 \text{ mmol}$$

### 11.10. ข้อดีและขีดจำกัดของการหาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก

#### 11.10.1. ความเร็ว ( speed)

ข้อดีอย่างหนึ่งของการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก คือไม่ต้องทำการเทียบมาตรฐาน ปริมาณสารสามารถหาได้โดยตรงจากการชั่งน้ำหนักของตะกอนโดยใช้มวลอะตอมที่ทราบ แต่ในขณะเดียวกัน บางขั้นตอนในกระบวนการ เช่น การย่อยตะกอน การกรอง และการทำให้แห้ง ต้องใช้เวลานาน

#### 11.10.2. ความไว (sensitivity)

ความไวของการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก โดยปกติไม่ขึ้นอยู่กับความไวของเครื่องมือที่ใช้ ในกรณีคือเครื่องชั่ง การหาปริมาณสารที่สนใจที่มีปริมาณน้อยค่อนข้างยาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งสารตัวอย่างที่ยู่ยากมีองค์ประกอบต่างๆมากมาย การแยกของแข็งที่มีปริมาณน้อย ๆ จากสารละลายตัวอย่างที่มีปริมาณมากๆทำได้ยาก ผลก็คือเทคนิคนี้จะไม่ได้ดีกับตัวอย่างที่มีองค์ประกอบน้อยกว่า 0.1% โดยน้ำหนัก

#### 11.10.3. ความถูกต้อง ( Accuracy)

ในตัวอย่างที่ไม่ยุ่งยากมีองค์ประกอบที่สนใจมาก (มากกว่า 1%) การวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักจะให้ความถูกต้องและคงามแม่นยำสูงมาก เพราะความถูกต้องและความแม่นยำของเครื่องชั่งเมื่อเทียบกับเครื่องมือวิเคราะห์อื่นๆ ความผิดพลาดน้อยกว่า 0.2%

#### 11.10.4. ความจำเพาะเจาะจง ( selectivity)

การวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักปกติจะมีความจำเพาะเจาะจงต่อกลุ่มของสารที่สนใจซึ่งรวมตัวอยู่ในรูปของเกลือที่ไม่ละลายกับตัวตกตะกอน วิธีการนี้จึงไม่มีความจำเพาะเจาะจง 100%

### 11.1.1. การประยุกต์ของการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนัก

#### 11.1.1.1. การวิเคราะห์สารอนินทรีย์

การใช้เทคนิคการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักเพื่อหาปริมาณแอนไอออนและแคทไอออนของสารอนินทรีย์เป็นที่ยอมรับกันโดยทั่วไป ดังตัวอย่างแสดงในตารางที่ 11.

ตารางที่ 11.6 ตัวอย่างของสารที่สนใจและตัวตกตะกอนที่ใช้

สารที่สนใจ	ตัวตกตะกอนที่ใช้
Be, Al, Fe	$\text{NH}_3(\text{aq})$
Zn	$\text{H}_2\text{S}$
Mg	$(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$
Cd, Pb, Ba	$\text{H}_2\text{SO}_4$
Ag	HCl
Cl	$\text{AgNO}_3$
$\text{SO}_4^{2-}$	$\text{BaCl}_2$
$\text{PO}_4^{3-}$	$\text{MgCl}_2$

#### 11.1.1.2. การวิเคราะห์สารอินทรีย์

การใช้ตัวตกตะกอนที่จำเพาะเจาะจงกับหมู่ฟังก์ชันได้ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายในการทำคุณภาพวิเคราะห์ของสารอินทรีย์ สำหรับตัวอย่างของการหาปริมาณวิเคราะห์สารอินทรีย์ได้แก่

(1) ปริมาณซาลิไซเลตในการเตรียมสารทางด้านเภสัชกรรม สามารถหาได้โดยการเติมไอโอดีนเพื่อรวมตัวเป็นผลิตภัณฑ์ที่เป็นสารประกอบที่ไม่ละลายน้ำในสภาวะเป็นด่าง

(2) ปริมาณนิโคติน (Nicotine) ในผลิตภัณฑ์ยาสูบ หาได้โดยการเกิดปฏิกิริยากับ silicotungstic acid สำหรับตัวอย่างอื่นๆ อย่างเช่น การหาปริมาณแลคโตสในนมผง และการหาปริมาณโคเลสเตอรอลในอาหารประเภทเส้นใย (cereals)

ในอดีตการใช้เทคนิคการวิเคราะห์หาปริมาณโดยการชั่งน้ำหนักเป็นเทคนิคที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้มากที่สุดในการวิเคราะห์ แต่ในปัจจุบันการใช้ลดลงเมื่อถูกแทนที่ด้วยเทคนิคการใช้เครื่องมือที่มีความจำเพาะเจาะจงสูงกว่า

### คำถามเพิ่มเติมท้ายบท

11.1. ในการหาปริมาณเหล็กโดยการชั่งน้ำหนักในตัวอย่างแร่ที่มี  $\text{FeS}_2$  น้ำหนักสุดท้ายของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  คือ 0.3117 g จงหาน้ำหนักของเหล็กซึ่งแสดงในรูป

ก) Fe

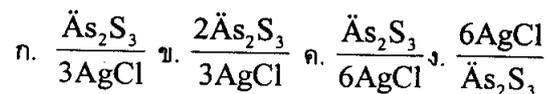
ข) FeO

ค)  $\text{FeS}_2$

ในสารตัวอย่างต่างกัน

ตอบ ก) 0.2180    ข) 0.2805    ค) 0.4684

11.2. ในการหาปริมาณของอาร์เซนิกโดยการชั่งน้ำหนัก ทำโดยการออกซิไดส์ให้อยู่ในรูปอาร์เซนเนต ซึ่งตกตะกอนในรูป  $\text{Ag}_3\text{AsO}_4$  ซึ่งละลายในกรดไนตริกและเงิน จะตกตะกอนและชั่งในรูป  $\text{AgCl}$  ความสัมพันธ์ในข้อใดต่อไปนี่ที่ให้อัจฉัยในการหาปริมาณสำหรับการคำนวณหาร้อยละ  $\text{As}_2\text{S}_3$  ในสารตัวอย่างตั้งต้น



ตอบ ค.  $\frac{\text{As}_2\text{S}_3}{6\text{AgCl}}$

11.3. ตัวอย่างเกลือมอห์ร (Mohr's salt),  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  ถูกนำมาวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบความยอมรับได้ว่าเป็นสารมาตรฐานปฐมภูมิสำหรับเหล็ก เมื่อเผาตัวอย่างหนัก 1.50000 g ได้ผลิตภัณฑ์ คือ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  หนัก 0.3016 g จงคำนวณ

ก) ความบริสุทธิ์ของสารตัวอย่าง    ข) ปริมาณของเหล็กคิดเป็นร้อยละในตัวอย่าง

ตอบ ก) 98.75 %    ข) 14.06 %

11.4. สารตัวอย่างของอะลูมิเนียม  $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  หนัก 0.5874 g ซึ่งประกอบด้วยก๊าซเฉื่อย นำมาทำปฏิกิริยากับ 8-hydroxyquinoline จากนั้นทำการเผาตะกอนที่เกิดขึ้นได้  $Al_2O_3$  หนัก 0.0589 g จงคำนวณหาปริมาณ ( ร้อยละ ) ของ Al และ K ในสารตัวอย่าง

ตอบ Al = 5.31 %, K = 7.69 %

11.5. สารตัวอย่างของเกลือ  $Na_2S_xO_6$  หนัก 0.1028 g ให้เกลือ  $BaSO_4$  หนัก 0.3570 g จงคำนวณค่าของ X

ตอบ X = 4

11.6. สารตัวอย่างของ  $Fe_2O_3$  ไม่บริสุทธิ์หนัก 0.9996 g ถูกเผาอย่างรุนแรงให้สิ่งตกค้าง 0.9784 g ถ้าหากว่าน้ำหนักที่สูญหายไปเนื่องมาจากการเปลี่ยนจาก  $Fe_3O_4$  ไปเป็น  $Fe_2O_3$  ( $6Fe_2O_3 \rightarrow 4Fe_3O_4 + O_2 \uparrow$ ) จงคำนวณหาปริมาณ ( เปอร์เซ็นต์ )  $Fe_2O_3$  ในตัวอย่าง

ตอบ 63.50 %

11.7. จงคำนวณปริมาตรของ  $AgNO_3$  เข้มข้น 0.200 M ที่ต้องการใช้ในการตกตะกอนคลอรีนที่มีอยู่ใน  $NaCl$  0.250 g อย่างสมบูรณ์ ถ้าเราต้องการรีเอเจนต์มากเกินไปเพียง 10%

ตอบ 24.5 mL

11.8. จงคำนวณหาปริมาณแอมโมเนียมออกซาลเลต  $(NH_4)_2 C_2O_4 \cdot H_2O$  ที่ต้องใช้สำหรับการตกตะกอนแคลเซียม ในตัวอย่างหินปูนที่ไม่บริสุทธิ์หนัก 0.500 g ถ้าเราต้องการรีเอเจนต์ก็มากเกินไปเพียง 10%

ตอบ 0.781 g

11.9. สารตัวอย่างที่เป็นกรดอินทรีย์ ( $H_nA$ ) หนัก X กรัม ถูกทำให้สะเทินอย่างสมบูรณ์ด้วยสารละลาย  $Ca(OH)_2$  เข้มข้น 0.10000 M จำนวน 25.00 mL จากนั้นทำการระเหยสารละลายได้เกลือที่ปราศจากน้ำ คือ  $Ca_nA_2$  หนัก 0.30000 g จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของไฮโดรเจนในกรด

ตอบ 2.46 %

11.10. เมื่อทำการเผาสารตัวอย่างที่ประกอบด้วย  $\text{KClO}_4$  จะได้  $\text{KCl}$  และออกซิเจน 0.1280 g จงหา น้ำหนักของ  $\text{AgCl}$  ที่เกิดขึ้น ถ้าหากว่าทำการตกตะกอนคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์

ตอบ 0.2866 g

11.11. เมื่อทำการเผาสารตัวอย่าง  $\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  จนได้น้ำหนักคงที่คือ 0.1384 g (สูญเสียน้ำทั้งหมด) จงคำนวณหาค่าของ  $x$

ตอบ 5

11.12. เมื่อเผาสารตัวอย่างหนัก 0.3200 g ซึ่งประกอบด้วย  $\text{CaCO}_3$  และ  $\text{MgCO}_3$  ได้ผลิตภัณฑ์ที่เหลืออยู่คือ  $\text{CaO}$  และ  $\text{MgO}$  หนัก 0.1664 g จงคำนวณหาร้อยละของ  $\text{CaO}$  และ  $\text{MgO}$  ในผลิตภัณฑ์ที่เหลืออยู่

ตอบ  $\text{CaO} = 55.00 \%$ ,  $\text{MgO} = 45.00 \%$

11.13. สารตัวอย่างซึ่งประกอบด้วย คลอไรด์, ไอโอดีน และสารเฉื่อยหนัก 0.2000 g ให้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นตะกอน  $\text{AgCl}$  และ  $\text{AgI}$  หนัก 0.3780 g เมื่อถูกเผาในไอของคลอรีนเพื่อเปลี่ยน  $\text{AgI}$  เป็น  $\text{AgCl}$  พบว่าน้ำหนักตะกอนหายไป 0.0488 g จงคำนวณหาร้อยละของ  $\text{Cl}$  และ  $\text{I}$  ในตัวอย่าง

ตอบ  $\text{Cl} = 31.25 \%$ ,  $\text{I} = 33.86 \%$

11.14. สารตัวอย่างหนัก 3.9996 g ประกอบด้วย  $\text{NaCl}$  และ  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  หลังจากนำสารเผาแล้ว น้ำหนักเหลือเพียง 3.7113 g นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาละลายน้ำและเจือจางจนมีปริมาตรเป็น 250.0 mL ( สารละลาย A ) จงคำนวณหาปริมาตรของการละลาย  $\text{AgNO}_3$  เข้มข้น 0.1000 M ที่ต้องใช้ ในการไทเทรตกับสารละลาย A จำนวน 10.00 mL

ตอบ  $\text{NaCl} = 2.0455 \text{ g}$ ,  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 1.9541 \text{ g}$ ,  $\text{AgCl} = 20.04 \text{ mL}$

11.15. สารตัวอย่างชนิดหนึ่งประกอบด้วย  $\text{NaCl}$ ,  $\text{NaBr}$  และ  $\text{NaI}$  และสิ่งเจือปนที่เป็นสารเฉื่อยเพียงเล็กน้อย นำสารตัวอย่างมา 0.3697 g มาละลายน้ำและเจือจางจนมีปริมาตรเป็น 100.0 mL ( สารละลาย A ) นำสารละลาย A มา 25.00 mL จะให้ตะกอน  $\text{PbI}_2$  หนัก 0.0480 g ในขณะที่สาร

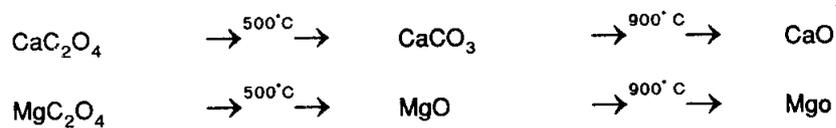
ละลาย A 50.00 mL ทำปฏิกิริยากับสารละลาย AgCl มากเกินพอ จะได้ตะกอนหนัก 0.3551 g และนำตะกอนนี้ไปเผาในไอของคลอรีนได้ AgCl หนัก 0.2866 g จงคำนวณหาปริมาณเป็นร้อยละ ของเฮไลต์แต่ละตัวในตัวอย่าง

ตอบ Cl = 18.93 %, Br = 22.17 %, I = 34.30 %

11.16. ในสารตัวอย่างที่ประกอบด้วยเพียง  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  และ CaO นำสารตัวอย่างมา 1.2000 g ทำการเผาที่อุณหภูมิ  $900^\circ\text{C}$  มีสารตกค้างของ CaO เหลืออยู่หนัก 0.8400 g จงคำนวณหาปริมาณร้อยละของ  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  และ CaO ในสารตัวอย่าง

ตอบ  $\text{CaC}_2\text{O}_4 = 0.6403 \%$ ,  $\text{CaO} = 46.64 \%$

11.17. สารตัวอย่างชนิดหนึ่งหนัก 0.3527 g ประกอบด้วย  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  และ  $\text{MgC}_2\text{O}_4$  เมื่อทำการเผาอุณหภูมิ  $500^\circ\text{C}$  และ  $900^\circ\text{C}$  ให้สารตกค้างเหลืออยู่ 0.1807 g และ 0.1367 g ตามลำดับ กำหนดปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในระหว่างการเผาดังนี้



จงคำนวณหาปริมาณร้อยละของ Ca และ Mg ในตัวอย่าง

ตอบ Ca = 11.63 %, Mg = 13.78 %

11.18. สารตัวอย่างชนิดหนึ่งหนัก 0.26660 g ประกอบด้วย KCl และ NaCl ที่มี Cl 0.1415 g จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ K และ Na ในตัวอย่าง

ตอบ K = 29.40 %, Na = 17.29 %

11.19. เมื่อทำการเปลี่ยนของผสมระหว่าง KCl และ NaBr ไปเป็นเกลือซัลเฟตโดยปราศจากการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ในตัวอย่าง

ตอบ KCl = 64.75 %

11.20. ในตัวอย่างมีเพียง KCl และ  $\text{KClO}_3$  ที่มี Cl 35.97 % จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ KCl และ  $\text{KClO}_3$  ในตัวอย่าง

ตอบ KCl = 37.83 %,  $\text{KClO}_3$  = 62.17 %

11.21. สารตัวอย่าง 0.7500 g ประกอบด้วย KCl, KBr และสิ่งเจือปน ทำการไทเทรตด้วยสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  เข้มข้น 0.1250 M จำนวน 32.00 mL เมื่อใช้สารตัวอย่างหนัก 0.2500 g จะให้ตะกอน  $\text{AgCl} + \text{AgBr}$  หนัก 0.2207 g จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ KCl และ KBr ในตัวอย่าง

ตอบ KCl = 19.90 %, KBr = 31.70 %

11.22. ในของผสมที่มี  $\text{BaSO}_4$  และ  $\text{PbSO}_4$  พบว่ามี Ba เท่ากับ Pb มีค่าเท่ากับ 66.29 % จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์  $\text{PbSO}_4$  ในของผสม

ตอบ 56.51 %

11.23. ในการเผาตัวอย่างหนัก 0.2743 g พบว่า ฟีนอล ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ ) และกลูโคส ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ) ให้  $\text{CO}_2$  0.5281 g จงคำนวณหาร้อยละของฟีนอลและกลูโคสในตัวอย่าง

ตอบ  $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$  = 34.31 %,  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$  = 65.69 %

11.24. จงคำนวณหาน้ำหนักของตัวอย่างเหล็กกล้าซึ่งถูกนำมาวิเคราะห์พบว่า  $\text{BaSO}_4$  แต่ละมิลลิกรัมที่ตกตะกอนจะแทนซัลเฟอร์ 0.100 % ในตัวอย่าง

ตอบ 0.137

11.25. แร่เหล็กชนิดหนึ่งประกอบด้วย  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  97.4 % จงหาว่าจะต้องนำสารตัวอย่างมาวิเคราะห์จำนวนเท่าใด ถ้าหากว่าทุก ๆ มิลลิกรัมของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ที่ตกตะกอนจะแทนเหล็ก 0.2000 % ในตัวอย่าง

ตอบ 0.350 g

11.26. จงคำนวณหาขนาดของตัวอย่างซึ่งมี  $\text{Br}^-$  20.0 % ที่จะต้องนำมาวิเคราะห์เพื่อให้ได้รับตะกอน  $\text{AgBr}$  หนัก 0.3876 g

ตอบ 0.825 g

11.27. ในตัวอย่างแร่สังกะสีที่มีความชื้น 1.80 % และหลังจากทำให้แห้งที่  $110^{\circ}\text{C}$  มีสังกะสี 21.70 %  
จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของสังกะสีในสารตัวอย่างตอนเริ่มต้น

ตอบ 21.31 %

11.28. ตัวอย่างแร่ทองแดงประกอบด้วยทองแดง 48.10 % ในตัวอย่างที่แห้ง และ 47.08 % ใน  
ตัวอย่างที่ชื้น จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความชื้นในสารตัวอย่างที่รับมา

ตอบ 2.12 %

11.29. สารตัวอย่างหนัก 1.0000 g หลังจากทำให้แห้งที่  $110^{\circ}\text{C}$  มีน้ำหนักเหลือเพียง 0.9875 g  
ตัวอย่างอีกชนิดหนึ่งหนัก 0.400 g (เมื่อได้รับ) ให้ AgCl หนัก 0.3810 g จงคำนวณหา  
เปอร์เซ็นต์ของคลอรีนในตัวอย่าง

ก) เมื่ออยู่ในสภาพที่แห้ง

ข) เมื่อรับมา

ตอบ ก) 23.86 % ข) 23.56 %

11.30. ในการหาปริมาณเหล็กโดยการชั่งน้ำหนัก จากตัวอย่างแร่ที่แห้งหนัก 0.6225 g พบว่าในแร่มี  
เหล็ก 12.69 % หลังจากนั้นนักวิเคราะห์พบว่าถ้าใช้กระดาษกรองธรรมดาแทนชนิดที่ปราศจาก  
เหล็ก เพื่อแก้ไขความผิดพลาดของผลที่ได้ เขาทำการเผากระดาษกรองธรรมดาได้แล้วเหลืออยู่หนัก  
0.0029 g จงหาเปอร์เซ็นต์ที่แท้จริงของเหล็กในตัวอย่าง

ตอบ 12.36 %

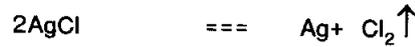
11.31. ในการหาปริมาณซัลเฟตโดยการชั่งน้ำหนัก ตัวอย่างหนัก 0.2841 g ที่มี  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  บริสุทธิ์จะให้  
ตะกอน  $\text{BaSO}_4$  หนัก 0.4604 g น้ำหนักของตะกอนที่ได้มีค่าน้อยกว่าทางทฤษฎี เพราะว่ามี  
 $\text{BaSO}_4$  บางส่วนถูกเปลี่ยนเป็น  $\text{BaS}$  ในระหว่างกระบวนการเผา จงคำนวณ

ก) เปอร์เซ็นต์ของ  $\text{BaS}$  ในตะกอน

ข) เปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดของการวิเคราะห์

ตอบ ก) 3.68 % ข) -1.37

11.32. ในการหาปริมาณ  $\text{Cl}^-$  โดยการชั่งน้ำหนัก พบว่าตะกอน  $\text{AgCl}$  2.40 % สลายตัวด้วยแสง ( หลังจากการกรอง ) เนื่องจากปฏิกิริยา



จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความผิดพลาดที่เนื่องมาจากการสลายตัว

ตอบ 0.59 %

11.33. จงคำนวณหาน้ำหนักของตะกอนเงินคลอไรด์ที่ถูกผลิตจากตัวอย่างหนัก 800 mg ที่มี  $\text{CaCl}_2$  14.5%

ตอบ 300 mg

11.34. ปุ๋ยชนิดหนึ่งมีสูตรว่า 8-8-8 โดยทั่วไปหมายถึงว่าประกอบด้วยไนโตรเจนทั้งหมด 8 %  $\text{P}_2\text{O}_5$  8% จงคำนวณหาร้อยละของ P และ K ในปุ๋ย

ตอบ P= 3.5 % , K= 6.6 %

11.35. สารตัวอย่างของซิลิคอนบริสุทธิ์หนัก 1.000 g นำมาทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดส์ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็น  $\text{SiO}_2$  หลังจากเก็บและทำให้แห้งชั่งน้ำหนักได้ 2.1387 g จงคำนวณหา % Si ในสารตัวอย่าง

ตอบ 99.98 %

11.36. ทำการตกตะกอนแคลเซียมในตัวอย่างหินปูนหนัก 607.4 mg ในรูปแคลเซียมออกซาเลต และทำการเผาให้อยู่ในรูป แคลเซียมคาร์บอเนตหนัก 246.7 mg

(ก) จงคำนวณหา % Ca ในสารตัวอย่าง

(ข) ถ้าทำการเผาตะกอนที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็น CaO จะได้ CaO หนักเท่าไร

(ค) ถ้ามีความผิดพลาดคงที่ คือ 0.1 mg ในทุกครั้งที่อ่านค่าจากเครื่องชั่ง จงคำนวณหาน้ำหนักผิดพลาดสัมพัทธ์ ( ส่วนในพันส่วน ) ในการหาน้ำหนัก  $\text{CaCO}_3$

ตอบ (ก) 16.26 % (ข) 138.2 mg (ค) 0.8 ppt

11.37. ยาลดกรด 1 เม็ดหนัก 3.084 g นำมาละลายและเจือจางจนมีปริมาตร 100.00 mL นำมา 25.00 mL ทำปฏิกิริยากับ 8-hydroxyquinoline เพื่อตกตะกอนอะลูมิเนียมและแมกนีเซียมทั้งหมด หลังจากทำให้แห้ง ชั่งน้ำหนักของตะกอนได้ 1.7748 g จากนั้นนำสารละลายของสารตัวอย่างมาอีก 25.00 mL ปฏิกิริยากับแอมโมเนียมากเกินไปเพื่อตกตะกอนเพียง  $\text{Al}(\text{OH})_3$  จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 800 C ค่าตะกอนที่ได้หนัก 0.1167 g จงคำนวณหา % Al และ Mg ในยาลดกรด

ตอบ Al = 8.009 %, Mg = 4.994 %

-----