

ปฏิบัติการที่ 1

การวิเคราะห์โดยน้ำหนัก

(Gravimetric analysis)

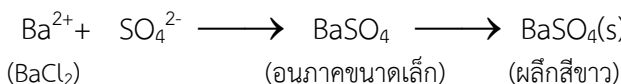
การทดลองที่ 1.1 การหาปริมาณซัลเฟตโดยวิธีการตกตะกอน

วัตถุประสงค์

1. เพื่อฝึกทักษะการทดลองโดยวิธีชั่งน้ำหนัก
2. เพื่อหาปริมาณซัลเฟตโดยวิธีการตกตะกอน

หลักการ

ไอออนซัลเฟตสามารถหาได้โดยการตกตะกอนกับ $BaCl_2$ ได้ตะกอนแบเรียมซัลเฟต อนุภาคตะกอนที่ตกในระยะเริ่มแรกมีขนาดเล็ก ดังนั้นจึงต้องมีการย่อย (digest) ให้ได้ผลึกที่โตขึ้น ดังสมการ



เกลือแบเรียมซัลเฟตง่ายต่อการตกตะกอนร่วมกับไอออนแบล็กปลอม ดังนั้นจึงควรระมัดระวังเพื่อที่จะทำให้อัตราส่วนอิมิตัววยดยิ่งต่ำที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ในระหว่างการตกตะกอน ซึ่งกระทำได้โดยการเติมสารละลาย $BaCl_2$ ซ้ำๆ พร้อมทั้งคนสารละลาย

อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
2. ครุชชีเบลพร้อมฝาปิด
3. ตู้อบไฟฟ้า
4. เดซิเคเตอร์

สารเคมี

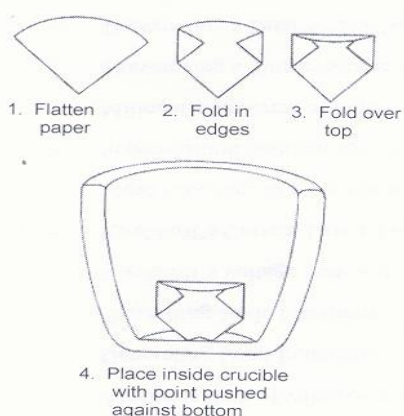
1. สารละลายแบเรียมคลอไรด์ ($BaCl_2$ 5% w/v)
2. สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$ 0.10 mol/L)
3. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)

วิธีการทดลอง

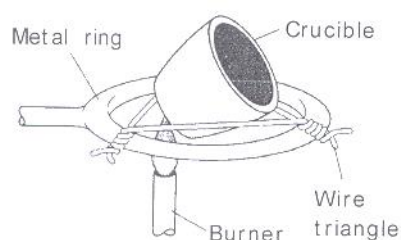
- 1) เตรียมครุชชีเบลพร้อมฝาปิด ที่มีน้ำหนักคงที่ โดยการนำครุชชีเบลพร้อมฝาที่ล้างสะอาดอบที่อุณหภูมิ $105^\circ C$ ประมาณ 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์แล้วชั่งน้ำหนัก
- 2) ชั่งตัวอย่างให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนในช่วง 0.30-0.35 กรัม ใส่สารตัวอย่างลงในปิកเกอร์ 500 mL
- 3) เติมน้ำกลั่นลงไป 25.00 mL และเติมสารละลาย HCl ลงไป 0.50 mL (ประมาณ 10 หยด) เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรประมาณ 200-250 mL คนให้สารละลายตัวอย่างละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
- 4) ต้มสารละลายให้เดือดด้วยเตาไฟฟ้า ยกออกจากเตาไฟฟ้า เติมสารละลาย $BaCl_2$ ปริมาตร 10-12 mL อย่างช้า ๆ พร้อมทั้งกวนสารละลายตลอดเวลา



- 5) ปล่อยให้เกิดตะกอนที่ก้นบีกเกอร์ประมาณ 2-3 นาที ทดสอบว่าการตกตะกอน BaSO_4 เกิดขึ้นสมบูรณ์หรือยัง โดยการหยดสารละลาย BaCl_2 ลงไปบนสารละลายส่วนที่ใส ถ้าพบว่ามีตะกอนขาวขึ้น ให้เติมสารละลาย BaCl_2 ลงไปอีก 3 mL และคนให้เข้ากัน ทดสอบความสมบูรณ์ของการตกตะกอนอีกครั้ง เมื่อการตกตะกอน BaSO_4 เป็นไปอย่างสมบูรณ์แล้ว ให้นำสารแขวนลอยนี้ไปอุ่นให้ร้อน (อย่าให้เดือด) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 6) กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 (ต้องฉีดล้างตะกอนที่ติดกับบีกเกอร์ออกให้หมดด้วยน้ำร้อน) จากนั้นล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำร้อนหลายๆ ครั้งจนปราศจากไอออนคลอไรด์ (ทดสอบโดยสารละลาย AgNO_3 ถ้ายังมีตะกอนมีขาวให้ล้างตะกอนต่อด้วยน้ำร้อน)
- 7) นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนออกจากกรวยกรอง พับกระดาษกรองดังภาพที่ 1.1



ภาพที่ 1.1 แสดงการพับกระดาษกรองสำหรับเผาสาร



ภาพที่ 1.2 การเผาตะกอนในครุชีเบล

- 8) นำกรวยกระดาษกรองที่พับเสร็จแล้วใส่ลงในถ้วยครุชีเบลที่มีฝาปิด นำไปเผาด้วยตะเกียงเบนเสน (รูปที่ 1.2) ค่อยๆ ให้ความร้อนเพื่อให้กระดาษกรองเกิดการไหม้อย่างช้าๆ ขณะที่ทำการเผาให้เปิดฝาครุชีเบลไว้ ถ้ากระดาษกรองติดไฟลุกไหม้ขึ้นมาให้ปิดฝาทันที เมื่อกระดาษกรองถูกเผาไหม้จนหมดแล้วให้เปลี่ยนไปเผาด้วยเตาเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 9) นำครุชีเบลออกจากเตาเผา วางบนแผ่นกระเบื้องที่สะอาดจนอุณหภูมิลดลงและทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น
- 10) นำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน

หมายเหตุ ตะกอนหลังการทดลองให้พับในกระดาษ ทิ้งในถัง ห้ามทิ้งในอ่างน้ำ

