

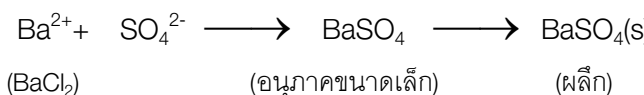
การทดลองที่ 1.1 การหาปริมาณซัลเฟตโดยวิธีการตกตะกอน

วัตถุประสงค์

- 1) เพื่อให้รู้วิธีการทำการวิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนัก
- 2) เพื่อสามารถหาปริมาณซัลเฟตโดยวิธีการตกตะกอน

หลักการ

ไอออนซัลเฟตสามารถหาได้โดยการตกตะกอนกับ BaCl_2 ได้ตะกอนแบเรียมซัลเฟต อนุภาคตะกอนที่ตกในระยะเริ่มแรกมีขนาดเล็ก ดังนั้นจึงต้องมีการย่อย (digest) ให้ได้ผลึกที่โตขึ้น ดังสมการ



เกลือแบเรียมซัลเฟตง่ายต่อการตกตะกอนร่วมกับไอออนแบเรียมคลอไรด์ ดังนั้นจึงควรระมัดระวังเพื่อที่จะทำให้อัตราส่วนอิมด้วยด้อยต่ำที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ในระหว่างการตกตะกอน ซึ่งกระทำได้โดยการเติมสารละลาย BaCl_2 ช้า ๆ พร้อมทั้งคนสารละลาย

อุปกรณ์

- 1) เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
- 2) ครุชีเบลพร้อมฝาปิด
- 3) ตู้อบไฟฟ้า
- 4) โถดูดความชื้น

สารเคมี

- สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (5 % w/v BaCl_2)
- สารละลายซิลเวอร์ไนเตรต (0.1 M AgNO_3)
- กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (conc. HCl)

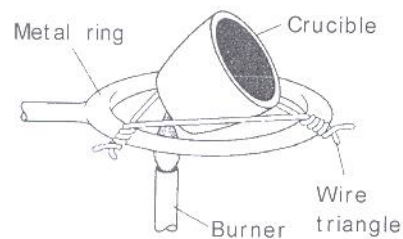
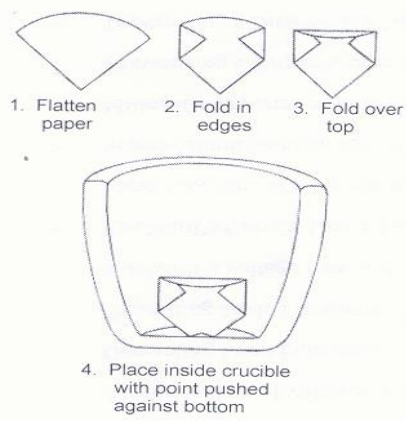
วิธีการทดลอง

1. เตรียมครุชีเบลพร้อมฝาปิด ที่มีน้ำหนักคงที่โดยการนำครุชีเบลพร้อมฝาที่ล้างสะอาดอบที่อุณหภูมิ 105°C ประมาณ 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์แล้วชั่งน้ำหนักที่คงที่
2. ชั่งตัวอย่างให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนในช่วง 0.30-0.35 กรัม ใส่สารตัวอย่างลงในบีกเกอร์ 400 mL
3. เติมน้ำกลั่นลงไป 25 mL และเติม conc. HCl ลงไป 0.5 mL (ประมาณ 10 หยด) เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรประมาณ 200-250 mL คนให้สารละลายตัวอย่างละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
4. ต้มสารละลายให้เดือด ยกออกจาก hot plate จากนั้นเติมสารละลาย BaCl_2 ปริมาตร 10-12 mL อย่างช้า ๆ พร้อมทั้งคนตลอดเวลา

5. ปล่อยให้เกิดตะกอนที่ก้นบีกเกอร์ประมาณ 2-3 นาที ทดสอบว่าการตกตะกอน BaSO_4 เกิดขึ้นสมบูรณ์หรือยัง โดยการหยดสารละลาย BaCl_2 ลงไปบนสารละลายส่วนที่เหลือ ถ้าพบว่ามีตะกอนขาวขุ่น ให้เติมสารละลาย BaCl_2 ลงไปอีก 3 mL และคนให้เข้ากัน ทดสอบความสมบูรณ์ของการตกตะกอนอีกครั้ง เมื่อการตกตะกอน BaSO_4 เป็นไปอย่างสมบูรณ์แล้ว ให้นำสารแขวนลอยนี้ไปอุ่นให้ร้อน (อย่าให้เดือด) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

6. กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 (ต้องฉีดล้างตะกอนที่ติดกับบีกเกอร์ออกให้หมดด้วยน้ำร้อน) จากนั้นล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำร้อนหลาย ๆ ครั้งจนปราศจากไอออนคลอไรด์ (ทดสอบโดยสารละลาย AgNO_3 ถ้ายังมีตะกอนสีขาวให้ล้างตะกอนต่อด้วยน้ำร้อน)

7. นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนออกจากกรวยกรอง พับกระดาษกรองดังรูปที่ 1.1



รูปที่ 1.2 การเผาตะกอนในครุชีเบิล

รูปที่ 1.1 แสดงการพับกระดาษกรองสำหรับเผาสาร

8. นำกรวยกระดาษกรองที่พับเสร็จแล้วใส่ลงในถ้วยครุชีเบิลที่มีฝาปิด นำไปเผาด้วยตะเกียงเบนเสน (รูปที่ 1.2) ค่อย ๆ ให้ความร้อนเพื่อให้กระดาษกรองเกิดการไหม้อย่างช้า ๆ ขณะที่ทำการเผาให้เปิดฝาครุชีเบิลไว้ ถ้ากระดาษกรองติดไฟลุกไหม้ขึ้นมาให้ปิดฝาทันที เมื่อกระดาษกรองถูกเผาไหม้จนหมดแล้วให้เปลี่ยนไปเผาด้วยเตาเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

9. นำครุชีเบิลออกจากเตาเผาวางบนแผ่นกระเบื้องที่สะอาดจนอุณหภูมิลดลงและทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น

10. นำไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

หมายเหตุ ตะกอนหลังการทดลองให้พับในกระดาษ ทิ้งในถัง ห้ามทิ้งในอ่างน้ำ

