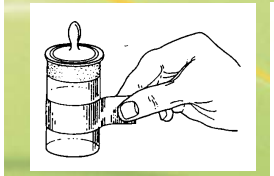
บทที่ 5

การวิเคราะห์โดยน้ำหนัก

(Gravimetric analysis)

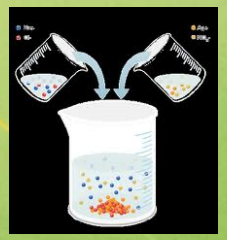


http://www.ecs.umass.edu/cee/reckhow/courses/572/572bk15/572BK15.html

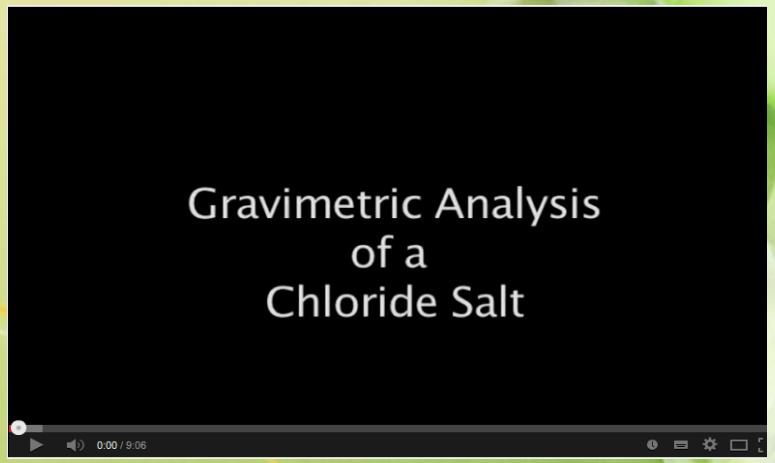
http://www.tanamitrscale.com/index.php?lay=show&ac=article&Id=539185076&Ntype=33

วัตถุประสงค์

1. ขั้นตอนการวิเคราะห์
2. ขั้นตอนการคำนวณผลวิเคราะห์
3. การคำนวณค่าการละลายของตะกอน



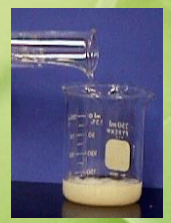
http://www.chemvlab.org/activities/index.php



5.1 ขั้นตอนในการวิเคราะห์

1. ชั่งสารตัวอย่าง

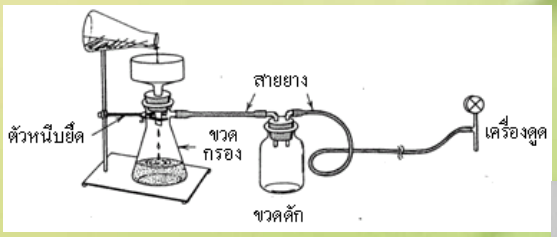
2. ละลายสารตัวอย่าง

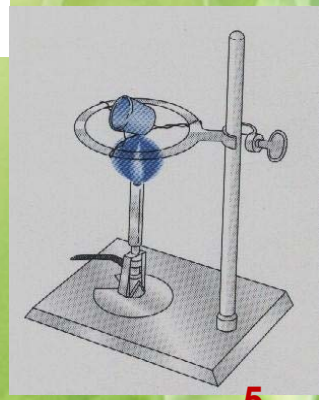


3. การตกตะกอนต้องเติมสารตกตะกอนที่สามารถตกตะกอน

http://www.wiredchemist.com/chemistry/instructional/laboratory-tutorials/gravimetric-analysis

4. การกรองตะกอน





5. การล้างตะกอน

6. การทำให้แห้ง ต้องทำให้ตะกอนแห้งโดยการเผาหรืออบ

7. การชั่งน้ำหนัก 8. การคำนวณ

$$KAl(SO_4)_2.12H_2O + H_2O \rightarrow Al^{3+} + K^{+} + 2SO_4^{2-}$$

$$\downarrow NH_4OH$$

$$Al(OH)_3$$

$$\downarrow \Delta$$

$$Al_2O_3$$

5.2 สมบัติของตะกอน

1. ต้องมีการละลายต่ำ (low solubility)

2. ต้องมีความบริสุทธิ์สูง (high purity)

3. ตะกอนต้องมีขนาดใหญ่พอที่จะกรองได้ (filterability)

4. ต้องไม่เกิดปฏิกิริยาและไม่เปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีในขณะเผาหรือทำให้แห้ง และมีองค์ประกอบที่แน่นอนหลังจากทำให้แห้ง

5. รีเอเจนต์ที่ทำให้เกิดตะกอน ควรมีคุณสมบัติเกิดตะกอนกับสารที่ต้องการเท่านั้น เพื่อป้องกันการรบกวนจากสารอื่น

$$Mg + HCl \longrightarrow MgCl_2\downarrow + H_2$$

$$K_2SO_4(aq) + Ba(CH_3COO)_2(aq) \rightarrow \ ?$$

5.3 กระบวนการตกตะกอน

(The precipitation process)

1. สารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturated solution)

2. การเกิดนิวเคลียส (Nucleation)

3. การเจริญเติบโตเป็นผลึก (Crystal growth)

5.4 วอน ไวมาร์น เรโช (Van Weimarn Ratio)

$$\text{Relative supersaturation} = \frac{Q - S}{S} \quad *** (5.1)$$

เมื่อ Q คือ ความเข้มข้นเป็นโมลาร์ (molar concentration) ของสารที่ต้องการตกตะกอน

S คือ ค่าการละลายเป็น โมลาร์ (molar solubility) ของตะกอน เมื่อตะกอนละลายถึงสมดุล

รูปที่ 5.1 ขนาดของตะกอนขึ้นอยู่กับความอิ่มตัวยิ่งยวดของสารละลาย (Particulares size as a function supersaturation)

ตัวอย่างที่ 5.1

จงคำนวณหาค่าความอิ่มตัวยิ่งยวดสัมพันธ์ของ $PbSO_4$ และ AgCl ภายใต้เงื่อนไขและสภาวะต่อไปนี้

ก) เมื่อนำ 0.05 ลบ.ซม. ของ 0.10 M $PbCl_2$ เติมลงใน 100.00 ลบ.ซม. ของ 0.10 M Na_2SO_4

ข) เมื่อนำ 15.00 ลบ.ซม. ของ 0.40 M $AgNO_3$ เติมลงใน 100.00 ลบ.ซม. ของ 0.40 M NaCl (ค่า K_{sp} ของ $BaSO_4$ และ AgCl เท่ากับ 1.00×10^{-10})

วิธีทำ

Q ความเข้มข้นเป็นโมลาร์ของ $PbSO_4$

$$Q = \frac{0.05 \times 0.10}{100} = \text{.....} \ M$$

จาก $[Pb^{+2}][SO_4^{2-}] = 1 \times 10^{-10}$

$[SO_4^{2-}] = 0.10 - [Pb^{+2}] = \text{.....}$

$$[Pb^{+2}] = \frac{1.00 \times 10^{-10}}{0.10} = \text{.....}M$$

ในทำนองเดียวกัน $[Ag^{+}] = \text{.....}M$

Q ความเข้มข้นเป็นโมลาร์ของ AgCl

$$Q = \frac{15.00 \times 0.40}{100} = \text{.....} \ M$$

จาก $[Ag^{+}][Cl^{-}] = 1 \times 10^{-10}$

$[Cl^{-}] = 0.40 - [Ag^{+}] = \text{.....}$

$$[Ag^{+}] = \frac{1.00 \times 10^{-10}}{0.40} = \text{.....}M$$

$PbSO_4$

$$\frac{Q - S}{S} = \text{.....}$$

$$= \text{.....}$$

AgCl

$$\frac{Q - S}{S} = \text{.....}$$

$$= \text{.....}$$

5.5 การตกตะกอนจากสารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน

(Precipitation from homogeneous solution, PFHS)

$$NH_2CONH_2 + H_2O \longrightarrow 2NH_4 + CO_2$$

H_2O

$2NH_4 + 2OH^-$

5.6 สารที่ใช้เป็นตัวตกตะกอน

(Precipitating agent or precipitant)

1. สารอนินทรีย์ที่ใช้ในการตกตะกอน

(inorganic precipitating agent)

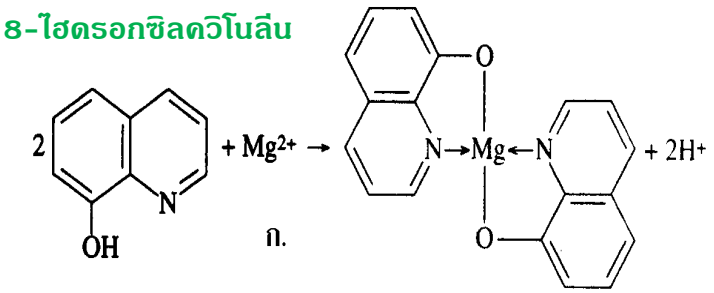
ตัวตกตะกอน	ธาตุที่สามารถตกตะกอน
NH_3(aq)	Be(BeO), Al(Al_2O_3), Fe(Fe_2O_3)
$AgNO_3$	Cl(AgCl), Br(AgBr), I(AgI)
NH_4SCN	Cu[$Cu_2(SCN)_2$]
$BaCl_2$	SO_4^{2-} ($BaSO_4$)

2. สารอินทรีย์ที่ใช้ในการตกตะกอน

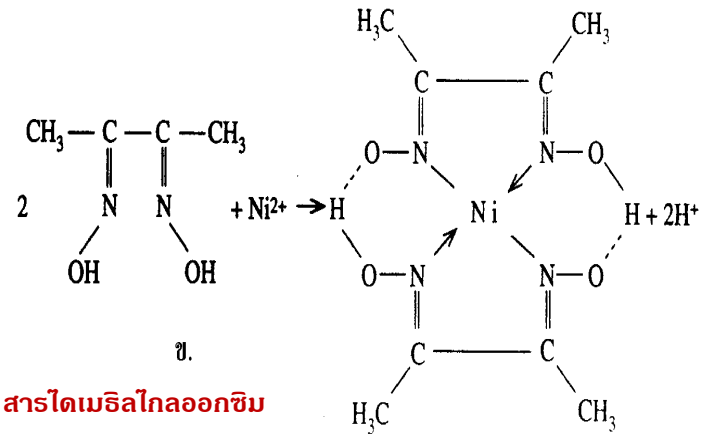
Compound	Ions precipitated
Dimethylglyoxime	Ni^{2+},Pd^{2+},Pt^{2+}
EDTA (Ethylenediamine tetraacetic acid)	Zn^{2+}, Cu^{2+}, Pb^{2+}, Ca^{2+}, Ni^{2+}, Fe^{3+}
Cupferron	Fe^{3+},VO_2^+,Ti^{4+}, Zr^{4+},Ce^{4+},Ga^{3+},Sn^{4+}
8-Hydroxyquinoline	Fe^{3+},Al^{3+},Mg^{2+},Zn^{2+},Cu^{2+},Cd^{2+},Pb^{2+}, Bi^{3+}, Ga^{3+},Th^{4+}, Zr^{4+}, TiO^{2+}, UO_2^{2+}
Salicylaldoxime	Bi^{3+},Ni^{2+},Pd^{2+},Zn^{2+}, Cu^{2+},Pb^{2+}
1-Nitroso-2-naphthol	Fe^{3+},Co^{2+},Pd^{2+}, Zr^{4+}
Nitron ($C_{20}H_{16}N_4$)	NO_3^-, ClO_4^-, BF_4^-, WO_4^{2-}
Sodium tetraphenylborate	NH_4^+, organic ammonium, Ag^+, Cs^+, Rb^+, K^+
Tetraphenylarsonium chloride	$Cr_2O_7^{2-}$, MnO_4^-, ReO_4^-, MoO_4^{2-},WO_4^{2-}, ClO_4^-

http://amrita.vlab.co.in/?sub=2&brch=193&sim=348&cnt=1

สาร 8-ไฮดรอกซิลควิโนลีน



ก.



ข.

สารไดเมธิลไกลออกซิม

5.7 วิธีการทำให้ระเหย (Volatilization methods)

วิธีการทดลองสามารถแบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ

1. วิธีตรง (direct method) ทำได้โดยใช้ตัวดูดซับที่เหมาะสมดูดซับไอของสารที่สนใจ หลังจากนั้นนำสารดูดซับไปวิเคราะห์หาโดยตรง

2. วิธีอ้อม (indirect method) เป็นการหาน้ำหนักที่สูญหายไปของสารประกอบเมื่ออบหรือเผา

ตัวอย่างที่ 5.2

จงคำนวณเปอร์เซ็นต์ของน้ำใน KCl เมื่อนำ KCl มาชั่งหนัก 15.6004 กรัม อบและทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาชั่งใหม่ได้น้ำหนัก 14.6459 กรัม

$$\% \ H_2O = \frac{15.600 - 14.6459}{15.6004} \times 100$$

$$= .....\%$$

5.8 การคำนวณทางวิธีวิเคราะห์โดยน้ำหนัก

$$\text{เปอร์เซ็นต์สารที่สนใจ} = \frac{\text{นน.สารที่สนใจ}}{\text{นน.สารตัวอย่าง}} \times 100$$

$$Gravimetric \ \ factor = \frac{gwf \ A}{gwf \ MA}$$

gwf A : น้ำหนักอะตอมของสารที่เราสนใจ

gwf MA : น้ำหนักตะกอน

กราวิเมตริกแฟคเตอร์ (gravimetric factor)
คือ จำนวนกรัมของสาร A ที่สามารถทำปฏิกิริยาพอดีกับหรือสมมูลกับ 1 กรัม ของตะกอนที่สามารถนำไปชั่งหาน้ำหนักได้

ตัวอย่างที่ 5.3 จงคำนวณหากราวิเมตริกแฟคเตอร์ในการเปลี่ยนน้ำหนักของสาร ในรูปของตะกอน (MA) ไปเป็นน้ำหนักของสารที่เราสนใจ (A) ต่อไปนี้

	อะตอม	ตะกอน
ก)	Al^{+3}	Al_2O_3
ข)	Br^-	AgBr
ค)	$SO_4^=$	$BaSO_4$

วิธีทำ

ก) โมล ของ Al_2O_3 ประกอบด้วย Al^{+3} 2 โมล

Al_2O_3 101.77 กรัม จะมี Al^{+3} = 2x26.98 กรัม

Al_2O_3 1 กรัม จะมี Al^{+3} = $\frac{2x26.98}{101.77}$

= ..... กรัม

$$\text{Gravimetric factor} = \frac{2 \times \text{AW. Al}}{\text{gwf } Al_2O_3}$$

วิธีทำ

ข) โมล ของ AgBr ประกอบด้วย Br^- 1 โมล

AgBr 187.77 กรัม จะมี Br^- = 79.90 กรัม

AgBr 1 กรัม จะมี Br^- = $\frac{79.90}{187.77}$

= ..... กรัม

$$\text{Gravimetric factor} = \frac{\text{AW. Br}}{\text{gwf AgBr}}$$

ค) 1 โมล ของ $BaSO_4$ ประกอบด้วย $SO_4^=$ 1 โมล

$BaSO_4$ 233.40 กรัม จะให้ $SO_4^=$ = 96.09 กรัม

$BaSO_4$ 1 กรัม จะให้ $SO_4^=$ = $\frac{96.09}{233.40}$

= 0.4117 กรัม

ตัวอย่างที่ 5.4

สารตัวอย่างหนัก 0.2356 กรัม ประกอบด้วย NaCl (58.44 g/mol) และ $BaCl_2$ (208.25 g/mol) เท่านั้น นำหนักตะกอน AgCl (143.32 g/mol) เท่ากับ 0.4637 กรัม จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ NaCl และ $BaCl_2$ ในสารตัวอย่าง

%NaCl = 54.99
%$BaCl_2$ = 45.01

ตัวอย่างที่ 5.5

สารผสมระหว่าง AgCl (143.37 g/mol) และ AgI (234.87 g/mol) ถูกเผาในบรรยากาศของ Cl_2 เพื่อเปลี่ยนให้เป็นสารประกอบ AgCl ทั้งหมด พบว่าสูญเสียน้ำหนักไป 6.00% จงคำนวณหาคลอไรด์ในสารเริ่มต้น

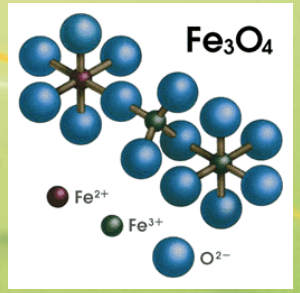
Example 5.6

A 2.00 g sample of limestone was dissolved in hydrochloric acid and all the calcium present in the sample was converted to $Ca^{2+}_{(aq)}$.
Excess ammonium oxalate solution, $(NH_4)_2C_2O_{4(aq)}$, was added to the solution to precipitate the calcium ions as calcium oxalate, $CaC_2O_{4(s)}$.
The precipitate was filtered, dried and weighed to a constant mass of 2.43 g.
Determine the percentage by mass of calcium in the limestone sample.

ตัวอย่างที่ 5.7

จงคำนวณหาน้ำหนักของ Fe_2O_3 (มวลโมเลกุล = 159.7) ที่ได้จาก 1.63 กรัม ของ Fe_3O_4 (มวลโมเลกุล = 231.5) จงคำนวณหาค่ากราวิเมตริกแฟกเตอร์ของการคำนวณ

ferroferric oxide



FeO : Ferrous Oxide

Fe_2O_3 : Ferric Oxide

http://worldfamos.blogspot.com/2009/03/why-is-hematite-fe3o4.html

วิธีทำ

$$\text{กราวิเมตริกแฟกเตอร์} = \frac{Fe_2O_3}{Fe_3O_4} \times \frac{3}{2}$$

$$= \frac{159.7}{231.5} \times \frac{3}{2}$$

$$= 1.03$$

น้ำหนักของ Fe_2O_3 = 1.63 x 1.03 =1.6789 กรัม

Example 5.8

A certain barium halide exists as the hydrated salt $BaX_2.2H_2O$, where X is the halogen. The barium content of the salt can be determined by gravimetric methods. A sample of the halide (0.2650 g) was dissolved in water (200 $cm^{3)}$ and excess sulfuric acid added. The mixture was then heated and held at boiling for 45 minutes. The precipitate (barium sulfate) was filtered off, washed and dried. Mass of precipitate obtained = 0.2533 g. Determine the identity of X.