

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 การไทเทรตแบบสารประกอบเชิงซ้อน (Complexometric Titration)

ทำการไทเทรต แคลเซียม และ แมกนีเซียมด้วย EDTA โดยปรับสภาวะของสารละลายในการทดลองให้มีค่า pH ประมาณ 10 ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ ($\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$) และใช้ Eriochrome Black-T เป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งจุดยุติของสารละลายนี้จะเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงิน สำหรับการวิเคราะห์แมกนีเซียมในสารละลายผสม เราต้องทำการแยกแคลเซียมออกก่อนโดยการตกตะกอนแคลเซียมให้อยู่ในรูปแคลเซียมออกไซด์

วิธีการทดลอง

ก. การวิเคราะห์หาแคลเซียมหรือ แมกนีเซียม

นำสารตัวอย่างของแคลเซียม หรือ แมกนีเซียม ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ มาปรับค่า pH ให้อยู่ที่ค่าประมาณ 8-10 จากนั้นนำมาเติมบัฟเฟอร์ pH 10 ลงไปปริมาตร 10 ลบ.ซม. และเติม Eriochrome Black-T 3-5 หยดนำสารตัวอย่างที่ปรับสภาวะแล้ว มาไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน EDTA จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีม่วงอ่อนแล้วนำไปอ่อน จากนั้นนำสารตัวอย่างไปทำการไทเทรตต่อ จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินโดยสมบูรณ์ (ถึงจุดยุติ)

ข. การวิเคราะห์หาแคลเซียมและแมกนีเซียมในสารละลายผสม

นำสารตัวอย่างที่เป็นสารละลายผสมระหว่างแคลเซียมกับแมกนีเซียม ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ มาทำการไทเทรตหาปริมาณรวมของ EDTA ที่ใช้เมื่อถึงจุดยุติของสีของสารละลายผสมจะเปลี่ยนจาก สีแดงเป็นสีน้ำเงิน จากนั้นนำสารละลายผสมที่มีความเข้มข้นเดียวกันกับสารตัวอย่างที่ทำการไทเทรตเพื่อหาปริมาณรวมของ EDTA ข้างต้น ไปตกตะกอนเอาแคลเซียมในสารละลายผสมออกก่อนโดยการเติมแอมโมเนียมออกไซด์ให้เหลือเฉพาะแมกนีเซียม จากนั้นนำไปไทเทรตหาปริมาณของ EDTA ที่ใช้

ค. วิธีการตกตะกอน

นำสารตัวอย่างมาเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5ลบ.ซม. เติมแอมโมเนียมออกไซด์ 5 ลบ.ซม.และเมซิลเรด 3-5 หยด แล้วค่อย ๆ หยดแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไป ปรับค่า pH ให้อยู่ที่ประมาณ 8 นำสารละลายไปอ่อนจนเกือบเดือดถึงกึ่งไว้ให้เย็นแล้วจึงนำไปกรองตะกอนออก (ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น) เก็บน้ำล้าง

ตะกอนรวมกับสารละลายแล้วนำไปวิเคราะห์หาแมกนีเซียม ดังวิธีการในข้อ ก. ก็จะได้ ปริมาตร EDTA ที่ได้ไทเทรตกับแมกนีเซียม

3.2 การวิเคราะห์หา แคลเซียม และ แมกนีเซียม โดยวิธี อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรสโคปี เป็นวิธีซึ่งใช้ในการวิเคราะห์ธาตุในรูปที่เป็นอะตอมอิสระโดยการวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของอะตอมอิสระในช่วงคลื่นแสงอัลตราไวโอเลต และ วิสิเบิล โดยมีวิธีการทดลองดังนี้

นำสารละลายมาวัดหาปริมาณแคลเซียมและแมกนีเซียมด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้สภาวะของเครื่องมือดังนี้

ตาราง 3.1 แสดงรายละเอียดของการวิเคราะห์โลหะโดยวิธี AAS (PERKINELMER 2380)

metal	standard	wavelength (nm)	slit (nm)	sensitivity check (mg/l)	linear rang (mg/l)
Ca	calcium carbonate	422.7	0.70	4.00	5.00
Mg	magnesium chloride	285.2	0.70	0.30	0.50

ชนิดของเปลวไฟที่ใช้คือ

Air-C₂H₂

อุณหภูมิของเปลวไฟ

2300 °C

หลอดที่ใช้วิเคราะห์แคลเซียมคือ

calcium lamp

หลอดที่ใช้วิเคราะห์แมกนีเซียมคือ

multi-element lamp