



การวิเคราะห์สารส้ม

คุณลักษณะของสารส้มชนิดเกลือซัลเฟตของอลูมิเนียม จะมีลักษณะเป็นผงหรือก้อนสีขาว ปรากฏจากกลิ่น สิ่งเจือปน และสารที่เป็นพิษต่อร่างกาย ละลายน้ำได้ดี มีรสเปรี้ยว และฝาด ตารางที่ 13 แสดงคุณลักษณะทางเคมีของสารส้มชนิดนี้ ซึ่งเป็นมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม

ตารางที่ 13 มาตรฐานทางเคมีของสารส้ม¹

รายการที่ทดสอบ	เกณฑ์กำหนดของสารส้ม ที่ใช้ในอุตสาหกรรม
1. สารที่ไม่ละลายน้ำ ร้อยละของน้ำหนัก	ไม่เกิน 0.30
2. ความเป็นกรดค้าง (pH) ของสารละลาย 5 % น้ำหนัก ต่อปริมาตร	ไม่น้อยกว่า 3.0
3. อลูมินา ร้อยละของน้ำหนัก	ไม่น้อยกว่า 16
4. เกลือแอมโมเนียม (คิดเป็น NH_3) ร้อยละของน้ำหนัก	ไม่เกิน 0.03
5. เหล็ก (Fe) ร้อยละของน้ำหนัก	ไม่เกิน 0.10
6. โลหะหนัก เช่น ตะกั่ว (Pb) มก./กก.	ไม่เกิน 40
7. อาร์เซนิก (As_2O_3) มก./กก.	ไม่เกิน 5
8. แมงกานีส (Mn) มก./กก.	ไม่เกิน 50

¹สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม, กระทรวงอุตสาหกรรม;
มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมสารส้ม มอก. 165-2518, (2519), หน้า 3.

จะพบว่ามาตรฐานเปอร์เซ็นต์อลูมินาในประเทศไทยสูงกว่ามาตรฐานของญี่ปุ่น
ซึ่งกำหนดเปอร์เซ็นต์อย่างต่ำ 15 %² และต่ำกว่ามาตรฐานของประเทศอินเดีย
ซึ่งกำหนดเปอร์เซ็นต์อย่างต่ำ 17 %³

การค้นคว้า

การวิเคราะห์อลูมิเนียมซัลเฟตในสารละลายของกรดซัลฟูริก สามารถทำได้
หลายวิธีด้วยกัน วิธีการโดยย่อมีดังต่อไปนี้ คือ

1. การทำเป็นตะกอนอลูมิเนียมออกไซด์ อลูมิเนียมซัลเฟตจะถูกเปลี่ยนให้
เป็นอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกอย่างเข้มข้น และแอมโม-
เนียมคลอไรด์ ได้ตะกอนสีขาวของอลูมิเนียมออกไซด์ กรองตะกอนออก แล้วเผาที่
อุณหภูมิ 1200° ซ ซึ่งน้ำหนักได้

จะเห็นว่า วิธีนี้ใช้เวลานานและยุ่งยาก ความผิดพลาดเนื่องจากการกรองจะมีมาก
เพราะตะกอนมีขนาดเล็ก รายละเอียดหาอ่านได้จาก IS 260 - 1969.

2. การทำเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของโปตัสเซียมฟลูออไรด์ ปรับสารละลาย
ที่จะวิเคราะห์ให้เป็นกลาง โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ มีฟอสฟอรัสเป็น
อินดิเคเตอร์ จนได้สีชมพูอ่อน ๆ เติมน้ำยามาตรฐานของกรดซัลฟูริกให้มากเกินพอ
แล้วเติมสารละลายโปตัสเซียมฟลูออไรด์ ซึ่งจะไปรวมตัวกับอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์

²Japanese Industrial Standard, JIS K 1450-1968, Aluminium Sulphate for Water Works, Japanese Standard Association, p. 1.

³Indian Standard. IS 260-1969, Specification for Aluminium Sulphate, Non-ferric. (1st revision, 1969) ; Indian Standard Institution. p. 5.

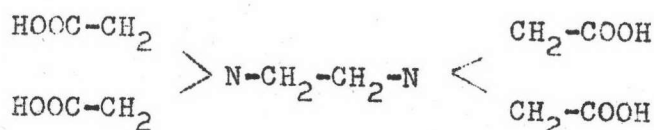
เกิดสารประกอบเชิงซ้อนซึ่งไม่ทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริก แล้วไตเตรตกลับหากรดซัลฟูริกที่เหลือ โดยใช้สารละลายมาตรฐานของโซเดียมไฮดรอกไซด์

สารประกอบเชิงซ้อนของโปตัสเซียมฟูออไรด์นี้ไม่คงตัว และถูกรบกวนโดยไอออนของโลหะชนิดอื่นในสารละลายได้ สำหรับรายละเอียดของวิธีนี้หาอ่านได้ใน AWWA B 403 - 54⁴

3. วิธีของอีดีทีเอ ใน JIS K 1450 - 1968 ได้บอกวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณอลูมิเนียมเข้มข้นต่ำจากสารส้มอย่างละเอียด ได้ดัดแปลงวิธีการนี้เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาอลูมิเนียมเข้มข้นต่ำในสารละลายที่เป็นกรดซัลฟูริก โดยการปรับ pH ให้สูงขึ้นตามรายละเอียดในหัวข้อ การวิเคราะห์หอลูมินาค่ายวิธี อีดีทีเอ

การวิเคราะห์หอลูมินาค่ายวิธี อีดีทีเอ

1. คุณสมบัติของ อีดีทีเอ และหลักการวิเคราะห์ อีดีทีเอ เป็นคำย่อมาจากคำภาษาอังกฤษว่า Ethylenediamine tetraacetic acid สูตรโมเลกุล คือ



เขียนโดยย่อว่า H_4Y ปกติจะอยู่ในรูปของเกลือไดโซเดียม โดยที่โซเดียมไอออนจะเข้าแทนที่ไฮโดรเจนไอออนของกรด เขียนสูตรได้เป็น $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$

อีดีทีเอ เป็นสารที่รู้จักกันมาหลายสิบปีแล้ว แต่เพิ่งผลิตเป็นการค้าได้ในปี 1930 โดย I.G. Farben ภายใต้ชื่อการค้าว่า Trilon A และ Trilon B

⁴American Water Works Association, AWWA B 403-54 ; Standard for Aluminium Sulphate.

อย่างไรก็ตาม การใช้อีซีทีเอ ก็ยังไม่แพร่หลาย จนกระทั่งในปี 1945 Schwarzenbach ได้พบวิธีการใช้โลหะอินดิเคเตอร์ในการไตเตรตเพื่อหาโลหะในสารละลาย ตั้งแต่นั้นมา การใช้อีซีทีเอ ได้แพร่หลายอย่างรวดเร็ว ข้อดีของการใช้อีซีทีเอ ก็คือ สารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นจะเป็น Single complex species ไม่เกิด Intermediate complex formation ทำให้ End point สว่างเด่นชัดและแน่นอน

โดยทั่วไปอีซีทีเอ หรือเกลือโซเดียมของอีซีทีเอ จะรวมตัวเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนบวกเกือบทุกชนิด ยกเว้นโลหะอัลคาไลน์ การรวมตัวเป็นสารประกอบดังกล่าวขึ้นอยู่กับ pH เป็นสำคัญ อีซีทีเอจะให้สารประกอบเชิงซ้อนที่ไม่มีสีกับอลูมิเนียม ไอออน ปฏิกริยาดังกล่าวเกิดขึ้นช้า ๆ ที่อุณหภูมิห้อง และจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วถ้าต้มให้เดือด กับสังกะสีไอออนจะรวมตัวอย่างรวดเร็วเป็นสารประกอบเชิงซ้อน ดังนั้นจึงใช้หลักการนี้ในการวิเคราะห์อลูมิเนียม โดยการไตเตรตกลับเพื่อหาอีซีทีเอที่เหลือ และใช้ไซลีนอลลอเรนจ์เป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับสังกะสีไอออน ให้สารประกอบที่มีสีชมพู ในสารละลายที่มีค่า pH = 6

ถ้าในสารละลายสารส้มมีความเป็นกรดมาก หลังจากเติมอีซีทีเอแล้ว ต้องปรับ pH ให้เป็น 5.0 ± 0.5 ถ้าไม่ปรับ pH ให้อยู่ในช่วงนี้ จะทำให้สารละลายมีฟอสเฟตที่เติมลงไป ไม่สามารถควบคุม pH ให้อยู่ในช่วงที่ต้องการได้ ทำให้การวิเคราะห์ผิดพลาด

ในการควบคุม pH ถ้าทำการปรับ pH หลังจากเติมอีซีทีเอแล้ว จะไม่เกิดตะกอนของอลูมิเนียมไฮดรอกไซด์^{5, 6}

⁵F.J. Welcher, Standard Method of Chemical Analysis (6th ed.; vol 2, Part A, 1963).

⁶F.J. Welcher, The Analytical Uses of Ethylenediamine tetraacetic Acid. (1965).

2. สารเคมี

2.1 สารละลายอีซีทีเอ $\frac{1}{20}$ โมลาร์: เตรียมโดยการละลายสารอีซีทีเอ 18 กรัม หรือสารอีซีทีเอโคโซเคียม 18.613 กรัมในน้ำ แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 1000 มล.

2.2 สารละลายบัฟเฟอร์โซเดียมอะซิเตต: เตรียมโดยการละลายสารโซเดียมอะซิเตต ไตรไฮเดรต 272 กรัมในน้ำ แล้วเจือจางด้วยน้ำจนได้ปริมาตร 1000 มล.

2.3 โซลินอลออเรนจ์อินดิเคเตอร์ : เตรียมโดยการละลายสารโซลินอลออเรนจ์ 0.10 กรัมในน้ำ แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 100 มล.

2.4 สารละลายสังกะสี $\frac{1}{50}$ โมลาร์: เตรียมโดยการชั่งสังกะสีบริสุทธิ์ 1.307 กรัม แล้วหยดกรดไฮโดรคลอริก 6 ถึง 7 มล. เติมน้ำเล็กน้อยแล้วต้มให้สังกะสีละลายจนหมด แล้วนำสารละลายนี้ไประเหยบนเครื่องอังไอน้ำจนเกือบแห้ง ใช้น้ำละลายส่วนที่เหลือ ถ่ายสารละลายที่ไคลงในขวดแก้วปริมาตร และเติมน้ำให้มีปริมาตร 1000 มล. สารละลายนี้ 1 มล. มีค่าเทียบเท่ากับออกซิมา 1.02 มก.

3. วิธีวิเคราะห์

3.1 นำสารละลายสารตัวอย่าง หรือสารละลายสารสมที่ไคจากการทดลอง ให้ไคน้ำหนักของออกซิมาเนี่ยมซัลเฟตประมาณ 0.1 กรัม ละลายน้ำให้มีปริมาตร 20 มล. ใส่ในขวดแล้วเออร์เมเยอร์ขนาด 200 มล.

3.2 เติมสารละลายอีซีทีเอ $\frac{1}{20}$ โมลาร์ 20 มล.

3.3 ปรับ pH ของสารละลายเป็น 5.5 ภายหลังการละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ต้ม 1 นาที เพื่อให้ปฏิกิริยาสมบูรณ์ แล้วทิ้งไว้ให้เย็น

3.4 เติมสารละลายบัฟเฟอร์โซเดียมอะซิเตต 5 มล. เพื่อควบคุม pH และหยดโซลินอลออเรนจ์อินดิเคเตอร์ ลงไป 2 ถึง 5 หยด

3.5 ไคเตรตกับสารละลายสังกะสี $\frac{1}{50}$ โมลาร์ จนกระทั่งสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีแดง ซึ่งเป็นเกลือเชิงซ้อนของ Zn - Ind.

3.6 ให้ทำแมลงค์ทดสอบของสารละลาย อีซีทีเอ $\frac{1}{20}$ โมลาร์ 20 มล.

4. การคำนวณ

$$\text{ปริมาณอนุมินา กรัม} = \frac{(B' - B) \times 102}{1000 \times 50 \times 2} \times C \quad (0.9128)$$

เมื่อ B คือ ปริมาตรของสารละลายสังกะสี $\frac{1}{50}$ โมลาร์ ที่ใช้
ไตเตรตกับสารละลายตัวอย่าง เป็น มล.

B' คือ ปริมาตรสารละลายของสังกะสี $\frac{1}{50}$ โมลาร์ ที่ใช้
ไตเตรตกับแมลงค์ทดสอบ เป็น มล.

C คือ ปริมาณเหล็กในสารละลายที่วิเคราะห์ กรัม

0.9128 คือ ค่าที่เปลี่ยนเหล็กเป็นอนุมินา ซึ่งมาจาก $\frac{101.963}{2 \times 55.847}$

การวิเคราะห์เหล็ก

ได้เลือกวิธีวิเคราะห์ด้วยวิธีโคไฟรีติน รายละเอียดวิธีการวิเคราะห์มีดังนี้ คือ

1. หลักการ เฟอร์ริกออกไซด์จะถูกรีดิวซ์ให้เป็นเฟอร์รัส โดยสารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ในสารละลายที่เป็นกรด เพื่อปฏิกิริยาเกิดขึ้นสมบูรณ์แล้วเติมสารละลายโคไฟรีติน โดยมีแอมโมเนียมอะซิเตตเป็นบัฟเฟอร์ จะให้สารละลายสีแดง-ส้ม ความเข้มของสีเป็นไปตามกฎของ Beer ในช่วงความเป็นกรดของสารละลาย 1.5 - 12 เมื่อเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐาน จะหาปริมาณเหล็กในสารละลายได้⁷

⁷M.J. Taras, A.E. Greenbery, R.D. Hoak, M.C. Rand.,
Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.
(1971), p. 192.

2. สารเคมีและสารละลาย

2.1 กรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มัล

2.2 สารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ 10 % : เตรียมโดยการละลายสารไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ 10 กรัมในน้ำ แล้วเติมน้ำจนมีปริมาตร 100 มล.

2.3 สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต : เตรียมโดยการละลายสารแอมโมเนียมอะซิเตต 30 กรัมในน้ำ แล้วเติมน้ำให้มีปริมาตร 100 มล.

2.4 สารละลายโคไฟรีน : เตรียมโดยการละลายโคไฟรีน 1 กรัมในกรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มัล 10 มล. แล้วใช้น้ำทำให้เจือจาง จนมีปริมาตรทั้งหมดเป็น 100 มล.

2.5 สารละลายมาตรฐานเหล็ก : เตรียมโดยการชั่งเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตเฮกซะไฮเดรตให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน 7.022 กรัม ใส่ลงในขวดแก้ว เติมกรดซัลฟูริก 2 นอร์มัล 50 มล. แล้วใช้น้ำเจือจางให้มีปริมาตรทั้งหมดเป็น 500 มล. สารละลายมาตรฐานเหล็กนี้ 1 มล. จะมีเหล็กอยู่ 2 มก. นำสารละลายมาตรฐานเหล็กนี้ 50 มล. เติมกรดซัลฟูริก 2 นอร์มัล 5 มล. แล้วทำให้เจือจางจนมีปริมาตรทั้งหมดเป็น 500 มล. สารละลายมาตรฐานนี้ 1 มล. จะมีเหล็กอยู่ 200 ไมโครกรัม

3. วิธีวิเคราะห์

3.1 นำสารละลายซึ่งต้องการวัดค่าแอมซอมแมนซ์มาจำนวนที่แน่นอนจำนวนหนึ่ง โดยประมาณให้มีเหล็กอยู่ 200 ถึง 500 ไมโครกรัม ใส่ลงในขวดแก้ว ปริมาตรขนาด 100 มล. เติมน้ำให้มีปริมาตรประมาณ 50 มล.

3.2 เติมกรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มัล 2 มล.

3.3 เติมสารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ 2 มล. ตั้งทิ้งไว้ นาน 5 นาที

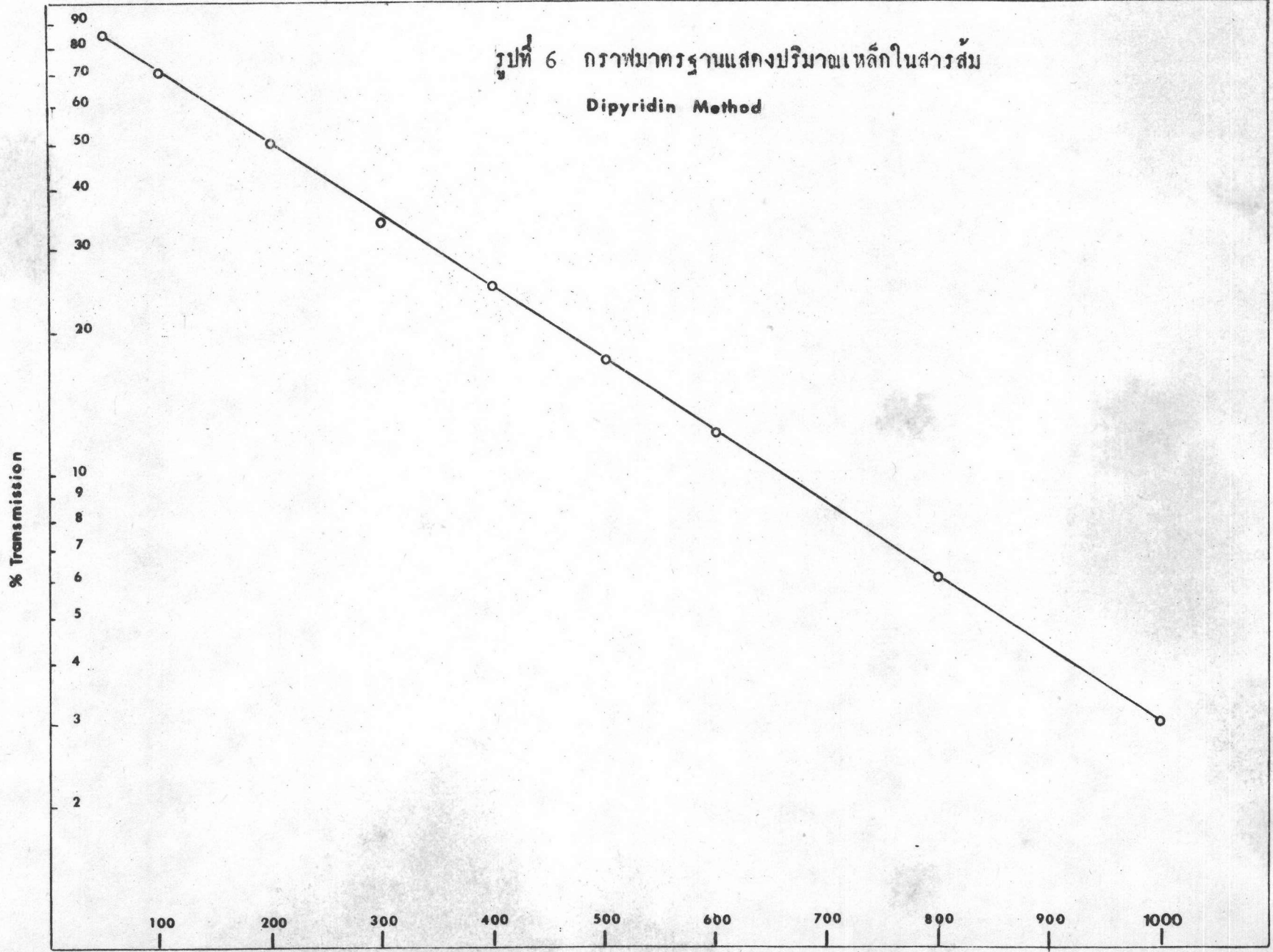
3.4 เติมสารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต 5 มล.

3.5 เก็บสารละลายโคไฟริทิน 1 มล. เติมน้ำที่ให้มีปริมาตรครบ 100 มล. เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้อีก 10 นาที

3.6 นำไปวัดค่าแอมซอบแบนซ์ หรือค่าทรานซมิชชันด้วยเครื่องสเปคโตรโฟมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 522 นาโนเมตร

4. ตัวอย่างการคำนวณ นำค่าทรานซมิชชันที่วัดได้จากสารละลายมาตรฐาน ไปเขียนบนกระดาษกราฟชนิดซิมิล็อก จะได้กราฟเป็นเส้นตรงดังที่แสดงไว้ในรูปที่ 6 กราฟนี้ใช้ในการเปรียบเทียบเพื่อหาปริมาณเหล็ก จากค่าปริมาณเหล็กที่อ่านได้ สามารถคำนวณปริมาณเหล็กในสารส้มได้

รูปที่ 6 กราฟมาตรฐานแสดงปริมาณเหล็กในสารส้ม
Dipyridin Method



Iron content, as microgram of Fe