



บทที่ 2

การทดลอง2.1 สารเคมี

- (ก) โรเดียมไตรคลอไรด์ไตรไฮเดรต ($\text{RhCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
- (ข) โปตัสเซียมไฮดรอกไซด์
- (ค) กรดไนตริกอย่างเข้มข้น
- (ง) เอทิลดีออกไซด์
- (จ) อีเธอร์
- (ช) แอมเบอร์ไรต์เรซินในรูปคลอไรด์ (IRA - 401)
- (ซ) อิมโมเนียมไฮดรอกไซด์อย่างเข้มข้น
- (ฅ) เททราไฮโดรเมทีน

สารเคมีจากข้อ (ก) ถึง (ฅ) เป็นสารเคมีจาก BDH.Chemical Ltd. ประเทศอังกฤษ

- (ฉ) นิลเวอร์ไนเตท

จาก J.T Baker Chemical Co., ประเทศเนเธอร์แลนด์

- (ง) กรดไฮโดรคลอริกอย่างเข้มข้น

จาก E. Merck Ltd. ประเทศเยอรมัน

- (ง) กรดไฮโดรคลอริก-36 เข้มข้น 0.05 โมลส์ต่อลิตร

เป็นสารกัมมันตรังสีจาก The Radiochemical Centre Ltd. ประเทศอังกฤษ

- (จ) เอทิลีนไดอะไมนไฮโดรคลอไรด์ (en. 2HCl)

เป็นผลิตภัณฑ์เสริมสีขาว เตรียมโดยวิธีหยดกรดไฮโดรคลอริกอย่างเข้มข้น ปริมาตร (Volume)

3.279 มล. (5 หยดต่อนาที) ลงในเอทิลีนไดอะไมน 1.115 มล. กรองและล้างผลิตภัณฑ์ด้วยเอทิลดีออกไซด์และอีเธอร์ตามลำดับ ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

2.2 การเตรียมสารประกอบ ทรานส์ - ไคคลอโรบิสเอทริลีนไดเอมีนโรเดียม (III) คลอไรด์

วิธีทำ เตรียมสารประกอบ ทรานส์ - ไคคลอโรบิสเอทริลีนไดเอมีนโรเดียม (III) ในเตรทก่อน โดยชั่งโรเดียมไตรคลอไรด์ไฮดรอกไซด์ 1.00 กรัม และเอทริลีนไดเอมีนไฮโดรคลอไรด์ 1.01 กรัม ละลายสารทั้งสองด้วยสารละลายโปตัสเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.15 โมลส์ต่อลิตร 50 มล. ในขวดก้นกลมขนาด 250 มล. นำสารละลายดังกล่าวมาต้ม แบบควบคุมปริมาตรที่อุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารละลายเป็นเวลา 1.30 ชั่วโมง เติมสารละลายโปตัสเซียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.15 โมลส์ต่อลิตรครั้งละ 5 มล. ต่อมาที่จนครบ 50 มล. เติมเกล็ดโปตัสเซียมไฮดรอกไซด์ประมาณ 0.4 กรัม ต้มสารละลายดังกล่าวต่อไปอีก 5 นาที กรองตะกอนละเอียดสีน้ำตาลออกขณะสารละลายยังร้อน นำสารละลายที่ได้ไประเหยบนหม้อไอน้ำจนปริมาตรเหลือครึ่งหนึ่ง เติมกรดไนตริกอย่างเข้มข้น 20 มล. แร่สารละลายดังกล่าวในหม้อน้ำแข็งที่อุณหภูมิต่ำกว่าศูนย์องศา (โดยผสมเกล็ดกับน้ำแข็ง) พร้อมทั้งคนให้ทั่วตลอดเวลาจนเกิดตะกอนละเอียดสีเหลือง กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรองกลาส เก็บสารละลายจากที่กรองไว้ในที่ซึ่งมีอุณหภูมิต่ำกว่าศูนย์องศาเป็นเวลา 2 - 3 วันจนเกิดตะกอนละเอียดสีเหลือง นำตะกอนที่ได้ทั้งหมดมาทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีตกผลึกใหม่ โดยละลายตะกอนในน้ำอุ่น กรองเพื่อกำจัดผงติด เสร็จแล้วนำสารละลายจากที่กรองลงในขวดที่มีกรดไนตริกอย่างเข้มข้น 5 มล. แร่สารละลายดังกล่าวในหม้อน้ำแข็งที่อุณหภูมิต่ำกว่าศูนย์องศาอีกครั้งหนึ่ง พร้อมทั้งคนให้ทั่วตลอดเวลาจนเกิดตะกอนสีเหลือง กรองและล้างตะกอนด้วยกรดไนตริกอย่างเจือจาง เอทริลีนไดเอมีนคลอไรด์และอีเทอร์ตามลำดับ ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ตะกอนที่ได้ คือ ทรานส์ - ไคคลอโรบิสเอทริลีนไดเอมีนโรเดียม (III) ในเตรท

เตรียมทรานส์ - ไคคลอโรบิสเอทริลีนไดเอมีนโรเดียม (III) คลอไรด์ จากสารประกอบโคออดิเนชันที่เตรียมได้ดังกล่าว ด้วยการใช้เทคนิคทางการแลกเปลี่ยนไอออน โดยนำสารประกอบข้างต้นมาทำให้เป็นสารละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลส์ต่อลิตร แล้วเทผ่านคอลัมน์สำหรับแลกเปลี่ยนไอออนได้สารละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลส์ต่อลิตร นำสารละลายสีเหลืองที่รวบรวมไว้มาระเหยบนภาชนะไอน้ำจนแห้ง เป็นผลึก ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำมาทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกใหม่ โดยนำสารประกอบที่ได้มาทำให้เป็นสารละลายด้วยน้ำอุ่น กรองเพื่อกำจัดผงติด เสร็จแล้วนำสารละลายจากที่กรองลงในกรดไฮโดรคลอริกอย่างเข้มข้น 2 มล. แร่สารละลายดังกล่าว

ในหมอน้ำแข็งที่อุณหภูมิต่ำกว่าศูนย์องศาพร้อมทั้งคนให้ทั่วตลอดเวลา จนเกิดตะกอนสีเหลือง กรองและล้างตะกอนด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ และอีเทอร์ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง สารประกอบที่ได้คือ ทรานส์ - ไคคลอโรบิสเอทิลีนไดเอมีนโรเดียม (III) คลอไรด์

2.3 การหาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก -36 โดยใช้เทคนิคทางกัมมันตรังสีไอเทรตควยซิลเวอร์ในเตรต

คลอรีน-36 ซึ่งเป็นสารกัมมันตรังสีในรูปของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก สามารถนำมาหาปริมาณโดยการไอเทรตควยสารละลายซิลเวอร์ในเตรต และใช้วิธีตรวจสอบจุดยุติด้วยการตรวจวัดกัมมันตภาพรังสีจากอนุภาคเบตาของคลอรีน-36 โดยเครื่องมือตรวจวัดสารละลายกัมมันตรังสีแบบไกเกอร์มูลเลอร์

วิธีทำ หลอดทดลอง 9 หลอดซึ่งบรรจุสารละลายกรดไฮโดรคลอริก -36 2 มล. และกรดไฮโดรคลอริก 2 มล. เมื่อนำมาเติมสารละลายซิลเวอร์ในเตรตเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ให้แต่ละหลอดมีปริมาตรของซิลเวอร์ในเตรตเป็น 3, 4, 5, ... 11 มล. ตามลำดับ กรองตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ จากนั้นนำสารละลายส่วนใสไปตรวจวัดกัมมันตภาพรังสี ทำเช่นนี้ทุกหลอด เมื่อเขียนกราฟระหว่างปริมาณกัมมันตรังสีเบตาจากคลอรีน-36 (จำนวนนับต่อนาที) และปริมาตรของซิลเวอร์คลอไรด์ (มล.) กราฟจะเป็นเส้นตรงและตัดแกน x ที่จุดยุติพอดี

ข้อมูลของการทดลองแสดงไว้ดังตารางที่ 3.4 และการคำนวณหาความเข้มข้นของ HCl^{36} แสดงไว้หน้า 60 (บทที่ 3)

2.4 การวิเคราะห์สารประกอบโคออดิเนชัน - ทรานส์ไคคลอโรบิสเอทิลีนไดเอมีนโรเดียม (III) คลอไรด์

2.4.1 เคมีวิเคราะห์

เคมีวิเคราะห์สำหรับไนโตรเจนใช้วิธีของ Kjeldahl's. คลอไรด์วิเคราะห์โดยวิธี Curius. ส่วนคาร์บอนและไฮโดรเจนวิเคราะห์โดยวิธี Micro - analytical Pregl Combustion Method. ผลของการวิเคราะห์แสดงไว้ในตารางที่ 3.1

2.4.2 การวิเคราะห์โดยรังสีอินฟราเรด

วิเคราะห์โดยวิธี KBr disc technique ผลของการวิเคราะห์แสดงไว้ใน

ตารางที่ 3.2 และสเปกตรัมจากการวิเคราะห์แสดงไว้ดังรูปที่ 3.1

ผลของการวิเคราะห์ทางปริมาณและคุณภาพดังกล่าว (ขอ 2.4.1 และ 2.4.2) ได้จากการส่งสารประกอบไปวิเคราะห์ที่กรมวิทยาศาสตร์ กระทรวงอุตสาหกรรม

2.4.3 การวิเคราะห์โดยรังสีอุลตราไวโอเลต

การวิเคราะห์โดยรังสีอุลตราไวโอเลตซึ่งทำที่แผนกเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยนั้น สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้ตลอดการวิจัยนี้เป็นของบริษัท Perkin Elmer แบบเลขหมาย 124 Double Beam Grating Spectrophotometer โดยใช้แสงจากหลอดควิเทอเรียม ผ่านซิลิกาเซลล์ขนาดกว้าง 1 ซม. บันทึกสเปกตรัมบนแผนภูมิแบบเลขหมาย 159 - 103 การบันทึกกระทำในช่วงความถี่ 420 - 200 nm (วิธีเปิดและอุลตราไวโอเลต) สารละลายที่ใช้ในการทดลองเป็นสารประกอบ ทรานส์ - ไคคลอโรบิสเอทิลีนไดอะมีนโรเดียม (III) คลอไรด์ ละลายในตัวทำละลายผสมน้ำและเอทิลแอลกอฮอล์ 20% โดยปริมาตร โดยวัดเปรียบเทียบกับตัวทำละลายผสมดังกล่าว ข้อกำหนดและสเปกตรัมแสดงไว้ในตาราง 3.3 และรูปที่ 3.2 ตามลำดับ

2.5 การทดลองวัดจลนระของปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอโซโทประหว่างคลอรีน -36 กับคลอไรด์ ในสารประกอบ $\text{trans} - [\text{Rhen}_2\text{Cl}_2] \text{Cl}$ ในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำและเอทิลแอลกอฮอล์ (20% โดยปริมาตร)

ในการทดลองวัดจลนระของปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอโซโทป กำหนดให้ความเข้มข้นของสารประกอบ $\text{trans} - [\text{Rhen}_2\text{Cl}_2] \text{Cl}$ เท่ากับ 0.005 โมลต่อลิตรตลอดการทดลอง สำหรับความเข้มข้นของไอออนคลอไรด์ทั้งหมดในสารละลาย กำหนดให้มีส่วนกลับของความเข้มข้นต่างกันช่วงละ 10 (โมลต่อลิตร)⁻¹ โดยให้ความเข้มข้นส่วนหนึ่ง เป็นกรดไฮโดรคลอริก -36 เข้มข้น 0.005 โมลต่อลิตร เท่ากันตลอดทุกความเข้มข้นของไอออนคลอไรด์ทั้งหมด อีกส่วนหนึ่ง เป็นไอออนคลอไรด์จากสารประกอบ $\text{trans} - [\text{Rhen}_2\text{Cl}_2] \text{Cl}$ เข้มข้น 0.005 โมลต่อลิตร และส่วนสุดท้ายเป็นกรดไฮโดรคลอริกหลายความเข้มข้น เพื่อให้ได้ความเข้มข้นของไอออนคลอไรด์ทั้งหมดในสารละลายตามต้องการ



๒๒ ความเข้มข้นของอิออนคลอไรด์ทั้งหมด		๒๒ ความเข้มข้นของ	๒๒ ความเข้มข้นของ	๒๒ ความเข้มข้นของ
โมลส์ต่อลิตร	(โมลส์ต่อลิตร) ⁻¹	กรดไฮโดรคลอริก - 36	อิออนคลอไรด์จาก สารประกอบ โคบอลต์เนชั่น	กรดไฮโดรคลอริก
0.01	100	0.005	0.005	0.0000
0.0111	90	0.005	0.005	0.0011
0.0125	80	0.005	0.005	0.0025
0.0143	70	0.005	0.005	0.0043
0.0166	60	0.005	0.005	0.0066
0.0200	50	0.005	0.005	0.0100
0.0250	40	0.005	0.005	0.0150
0.0330	30	0.005	0.005	0.0233
0.050	20	0.005	0.005	0.0400

วิธีทำ

สารละลายระหว่างกรดไฮโดรคลอริก -36 เข้มข้น 0.005 โมลส์ต่อลิตร 1 มล. เอทิลอัลกอฮอล์ (Absolute 99.8%) 2 มล. และน้ำ 2 มล. ในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มล. ซึ่งทำให้ถึงสมมูลความร้อน โดยแช่ในน้ำซึ่งควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ด้วยวงจรควบคุมอุณหภูมิ จากนั้นนำสารละลายผสมดังกล่าวมาละลาย สารประกอบ $\text{trans-Rhen}_2\text{Cl}_2\text{Cl}$ หนัก 0.01647 กรัม (0.005 โมลส์ต่อลิตร) หลังจากทำสารละลายให้มีปริมาตรเป็น 10 มล. บันทึกเวลาเริ่มต้น นำกลับไปแช่ที่อุณหภูมิตามต้องการ (70° , 80° หรือ 90°C) เมื่อครบช่วงเวลาตามกำหนดแต่ละครั้ง แฉงสารละลาย 1 มล. มาทำให้ปริมาตรเป็น 10 มล. เพื่อตรวจวัดกัมมันตภาพรังสีโดยใช้หลอดไกเกอร์มูดเลอร์ จากนั้นนำสารละลายมาเติมสารละลายชนิดเวอรินในเตรตเข้มข้น 1 โมลส์ต่อลิตร 4 มล. เพื่อตกตะกอนอิมมูโนคลอไรด์ นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาทำให้ปริมาตรเป็น 25 มล. แฉงมา 10 มล. เพื่อตรวจวัดกัมมันตภาพรังสีของคลอรีน -36 ที่แลกเปลี่ยนเข้าไปภายในขอบเขตของการประสานของสารประกอบดังกล่าว ทำการทดลองในทำนองเดียวกันประมาณ 8 - 9 ช่วงเวลาเท่าที่ปริมาตรของสารละลายอำนวยความสะดวก

ทำการทดลองอย่างเดียวกันนี้กับแต่ละความเข้มข้นของอิมมูโนคลอไรด์ทั้งหมด ในสารละลายที่ 70° , 80° และ 90°C ตามลำดับ

ตัวอย่างข้อมูลที่ได้อาจการทดลองวัดจลนะของปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอโซโทปแสดงไว้ดังตารางที่ 3.5

