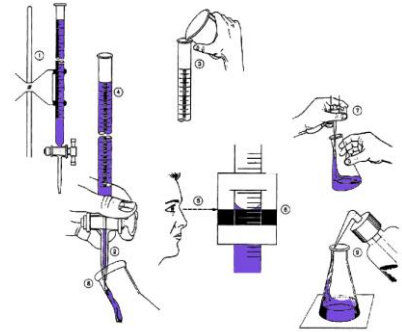


ปฏิบัติการที่ 1

การไทเทรตแบบตกตะกอน (Argentometric Method)



วัตถุประสงค์

เพื่อให้สามารถทำปริมาณวิเคราะห์ของเฮไลด์ ในสารละลายตัวอย่างด้วยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน

อุปกรณ์

1. ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask)
ขนาด 250 mL
2. บิวเรต (Burette) ขนาด 50 mL
3. ปิเปต (Volumetric Pipette) ขนาด 10 mL
4. ขาตั้ง (Stand)
5. ที่จับบิวเรต (Burette clamp)
6. ขวดฉีดน้ำกลั่น (Wash bottle)
7. เครื่องชั่งไฟฟ้า (Electrical Balance)
8. กระดาษกรองเบอร์ 2
(Filter Papers No. 2)

สารเคมี

1. 0.01 M Silver nitrate (AgNO_3)
2. 0.02 M Potassium thiocyanate (KSCN)
3. 0.01 M Sodium Chloride (NaCl)
4. 5% w/v Potassium chromate (K_2CrO_4)
5. 0.2% w/v Dichlorofluorescein
6. 5% w/v Dextrin
7. 3 M Nitric acid (HNO_3)
8. 40% w/v Ferric alum
9. สารละลายตัวอย่าง

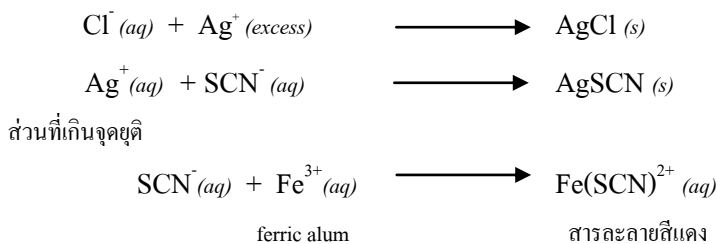
การวิเคราะห์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอน (Argentometric method) นั้น เป็นการทำปฏิกิริยากับ AgNO_3 ได้สารประกอบที่เป็นตะกอน (มีค่าการละลายต่ำ) นิยมใช้ในการวิเคราะห์พวก Halide เช่น Cl^- , Br^- , I^- ซึ่งวิเคราะห์ได้ทั้งแบบการไทเทรตโดยตรง (Direct Titration) และแบบการไทเทรตโดยทางอ้อม (Back Titration) โดยเติม AgNO_3 ปริมาณมากเกินไปในการเกิดปฏิกิริยากับสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ แล้วไทเทรตหาปริมาณ AgNO_3 ที่เกินจุดยุติ ด้วยสารละลายมาตรฐานไซโอไซยานเนต (SCN^-) การวิเคราะห์โดยวิธีนี้ นอกจากจะใช้วิธีวิเคราะห์พวก Halide แล้วยังสามารถใช้หาปริมาณ Cyanide (CN^-), Thiocyanate (SCN^-), Phosphate (PO_4^{3-}) และ Sulphide (S^{2-}) ได้อีกด้วย หรือในทางตรงกันข้าม อาจใช้วิธีนี้เพื่อวิเคราะห์ปริมาณของ Ag^+ ในสารละลายตัวอย่างได้

การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยวิธี Argentometry แบ่งออกได้เป็น 3 วิธีคือ

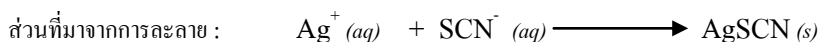
1. Mohr's method
2. Volhard's method
3. Fajan's method หรือ Absorption indicator Method

1. Volhard's method

วิธีการหาปริมาณคลอไรด์ได้ โดยไทเทรตกับละลายมาตรฐาน AgNO_3 ที่มีปริมาณมากเกินไป (excess) หรือจนเกินจุดยุติ จากนั้นจึงทำการไทเทรตกลับ (Back Titration) เพื่อหาปริมาณ AgNO_3 ในส่วนที่เกินจุดยุติ ด้วยสารละลายมาตรฐาน KSCN โดยใช้ Ferric alum เป็นอินดิเคเตอร์ เมื่อถึงจุดยุติจะเกิดสารละลายสีแดงของ Ferric thiocyanate [$\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$] ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



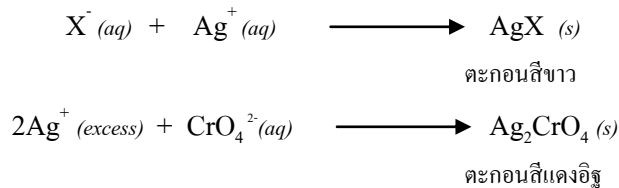
ตะกอน AgCl จะมีการละลายได้มากกว่า AgSCN เล็กน้อย ทำให้ Ag^+ ที่จะละลายจาก AgCl ทำปฏิกิริยากับ SCN^- ดังนี้



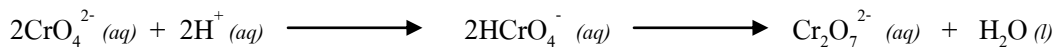
จึงทำให้การวิเคราะห์ Cl^- ด้วยวิธีนี้มีปริมาณ Ag^+ มากกว่าความเป็นจริง และใช้สารละลายมาตรฐานไซโอไซยานเนตมากกว่าความเป็นจริง ด้วยเหตุนี้ในการทดลองจึงควรกรองตะกอน AgCl ออกก่อนที่จะทำ Back titration แต่การกรองอาจเสียเวลามากและมีการสูญเสีย Ag^+ ในระหว่างการกรองได้ อาจเติมสารบางอย่าง เช่น Nitrobenzene ลงไปคลุมตะกอน (Masking) AgCl แต่สารนี้เป็นสารที่ทำให้เกิดมะเร็ง ควรพิจารณาถึงความเหมาะสมในการใช้งาน

2. Mohr's method

การวิเคราะห์หาปริมาณของ Halide (X^-) โดยการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน $AgNO_3$ และใช้ K_2CrO_4 เป็นอินดิเคเตอร์ ณ จุดสมมูล เมื่อ $AgNO_3$ ทำปฏิกิริยากับ Halide หมดแล้ว $AgNO_3$ ที่เกินมาเพียงเล็กน้อย จะทำปฏิกิริยากับ K_2CrO_4 เกิดตะกอน Silver chromate (Ag_2CrO_4) เป็นสีน้ำตาลแดง ซึ่งเป็นตัวชี้บอกถึงจุดยุติของปฏิกิริยา

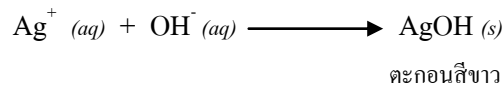


การวิเคราะห์ด้วยวิธีนี้สารละลายควรจะเป็นกลางหรือเบสเล็กน้อย (pH อยู่ในช่วง 7 – 10) ถ้า สารละลาย มีฤทธิ์เป็นกรดจะทำให้ Chromate (CrO_4^{2-}) เปลี่ยนเป็น Dichromate ($Cr_2O_7^{2-}$) ดังนี้



สารละลายยังเป็นกรดมาก CrO_4^{2-} จะยิ่งเปลี่ยนเป็น $Cr_2O_7^{2-}$ มาก และเนื่องจาก $Ag_2Cr_2O_7$ ละลายได้ดีกว่า AgX จึงทำให้ต้องเติม $AgNO_3$ ลงไปทำปฏิกิริยากับ X^- มากกว่าปกติ ทำให้การไทเทรตเกินจุดยุติไปมาก

สำหรับกรณีที่สารละลายเป็นเบสมาก (pH สูงกว่า 10) ก็ไม่เหมาะสมในการวิเคราะห์ เพราะอาจจะทำให้เกิดตะกอนเป็น Silver hydroxide ($AgOH$) ได้ดังสมการ



ในกรณีที่สารละลายเป็นกรดควรทำให้เป็นกลางหรือเบสอ่อนโดยการเติม Calcium carbonate ($CaCO_3$) หรือ Sodium bicarbonate ($NaHCO_3$) ให้มากเกินไปพอ ถ้าสารละลายเป็นเบส ไม่มากให้เติม Acetic acid (CH_3COOH) ลงไป แล้วเติม Calcium carbonate ($CaCO_3$) ให้มากเกินไปเล็กน้อย แต่ถ้าสารละลายเป็นเบสมาก อาจใช้ Nitric acid (HNO_3) ในการทำให้สารละลายเป็นกลาง

การไทเทรตควรรองพื้นขวดรูปชมพู่ด้วยกระดาษสีขาวจะทำให้การสังเกตเห็นจุดยุติชัดเจนขึ้น ในการไทเทรต โดยวิธีนี้ปริมาณ $AgNO_3$ เติมลงมา อาจจะมีเกินจุดยุติบ้างเล็กน้อย ถ้าต้องการความถูกต้องจริง ๆ ต้องทำ Blank คือใช้น้ำกลั่นปริมาตรเท่ากับสารละลายตัวอย่าง และไทเทรตเช่นเดียวกับสารละลายตัวอย่าง แล้วนำค่าที่ไทเทรต Blank ไปลบออกจากค่าที่ไทเทรตสารละลายตัวอย่าง จะทำให้ผลการทดลองถูกต้องมากขึ้น

3. Fajan's method หรือ Absorption indicator Method

การไทเทรตแบบนี้ใช้อินดิเคเตอร์ที่มีลักษณะพิเศษในการดูดซับที่ผิวของตะกอน โดยจะดูดซับเฉพาะ Ag^+ บนผิวตะกอนเมื่อถึงจุดยุติแล้วเท่านั้น ทำให้ตะกอนสีของตะกอนเปลี่ยนไป อินดิเคเตอร์ที่ใช้เป็นพวกสารสีอินทรีย์ (Organic dye) มีสมบัติเป็นกรดอ่อนหรือเบสอ่อน ในการทดลองนิยมใช้ Dichlorofluorescein เป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งสามารถบอกจุดยุติได้ตั้งแต่ pH 4.4 ขึ้นไป และ pH ที่เหมาะสมในการไทเทรตปริมาณคลอไรด์อยู่ในช่วง 7 – 10 ควรเติมสารละลาย 5% w/v dextrin ลงไปป้องกันการรวมตัวเป็นตะกอนขนาดใหญ่ ทำให้อินดิเคเตอร์ถูกดูดซับได้มากขึ้น สีได้ชัดเจนขึ้น

Fajan's method เหมาะสำหรับการหาปริมาณ Cl^- ที่มีความเข้มข้นอยู่ระหว่าง 0.1 – 0.005 M ถ้ามีความเข้มข้นสูงกว่านี้ ควรใช้ Mohr's method หรือ Volhard's method จะเหมาะสมกว่า

วิธีการทดลอง

การทดลองที่ 1.1 การหาความเข้มข้นของสารละลาย NaCl โดยวิธีของ Volhard

- 1.1.1 ปิ่เปิดสารละลาย 0.01 M NaCl 10.00 mL ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL
- 1.1.2 เติมสารละลาย 0.01 M $AgNO_3$ ประมาณ 15.0 mL จากบิวเรตจนเกิดตะกอนสีขาวขุ่น บันทึกปริมาตรที่ใช้ไป
- 1.1.3 นำไปอุ่น ประมาณ 30 นาที เพื่อ digest ตะกอนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น
- 1.1.4 กรองตะกอน $AgCl$ ด้วยกระดาษกรอง No. 2 จากนั้นล้างตะกอนด้วย 3 M HNO_3 5 mL ลงในขวดรูปชมพู่เดิม และเติม ferric alum 1 mL เป็นอินดิเคเตอร์
- 1.1.5 ไทเทรตกลับด้วยสารละลาย KSCN เพื่อหาปริมาณ $AgNO_3$ ที่เติมเกินจุดยุติ เมื่อถึงจุดยุติสารละลายจะมีสีน้ำตาลปนแดง
- 1.1.6 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง

การทดลองที่ 1.2 การหาความเข้มข้นของสารละลาย NaCl โดยวิธีของ Mohr

- 1.2.1 ปิ่เปิดสารละลาย 0.01 M NaCl 10.00 mL ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL
- 1.2.2 เติม K_2CrO_4 ประมาณ 1 mL เป็นอินดิเคเตอร์
- 1.2.3 ไทเทรตด้วยสารละลาย 0.01 M $AgNO_3$ จะได้ตะกอนสีขาวของ $AgCl$ เมื่อถึงจุดยุติจะเห็นสารละลายมีสีน้ำตาลปนแดงเล็กน้อย
- 1.2.4 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง

การทดลองที่ 1.3 การหาความเข้มข้นของสารละลาย NaCl โดยวิธีของ Fajan

- 1.3.1 ปิเปตสารละลาย 0.01 M NaCl 10.00 mL ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL
- 1.3.2 เติม 5% w/v dextrin 5 mL และ 0.2% w/v dichlorofluorescein ประมาณ 10 หยดเป็นอินดิเคเตอร์
- 1.3.3 ไทเทรตด้วยสารละลาย 0.01 M AgNO₃ จะได้ตะกอนสีขาวของ AgCl เมื่อถึงจุดยุติจะเห็นสารละลายมีสีเขียวอมเหลืองเปลี่ยนไปเป็นสีส้มอมชมพูอ่อน
- 1.3.3 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง

การทดลองที่ 1.4 การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ในน้ำตัวอย่าง โดยวิธีของ Mohr

- 1.4.1 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง 10.00 mL ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติม K₂CrO₄ ประมาณ 1 mL เพื่อเป็นอินดิเคเตอร์
- 1.4.2 ไทเทรตด้วยสารละลาย 0.01 M AgNO₃ จะได้ตะกอนสีขาวของ AgCl เมื่อถึงจุดยุติจะเห็นสารละลายมีสีน้ำตาลปนแดงเล็กน้อย
- 1.4.3 ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง

หมายเหตุ ทิ้ง waste ในขวด Ag waste

ปฏิบัติการที่ 1

การไทเทรตแบบตกตะกอน (Argentometric Method)

รหัสประจำตัว.....ชื่อ - สกุล.....
 หมายเลขผู้.....วันที่ทำการทดลอง.....เวลา.....น.

การทดลองที่ 1.1 การหาความเข้มข้นของสารละลาย NaCl โดยวิธีของ Volhard

ครั้งที่	ปริมาตร NaCl (mL)	ปริมาตร AgNO ₃ (mL)	ปริมาตร KSCN (mL)	ความเข้มข้น NaCl (M)
1	10.00			
2	10.00			

ความเข้มข้นเฉลี่ยของ NaClM

การทดลองที่ 1.2 การหาความเข้มข้นของสารละลาย NaCl โดยวิธีของ Mohr

ครั้งที่	ปริมาตร NaCl (mL)	ปริมาตร AgNO ₃ (mL)	ความเข้มข้น NaCl (M)
1	10.00		
2	10.00		

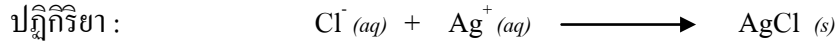
ความเข้มข้นเฉลี่ยของ NaClM

การทดลองที่ 1.3 การหาความเข้มข้นของสารละลาย NaCl โดยวิธีของ Fajan

ครั้งที่	ปริมาตร NaCl (mL)	ปริมาตร AgNO ₃ (mL)	ความเข้มข้น NaCl (M)
1	10.00		
2	10.00		

ความเข้มข้นเฉลี่ยของ NaClM

แสดงวิธีการคำนวณหา ความเข้มข้น NaCl โดยวิธีของ Mohr



จากการทดลองทั้ง 3 วิธีนั้น วิธีที่ให้ค่าความเข้มข้นที่ถูกต้องที่สุดคือ วิธี _____

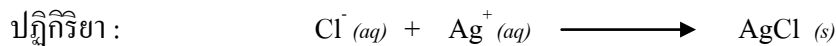
การทดลองที่ 1.4 การหา Cl⁻ ในน้ำตัวอย่างโดยวิธีของ Mohr

น้ำตัวอย่างหมายเลข.....

ครั้งที่	ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)	ปริมาตร AgNO ₃ (mL)	ปริมาณ Cl ⁻ ในน้ำตัวอย่าง (g/100 mL)
1			
2			
3			

ปริมาณเฉลี่ย Cl⁻ ในน้ำตัวอย่าง g/100 mL

แสดงวิธีการคำนวณหาปริมาณ คลอไรด์ในตัวอย่างน้ำ โดยวิธีของ Mohr



(ส่งภายในชั่วโมงปฏิบัติการ)