

ปฏิบัติการที่ 2

การวิเคราะห์ปริมาณกรด และการเตรียมบัฟเฟอร์

(Acid Determination and Buffer Preparation)



วัตถุประสงค์

1. สามารถเตรียมสารละลายมาตรฐานเบส และ ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอน (Standardized)
2. ทำปริมาณวิเคราะห์กรดอะซิดิกในตัวอย่างน้ำส้มสายชู
3. เตรียมสารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ และคำนวณ pH ของสารละลายบัฟเฟอร์

อุปกรณ์

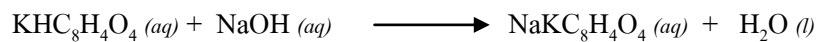
1. ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 mL
2. กระจกตวง (Cylinder) ขนาด 25 และ 50 mL
3. บิวเรต (Burette) ขนาด 50 mL
4. ที่จับบิวเรต (Burette clamp)
5. ปิเปต (Pipette) ขนาด 2 mL
6. บีกเกอร์ (Beaker)
7. ขาตั้ง (Stand)
8. เครื่องชั่งไฟฟ้า (Electrical Balance)
9. เครื่อง pH meter
10. ลูกยางดูด (Pipette Bulb)

สารเคมี

1. 0.10 M Sodium hydroxide (NaOH)
2. Potassium hydrogen phthalate ; KHP ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)
3. Phenolphthalein indicator
4. ตัวอย่างน้ำส้มสายชู

Sodium hydroxide เป็นสารที่ไม่บริสุทธิ์ เนื่องจาก การปนเปื้อนของอัลคาไลคาร์บอเนต ซึ่งส่วนใหญ่เกิดจากการทำปฏิกิริยาของ NaOH กับ Carbon dioxide (CO₂) ในอากาศ และเนื่องจาก NaOH เป็นสารที่ดูดความชื้นได้ง่าย ดังนั้น NaOH จะดูดความชื้นได้ในขณะที่ทำการชั่ง น้ำหนักที่ชั่งได้จึงไม่แน่นอน เมื่อนำไปทำเป็นสารละลายจะมีความเข้มข้นไม่แน่นอน จึงจำเป็นต้องนำสารละลายนี้มาไทเทรต หาความเข้มข้นที่แน่นอน (Standardized) ด้วยสารมาตรฐานปฐมภูมิ (Primary Standard)

สารมาตรฐานปฐมภูมิ มีหลากหลาย เช่น Potassium biiodate [KH(IO₃)₂], Potassium hydrogen phthalate (KHC₈H₄O₄) หรือ Benzoic acid แต่ที่นิยมใช้มากที่สุดในห้องปฏิบัติการคือ Potassium hydrogen phthalate ซึ่งทำปฏิกิริยากับ NaOH ได้ดังสมการ



KHC₈H₄O₄ (Mw. = 204.23 g/mol) นิยมเขียนแทนด้วยอักษรย่อ KHP มีความบริสุทธิ์ถึง 99.9 % (AR grade) เป็นของแข็งมีสมบัติเป็นกรดอ่อน ใช้เป็นสารมาตรฐานปฐมภูมิโดยการอบ ไล่ความชื้น ที่อุณหภูมิ 110°C ประมาณ 2 ชั่วโมง

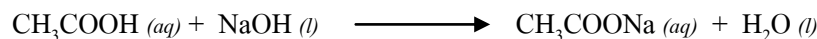
เนื่องจากการไทเทรต ระหว่างเบสแก่ NaOH กับกรดอ่อน KHC₈H₄O₄ จุดยุติของการไทเทรตจะมีสมบัติเป็นเบส ดังนั้นอินดิเคเตอร์ที่เหมาะสมคือ

indicator	pH range	การเปลี่ยนแปลงสี
Phenolphthalein	8.3 - 10.0	ไม่มีสี - ชมพู
Thymol blue	8.0 - 9.6	เหลือง - น้ำเงิน

สารละลายที่ทราบความเข้มข้นจากการ Standardized นี้ จัดเป็น สารละลายประเภท Secondary Standard Solution

น้ำส้มสายชู (vinegar) มีกรดอะซิติก (CH₃COOH) เป็นส่วนประกอบ แบ่งเป็น 2 ประเภทคือ ประเภทแรก เป็นน้ำส้มสายชูที่ได้จากการหมักพืชชนิดต่างๆตามวิธีโภชนาศาสตร์ จะมี CH₃COOH เป็นองค์ประกอบ และมีสารอินทรีย์อื่นๆ เจือปนอยู่ ส่วนประเภทที่สองได้มาจากการนำ CH₃COOH ที่บริสุทธิ์ (ที่กลั่นได้จากน้ำส้มสายชูประเภทแรก) มาทำให้เจือจางด้วยน้ำ และให้มีความเข้มข้นประมาณ 5% (w/v)

การวิเคราะห์หาปริมาณของ CH₃COOH ทำได้โดยการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน NaOH ดังปฏิกิริยา



จากปฏิกิริยาพบว่า 1 โมลของ NaOH ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 1 โมลของ CH_3COOH เมื่อทราบปริมาตรและความเข้มข้นของ NaOH และทราบปริมาตรของ CH_3COOH ก็สามารถที่จะคำนวณหาความเข้มข้นของ CH_3COOH ในน้ำส้มสายชูได้

ความเข้มข้น **โมลาร์** คือ ปริมาณตัวถูกละลายเป็นโมล ในสารละลาย 1 ลิตร หรือ ปริมาณตัวถูกละลายมิลลิโมล ในสารละลาย 1 มิลลิลิตร

จากจำนวนโมลเปลี่ยนเป็นน้ำหนักด้วยความสัมพันธ์

$$\text{จำนวน โมล} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{\text{มวลของ 1 โมล}}$$

% w/v หมายถึง น้ำหนักตัวถูกละลาย(กรัม) ในสารละลาย(มิลลิลิตร) $\times 100$

$$\% \text{ w/v} = \frac{\text{ตัวถูกละลาย(กรัม)}}{\text{ปริมาตรสารละลาย(mL)}} \times 100$$

ปริมาณ NaOH ที่ทำปฏิกิริยากันพอดีกับ CH_3COOH นั้น ได้ผลิตภัณฑ์ CH_3COONa ซึ่งมีจำนวนมิลลิโมลเท่ากับ มิลลิโมลของ NaOH ที่ใช้ในการไทเทรต ในการเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์อะซีเตตที่ระดับ pH ต่างๆ สามารถทำได้โดยเติม CH_3COOH ลงไปในสารละลายของ CH_3COONa และคำนวณค่า pH ได้จากสมการ Henderson Hasselbalch ดังนี้

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{Conjugate base}]}{[\text{Acid}]}$$

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{CH}_3\text{COO}^-]}{[\text{CH}_3\text{COOH}]}$$

ถ้าจำนวนมิลลิโมล Conjugate base เท่ากับ มิลลิโมลของ acid จะได้ $\text{pH} = \text{pK}_a$

เมื่อ K_a ของ CH_3COOH เท่ากับ 1.75×10^{-5} pH ของ อะซีเตตบัฟเฟอร์จะมีค่าเท่ากับ 4.74 การเตรียมให้ได้ค่า pH ต่างไปจากนี้ ทำได้โดยแปรเปลี่ยนอัตราส่วนของ มิลลิโมล Conjugate base กับ มิลลิโมลของ acid ทั้งนี้ค่า pH ที่ใช้งานได้ดีของอะซีเตตบัฟเฟอร์คือ 3.74 – 5.74

วิธีทดลอง

การทดลองที่ 2.1 การเตรียมและการไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย NaOH

2.1.1 สารละลาย 0.10 M NaOH

ชั่ง NaOH ประมาณ 2 กรัม นำไปละลายด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 500 mL ในบีกเกอร์ ขนาด 1,000 mL (เก็บสารละลาย NaOH ไว้ในขวดพลาสติก และเก็บสารละลายส่วนที่เหลือไว้ใช้ในการทดลอง Potentiometric Titration)

2.1.2 การ Standardize สารละลาย NaOH

- 2.1.2.1 ชั่ง $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 0.2500 g (บันทึกทศนิยม 4 ตำแหน่ง) จำนวน 3 ตัวอย่าง ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 mL 3 ใบ เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 50 mL เขย่าจนสารละลายหมด (ถ้าไม่ละลายให้นำไปอุ่นบน water bath)
- 2.1.2.2 หยด Phenolphthalein 2 – 3 หยด นำไปไทเทรตกับ NaOH ที่เตรียมไว้ จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพูอ่อน บันทึกปริมาตรของ NaOH ที่ใช้ไป
- 2.1.2.3 นำผลที่ได้ ไปคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย NaOH และบันทึกความเข้มข้นที่ได้ไว้ที่ข้างขวดสารละลาย NaOH

การทดลองที่ 2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดอะซิติกในน้ำส้มสายชู

- 2.2.1 ปิเปิดสารละลายตัวอย่างน้ำส้มสายชู 2.00 mL ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมน้ำกลั่นประมาณ 25 mL และ เติม phenolphthalein 2-3 หยด
- 2.2.2 นำไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH จนได้สีชมพูจาง ๆ อย่างถาวร คำนวณหาปริมาณเป็นกรัมของ CH_3COOH ในสารละลายตัวอย่าง 100 mL (% w/v)
- 2.2.3 ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง

การทดลองที่ 2.3 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์

- 2.3.1 นำสารละลายในขวดรูปชมพู่ ทั้ง 3 ที่ไทเทรตเสร็จแล้วในการทดลองที่ 2.2 มาเติม CH_3COOH โดย ขวดที่ 1 เติม 1 mL, ขวดที่ 2 เติม 2 mL และขวดที่ 3 เติม 3 mL
- 2.3.2 วัด pH สารละลายในขวดรูปชมพู่ ทั้ง 3 ใบ
- 2.3.3 คำนวณ pH สารละลายของขวดรูปชมพู่ทั้ง 3 ใบ

หมายเหตุ สารละลาย NaOH มีสมบัติกัดแก้ว ดังนั้น ในกรณีที่ต้องเก็บไว้ในขวดแก้วต้องใช้จุกยางปิด เพราะถ้าใช้จุกแก้ว อาจเปิดขวดไม่ได้ และถ้าเก็บไว้นาน ๆ ควรเก็บไว้ในขวดพลาสติก เนื่องจาก NaOH ทำปฏิกิริยากับ CO_2 ในอากาศ จึงควรทำ Restandardized ทุกครั้งก่อนนำไปใช้งานต่อไป

ปฏิบัติการที่ 2

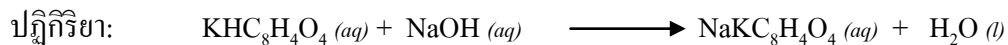
การวิเคราะห์หาปริมาณกรดและการเตรียมบัฟเฟอร์ (Acid Determination and Buffer Preparation)

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

การทดลองที่ 2.1 การไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอน (Standardization) ของสารละลาย NaOH

	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
น้ำหนักของ $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ (g)			
ปริมาตร NaOH จากบิวเรตก่อนการไทเทรต (mL)			
ปริมาตร NaOH จากบิวเรตหลังการไทเทรต (mL)			
ปริมาตร NaOH ที่ใช้ (mL)			
ความเข้มข้นของ NaOH (M)			
ความเข้มข้นของ NaOH เฉลี่ย(M)			

แสดงวิธีคำนวณ ความเข้มข้นของสารละลาย NaOH

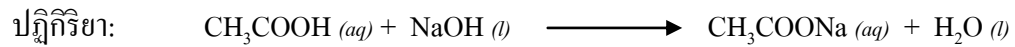


การทดลองที่ 2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดในน้ำส้มสายชู

สารละลายตัวอย่างน้ำส้มสายชู หมายเลข

	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
ปริมาตรสารละลายตัวอย่าง (mL)			
ปริมาตร NaOH (mL)			
ความเข้มข้นของ CH ₃ COOH (% w/v)			
เฉลี่ยความเข้มข้นของ CH ₃ COOH (% w/v)			
เฉลี่ยความเข้มข้นของ CH ₃ COOH (M)			

แสดงวิธีการคำนวณ ความเข้มข้น CH₃COOH (%w/v)



การทดลองที่ 2.3 การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์

	ปริมาณ CH ₃ COOH..... M		
	1 mL	2 mL	3 mL
จำนวนมิลลิโมล CH ₃ COOH			
จำนวนมิลลิโมล CH ₃ COONa			
วัดค่า pH สารละลาย			
คำนวณค่า pH สารละลาย			

แสดงวิธีคำนวณค่า pH จากสมการ Henderson Hasselblsch: $pH = pK_a + \log \frac{[CH_3COO^-]}{[CH_3COOH]}$ (คำนวณตัวอย่างเดียว)

เลือกตัวอย่าง ที่เติม CH₃COOH _____ mL

ค่า pH ของสารละลายที่เติม CH₃COOH _____ mL มีค่าเท่ากับหรือใกล้เคียง pK_a เพราะ _____

(ส่งภายในชั่วโมงปฏิบัติการ)