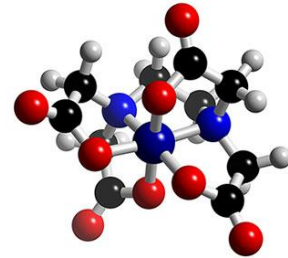


ปฏิบัติการที่ 6

การไทเทรตสารประกอบเชิงซ้อน (Complexometric Titration)



EDTA Metal complex

วัตถุประสงค์

เพื่อให้รู้วิธีการไทเทรตสารประกอบเชิงซ้อน โดยใช้ EDTA เป็นไทเทรนต์ในการวิเคราะห์ความกระด้างของน้ำ

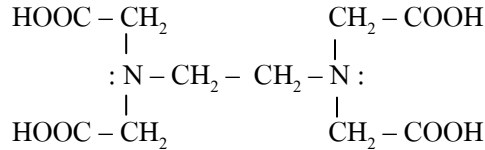
อุปกรณ์

1. ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 mL หรือ 125 mL
2. บิวเรต (Burette) ขนาด 50 mL
3. ปิเปต (Volumetric Pipette) ขนาด 25 mL
4. กระจกตวง (Cylinder) ขนาด 10 mL
5. ขาตั้ง (Stand)
6. ที่จับบิวเรต (Burette clamp)
7. กระดาษลิตมัส (Litmus paper)
8. กระดาษกรอง (Filter paper)

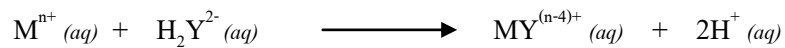
สารเคมี

1. 0.01 M Ethylenediamine tetraacetic Acid (EDTA)
2. 1.0 M Hydrochloric acid (HCl)
3. 0.01 M Hydrochloric acid (HCl)
4. 1.0 M Sodium hydroxide (NaOH)
5. Ammonium Buffer pH 10
6. 1.0% w/v Eriochrom Black T indicator
7. Methyl red indicator
8. Saturated Ammonium Oxalate $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4]$
9. Conc. Ammonium hydroxide (NH_4OH)
10. Calcium carbonate, Calcium bicarbonate, Calcium chloride, Magnesium chloride

การไทเทรตไอออนของโลหะ (Metal ions) ด้วยสารละลาย Complexing agent แล้วเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะกับ Complexing agent นั้นไทแทรนต์ (Titrant) ที่ใช้กันมาก คือ Ethylenediamine tetraacetic acid ซึ่งนิยมเขียนแทนด้วย EDTA หรือ H_4Y มีสมบัติเป็น Aminopolycarboxylic acid มีโครงสร้างดังนี้



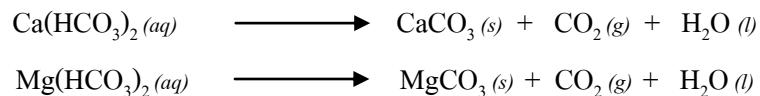
EDTA คือ Sodium dihydrogen ethylenediamine tetraacetate dihydrate ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) สามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่เสถียรมากกับไอออนของโลหะหลายตัวในอัตราส่วน 1 : 1 ดังนี้



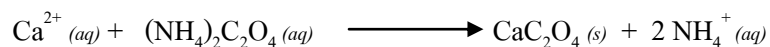
ในการไทเทรตระหว่าง EDTA กับไอออนของโลหะ นิยมใช้ Eriochrom Black T หรือ Merexide เป็นอินดิเคเตอร์ เมื่อถึงจุดยุติจะเห็นสีของอินดิเคเตอร์เปลี่ยนไปได้ชัดเจนเมื่อสารละลายมี pH เหมาะสม ถ้าใช้ Eriochrom Black T เป็นอินดิเคเตอร์ สารละลายควรมี pH 7 – 12 หรือถ้าใช้ Merexide เป็นอินดิเคเตอร์ สารละลายควรมี pH 9 – 11 ดังนั้นในการทดลองต้องเติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 ลงไปด้วยทุกครั้ง

น้ำกระด้างจะมี Calcium ion (Ca^{2+}) และ Magnesium ion (Mg^{2+}) ซึ่งอยู่ในรูปของเกลือ Calcium hydrogen-carbonate ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$), Calcium chloride (CaCl_2), Calcium sulfate (CaSO_4) และ Magnesium hydrogen carbonate ($\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$), Magnesium chloride (MgCl_2), Magnesium sulfate (MgSO_4) เกลือเหล่านี้จะทำปฏิกิริยากับ EDTA ผลการวิเคราะห์จะเป็นการวัดความกระด้างทั้งหมดของน้ำอันเนื่องมาจากเกลือไบคาร์บอเนต คลอไรด์ และเกลือซัลเฟต

ถ้าเอาน้ำกระด้างที่มีเกลือไบคาร์บอเนต เกลือคลอไรด์ และเกลือซัลเฟต ไปต้มจนเดือดจะเกิดปฏิกิริยาตกตะกอนของ เกลือไบคาร์บอเนต ดังนี้



ดังนั้นน้ำกระด้างนี้จะคงเหลือเกลือของคลอไรด์ และเกลือซัลเฟต (CaCl_2 , MgCl_2 , CaSO_4 , MgSO_4) เท่านั้น ซึ่งเป็นน้ำกระด้างถาวร ถ้าเอาน้ำกระด้างไปตกตะกอนด้วย Ammonium oxalate จะได้ตะกอนของแคลเซียมออกซาเลต (CaC_2O_4)



น้ำกระด้างนี้จึงเหลือเกลือของ Mg เท่านั้น

น้ำกระด้างที่มีกระด้างทั้งหมด (Total hardness) ไม่เกิน 200 ppm สามารถใช้เป็นน้ำดื่มได้

วิธีการทดลอง

การทดลองที่ 6.1 Standardize สารละลาย EDTA ด้วยแคลเซียมคาร์บอเนต

- 6.1.1 ชั่ง CaCO_3 บริสุทธิ์ที่อบแห้งแล้ว 0.0250 กรัม (บันทึกทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมน้ำประมาณ 20 – 30 mL
- 6.1.2 เติม 1.0 M HCl ที่ละหยด และเขย่าแรง ๆ จน CaCO_3 ละลายหมด
- 6.1.3 เติม Methyl red 2 - 3 หยด และเติม 1.0 M NaOH ที่ละหยดจนสารละลายเป็นด่างเล็กน้อย โดยสีของสารละลายจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีเหลือง
- 6.1.4 เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 ลงไปจำนวน 1 mL จากนั้นเติม Eriochrom Black T ประมาณ 5 หยด
- 6.1.5 นำไปไทเทรตกับสารละลาย 0.01 M EDTA เมื่อถึงจุดยุติ สารละลายจะเปลี่ยนสีจากสีม่วงไปเป็นสีฟ้า หรือ สีฟ้าอมเขียว จากปริมาตรของ EDTA และน้ำหนักของ CaCO_3 นำไปคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย EDTA ได้

การทดลองที่ 6.2 การวิเคราะห์หาความกระด้างทั้งหมดของน้ำ (Ca^{2+} และ Mg^{2+})

- 6.2.1 ปิเปิดน้ำตัวอย่าง 25.00 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 ลงไป 1 mL เติม Eriochrom Black T ประมาณ 5 หยด
- 6.2.2 ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจาก สีม่วงแดง ไปเป็นสีฟ้า
- 6.2.3 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง นำผลที่ได้นำไปคำนวณหาความกระด้างทั้งหมดของน้ำในหน่วย ppm

การทดลองที่ 6.3 การวิเคราะห์หาความกระด้างถาวร (CaCl_2 และ MgCl_2)

- 6.3.1 ปิเปิดน้ำตัวอย่าง 25.00 mL ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 mL ต้มให้เดือดเบา ๆ เป็นเวลา 10 – 15 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น กรองใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL
- 6.3.2 เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 ลงไป 1 mL เติม Eriochrom Black T ประมาณ 5 หยด
- 6.3.3 ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจากสีม่วงแดง ไปเป็นสีฟ้า
- 6.3.4 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง และนำผลที่ได้นำไปคำนวณหาความกระด้างถาวรของน้ำในหน่วย ppm

การทดลองที่ 6.4 การวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียมและแคลเซียมในน้ำตัวอย่าง

- 6.4.1 ปิเปิดน้ำตัวอย่าง 25.00 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติม 1.0 M HCl 2 mL เติม methyl red 2-3 หยด และเติม Ammonium oxalate อิมตัว 5 mL
- 6.4.2 อุ่นสารละลายจนเกือบเดือด แล้วค่อย ๆ หยด Ammonium hydroxide ลงไปในขณะที่สารละลายยังร้อน ๆ เพื่อตกตะกอนแคลเซียมให้อยู่ในรูปของ Calcium oxalate จนสมบูรณ์ ที่ pH ประมาณ 6 ซึ่งสังเกตจากจำนวนตะกอนเท่าเดิม ไม่เพิ่มขึ้น
- 6.4.3 ถ้าสารละลายเป็นสีเหลือง แสดงว่า ค่า pH สารละลายมากกว่า 6 ให้ปรับ pH สารละลายให้อยู่ในช่วง 5 – 6 ด้วย 0.01 M HCl ที่ละหยด จนสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีเหลืองแก่

- 6.4.4 ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น กรองตะกอนออก และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจำนวนน้อย ๆ หลาย ๆ ครั้ง
- 6.4.5 นำสารละลายที่ได้จากการกรองมาเติม 1.0 M NaOH 2 mL แล้วเติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 จำนวน 1 mL และ Eriochrom Black T ประมาณ 5 หยด
- 6.4.6 นำไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจากสีม่วงแดง ไปเป็นสีฟ้าอมเขียว
- 6.4.7 ทำการทดลองซ้ำ 1 ครั้ง และ นำผลการทดลองไปคำนวณหาปริมาณของแคลเซียม และแมกนีเซียมในหน่วย ppm

การทดลองที่ 6.5 การวิเคราะห์หาความกระด้างทั้งหมดของน้ำประปา (Ca^{2+} และ Mg^{2+})

- 6.2.1 ปิเปิดน้ำตัวอย่าง 25.00 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 ลงไป 1 mL เติม Eriochrom Black T ประมาณ 5 หยด
- 6.2.2 ไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจาก สีม่วงแดง ไปเป็นสีฟ้า
- 6.2.3 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง นำผลที่ได้นำไปคำนวณหาความกระด้างของน้ำทั้งหมดในหน่วย ppm

ปฏิบัติการที่ 6

การไทเทรตสารประกอบเชิงซ้อน (Complexometric titration)

รหัสประจำตัว.....ชื่อ - สกุล.....

หมายเลขตู้.....วันที่ทำการทดลอง.....เวลา.....น.

การทดลองที่ 6.1 Standardize สารละลาย EDTA ด้วย CaCO₃

การทดลอง	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
น้ำหนัก CaCO ₃ (กรัม)		
จำนวน โมล CaCO ₃		
ปริมาตร EDTA ที่ใช้ในการไทเทรต (mL)		
ความเข้มข้นของ EDTA (M)		
ความเข้มข้นเฉลี่ยของ EDTA (M)		

แสดงวิธีการคำนวณ การทดลอง ที่ 6.1

EDTA ทำปฏิกิริยากับ Ca²⁺ ในอัตราส่วน 1:1 โมล

จำนวน โมล EDTA = จำนวน โมล CaCO₃

การทดลองที่ 6.2 การวิเคราะห์หาความกระด้างทั้งหมดของน้ำ (Ca^{2+} และ Mg^{2+}) ในหน่วย ppm

การทดลอง	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)		
ปริมาตร EDTA ที่ใช้ในการไทเทรต (mL)		
ความกระด้างทั้งหมด ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$) (ppm as CaCO_3)		
ค่าความกระด้างทั้งหมดเฉลี่ย (ppm as CaCO_3)		

แสดงวิธีการคำนวณ การทดลอง ที่ 6.2 (ppm = $\mu\text{g} / \text{mL}$, $\text{CaCO}_3 = 100$)

CaCO_3 ทำปฏิกิริยากับ EDTA ในอัตราส่วน 1:1 โมล

จำนวนโมล CaCO_3 = จำนวนโมล EDTA

การทดลองที่ 6.3 การวิเคราะห์หาความกระด้างถาวร (CaCl_2 และ MgCl_2)

การทดลอง	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)		
ปริมาตร EDTA ที่ใช้ในการไทเทรตพอดีกับความกระด้างถาวร (mL)		
ความกระด้างถาวรทั้งหมด ($\text{CaCl}_2 + \text{MgCl}_2$) (ppm as CaCl_2)		
ค่าความกระด้างถาวรทั้งหมด เฉลี่ย (ppm as CaCl_2)		

แสดงวิธีการคำนวณ การทดลองที่ 6.3 ($\text{ppm} = \mu\text{g} / \text{mL}$, $\text{CaCl}_2 = 111$)

CaCl_2 ทำปฏิกิริยากับ EDTA ในอัตราส่วน 1:1 โมล
 จำนวนโมล CaCl_2 = จำนวนโมล EDTA

การทดลองที่ 6.4 การวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียมทั้งหมดและแคลเซียมทั้งหมดในน้ำ

การทดลอง	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)		
ปริมาตรของ EDTA ที่ใช้ในการไทเทรตพอดีกับ Mg^{2+} (mL)		
ปริมาณแมกนีเซียมทั้งหมดในน้ำ (Mg^{2+})		
ปริมาณแมกนีเซียมทั้งหมดเฉลี่ยในน้ำ (ppm as MgCO_3)		
ปริมาณแคลเซียมทั้งหมดเฉลี่ยในน้ำ (ppm as CaCO_3)		

แสดงวิธีการคำนวณ การทดลองที่ 6.4 ($\text{ppm} = \mu\text{g} / \text{mL}$, $\text{MgCO}_3 = 84.3$,)

MgCO_3 ทำปฏิกิริยากับ EDTA ในอัตราส่วน 1:1 โมล
 จำนวนโมล MgCO_3 = จำนวนโมล EDTA

การทดลองที่ 6.5 วิเคราะห์หาความกระด้างทั้งหมดของน้ำตัวอย่าง หมายเลข _____

การทดลอง	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)		
ปริมาตร EDTA ที่ใช้ในการไทเทรต (mL)		
ความกระด้างทั้งหมด ($\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$) (ppm as CaCO_3)		
ค่าความกระด้างทั้งหมดเฉลี่ย (ppm as CaCO_3)		

แสดงวิธีการคำนวณ การทดลอง ที่ 6.5 (ppm = $\mu\text{g} / \text{mL}$, $\text{CaCO}_3 = 100$)

CaCO_3 ทำปฏิกิริยากับ EDTA ในอัตราส่วน 1:1 โมล

จำนวนโมล CaCO_3 = จำนวนโมล EDTA

(ส่งภายในชั่วโมงปฏิบัติการ)