

ปฏิบัติการที่ 7

การไทเทรตแบบรีดอกซ์ (Redox Titration)



วัตถุประสงค์

เพื่อเรียนรู้วิธีการวิเคราะห์ปริมาณ โลหะด้วยปฏิกิริยารีดอกซ์ โดยวิธี Iodometry

อุปกรณ์

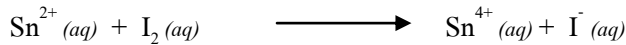
1. กระจกตวง (Cylinder) ขนาด 10 และ 100 mL
2. บิวเรต (Burette) ขนาด 50 mL
3. ปิเปต (Volumetric pipette) ขนาด 10 และ 25 mL
4. ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 50 และ 500 mL
5. ขวดไอโอดีน (Iodine flask) ขนาด 500 mL (หรือขวด BOD)
6. เตาให้ความร้อน (Hot plate)

สารเคมี

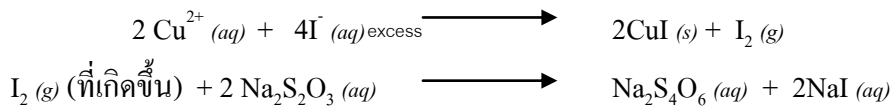
1. 0.01 M Sodium thiosulfate ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)
2. Sodium hydrogen carbonate (NaHCO_3)
3. Potassium iodide (KI)
4. 0.01 M Potassium dichromate ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)
5. Potassium thiocyanate (KSCN)
6. 1:1 Hydrochloric acid (HCl)
7. 1% น้ำแป้ง
8. 0.001 M สารละลายตัวอย่างทองแดง (Cu)

ปฏิกิริยารีดอกซ์ (ออกซิเดชัน – รีดักชัน) ที่เกี่ยวข้องกับการละลายไอโอดีน ทำให้ได้ 2 แบบ คือ ไอโอดิเมตรี (Iodimetry) และ ไอโอดิเมตรี (Iodometry) การไทเทรตทั้ง 2 แบบมีความหมายต่างกันดังนี้

1. Iodimetry หมายถึงการไทเทรตโดยตรง (Direct titration) ด้วยสารละลายไอโอดีน เช่น ใช้สารละลายไอโอดีนที่เตรียมไว้ไทเทรตกับสารละลายคิบุก โดยใช้ น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์



2. Iodometry หมายถึงการไทเทรตโดยทางอ้อม (Indirect titration) เป็นการไทเทรตสารละลายไอโอดีนที่เกิดจากปฏิกิริยาอื่นอีกทีหนึ่ง เช่น ปฏิกิริยาระหว่างไอโอด์ (I⁻) กับไอออนของทองแดง (Cu²⁺) ในสารละลายที่เป็นกรด จะเกิดไอโอดีน แล้วจึงไทเทรตไอโอดีนที่เกิดขึ้นด้วยสารละลายมาตรฐาน Na₂S₂O₃ อีกทีหนึ่ง ดังสมการ

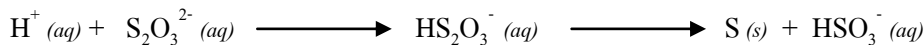


จากสมการทั้งสอง จะได้ว่า 1 โมล Cu²⁺ ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 1 โมล Na₂S₂O₃

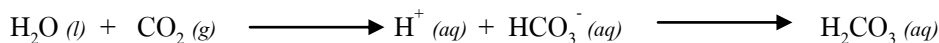
การไทเทรตด้วยวิธีไอโอดีนมีสาเหตุที่ทำให้เกิดความผิดพลาดที่สำคัญคือ ไอโอดีนที่เกิดขึ้นระเหยไปอย่างรวดเร็ว ดังนั้นภาชนะที่ใช้ควรปิดมิดชิด ในทางปฏิบัตินิยมใช้ Iodine flask ดังนั้นจึงต้องทำการไทเทรตอย่างรวดเร็ว เพื่อให้ทันกับไอโอดีนที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว ก่อนที่จะระเหยหนีไป

ตะกอน CuI อาจจะถูกจับไอโอดีนในรูป I₃⁻ ไว้ที่ผิว ทำให้ไตเตรตถึงจุดยุติก่อน ดังนั้นจึงควรเติม KSCN เพื่อไล่ไอโอดีนออกมาทำปฏิกิริยา จึงจะได้ยุติที่ถูกต้อง

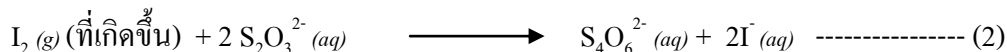
สารละลาย Na₂S₂O₃ เป็น Reducing agent ถ้าสารละลายนี้ขุ่นเนื่องจากตะกอนของกำมะถันก็แสดงว่าความเข้มข้นเปลี่ยนแปลงไปมากแล้ว สารละลาย Na₂S₂O₃ เป็นกรดเพียงเล็กน้อยจะทำให้สลายตัวเป็นกำมะถัน (Sulphur) ซึ่งเป็นตะกอนแขวนลอยสีเหลือง และไฮโดรเจนซัลไฟด์ไอออน (Hydrogen sulphite Ion) ดังสมการ



ดังนั้นการเตรียมสารละลาย Na₂S₂O₃ ควรใช้น้ำที่ต้มไล่คาร์บอนไดออกไซด์ เพื่อป้องกันไม่ให้สารละลายมีความเป็นกรดได้ดังสมการ



หาความเข้มข้นของ Na₂S₂O₃ ได้โดยทำปฏิกิริยากับ K₂Cr₂O₇ ที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน จะเกิดปฏิกิริยา ดังสมการ



ความเข้มข้นหน่วย นอร์มอล (N) = $M \times n$ เมื่อ n เป็นจำนวนอิเล็กตรอนที่เกี่ยวข้องในปฏิกิริยา

จากสมการ(1) การเกิดปฏิกิริยามีการถ่ายโอน 6 อิเล็กตรอน/โมลของ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

$$\text{ดังนั้น } 0.01 \text{ M } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0.06 \text{ N } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

จากสมการ(2) การเกิดปฏิกิริยามีการถ่ายโอน 1 อิเล็กตรอน/โมลของ $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

$$\text{ดังนั้น } 0.01 \text{ M } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0.01 \text{ N } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

เมื่อเกิดปฏิกิริยาถึงจุดสมมูล (หรือจุดยุติในทางปฏิบัติ) การคำนวณที่ใช้หน่วยความเข้มข้น ในหน่วยนอร์มอล จะอาศัยหลักการดังนี้

$$\text{จำนวนสมมูลของ } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \text{จำนวนสมมูลของ } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

$$(N_1)(V_1) = (N_2)(V_2)$$

$$(0.06)(V_1) = (0.01)(V_2)$$

ถ้าหากการคำนวณใช้หน่วยความเข้มข้นเป็น โมลาร์ จะต้องอาศัยอัตราส่วนโมลจากสมการเคมีที่เกี่ยวข้อง

จากสมการ(1) และ (2) จะเห็นได้ว่า 1 โมล $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 6 โมล $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

การคำนวณที่ใช้หน่วยความเข้มข้นเป็น โมลาร์ จึงต้องอาศัย อัตราส่วนโมล ดังนี้

$$1 \text{ โมล } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{1}{6} \text{ โมล } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

วิธีการทดลอง

การทดลองที่ 7.1 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ด้วยสารละลายมาตรฐาน $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

- 7.1.1 ชั่ง 0.05 กรัม KI ที่ปราศจากไอโอดีน ลงใน Iodine flask จากนั้นเติมน้ำ ประมาณ 10 mL ทำสารละลายให้เป็นกลาง โดยเติม NaHCO_3 ประมาณ 0.1 กรัม เขย่าจนละลายหมด
- 7.1.2 ปิเปตสารละลายมาตรฐาน 0.0100 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 5.00 mL ใส่ลงใน Iodine flask นี้ แล้วค่อย ๆ เติม 1:1 HCl 1 mL ลงไปพร้อมทั้งเขย่าเพื่อให้สารละลายเข้ากันดี ฉีคน้ำล้างรอบ ๆ คอขวดด้านในเล็กน้อย ปิดจุกและนำไปเก็บไว้ในที่มีดประมาณ 15 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์
- 7.1.3 นำไปไทเทรตทันทีด้วยสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ อย่างรวดเร็ว จนสารละลายเป็นสีเหลืองอ่อนๆ (เหลือไอโอดีนในสารละลายเล็กน้อย)
- 7.1.4 เติมน้ำแข็งลงไปประมาณ 10 หยด เป็นอินดิเคเตอร์ และนำไปไทเทรตต่อด้วยสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ อย่างช้าๆ จนกระทั่งถึงจุดยุติ ซึ่งสารละลายจะเปลี่ยนจากสีน้ำเงินไปเป็นสีฟ้าอ่อนๆ (หรือเขียวอ่อนของเกลือ Chromic)
- 7.1.5 บันทึกปริมาตรของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้ไป เพื่อนำไปคำนวณหาความเข้มข้น
- 7.1.6 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง

การทดลองที่ 7.2 การวิเคราะห์หาปริมาณของทองแดงในสารละลายตัวอย่าง

- 7.2.1 ละลาย KI ประมาณ 0.1 กรัม ด้วยน้ำ 10 mL ใน Iodine flask เติม 1:1 HCl 1 mL
- 7.2.2 ปิเปตสารละลายตัวอย่างทองแดง 5.00 mL ลงไปใน Iodine flask ปิดจุกและนำไปเก็บไว้ในที่มีดประมาณ 15 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์
- 7.2.3 นำออกมาไทเทรตทันทีด้วยสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ อย่างรวดเร็ว จนสารละลายมีสีเหลืองอ่อนๆ
- 7.2.4 เติมน้ำแข็งประมาณ 10 หยด แล้วไทเทรตต่อไปอย่างช้าๆ จนสารละลายไม่มีสี
- 7.2.5 เติม KSCN ลงไปเล็กน้อยและเขย่า เพื่อให้ I_3^- ที่ถูกดูดซับไว้ที่ผิวตะกอน CuI
- 7.2.6 ถ้าได้สารละลายมีสีน้ำเงินจางๆ ให้ไทเทรตต่อไปจนไม่มีสี และเมื่อตั้งทิ้งไว้ประมาณ 10 นาที สารละลายไม่ควรกลับเป็นสีน้ำเงินอีก จึงจะแสดงว่าถึงจุดยุติจริง
- 7.2.7 บันทึกปริมาตรของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้นำไป เพื่อคำนวณหาปริมาณของทองแดงในสารละลาย 5.00 mL
- 7.2.8 ทำการทดลองซ้ำอีก 1 ครั้ง

หมายเหตุ ทิ้ง waste ในขวด Cr waste L2

ปฏิบัติการที่ 7

การไทเทรตแบบรีดอกซ์

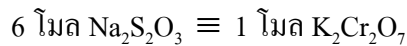
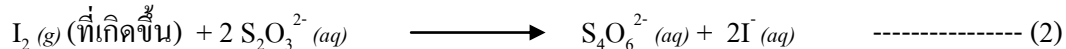
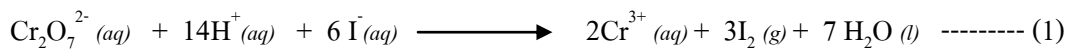
(Redox titration)

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

การทดลองที่ 7.1 การหาความเข้มข้นของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ด้วยสารละลายมาตรฐาน $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

	ปริมาตร (mL)	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
ปริมาตร สารละลาย 0.01 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (mL)		
ปริมาตร $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้ในการไทเทรต (mL)		
ความเข้มข้นของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (M)		
ความเข้มข้นเฉลี่ยของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (M)		
ความเข้มข้นเฉลี่ยของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (N)		

แสดงวิธีการคำนวณความเข้มข้นของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ในหน่วยโมลาร์ลิติ (M)



จำนวนโมล = (M)(V) :

แสดงวิธีการคำนวณความเข้มข้นของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ในหน่วยนอร์มอลลิตี (N)

ความเข้มข้น $N = n \times M$ (เมื่อ n คือจำนวนอิเล็กตรอนที่เกี่ยวข้องในปฏิกิริยา)

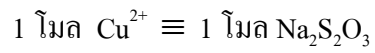
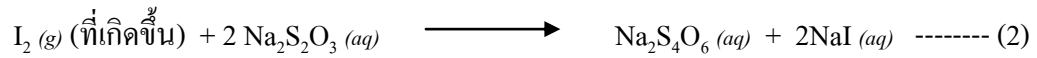
จำนวนสมมูล $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 =$ จำนวนสมมูล $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

จำนวนสมมูล = (N)(V) :

การทดลองที่ 7.2 การวิเคราะห์หาปริมาณของทองแดงในสารละลายตัวอย่าง

	ปริมาตร (mL)	
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2
ปริมาตร สารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์(mL)		
ปริมาตร $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ใช้ในการไทเทรต (mL)		
ปริมาณของทองแดงในสารตัวอย่าง (ppm)		
ปริมาณเฉลี่ยของทองแดงในสารละลายตัวอย่าง (ppm)		

แสดงวิธีการคำนวณปริมาณ Cu^{2+} ในสารละลายตัวอย่าง หน่วย ppm ($\mu\text{g} / \text{mL}$)



(ส่งภายในชั่วโมงปฏิบัติการ)