ปฏิบัติการที่ 4
การวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยวิธีไทเทรต
(Quantitative analysis by titration method)

การทดลองที่ 4.1 : การหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีของโมร์

วัตถุประสงค์

1. เพื่อฝึกทักษะการไทเทรตปฏิกิริยาแบบเกิดตะกอน
2. เพื่อหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีของโมร์

หลักการ

วิธีการวิเคราะห์คลอไรด์โดยวิธีของโมร์เป็นวิธีการไทเทรตโดยตรง ใช้ได้ดีในช่วงความเข้มข้น 0.15-10 มิลลิกรัมคลอไรด์ วิธีนี้ใช้ซิลเวอร์ไนเทรต ($AgNO_3$) เป็นตัวไทเทรต (titrant) ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ไอออน (Cl^-) โดยมีโพแทสเซียมโครเมต (K_2CrO_4) เป็นอินดิเคเตอร์ เมื่อ Ag^+ ทำปฏิกิริยาพอดีกับคลอไรด์ไอออนในตัวอย่างทั้งหมดแล้ว Ag^+ จะทำปฏิกิริยากับ CrO_4^-

สารละลาย $AgNO_3$ ต้องทำการหาความเข้มข้นแน่นอนด้วยสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ NaCl ในการไทเทรตคลอไรด์ไอออนจะตกเป็นตะกอนสีขาวของซิลเวอร์คลอไรด์ (AgCl) ดังสมการ

$$Ag^+(aq) + Cl^-(aq) \rightarrow AgCl(s)$$

เกลือ AgCl ละลายน้ำได้น้อยมาก

$$K_{sp} = [Ag^+][Cl^-] = 1.6 \times 10^{-10})$$

จุดยุติ (end point) ของปฏิกิริยาไม่สามารถวัดด้วยตาเปล่า จึงต้องใช้อินดิเคเตอร์โครเมตไอออน (CrO_4^{2-}) ทำหน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์โดยให้สีแดงเข้มของซิลเวอร์โครเมต (Ag_2CrO_4) เนื่องจากอินดิเคเตอร์ชนิดนี้ต้องการปริมาณน้ำยาเคมีที่ใช้ในการไทเทรตที่มากเกินพอเพื่อที่จะให้เกิดตะกอนที่มีสีซึ่งตาสามารถมองเห็นได้ ในขณะที่ถึงจุดยุตินั้นคลอไรด์ในน้ำจะหมดไปเมื่อหยดสารละลาย $AgNO_3$ ลงมาอีก Ag^+ จะทำปฏิกิริยากับ CrO_4^- ทำให้เกิดตะกอนสีแดงเข้มของ Ag_2CrO_4 ดังสมการ

$$2Ag^+(aq) + CrO_4^{2-}(aq) \rightarrow Ag_2CrO_4(s)$$
(สีแดงอิฐ)

สารเคมีและการเตรียม

1. $AgNO_3$ (Mw.=169.87 g/mol) ชั่ง $AgNO_3$ ประมาณ 1.2x กรัม ในบีกเกอร์ 50 mL ละลายด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย เทใส่ขวดกำหนดปริมาตร 500 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เก็บไว้ในขวดสีชา

2. NaCl (Mw.=58.44 g/mol) ชั่ง NaCl 0.206x กรัม (ที่ผ่านการอบที่ 120°C เวลาประมาณ 2 ชม.) ในบีกเกอร์ 50 mL ละลายด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย เทใส่ขวดกำหนดปริมาตร 250 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น คำนวณความเข้มข้นในหน่วย นอร์มัล (N)

3. โพแทสเซียมโครเมต (K_2CrO_4) ละลาย K_2CrO_4 4.00 กรัมในน้ำกลั่นปริมาตร 100 mL เติมสารละลาย $AgNO_3$ ทีละหยดจนเกิดตะกอนสีแดงของซิลเวอร์โครเมตขึ้น ตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง กรองตะกอนทิ้งไป (เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเตรียมให้)

4. น้ำตัวอย่าง แต่ละกลุ่มเตรียมน้ำดื่ม หรือน้ำที่ต้องการวิเคราะห์

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การหาความเข้มข้นแน่นอนของสารละลาย $AgNO_3$

1) ปิเปตสารละลาย NaCl 10.00 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมน้ำกลั่น 10.00 mL
2) เติมสารละลาย K_2CrO_4 0.5 mL (ประมาณ 10 หยด)
3) ไทเทรตด้วยสารละลาย $AgNO_3$ ที่บรรจุในบิวเรตและเขย่าขวดรูปชมพู่อยู่เสมอ สังเกตสีแดงของสารละลายเมื่อเติมสารละลาย $AgNO_3$ ลงไป จนกระทั่งได้ตะกอนสีเหลืองอมส้ม (สีอิฐ) ถือว่าเป็นจุดยุติ (ระมัดระวังในการสังเกตสีของตะกอน)
4) จดปริมาตรสารละลาย $AgNO_3$ ที่ใช้ไป (ตามหลักเลขนัยสำคัญ)
5) คำนวณความเข้มข้นแน่นอนของสารละลาย $AgNO_3$ หน่วยนอร์มัล

ตอนที่ 2 การไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์ในน้ำตัวอย่าง

1) เตรียมตัวอย่างน้ำ 10.00 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมน้ำกลั่น 10.00 mL (ทำการทดลองซ้ำ 3 ซ้ำ)
2) ปรับ pH ของน้ำตัวอย่างอยู่ในช่วง 7-8 โดยใช้สารละลาย NaOH 1 mol/L หรือ H_2SO_4 0.1 mol/L
3) เติมสารละลาย K_2CrO_4 1.0 mL (20 หยด)
4) ไทเทรตด้วยสารละลาย $AgNO_3$ จนกระทั่งได้ตะกอนสีเหลืองอมส้ม (สีอิฐ) ถือว่าเป็นจุดยุติ

ตอนที่ 3 การทำแบลงค์ (Blank)

ทำการทดลองเหมือนตอนที่ 2 แต่ใช้น้ำกลั่น 100 mL แทนน้ำตัวอย่าง (ค่า Blank ควรอยู่ระหว่าง 0.2-0.4 mL)

<u>การคำนวณ</u>

$$Cl^- = \frac{(A-B) \times N \times 35450}{mL\ Sample}$$

เมื่อ A = ปริมาตร (mL) ของสารละลาย $AgNO_3$ ที่ใช้ในการไทเทรตตัวอย่างน้ำ

B = ปริมาตร (mL) ของสารละลาย $AgNO_3$ ที่ใช้ในการไทเทรตแบลงค์

N = นอร์มัลของสารละลาย $AgNO_3$

<u>หมายเหตุ</u> สารละลายในการทดลองนี้มีโครเมียม (Cr) ซึ่งมีความเป็นพิษสูง ให้นักศึกษาทิ้งสารละลายในถังบรรจุของเสียที่เป็น Cr^{3+}/Cr^{6+} **<u>ห้าม</u>**ทิ้งลงอ่างน้ำ