ปฏิบัติการที่ 4
การวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยวิธีไทเทรต
(Quantitative analysis by titration method)

การทดลองที่ 4.2 : การหาปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ

วัตถุประสงค์

1. เพื่อฝึกทักษะการไทเทรตปฏิกิริยารีดอกซ์
2. เพื่อหาปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ

หลักการ

การหาค่าออกซิเจนละลาย (dissolved oxygen, DO) คือการหาปริมาณของออกซิเจนที่ละลายในน้ำ ปริมาณออกซิเจนในน้ำเป็นลักษณะที่สำคัญที่จะบอกให้ทราบว่าน้ำนั้นมีความเหมาะสมเพียงใดในการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิตในน้ำ ค่าการละลายของออกซิเจนในน้ำจะอยู่ในช่วง 14.6 mg/L ที่ 0°C และ 7 mg/L ที่ 35°C ภายใต้ความดัน 1 บรรยากาศ ในน้ำเสียค่าอิ่มตัวของออกซิเจนที่ละลายน้อยกว่าในน้ำสะอาด การวิเคราะห์หาค่าออกซิเจนละลายทำได้หลายวิธี เช่นการใช้เครื่องวัดเรียกว่า ดีโอมิเตอร์ (DO meter) ซึ่งเป็นเครื่องมือที่สามารถวัดปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำได้โดยตรง (หน่วยเป็นมิลลิกรัมต่อลิตร) หรือจะใช้วิธีทางเคมี เช่น วิธีเอไซด์โมดิฟิเคชันของไอโอเมตริก (azide modification of iodometric method)

ในการทดลองนี้จะใช้วิธีเอไซด์โมดิฟิเคชันของไอโอเมตริก ซึ่งเป็นการไทเทรตแบบเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox reaction) อาศัยปฏิกิริยาเคมีจากการเติมแมงกานีสซัลเฟต และอัลคาไลด์ไอโอไดด์เอไซด์ ไปเกิดปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนที่ละลายในน้ำ แล้วรวมตัวเป็นตะกอนสีน้ำตาลของแมงกานีสไฮดรอกไซด์ ($Mn(OH)_2$) ดังสมการ

$$MnSO_4(aq) + NaOH(aq) + O_2(g) \rightarrow Mn(OH)_2(s)$$

ตะกอนสีน้ำตาล

ตะกอน $Mn(OH)_2$ จะละลาย เมื่อเติมกรดซัลฟิวริกและเกิดสารละลายสีเหลืองของไอโอดีน (I_2) ดังสมการ

$$Mn(OH)_2(s) + 4H^+(aq) + 2I^-(aq) \rightarrow Mn^{2+}(s) + I_2(aq) + 3H_2O(l)$$

สารละลายสีเหลือง

ปริมาณไอโอดีนที่เกิดขึ้นจะสัมพันธ์กับปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำตามปริมาณสัมพันธ์ สามารถหาปริมาณไอโอดีนที่เกิดขึ้นโดยไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$) ดังสมการ

$$I_2(aq) + 2S_2O_3^{2-}(aq) \rightarrow 2I^-(aq) + S_4O_6^{2-}(aq)$$

อุปกรณ์

1. ขวด DO ขนาด 300 mL

สารเคมี

1. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต (manganese sulfate) ละลาย $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ 48.0 กรัม หรือ ในน้ำกลั่นแล้วทำให้เจือจางเป็น 100 mL *(อาจารย์ผู้ควบคุมเตรียมให้)*

2. อัลคาไลน์ ไอโอไดด์ เอไซด์ (alkaline-iodide-azide) ละลาย NaOH 50 กรัม และ NaI 13.5 กรัมในน้ำกลั่นแล้วทำให้เจือจางปริมาตร 100 mL และเติมโซเดียมเอไซด์ (NaN_3) 1 กรัม (ซึ่งละลายในน้ำกลั่น 4 mL) *(อาจารย์ผู้ควบคุมเตรียมให้)*
3. น้ำแป้ง ละลายแป้ง 1.6 กรัม เติมกรดซาลิไซลิก 0.2 กรัม ในน้ำร้อนเดือด 100 mL
4. $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ 0.025 N ชั่ง $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ (Mw=248.18 g/mol) 6.02xx กรัม ในบีกเกอร์ 50 mL ละลายน้ำกลั่นเล็กน้อย และเติม NaOH 0.4 กรัม เติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 1000 mL
5. $KH(IO_3)_2$ 0.025 N ชั่ง $KH(IO_3)_2$ (Mw=389.92 g/mol) 0.4062 กรัม (ผ่านการอบที่ 105°C) ในบีกเกอร์ 50 mL ละลายน้ำกลั่นเล็กน้อย เทใส่ขวดวัดปริมาตร 500 mL ปรับปริมาตรครบขีดปริมาตร

วิธีการทดลอง

<u>ตอนที่ 1</u> การหาความเข้มข้นแน่นอนของสารละลาย $Na_2S_2O_3$

1) ชั่ง KI 2 กรัม ในบีกเกอร์ 50 mL แล้วเทใส่ในขวดรูปชมพู่ 250 mL เติมน้ำกลั่น 100 mL
2) เติมสารละลาย H_2SO_4 0.50 mL ด้วยปิเปต 1.00 mL
3) เติมสารละลาย $KH(IO_3)_2$ 20.00 mL (ใช้ปิเปต 20.00 mL) ใส่ลงไป เขย่าให้เข้ากัน
4) ไทเทรตกับสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ที่บรรจุในบิวเรต จนสารละลายเป็น<u>สีเหลืองอ่อน</u> ให้หยุดไทเทรตไว้ก่อน ให้เติมน้ำแป้ง 20 หยด แล้วไทเทรตต่อจนสารละลายเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นสารละลายใสไม่มีสี
5) จดปริมาตรของสารละลาย $Na_2S_2O_3$ (ตามหลักเลขนัยสำคัญ)
6) คำนวณความเข้มข้นของสารละลาย $Na_2S_2O_3$ หน่วยนอร์มัล (N)

การคำนวณความเข้มข้นแน่นอนของสารละลาย $Na_2S_2O_3$

ปฏิกิริยา $$IO_3^- + 6H^+ + 5I^- \rightarrow 3I_2 + 3H_2O \quad (1)$$

$$2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^- \quad (2)$$

ปริมาณสัมพันธ์ของปฏิกิริยา (1) $$\text{mol } I_2 = \left(\frac{3}{1}\right)\text{mol } IO_3^-$$

ปริมาณสัมพันธ์ของปฏิกิริยา (2) $$\text{mol } I_2 = \left(\frac{1}{2}\right)\text{mol } S_2O_3^{2-}$$

ดังนั้น $$\left(\frac{1}{2}\right)\text{mol } S_2O_3^{2-} = \left(\frac{3}{1}\right)\text{mol } IO_3^-$$

$$\text{mol } S_2O_3^{2-} = \left(\frac{6}{1}\right)\text{mol } IO_3^-$$

$$N_{Na_2S_2O_3} = \left(\frac{6}{1}\right)\left(\frac{N_{KH(IO_3)_2} \times V_{KH(IO_3)_2}}{V_{Na_2S_2O_3}}\right)$$

<u>ตอนที่ 2</u> การทดลองหาปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ

1) เก็บน้ำตัวอย่างในขวด DO (แนะนำวิธี ขั้นตอนและข้อควรระวังในการเก็บตัวอย่าง)

2) เติมสารละลาย $MnSO_4$ 1 mL และสารละลายอัลคาไลน์ ไอโอไดด์ เอไซด์ 1 mL ลงในขวด BOD โดยให้ปลายปิเปตแตะที่ปากขวดเหนือผิวน้ำตัวอย่างเล็กน้อย (อย่าให้ปลายปิเปตจุ่มลงในน้ำตัวอย่าง) ปิดจุกขวดระวังอย่าให้มีฟองอากาศ ผสมให้เข้ากันโดยคว่ำขวดขึ้นลง 15 ครั้ง เพื่อให้ของเหลวผสมเข้ากัน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ

$$Mn^{2+}(aq) + 2OH^{-}(aq) \longrightarrow Mn(OH)_2(s)$$

ตะกอนสีขาวของ $Mn(OH)_2$ จะถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในน้ำเป็นตะกอนสีน้ำตาลของแมงกานีส (IV) ออกซีไฮดรอกไซด์ ($MnO(OH)_2$) ดังสมการ

$$Mn(OH)_2(s) + \tfrac{1}{2}O_2(aq) \longrightarrow MnO(OH)_2(s)$$

3) ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนจนได้ปริมาณน้ำใส ½ ของขวด (ปริมาณตะกอนขึ้นอยู่กับปริมาณออกซิเจนที่ละลายในน้ำ)

4) เติม H_2SO_4 1 mL โดยให้กรดค่อย ๆ ไหลไปข้างขวด ปิดจุกผสมให้เข้ากันโดยคว่ำขวดขึ้นลงจนกระทั่งตะกอนละลายหมด ในขั้นตอนนี้แมงกานีส (IV) จะออกซิไดซ์ไอโอไดด์ (I^-) เป็นไอโอดีน (I_2) ทันที ซึ่งให้สารละลายสีเหลืองใส ดังสมการ

$$MnO(OH)_2(s) + 4H^{+}(aq) + 2e^{-}(aq) \longrightarrow Mn^{2+}(aq) + 3H_2O(l)$$

$$2I^{-}(aq) \longrightarrow I_2(aq) + 2e^{-}$$

$$MnO(OH)_2(s) + 4H^{+}(aq) + 2I^{-}(aq) \longrightarrow Mn^{2+}(s) + I_2(aq) + 3H_2O(l)$$

5) ตวงสารละลายปริมาตร 201 mL ใส่ในขวดรูปชมพู่ 250 mL (โดยใช้กระบอกตวง 100 mL และปิเปต 1 mL)

6) ไทเทรตกับสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ที่บรรจุในบิวเรต จนสารละลายเป็น<u>สีเหลืองอ่อน</u>ให้หยุดไทเทรต แล้วเติมน้ำแป้ง 1 mL (20 หยด) แล้วไทเทรตต่อจนสารละลายเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นสารละลายไม่มีสี

$$I_2(aq) + 2S_2O_3^{2-}(aq) \longrightarrow 2I^{-}(aq) + S_4O_6^{2-}(aq)$$

7) จดปริมาตรของสารละลาย $Na_2S_2O_3$ (ตามหลักเลขนัยสำคัญ)

8) คำนวณปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ (หน่วย mg/L)

$$\text{ปริมาณ } O_2 \text{ ที่ละลาย (mg/L)} = \frac{N_{Na_2S_2O_3} \times V_{Na_2S_2O_3}}{V_{sample}} \times 8000$$