

ปฏิบัติการที่ 4

การวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยวิธีไทเทรต

(Quantitative analysis by titration method)

การทดลองที่ 4.2 : การหาปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ

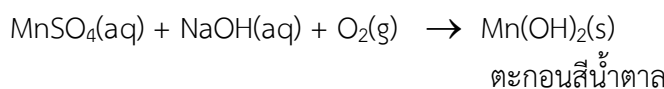
วัตถุประสงค์

1. เพื่อฝึกทักษะการไทเทรตปฏิกิริยารีดอกซ์
2. เพื่อหาปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ

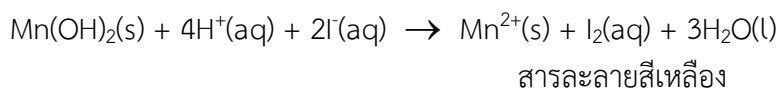
หลักการ

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 วิธีไอโอดิเมตริก (azide modification of iodometric method)

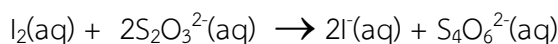
ในการทดลองนี้จะใช้วิธีไอโอดิเมตริกเคชันของไอโอดิเมตริก ซึ่งเป็นการไทเทรตแบบเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox reaction) อาศัยปฏิกิริยาเคมีจากการเติมแมงกานีสซัลเฟต และอัลคาไลต์ไอโอดิเดอไซด์ ไปเกิดปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนที่ละลายในน้ำ แล้วรวมตัวเป็นตะกอนสีน้ำตาลของแมงกานีสไฮดรอกไซด์ (Mn(OH)₂) ดังสมการ



ตะกอน Mn(OH)₂ จะละลาย เมื่อเติมกรดซัลฟิวริกและเกิดสารละลายสีเหลืองของไอโอดีน (I₂) ดังสมการ



ปริมาณไอโอดีนที่เกิดขึ้นจะสัมพันธ์กับปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำตามปริมาณสัมพันธ์ สามารถหาปริมาณไอโอดีนที่เกิดขึ้นโดยไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต (Na₂S₂O₃) ดังสมการ



อุปกรณ์

1. ขวด DO ขนาด 300 mL

สารเคมี

1. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต (manganese sulfate) ละลาย MnSO₄·4H₂O 48.0 กรัม หรือ ในน้ำกลั่น แล้วทำให้เจือจางเป็น 100 mL (อาจารย์ผู้ควบคุมเตรียมให้)



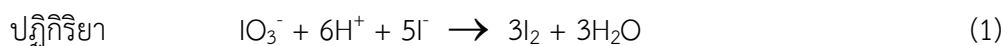
- อัลคาไลน์ ไอโอไดต์ เอไซด์ (alkaline-iodide-azide) ละลาย NaOH 50 กรัม และ NaI 13.5 กรัมในน้ำกลั่นแล้วทำให้เจือจางปริมาตร 100 mL และเติมโซเดียมเอไซด์ (NaN_3) 1 กรัม (ซึ่งละลายในน้ำกลั่น 4 mL) (อาจารย์ผู้ควบคุมเตรียมให้)
- น้ำแข็ง ละลายแข็ง 1.6 กรัม เติมกรดซัลฟิวริก 0.2 กรัม ในน้ำร้อนเดือด 100 mL
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.025 N ซึ่ง $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (Mw=248.18 g/mol) 6.02xx กรัม ในปิเก็ตเจอร์ 50 mL ละลายน้ำกลั่นเล็กน้อย และเติม NaOH 0.4 กรัม เติมน้ำกลั่นให้ปริมาตรเป็น 1000 mL
- $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ 0.025 N ซึ่ง $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ (Mw=389.92 g/mol) 0.4062 กรัม (ผ่านการอบที่ 105°C) ในปิเก็ตเจอร์ 50 mL ละลายน้ำกลั่นเล็กน้อย เทใส่ขวดวัดปริมาตร 500 mL ปรับปริมาตรครบขีดปริมาตร

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การหาความเข้มข้นแน่นอนของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

- ชั่ง KI 2 กรัม ในปิเก็ตเจอร์ 50 mL แล้วเทใส่ในขวดรูปชมพู่ 250 mL เติมน้ำกลั่น 100 mL
- เติมสารละลาย H_2SO_4 0.50 mL ด้วยปิเปต 1.00 mL
- เติมสารละลาย $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ 20.00 mL (ใช้ปิเปต 20.00 mL) ใส่ลงไป เขย่าให้เข้ากัน
- ไทเทรตกับสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่บรรจุในบิวเรต จนสารละลายเป็นสีเหลืองอ่อน ให้หยุดไทเทรตไว้ก่อน ให้เติมน้ำแข็ง 20 หยด แล้วไทเทรตต่อจนสารละลายเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นสารละลายใสไม่มีสี
- จดปริมาตรของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ตามหลักเลขนัยสำคัญ)
- คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ หน่วยนอร์มัล (N)

การคำนวณหาความเข้มข้นแน่นอนของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



$$\text{ปริมาณสัมพันธ์ของปฏิกิริยา (1)} \quad \text{mol I}_2 = \left(\frac{3}{1}\right) \text{mol IO}_3^-$$

$$\text{ปริมาณสัมพันธ์ของปฏิกิริยา (2)} \quad \text{mol I}_2 = \left(\frac{1}{2}\right) \text{mol S}_2\text{O}_3^{2-}$$

$$\text{ดังนั้น} \quad \left(\frac{1}{2}\right) \text{mol S}_2\text{O}_3^{2-} = \left(\frac{3}{1}\right) \text{mol IO}_3^-$$

$$\text{mol S}_2\text{O}_3^{2-} = \left(\frac{6}{1}\right) \text{mol IO}_3^-$$

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \left(\frac{6}{1}\right) \left(\frac{N_{\text{KH}(\text{IO}_3)_2} \times V_{\text{KH}(\text{IO}_3)_2}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} \right)$$



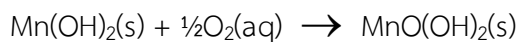
ตอนที่ 2 การทดลองหาปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ

1) เก็บน้ำตัวอย่างในขวด DO (แนะนำวิธี ขั้นตอนและข้อควรระวังในการเก็บตัวอย่าง)

2) เติมสารละลาย $MnSO_4$ 1 mL และสารละลายอัลคาไลน์ ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ 1 mL ลงในขวด BOD โดยให้ปลายปิเปตแตะที่ปากขวดเหนือผิวน้ำตัวอย่างเล็กน้อย (อย่าให้ปลายปิเปตจุ่มลงในน้ำตัวอย่าง) ปิดจุกขวด ระวังอย่าให้มีฟองอากาศ ผสมให้เข้ากันโดยคว่ำขวดขึ้นลง 15 ครั้ง เพื่อให้ของเหลวผสมเข้ากัน ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นดังสมการ

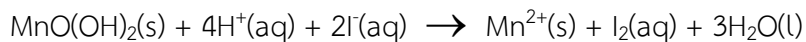
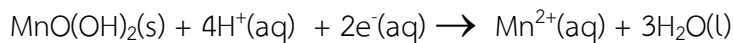


ตะกอนสีขาวของ $Mn(OH)_2$ จะถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนในน้ำเป็นตะกอนสีน้ำตาลของแมงกานีส (IV) ออกซิไฮดรอกไซด์ ($MnO(OH)_2$) ดังสมการ



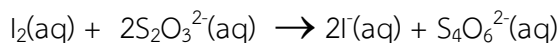
3) ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนจนได้ปริมาณน้ำใส $\frac{1}{2}$ ของขวด (ปริมาณตะกอนขึ้นอยู่กับปริมาณออกซิเจนที่ละลายในน้ำ)

4) เติม H_2SO_4 1 mL โดยให้กรดค่อย ๆ ไหลไปข้างขวด ปิดจุกผสมให้เข้ากันโดยคว่ำขวดขึ้นลงจนกระทั่งตะกอนละลายหมด ในขั้นตอนนี้แมงกานีส (IV) จะออกซิไดซ์ไอโอดีน (I) เป็นไอโอดีน (I_2) ทันทึ ซึ่งให้สารละลายสีเหลืองใส ดังสมการ



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

6) ไทเทรตกับสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ที่บรรจุในบิวเรต จนสารละลายเป็นสีเหลืองอ่อนให้หยุดไทเทรต แล้วเติมน้ำแข็ง 1 mL (20 หยด) แล้วไทเทรตต่อจนสารละลายเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นสารละลายไม่มีสี



7) จดปริมาตรของสารละลาย $Na_2S_2O_3$ (ตามหลักเลขนัยสำคัญ)

8) คำนวณปริมาณออกซิเจนละลายในน้ำ (หน่วย mg/L)

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

