

การไทเทรตโดยปฏิกิริยาการตกตะกอน

การไทเทรตด้วยปฏิกิริยาการตกตะกอน (precipitation titration) เป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาตรอีกวิธีหนึ่ง โดยอาศัยหลักการเกิดตะกอนที่ไม่ละลาย (insoluble precipitate) หรือการเกิดตะกอนที่ละลายได้น้อยมาก (very slightly soluble substance) โดยปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นระหว่างสารละลายมาตรฐานที่สามารถเกิดเป็นตะกอนกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยใช้อินดิเคเตอร์ที่เหมาะสม

การไทเทรตแบบตกตะกอนโดยส่วนใหญ่จะเกี่ยวกับการตกตะกอนของเงินที่เกิดจากซิลเวอร์ไอออน (Ag^+) ทำปฏิกิริยากับสารอื่นแล้วเกิดเกลือของเงินที่ละลายในน้ำได้ยากหรือน้อยมาก ดังนั้นการหาปริมาณของสารโดยใช้ซิลเวอร์ไอออนเป็นตัวตกตะกอน จึงเรียกว่าอาร์เจนโตเมทรี (argentometric method) สารละลายซิลเวอร์ไอออนจะเป็นเป็นสารละลายมาตรฐานที่จะเกิดตะกอนกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ ไอออนที่สามารถหาปริมาณได้ด้วยวิธีนี้ ได้แก่ คลอไรด์ (Cl^-), โบรไมด์ (Br^-), ไอโอดีน (I^-) และไอโอไซยาเนต (SCN^-) เป็นต้น

เนื่องจากการไทเทรตแบบตกตะกอนจะเกี่ยวข้องกับสมดุลของการละลายได้ของเกลือ ค่าคงที่ผลคูณของการละลายได้ของเกลือที่ละลายได้น้อย (K_{sp}) จึงจำเป็นต้องใช้ในการพิจารณาการเกิดเป็นตะกอน

เกลือ BA (ซึ่งเป็นเกลือที่ละลายได้น้อย) ใสลงในน้ำ เกลื่อนี้จะละลายได้เพียงเล็กน้อยและหลังการละลายจะได้ B^+ และ A^- ดังปฏิกิริยา



ที่สภาวะสมดุล

$$K_{sp} = [\text{B}^+][\text{A}^-]$$

หรือตัวอย่างปฏิกิริยาการตกตะกอนระหว่าง Ag^+ กับ Cl^- เกิดเป็นเกลือ AgCl เมื่อเกลือ AgCl ใสลงในน้ำ เกลื่อนี้จะละลายได้เพียงเล็กน้อยและหลังการละลายจะได้ Ag^+ และ Cl^- ดังปฏิกิริยา



ที่สภาวะสมดุล

$$K_{sp} = [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-]$$

K_{sp} คือค่าคงที่ผลคูณของการละลายได้ (solubility product constant) และค่า K_{sp} จะขึ้นกับอุณหภูมิ

ค่า K_{sp} จึงมีประโยชน์ใช้ทำนายการเกิดตะกอนและเปรียบเทียบการละลายของตะกอนหรือเกลือต่าง ๆ ดังนี้

1) ใช้ทำนายได้ว่าจะเกิดตะกอนได้หรือไม่ โดยเปรียบเทียบค่าผลคูณของไอออน (ion product) ของสารละลายกับค่า K_{sp} (ผลคูณของไอออนคือผลคูณของความเข้มข้นของไอออนแต่ละชนิดยกกำลังด้วยสัมประสิทธิ์ของจำนวนโมลของไอออนนั้น) ดังนี้

ผลคูณของไอออนของสารละลาย $< K_{sp}$ แสดงว่าตะกอนยังไม่เกิด

ผลคูณของไอออนของสารละลาย $= K_{sp}$ แสดงว่าได้สารละลายอิ่มตัวแต่ตะกอนยังไม่เกิด

ผลคูณของไอออนของสารละลาย $> K_{sp}$ แสดงว่าได้สารละลายอิ่มตัวยิ่งและจะมีตะกอนเกิดขึ้น

การเกิดปฏิกิริยาเคมีของการไทเทรตแบบตกตะกอน ต้องมีข้อกำหนดดังนี้

1. อัตราในการทำปฏิกิริยาระหว่างสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์กับสารละลายมาตรฐานที่ทำให้เกิดตะกอนต้องเกิดปฏิกิริยาสมมูลได้เร็ว หลังเติมสารละลายมาตรฐานแต่ละครั้ง
2. สามารถคำนวณหาปริมาณของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในสารละลายตัวอย่างได้
3. สามารถหาจุดยุติที่สารทั้ง 2 ตัวเกิดปฏิกิริยากันอย่างสมบูรณ์

การทดลองที่ 4.1 : การหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีของ Mohr

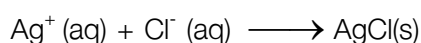
วัตถุประสงค์

- 1) เพื่อทำการไทเทรตแบบตกตะกอน
- 2) เพื่อหาปริมาณคลอไรด์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอน

หลักการ

วิธีการวิเคราะห์คลอไรด์โดยวิธีของโมร์เป็นวิธีการไทเทรตโดยตรง ใช้ได้ดีในช่วงความเข้มข้น 0.15-10 มิลลิกรัมคลอไรด์ วิธีนี้ใช้ซิลเวอร์ไนเตรต (AgNO_3) เป็นไทแทรนต์ (titrant) ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ไอออน (Cl^-) โดยมีโพแทสเซียมโครเมต (K_2CrO_4) เป็นอินดิเคเตอร์ เมื่อ Ag^+ ทำปฏิกิริยาพอดีกับคลอไรด์ไอออนในตัวอย่างทั้งหมดแล้ว Ag^+ จะทำปฏิกิริยากับ CrO_4^{2-}

สารละลาย AgNO_3 ต้องทำการหาความเข้มข้นที่แน่นอนด้วยสารละลาย NaCl ในการไทเทรตคลอไรด์ไอออนจะตกเป็นตะกอนสีขาวของซิลเวอร์คลอไรด์ (AgCl) ดังสมการ

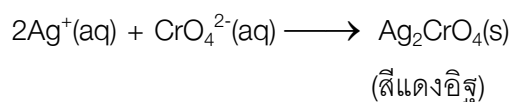


เกลือ AgCl ละลายน้ำได้น้อยมาก

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

จุดยุติ (end point) ของปฏิกิริยาไม่สามารถวัดด้วยตา ดังนั้นจึงต้องใช้อินดิเคเตอร์เป็นตัวช่วยบอก โดยโครเมตไอออน (CrO_4^{2-}) จะทำหน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์โดยให้สีแดงของซิลเวอร์โครเมต (Ag_2CrO_4) เนื่องจากอินดิเคเตอร์ชนิดนี้ต้องการปริมาณน้ำยาเคมีที่ใช้ในการไทเทรตที่มากเกินไปเพื่อที่จะให้เกิดตะกอนที่มีสีซึ่งตาสามารถมองเห็นได้ ดังนั้นต้องหาค่าที่เกินพอนี้ซึ่งเรียกว่า indicator error หรือ blank ซึ่งต้องทำการไทเทรตเช่นเดียวกับสารตัวอย่างและเอาไปลบออกจากค่าที่ได้จากการไทเทรตตัวอย่าง เพื่อให้ทราบปริมาณของ AgNO_3 ที่ทำปฏิกิริยากับไอออนคลอไรด์ที่แท้จริง

ในขณะที่ถึงจุดยุตินั้นคลอไรด์ในน้ำจะหมดไปเมื่อหยดซิลเวอร์ไนเตรตลงมาอีก Ag^+ จะทำปฏิกิริยากับ CrO_4^{2-} ทำให้เกิดตะกอนสีแดงอิฐของ Ag_2CrO_4 ดังสมการ



สารเคมีและการเตรียม

1. AgNO_3 ($M_w=169.87 \text{ g/mol}$) ชั่ง AgNO_3 ประมาณ 1.2x กรัม ในปิเกตอร์ 50 mL ละลายด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย เทใส่ขวดวัดปริมาตร 500 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เก็บไว้ในขวดสีชา

2. NaCl ($M_w=58.44 \text{ g/mol}$) ชั่ง NaCl 0.206x กรัม (ที่ผ่านการอบที่ 120°C เวลาประมาณ 2 ชม.) ในปิเกตอร์ 50 mL ละลายด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย เทใส่ขวดวัดปริมาตร 250 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น คำนวณความเข้มข้นในหน่วย นอร์มัล (N)

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

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของ AgNO_3

- 1.1 ปิเปตสารละลาย NaCl 10 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมน้ำกลั่น 10 mL
- 1.2 เติม K_2CrO_4 0.5 mL (ประมาณ 10 หยด)
- 1.3 ไทเทรตด้วยสารละลาย AgNO_3 ที่บรรจุในบิวเรตและเขย่าขวดรูปชมพู่อยู่เสมอ สังเกตสีแดงของสารละลายเมื่อเติมสารละลาย AgNO_3 ลงไป จนกระทั่งได้ตะกอนสีเหลืองอมส้ม (สีอิฐ) ถือว่าเป็นจุดยุติ (ระมัดระวังในการสังเกตสีของตะกอน)
- 1.4 จดปริมาตร AgNO_3 ที่ใช้ไป และคำนวณความเข้มข้นที่แน่นอนของ AgNO_3

ตอนที่ 2 การไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์ในน้ำ

- 2.1 เตรียมตัวอย่างน้ำ 10 mL ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมน้ำกลั่น 10 mL (ทำการทดลองซ้ำ 2 ซ้ำ)
- 2.2 ปรับพีเอชของน้ำตัวอย่างอยู่ในช่วง 7-8 โดยใช้ 1 mol/L NaOH หรือ 0.1 mol/L H_2SO_4
- 2.3 เติม K_2CrO_4 1 mL (20 หยด)
- 2.4 ไทเทรตด้วยสารละลาย AgNO_3 จนกระทั่งได้ตะกอนสีเหลืองอมส้ม (สีอิฐ) ถือว่าเป็นจุดยุติ

ตอนที่ 3 การทำ Blank

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

$$\text{Cl}^-_{(\text{mg/L})} = \frac{(A-B) \times N \times 35450}{\text{mL Sample}}$$

การคำนวณ

เมื่อ A = มิลลิลิตรของ AgNO_3 ที่ใช้ในการไทเทรตตัวอย่าง

B = มิลลิลิตรของ AgNO_3 ที่ใช้ในการไทเทรต Blank

N = นอร์มัลของ AgNO_3

หมายเหตุ สารละลายในการทดลองนี้มีโครเมียม (Cr) ซึ่งมีความเป็นพิษสูง ให้นักศึกษาทิ้งสารละลายในถังบรรจุของเสียที่เป็น $\text{Cr}^{3+}/\text{Cr}^{6+}$ ห้ามทิ้งลงอ่างน้ำ

รายงานการทดลอง

ปฏิบัติการที่ 4 เรื่อง การวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยการไทเทรต

การทดลองที่ 4.1 การหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีของ Mohr

ผู้ทำการทดลอง
.....
.....
.....

กลุ่ม วันที่ทำการทดลอง

1. วัตถุประสงค์การทดลอง

.....
.....
.....

2. หลักการ

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

3. วิธีการทดลอง

3.1 คำนวณและอธิบายการเตรียมสารละลาย

0.01 M NaCl ปริมาตร 50 mL

.....
.....
.....
.....
.....
.....
.....

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

.....

.....

.....

.....

.....

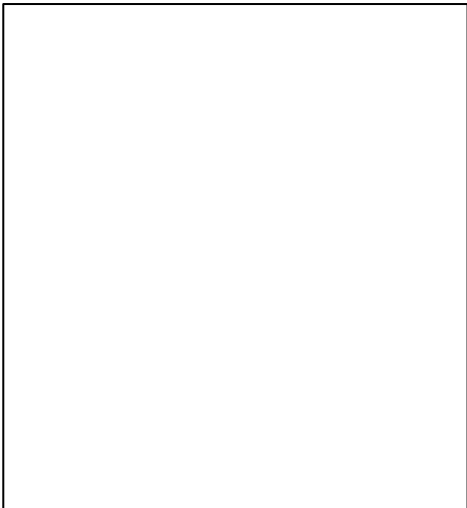
.....

.....

.....

.....

.....



4. ผลการทดลอง

ตอนที่ 1 การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย AgNO_3

เขียนปฏิกิริยา

อินดิเคเตอร์ คือ

	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
น้ำหนัก NaCl (g)			
ปริมาตร AgNO_3 (mL)			
ความเข้มข้น AgNO_3 (M)			
ความเข้มข้น AgNO_3 (M) เฉลี่ย \pm SD 1			

ตอนที่ 2 การไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์ในน้ำ

ประเภทน้ำตัวอย่าง (ระบุ).....

เขียนปฏิกิริยา

อินดิเคเตอร์ คือ

การเปลี่ยนแปลงที่จุดยุติ คือ.....

	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
ปริมาตรน้ำตัวอย่าง (mL)			
ปริมาตร AgNO_3 (mL)			
จำนวน mg Cl^- ในสารตัวอย่าง (mg)			
เฉลี่ย mg Cl^- ในสารตัวอย่าง \pm SD			

ตอนที่ 3 การทำ blank

	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
ปริมาตรน้ำกลั่น (mL)			
ปริมาตร AgNO_3 (mL)			

