

ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์สำหรับวิศวกรรมเคมี

ชื่อหนังสือ : ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์สำหรับวิศวกรรมเคมี

ผู้รวบรวมและเรียบเรียง : ผศ. ดร. ศิริวรรณ ศรีสรณ์ตร์

พิมพ์ครั้งที่ 1 : พฤษภาคม พ.ศ. ๒๕๔๕

จำนวนที่พิมพ์ : ๓๐๐ เล่ม

พิมพ์ที่ : ห้องหุ่นส่วนจำกัด วิ.เจ. พรินต์ติ้ง ถนนกำแพงเพชร เขตจตุจักร กทม. ๑๐๙๐๐

ราคา : ๗๐ บาท

สั่งซื้อที่ : ผศ. ดร. ศิริวรรณ ศรีสรณ์ตร์
๐๒๖๖๔๑๐๐๐ ต่อ ๒๐๖๙ และ ๒๐๗๒



คำนำ

หนังสือปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์สำหรับวิศวกรรมเคมีนี้ ได้ทำการรวบรวมและเรียบเรียงปฏิบัติการทางเคมีวิเคราะห์ ที่เกี่ยวข้องกับทฤษฎีทางวิศวกรรมเคมีและสาขาอื่นที่นิสิตวิศวกรรมเคมีอาจต้องใช้ในการทำงานจริง ซึ่งได้แก่ การหาปริมาณโดยวิธีการตกตะกอน การเทียบมาตรฐานสารละลาย การไตเตรตแบบตกตะกอน การไตเตรตแบบรีดอกซ์ การไตเตรตแบบสารประกอบเชิงซ้อน การวิเคราะห์น้ำเสีย(COD และ BOD) การหาปริมาณไนโตรเจน การแยกสารโดยใช้เรซิน การหาปริมาณและชนิดสารโดยวิธีทาง Spectrophotometry และ Gas Chromatography และการหาปริมาณไขมันและความชื้น เดิมผู้เรียบเรียงได้รวบรวมไว้เป็นเอกสารเย็บโรเนียวให้นิสิตใช้ในวิชาปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์สำหรับวิศวกรรมเคมี และได้ปรับปรุงเนื้อหาและวิธีการทดลองให้เหมาะสมกับเนื้อหาที่เรียนและการนำไปใช้ทำงานจริง

หากท่านพบข้อผิดพลาดใดๆ หรือต้องการข้อเสนอแนะใดๆ โปรดแจ้งให้ผู้เรียบเรียงทราบเพื่อปรับปรุงแก้ไขในครั้งต่อไป ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ศิริวรรณ ศรีสรณ์

พฤษภาคม พ.ศ. 2545

คำแนะนำและข้อปฏิบัติในการเข้าห้องปฏิบัติการเคมี

.....

1. อุปกรณ์ต่าง ๆ ที่นำมาใช้ในการทดลองต้องสะอาด เนื่องด้วยความปลอดภัยซึ่งจะทำให้ผลการทดลองผิดหรือคลาดเคลื่อนไปจากความจริง
2. นิสิตต้องไม่ทำการทดลองใด ๆ ที่นอกเหนือไปจากการทดลองที่มีไว้ในคู่มือปฏิบัติการ นอกจากจะได้รับอนุญาตจากอาจารย์ผู้ควบคุมก่อน
3. เมื่อต้องการใช้สารละลายที่เตรียมไว้ต้องรินออกจากขวดใส่บีกเกอร์ก่อนในปริมาณที่ไม่มากเกินไปเกินความต้องการ ถ้าเหลือใช้ให้เทส่วนที่เหลือทิ้งลงในอ่างน้ำ อย่าเทลงในขวดเดิมอีก
4. เมื่อกรด ด่าง หรือ สารเคมีบางอย่างที่เป็นอันตรายถูกผิวหนังหรือเสื้อผ้า ต้องรีบขับให้แห้งและล้างออกด้วยน้ำทันที
5. อย่าทดลองชิมสารเคมี หรือ กินเข้าไป เนื่องจากสารเคมีส่วนมากเป็นพิษ อาจเกิดอันตรายได้
6. อย่าเทน้ำลงในกรดเข้มข้นใด ๆ ให้ค่อย ๆ เทกรดเข้มข้นลงในน้ำอย่างช้าๆและค่อยๆผสมให้เข้ากัน
7. อย่าใช้มือหยิบสารเคมีใด ๆ เป็นอันตราย และพยายามไม่ให้ส่วนอื่น ๆ ของร่างกายถูกสารเคมีเหล่านี้
8. อย่านำสารเคมีมาดมโดยตรง เมื่อต้องการจะดมกลิ่นสารเคมีควรใช้มือพัดกลิ่นของสารเคมีนั้นเข้าจมูกเพียงเล็กน้อย โดยถือหลอดที่ใส่สารเคมีไว้ห่าง ๆ
9. อย่างหึ่งของแข็งต่าง ๆ เช่น ไม้ขีดไฟที่จุดแล้ว กระดาษกรองที่ใช้แล้ว ฯลฯ ลงในอ่างน้ำ แต่ควรรวมไว้ด้วยกันแล้วเททิ้งในถังขยะที่จัดไว้ให้
10. อย่านำแก้วอ่อนไปทำให้ร้อน เช่น กระบอกตวง กรวยแยก เป็นต้น เพราะจะทำให้ละลาย ใช้การไม่ได้
11. อย่าหันปลายหลอดทดลองที่ได้กำลังรับความร้อนเข้าหาตัวเอง หรือ บุคคลอื่น
12. อย่าวิ่งเมื่อเสื้อผ้าที่สวมอยู่เกิดติดไฟ ต้องพยายามดับไฟก่อน โดยการนอนกลิ้งลงบนพื้น แล้วบอกให้เพื่อน ๆ ช่วย
13. ต้องทำการทดลองด้วยความระมัดระวังที่สุด ความประมาทเลินเล่อจะทำให้เกิดอันตรายแก่ตัวเอง
14. เมื่อเสร็จการทดลองในครั้งหนึ่งๆ ต้องทำความสะอาดพื้น โต๊ะปฏิบัติการและล้างมือให้สะอาดก่อนออกจากห้องปฏิบัติการ

การเขียนรายงานปฏิบัติการ

ให้นิสิตเขียนรายงานผลการทดลองโดยใช้แบบฟอร์มรายงานปฏิบัติการพร้อมกับวิธีการคำนวณและสรุปวิจารณ์ผลการทดลอง หนังสืออ้างอิงที่ใช้ประกอบการค้นคว้าในการเขียนรายงาน

รายงานปฏิบัติการที่.....

เรื่อง.....

ชื่อ.....นามสกุล.....

ผู้ร่วมทำการทดลอง.....

ปฏิบัติการวันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

วัตถุประสงค์

ทฤษฎี (ที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง)

ผลการทดลอง

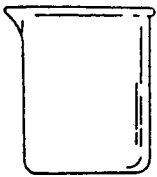
วิธีการคำนวณ (แสดงวิธีการคำนวณ ถ้าวิธีซ้ำ ๆ กันก็แสดงตัวอย่างเดียว)

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง (อธิบายและวิจารณ์ผลที่ได้ว่าทำไมจึงได้ผลเช่นนั้น สาเหตุจากอะไร โดยอ้างทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง และวิธีแก้ไขปรับปรุง)

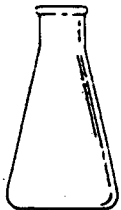
หนังสืออ้างอิง

**** ก่อนออกจากห้องปฏิบัติการ นิสิตทุกคนจะต้องเขียนผลการทดลองลงในฟอร์มรายงานของอาจารย์ เพื่อรับทราบ ถ้าทำผิดจะได้แนะนำให้ทำใหม่หรือแก้ไข**

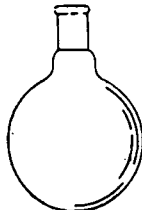
เครื่องมือที่ใช้ในห้องปฏิบัติการเคมี



Beaker



Erlenmeyer flask



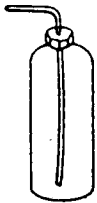
Round-bottomed flask



Heavy-walled filter flask
(for suction filtration)



Separatory



polyethylene wash bottle

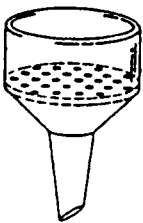
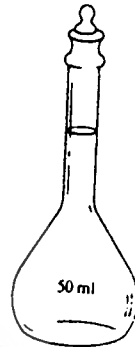


burner

gas control



Volumetric flasks



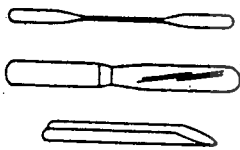
Büchner funnel
(for suction filtration)



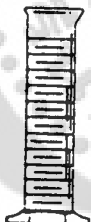
Hirsch funnel
(for small-scale suction filtration)



Condenser
(water-cooled)



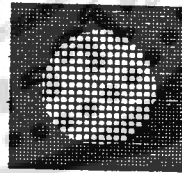
Spatules
(for transferring solids)



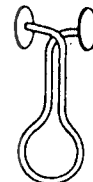
Graduated cylinder



Test tube



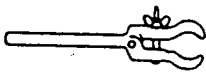
Wire gauze



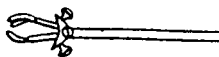
Pinch clamp
(for screw clamp for rubber tubing)



Watch glass



Extension clamp



Three-finger clamp



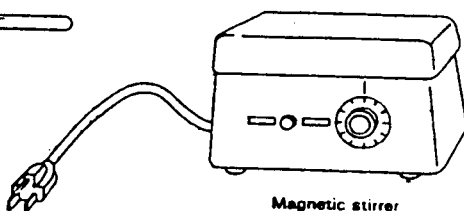
Metal ring



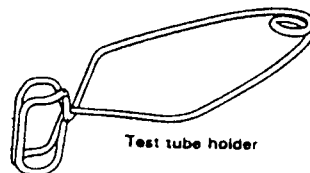
Stirring rod



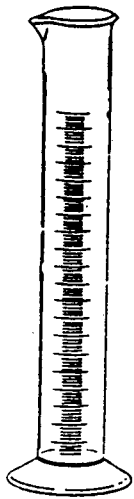
Teflon-coated magnetic stir bar



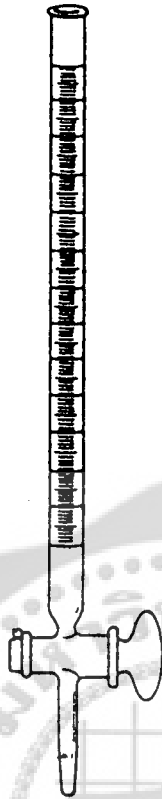
Magnetic stirrer
(may be built into a hot plate/stirrer combination)



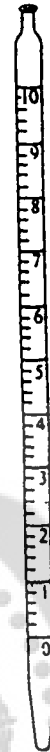
Test tube holder



Graduated cylinder



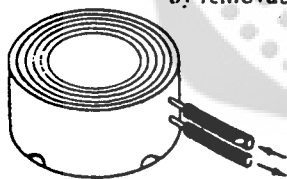
Burette



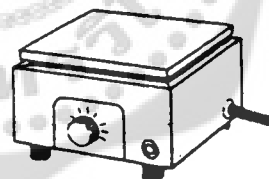
Measuring pipet



Transfer pipet



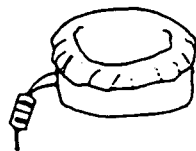
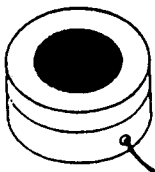
steam bath



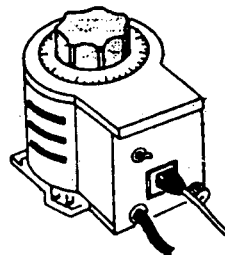
hot plate



dropper
(disposable pipet)



heating mantles



rheostat
(used with heating mantles)

สารบัญการทดลอง

หน้า

คำแนะนำและข้อควรปฏิบัติ

การเขียนรายงาน

การทดลองที่ 1 เรื่อง การหาปริมาณซัลเฟตโดยให้ตกตะกอนอยู่ในรูปแบเรียมซัลเฟต 1

การทดลองที่ 2 เรื่อง การเตรียมสารละลายมาตรฐานของกรดและเบส
และการหาอัลคาลินิตีรวมของโซดาแอช 2

การทดลองที่ 3 เรื่อง การไตเตรตแบบทำให้ตกตะกอน 3

3.1 การหาความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตโดยวิธีของโมอร์ 3-2

3.2 การหาความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตโดย
แอคซอร์ฟชั่นอินดิเคเตอร์ 3-4

3.3 การหาปริมาณของคลอไรด์ในสารละลายตัวอย่างโดยวิธีของไวลฮาร์ด 3-6

การทดลองที่ 4 เรื่อง การหาปริมาณ Fe (II) และ Fe(III) ในสารละลายโดยการไตเตรต 4

การทดลองที่ 5 เรื่อง การหาความกระด้างของน้ำ 5

การทดลองที่ 6 เรื่อง การหาปริมาณทั้งหมดโดยวิธี Kjeldahl 6

การทดลองที่ 7 เรื่อง การวิเคราะห์หาค่า COD 7

การทดลองที่ 8 เรื่อง เรื่อง การหาปริมาณออกซิเจนในน้ำ (Dissolved Oxygen) และ BOD 8

การทดลองที่ 9 เรื่อง การหาปริมาณโคบอลต์และนิกเกิลในสารละลายโดยวิธี Anion Exchange
Chromatography 9

การทดลองที่ 10 เรื่อง การวิเคราะห์แอลกอฮอล์โดย Gas Chromatography 10

การทดลองที่ 11 การหาปริมาณสารโดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี 11

11.1 การหาปริมาณเหล็กในสารละลาย 11-2

11.2 การหาปริมาณแมงกานีสและโครเมียมในของผสม 11-4

การทดลองที่ 12 เรื่องการสกัดน้ำมันจากถั่วเหลืองและหาความชื้น 12

เอกสารอ้างอิง

การทดลองที่ 1

การหาปริมาณของซัลเฟตโดยให้ตกตะกอนในรูปของแบเรียมซัลเฟต

(Determination of Sulphate by Gravimetric Method)

วัตถุประสงค์ :

1. ศึกษาการหาปริมาณสารโดยการชั่งน้ำหนัก
2. หาปริมาณซัลเฟตโดยการตกตะกอนในรูปแบเรียมซัลเฟต

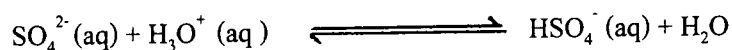
หลักการ :

ปริมาณซัลเฟตในสารตัวอย่างสามารถหาได้โดยการตกตะกอนให้อยู่ในรูปแบเรียมซัลเฟต(BaSO_4) โดยใช้สารตกตะกอน (precipitant) คือแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) ในสารละลายที่ร้อน ตามปฏิกิริยา



สารละลายที่จะหาปริมาณซัลเฟตควรมีความเป็นกรดเล็กน้อยโดยการใส่ HCl เพื่อป้องกันการตกตะกอนร่วมของ BaCO_3 , $\text{Ba}_3(\text{PO}_4)_2$ และ $\text{Ba}(\text{OH})_2$ เนื่องจากตะกอน BaSO_4 มีสีขาวละเอียด ต้องใช้กระดาษกรองวอทแมน (Whatman) เบอร์ 42 ซึ่งเป็นกระดาษกรองเนื้อละเอียดและเมื่อเผาแล้วมีเส้นน้อยหรือเกือบไม่มีเลย ตะกอนที่ได้จะมีน้ำผลึกอยู่ภายในจำเป็นต้องไล่น้ำออกโดยการเผาที่อุณหภูมิสูงจนกระทั่งตะกอน BaSO_4 มีสีแดงในเปลวไฟ จึงจะสามารถนำตะกอนไปชั่งน้ำหนักได้

แบเรียมซัลเฟตมีการละลายประมาณ 3.0 มิลลิกรัม ต่อลิตร ที่ 20°C แต่การละลายของสารนี้จะเพิ่มขึ้นถ้าสารละลายเป็นกรด ทั้งนี้เพราะจะทำให้เกิดไอออนไฮโดรเจนซัลเฟต (hydrogen sulphate, HSO_4^-) ขึ้น



การละลายของแบเรียมซัลเฟตที่ 20°C ใน 0.1, 0.5, 1.0 และ 2.0 M HCl จะมีค่าเท่ากับ 10, 47, 87 และ 101 มิลลิกรัม ต่อลิตร ตามลำดับ แต่การละลายของแบเรียมซัลเฟตในสารละลายที่มี Ba^{2+} ละลายอยู่เล็กน้อยจะมีค่าน้อยลง

อุปกรณ์

1. ครุชีเบิ้ลพอร์ชเลน
2. ตะเกียงเบนเสน
3. บีกเกอร์ ขนาด 500 มิลลิลิตร
4. กระดาษกรองวอทแมน เบอร์ 42
5. กรวยแก้ว
6. กระกานาฬิกา
7. คีมคีบ(Tong)

สารเคมี :

1. กรดเกลือเข้มข้น (Conc. HCl)
2. สารละลายแบเรียมคลอไรด์เข้มข้น 5 กรัม ต่อ 100 ลบ.ซม. เตรียมได้โดยละลายแบเรียมคลอไรด์ ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)หนัก 5 กรัม ในน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม.

วิธีทดลอง :

ตัวอย่างของสารที่จะหาซัลเฟตควรมี S ประมาณ 0.05-0.06 กรัม

1. ใช้ ครุชีเบิ้ลพอร์ชเลน 3 ใบ ทำเครื่องหมายแต่ละใบกับการสับสน นำไปเผาในเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 700°C หรือเผาบนเปลวไฟที่แรงของตะเกียงก๊าซเบนเสน ปรับตะเกียงก๊าซจนได้เปลวไฟสีน้ำเงินอ่อน ปราศจากเปลวสีเหลืองหรือแดงที่ขอบเปลวไฟ ถ้าเกิดเปลวไฟสีเหลืองหรือสีแดงจะทำให้เกิดเขม่าสีดำติดกับครุชีเบิ้ล เเผครุชีเบิ้ลเป็นเวลาครึ่งชั่วโมงจะได้ครุชีเบิ้ลที่ร้อนแดงและปราศจากคราบถ่านสีดำ ใช้คีมทองเหลืองนำครุชีเบิ้ลมาทำให้เย็นในเคชิกเคเตอร์เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง แล้วนำครุชีเบิ้ลพร้อมทั้งฝาไปชั่งแล้วนำเอาไปเผาซ้ำ และปฏิบัติเช่นเดียวกันจนชั่งได้น้ำหนักคงที่ (± 0.0002 กรัม)

2. นำสารตัวอย่างมาอบในเตาอบที่อุณหภูมิ $105-110^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่างออกเป็นสามส่วนแต่ละส่วนให้มีน้ำหนักใกล้เคียงกับน้ำหนักของสารตัวอย่างที่อาจารย์ผู้ควบคุมกำหนดให้ แต่ละส่วนต้องทราบน้ำหนักแน่นอน แล้วนำสารทั้งสามส่วนที่ทราบน้ำหนักแน่นอนมาใส่ในบีกเกอร์ขนาด 500 ลบ.ซม. สามใบ ในแต่ละบีกเกอร์ละลายสารด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 200 ลบ.ซม. แล้วเติม 20 หยดของกรดเกลือเข้มข้น นำสารละลายในแต่ละบีกเกอร์ทั้งสามใบทำการทดลองตามข้อขั้นที่ 3-7

3. นำสารละลายที่ได้มาต้มจนเดือด เอาไฟออก เติม 15 ลบ.ซม. ของสารละลายแบเรียมคลอไรด์เข้มข้น 5 กรัม ต่อ 100 ลบ.ซม. ที่ละหยด พร้อมทั้งคนสารละลายอยู่เสมอ ตั้งสารละลายทิ้งไว้จนตะกอนนอนก้น ทดสอบว่าตะกอน BaSO_4 ตกตะกอนสมบูรณ์หรือไม่ โดยการหยดสารละลายแบเรียมคลอไรด์ลงในสารละลายส่วนที่ใส ถ้าไม่มีตะกอนหรือฝ้าขาวเกิดขึ้นแสดงว่าตกสมบูรณ์

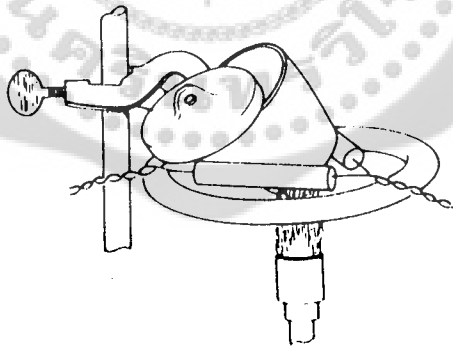
4. ใช้กระจกนาฬิกาปิดบีกเกอร์ของสารละลายแล้วนำมาตั้งบน حمامกะละมังอังไอน้ำ (waterbath) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ระวังอย่าให้สารละลายในบีกเกอร์ลดต่ำกว่า 150 ลบ.ซม.

5. ยกบีกเกอร์ของสารละลายลง ล้างกระจกนาฬิกาด้วยน้ำที่ปิดบีกเกอร์โดยใช้น้ำกลั่นฉีด และให้สารละลายลงมารวมกับสารละลายในบีกเกอร์

6. นำสารละลายในบีกเกอร์ไปกรองบนกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนบนกระดาษกรองด้วยน้ำกลั่นที่ร้อน (เนื่องจากตะกอน BaSO_4 ละลายในน้ำร้อนได้น้อยกว่าน้ำเย็น) จนกระทั่งสารละลายที่ได้จากการล้างไม่มีไอออนคลอไรด์ ทำได้โดยใช้สารละลายที่กรองได้ส่วนสุดท้ายมาเติมสารละลาย 0.1 F AgNO_3 ถ้าไม่มีตะกอนขุ่นขาวเกิดขึ้น แสดงว่าไม่มีคลอไรด์เหลือค้างอยู่บนตะกอน

7. นำเอากระดาษกรองที่มีตะกอน BaSO_4 ออกจากกรวยแก้ว แล้วพับใส่ลงไปในครุฑีบีบลที่เตรียมไว้ แล้วนำเอาขึ้นวางบนแท่งกระเบื้องรูปสามเหลี่ยมบนตะเกียงก๊าซเช่นเดียวกับการเผาครุฑีบีบลเปล่า ในการเผาอาจจะต้องเอียงครุฑีบีบลข้างเพื่อไล่เขม่าถ่านที่ติดอยู่กับผนังครุฑีบีบล เมื่อไม่มีเขม่าของถ่านเกาะและตะกอนถูกเผาจนเป็นสีแดงแล้ว เผาต่อไปอีกครั้งชั่วโมง นำครุฑีบีบลพร้อมทั้งฝาไปวางไว้ในโถอบแห้ง (desiccator) ประมาณครึ่งชั่วโมงแล้วนำไปชั่ง แล้วนำเอาไปเผาซ้ำอีกครั้งชั่วโมง ปฏิบัติเช่นเดียวกันจนได้น้ำหนักคงที่ (± 0.0002 กรัม) BaSO_4 จะดูดไอน้ำอย่างช้า ๆ ถ้าทิ้งไว้ในอากาศ ดังนั้น ในการชั่งควรปิดฝาครุฑีบีบล

8. คำนวณหาน้ำหนักร้อยละของ SO_4^{2-} ในสารตัวอย่าง และหาค่าเฉลี่ย



รูปแสดงการจัดอุปกรณ์เผาตะกอน

การทดลองที่ 2

การเตรียมสารละลายมาตรฐานกรดและเบส และการหาอัลคาลินิตีรวมของโซดาแอช (Standard Solutions and Total Alkalinity)

จุดประสงค์ :

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานเบส
2. เตรียมสารละลายมาตรฐานกรด
3. หาอัลคาลินิตีรวมของโซดาแอช

หลักการ

ในการทดลองหาปริมาณหรือความเข้มข้นของสารโดยวิธีการไตเตรตนั้น จำเป็นต้องทราบความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่จะนำมาเทียบมาตรฐานความเข้มข้นก่อน ซึ่งสารละลายมาตรฐานแบ่งเป็น 2 ประเภทคือ

1. สารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ (Primary standard solution) เป็นสารละลายที่ได้จากการเตรียมจากสารมาตรฐานที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอนละลายในตัวทำละลายที่ทราบปริมาตรแน่นอน ซึ่งสารมาตรฐานที่ใช้ เช่น NaCl Na_2CO_3 โพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต (KHP)
2. สารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ (Secondary standard solution) เป็นสารละลายมาตรฐานที่ได้จากการนำสารที่ไม่เป็นสารมาตรฐานมาเตรียมให้มีความเข้มข้นใกล้เคียงกับที่ต้องการแล้วมาเปรียบเทียบความเข้มข้น (Standardization) กับสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ เช่น สารละลาย 0.1 M HCl 0.2 M NaOH

ตอนที่ I การเตรียมสารละลายมาตรฐานของกรดและเบส

สารละลายมาตรฐานกรดและสารละลายมาตรฐานเบสที่ใช้ในการทดลองเกี่ยวกับการติเตรชันกรด-เบสนี้ ได้แก่ สารละลายมาตรฐานของกรดเกลือ และสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ ทั้งสองสารละลายจะมีความเข้มข้นประมาณ 0.1 M ความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายทั้งสองนี้หาได้ โดยการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต (potassium hydrogen phthalate) ซึ่งเป็นสารมาตรฐานปฐมภูมิ

อุปกรณ์ :

1. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 100 ลบ.ซม.
2. บีกเกอร์ (Beaker)
3. กระบอกตวง ขนาด 10 ลบ.ซม.
4. Pipette ขนาด 25 ลบ.ซม.
5. Burette ขนาด 50 ลบ.ซม.
6. ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 ลบ.ซม.

สารเคมี :

1. สารละลายมาตรฐานปฐมภูมิ โพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลต (potassium hydrogen phthalate, $\text{HKC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) เตรียมได้โดยนำโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟทาเลตชนิดรีเอเจนต์เกรด นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาทำให้เย็นในแชลลิตเตอร์ แล้วนำมาชั่งให้ได้น้ำหนักของสารที่แน่นอนและมีมวลอยู่ระหว่าง 2.0-2.4 กรัม แล้วนำมาละลายในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ลบ.ซม. คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายอันนี้

2. สารละลายสต็อกโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 50 กรัม ต่อ 100 ลบ.ซม. : (สารละลายนี้ทางห้องปฏิบัติการจะเตรียมไว้ให้) โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นของแข็งหนัก 250 กรัม มาละลายในน้ำกลั่นที่ต้มจนเดือดและตั้งทิ้งไว้จนเย็นถึงอุณหภูมิห้องจำนวน 500 ลบ.ซม. ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เวลาละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะมีความร้อนเกิดขึ้น ดังนั้นควรแช่บีกเกอร์ลงในน้ำเพื่อถ่ายเทความร้อน บรรจุสารละลายที่ได้ลงในขวดแก้วที่มีจุกยางปิดและมีหลอดแก้วบรรจุโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นของแข็งเสียบอยู่ ป้องกัน CO_2 ในอากาศ หรืออาจใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีจุกแก้วเล็กๆ แห่อยู่แทนก็ได้ การถ่ายเทสารละลายออกจากขวดใช้วิธีไซฟอน

3. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ปราศจากคาร์บอเนตเข้มข้นประมาณ 0.10 M : เตรียมได้โดยตักน้ำกลั่น 500 ลบ.ซม. ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร ให้เดือดประมาณ 5 นาที แล้วทิ้งไว้ให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง นำสารละลายสต็อกโซเดียมไฮดรอกไซด์จากข้อ 2 มา 4 ลบ.ซม. เติมน้ำลงไป แล้วใช้แท่งแก้วค่อยๆ คน พยายามอย่าให้เกิดฟองอากาศขณะนั้น ถ่ายสารละลายที่ได้ทั้งหมดลงในขวดที่มีจุก ปิดให้แน่น ถ้าเป็นขวดโพลีเอทิลีนที่มีจุกเกลียวปิดจะดีมาก เก็บสารละลายนี้ไว้ใช้ตลอดการทดลองเรื่องการติเตชันกรด-เบส

4. สารละลายของกรดเกลือที่มีความเข้มข้นประมาณ 0.10 M จำนวน 500 ลบ.ซม. เตรียมได้โดยใช้กระบอกตวงขนาด 10 ลบ.ซม. ตวงสารละลาย HCl ที่เข้มข้น 4.5 ลบ.ซม. เติมน้ำกลั่นลงไปจนปริมาตร 500 ลบ.ซม. ที่อยู่ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร คนให้สารละลายผสมกัน แล้วเก็บสารละลายนี้ลงในขวดแก้วที่มีจุกอุด เก็บสารละลายนี้ไว้ใช้ตลอดการทดลองการติเตชันกรด-เบส

5. สารละลายฟีนอล์ฟทาเลอิน (phenolphthalein) เข้มข้น 0.5 กรัม ต่อ 100 ลบ.ซม.

การทดลอง :**ก. การไทเทรชันหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย NaOH**

สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ในข้อ 3 ข้างบน จะต้องนำมาหาความเข้มข้นที่แน่นอนด้วยการไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิในข้อ 1 โดยดำเนินการดังนี้

1. บรรจุสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในบิวเรต บันทึกระดับของสารละลายบนสเกลก่อนการไทเทรต

2. ใช้ปิเปตขนาด 25 ลบ.ซม. ดูดสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลตใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ลบ.ซม. แล้วเติม 2-3 หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาเลอินลงไปในขวดสารละลายที่ได้แล้วนำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จนได้สีชมพูอ่อน บันทึกระดับของสารละลายบนสเกลของบิวเรตอีกครั้ง และหาปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้

3. ทำการติเตรตซ้ำอีกครั้ง หาปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้จะต้องไม่แตกต่างกันเกินกว่า 0.1 ลบ.ซม. ถ้าเกินต้องทำการติเตรตซ้ำอีกครั้ง นำปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใกล้เคียงกันสองค่ามาหาค่าเฉลี่ย นำไปคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ข. การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย HCl สามารถทำได้ 2 วิธี คือ**1. หาความเข้มข้นที่แน่นอนของกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริกด้วยสารละลายมาตรฐาน NaOH**

จากความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งได้จากผลของการทดลองข้างบน เราสามารถไทเทรตหาความเข้มข้นของสารละลายของกรดเกลือที่เตรียมได้จากข้อ 4 ข้างบน โดยการดำเนินการไทเทรตแบบเดียวกัน แต่ใช้สารละลายของกรดเกลือแทนสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิของโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต

2. หาความเข้มข้นที่แน่นอนของกรดไฮโดรคลอริกด้วยโซเดียมคาร์บอเนต

ในการทดลองครั้งนี้จะทำการหาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกด้วยโซเดียมคาร์บอเนต

สารเคมี

1. สารละลายฟีนอล์ฟทาเลอิน 0.5 กรัม ต่อ 100 ลบ.ซม.
2. สารละลายเมธิลออเรนจ์ชนิดปรับปรุง เตรียมได้โดยละลาย 1.0 กรัมเมธิลออเรนจ์ (methyl orange) และ 1.4 กรัม โซลีนไซยานอลเอฟเอฟ (xylene cyanol FF) ใน 500 ลบ.ซม. เอทานอลเข้มข้นร้อยละ 5

3. สารละลายบรอมครีซอลกรีน (bromocresol green) ความเข้มข้น 0.1 กรัม ใน 0.001 M NaOH จำนวน 100 ลบ.ซม.

4. สารละลายกรดไฮโดรคลอริกมีความเข้มข้นประมาณ 0.1 M

วิธีทดลอง

1. รับ Na_2CO_3 ที่เป็นมาตรฐานปฐมภูมิ ประมาณ 4 กรัม ใส่ในขวดชั่ง นำเอาไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 160°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นอย่างน้อย 30 นาทีในเดซิเคเตอร์

2. ชั่งโซเดียมคาร์บอเนตในข้อ ก. อย่างละเอียด (4 ตำแหน่ง) ประมาณ 0.2 กรัม ลงในขวดรูปกรวย ขนาด 250 ลบ.ซม. ละลายด้วยน้ำกลั่น 50 ลบ.ซม. เติม 2-3 หยดของสารละลายฟีนอล์ฟทาเลอิน (ซิงโซเดียมคาร์บอเนตอีก 2 ส่วนให้มีปริมาณใกล้เคียงกัน ลงในขวดรูปกรวยอีก 2 ใบ แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกัน)

3. นำสารละลายที่ได้มาไตเตรตกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนสีของสารละลายฟีนอล์ฟทาเลอินเปลี่ยนไปเป็นไม่มีสี อย่าหยดสารละลายของกรดเร็วเกินไป ปกติควรหยดสารละลายต่ำกว่า 0.5 ลบ.ซม. ต่อวินาที เขย่าสารละลายอยู่เสมอ

4. บันทึกปริมาตรของกรดที่ใช้ ปริมาตรของกรดที่ใช้ในตอนนี้จะมีค่าเป็นครึ่งหนึ่งของปริมาตรของกรดที่ใช้ทั้งหมดในการไตเตรชัน

5. นำสารละลายที่ได้มาไตเตรตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยใช้เมธิลออเรนจ์ชนิดปรับปรุงหรือบรอมครีซอลกรีนเป็นอินดิเคเตอร์

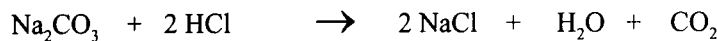
ถ้าใช้เมธิลออเรนจ์ชนิดปรับปรุง เติมสารละลายเมธิลออเรนจ์ชนิดปรับปรุงลงไป 2-3 หยด แล้วนำไปไตเตรตต่อจนสีของอินดิเคเตอร์เปลี่ยนจากสีเขียวไปเป็นสีเทา ซึ่งสามารถเทียบสีที่ได้กับสีที่ได้จากการหยดอินดิเคเตอร์นี้ 2-3 หยดลงในสารละลายซึ่งเตรียมจาก 0.20 กรัมโพแทสเซียมไฮโดรเจนพทาเลต (potassium hydrogen phthalate) ในน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม. pH ของสารละลายนี้มีค่าเท่ากับ 4.0 ซึ่งจะเป็นค่าเดียวกับค่า pH ของสารละลายที่มี CO_2 ละลายอยู่

ถ้าใช้บรอมครีซอลกรีน เติมสารละลายบรอมครีซอลกรีนลงไป 3-4 หยด แล้วนำไปไตเตรตจนสารละลายมีสีฟ้าเขียว (blue-green) นำสารละลายที่ได้มาต้มให้เดือด 2-3 นาที เพื่อไล่ก๊าซ CO_2 ถึงตอนนี้สีของสารละลายจะเปลี่ยนไปเป็นสีฟ้า (blue) ทำให้สารละลายเย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง แล้วไตเตรตกับสารละลายกรดต่อจนได้สีเขียวจาง (pale green)

ตอนที่ II การหาอัลคาไลน์ตีรวม (total alkalinity) ของโซดาแอช

หลักการ

โซเดียมคาร์บอเนตในโซดาแอชตัวอย่าง สามารถหาปริมาณได้โดยใช้สารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริกเป็นไทเทรนต์ โซเดียมคาร์บอเนตจะทำปฏิกิริยากับกรดดังนี้



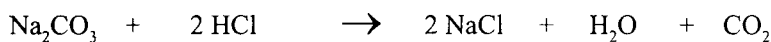
ในการทดลองนี้มุ่งที่จะให้นักศึกษาศึกษาการใช้อินดิเคเตอร์ในการหาจุดยุติ ซึ่งมีอยู่ด้วยกันหลายชนิด เช่น เมธิลออเรนจ์ (methyl orange) และบรอมครีซอลกรีน (bromocresol green) จะแสดงการเปลี่ยนสีที่ pH ของสารละลายอยู่ในช่วงของกรด คือ 3.0 - 4.4 สำหรับเมธิลออเรนจ์ และ 3.8-5.4 สำหรับบรอมครีซอลกรีน ส่วนสารละลายฟีนอล์ฟทาเลอินจะมีช่วงการเปลี่ยนสีที่ pH ระหว่าง 8.2-10.0 ดังนั้น ถ้าเราเติมอินดิเคเตอร์เหล่านี้ลงไปในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต แล้วนำไปติเตรตกับกรดเกลือ เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปดังสมการ



ฟีนอล์ฟทาเลอินจะเริ่มเปลี่ยนสีจากแดงไปเป็นไม่มีสี ส่วนเมธิลออเรนจ์และบรอมครีซอลกรีนจะไม่เปลี่ยนแปลงจนกระทั่งเราเติม HCl ลงไปมากจนปฏิกิริยาเกิดขึ้นดังสมการ



เมธิลออเรนจ์และบรอมครีซอลกรีนจะเริ่มเปลี่ยนแปลง เนื่องจากเมธิลออเรนจ์สีที่เปลี่ยนแปลงดูได้ยาก ในการทดลองนี้เราจะใช้อินดิเคเตอร์ผสมระหว่างเมธิลออเรนจ์กับไซลีนไซยานอล เอฟ เอฟ (xylene cyanol FF) แทน ซึ่งจะมีปฏิกิริยารวมทั้งหมดเป็น



การทดลอง การวิเคราะห์หาปริมาณของโซดาแอชในสารตัวอย่าง

1. ชั่งสารตัวอย่างออกเป็น 3 ส่วน แต่ละส่วนให้มีปริมาตรระหว่าง 0.25-0.35 กรัม (ชั่งอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง) ละลายในน้ำกลั่น 50 ลบ.ซม. จนละลายหมด
2. แล้วนำมาไทเทรตเช่นเดียวกับสารมาตรฐานปฐมภูมิโซเดียมคาร์บอเนต
3. คำนวณหาน้ำหนักร้อยละของโซเดียมคาร์บอเนตในสารตัวอย่าง และค่าเฉลี่ยของการวิเคราะห์
4. คำนวณหาอัลคาไลน์ตีรวม (โมลของ H_3O^+ ต่อ 100 กรัมของสารตัวอย่าง)

การทดลองที่ 3

การไตเตรตแบบตกตะกอน (Precipitation Titration)

จุดประสงค์

1. เพื่อศึกษาการไตเตรชันแบบตกตะกอนโดยวิธีของ Mohr, Fajan และ Volhard
2. หาคความเข้มข้นของสารละลาย AgNO_3 โดยวิธีของ Mohr
3. หาคความเข้มข้นของสารละลาย AgNO_3 โดยใช้ วิธีของ Fajan
4. หาปริมาณคลอไรด์ในสารละลายโดยใช้วิธีของ Volhard

หลักการทั่วไป

การไตเตรชันแบบนี้เกี่ยวกับการหาปริมาณของเฮไลด์โดยการตกตะกอนกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต หรือที่เรียกว่า วิธีอาร์เจนติเมตรี (argentimetry method) แบ่งออกเป็นสองแบบ คือ แบบโดยตรง ด้วยการนำสารละลายตัวอย่างมาไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรตจากบิวเรต ส่วนอีกแบบหนึ่งเป็นแบบอ้อมโดยการเติมสารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรตลงไปในสารละลายตัวอย่างให้มีจำนวนมากเกินไปและทราบจำนวนที่แน่นอนปริมาณของซิลเวอร์ไนเตรตส่วนที่มากเกินไปซึ่งเหลือจากการทำปฏิกิริยาสามารถหาได้โดยนำมาทำไตเตรตแบบย้อนกลับ(back titration) กับสารละลายมาตรฐานไทโอไซยาเนตไอออน การไตเตรตโดยการตกตะกอนทั้งสองแบบนี้ นอกจากจะใช้เป็นวิธีหาปริมาณของเฮไลด์แล้ว เรายังใช้หาปริมาณของไซยาไนด์(cyanide) ไธโอไซยาเนต(thiocyanate) อาร์ซี-เนต(arsenate) ฟอสเฟต(phosphate) ซัลไฟด์ (sulphide) และแอนไอออนอื่นบางชนิดได้ ในทางตรงกันข้ามวิธีเหล่านี้สามารถใช้หาปริมาณของเงินในสารตัวอย่างได้ การไตเตรตแบบทำให้ตกตะกอนในรูปของเกลือของเงิน หรือที่เรียกว่า อาร์เจนติเมตรี แบ่งออกเป็น 3 วิธี คือ

1. วิธีของโมฮอร์ (Mohr's Method) เป็นวิธีหาแบบโดยตรง โดยจะใช้สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรตเป็นไตเตรนต์ และใช้สารละลายโพแทสเซียมโครเมตเป็นอินดิเคเตอร์
2. วิธีของฟาเจน (Fajan's Method หรือ Adsorption Indicator Method) เป็นวิธีหาแบบโดยตรงเช่นเดียวกัน แต่ใช้สารละลายของสีทางอินทรีย์เป็นอินดิเคเตอร์
3. วิธีของโวลฮาร์ด (Volhard's Method) เป็นวิธีหาแบบทางอ้อม โดยเติมสารละลายมาตรฐาน ซิลเวอร์ไนเตรตลงไปในสารละลายเฮไลด์ให้มากเกินไปและทราบปริมาตรที่แน่นอน ปริมาณของซิลเวอร์ไนเตรตที่มากเกินไปซึ่งเหลือจากปฏิกิริยาหาได้โดยการทำไตเตรตแบบย้อนกลับกับสารละลายมาตรฐานไทโอไซยาเนต ใช้สารละลายเฟอร์ริกอลัม (ferric alum) เป็นอินดิเคเตอร์

การทดลอง 3.1 การหาความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต โดยวิธีของโมฮร์

หลักการวิธีของโมฮร์ (Mohr's Method)

เป็นการไตเตรตหาปริมาณของคลอไรด์โดยอาศัยหลักการเกี่ยวกับการตกตะกอนที่แตกต่างกันระหว่างซิลเวอร์คลอไรด์และซิลเวอร์โครเมต (Ag_2CrO_4) โดยซิลเวอร์คลอไรด์เป็นสารที่ตกตะกอนได้ง่ายกว่าซิลเวอร์โครเมต ในทางปฏิบัติเราจะต้องทำให้คลอไรด์ตกตะกอนเป็นซิลเวอร์คลอไรด์หมดก่อนที่โครเมตไอออนจะเริ่มตกตะกอนเป็นซิลเวอร์โครเมตซึ่งมีสีแดงอิฐ การที่ซิลเวอร์โครเมตจะตกตะกอนได้นั้น ผลคูณของ $[\text{Ag}^+]^2 [\text{CrO}_4^{2-}]$ จะต้องมีความเกินกว่าค่า K_{sp} (1.1×10^{-12}) ดังนั้นความเข้มข้นของโครเมตไอออนในสารละลายจึงมีความสำคัญ ถ้า $[\text{CrO}_4^{2-}]$ มีค่าน้อยไป จะไปทำให้ต้องใช้ Ag^+ จากบิวเรตมากขึ้นถึงจะทำให้เกิดตะกอนซิลเวอร์โครเมต แต่ถ้าเราใช้ $[\text{CrO}_4^{2-}]$ ที่ทำให้เกิด Ag_2CrO_4 พอดี เมื่อ AgCl ตกตะกอนหมดจะมีค่าเท่ากับ 6.0×10^{-3} โมลต่อลิตร ในทางปฏิบัติเราจะใช้ $[\text{CrO}_4^{2-}]$ ที่จุดยุติมีค่าต่ำกว่า 5.0×10^{-3} โมลต่อลิตร และใช้การทำอินดิเคเตอร์เบลนจ์ (Indicator Blank) มาช่วยลดความผิดพลาด

ความเป็นกรด-เบสของสารละลายที่จะนำมาไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานของ Ag^+ มีความสำคัญ เพราะโครเมตไอออนที่เราใช้เป็นอินดิเคเตอร์จะเปลี่ยนแปลงไปถ้า pH ของสารละลายเปลี่ยนไป และถ้าสารละลายเป็นกรดมาก CrO_4^{2-} จะเปลี่ยนไปเป็น HCrO_4^- ตามสมการ



ซึ่งจะทำให้ Ag_2CrO_4 ไม่ตกตะกอนเมื่อถึงจุดยุติ แต่ถ้าสารละลายที่เป็นเบส OH^- อาจจะทำให้เกิดการตกตะกอนของซิลเวอร์ไฮดรอกไซด์ก่อนที่จะตกตะกอนเป็น Ag_2CrO_4 ซึ่ง pH ของสารละลายที่เหมาะสมในการไตเตรตแบบโมฮร์นี้ควรอยู่ระหว่าง 6.5-10.0 โดยการเตรียมอินดิเคเตอร์จากสารละลายผสม ระหว่างโพแทสเซียมโครเมต (K_2CrO_4) และโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) ด้วยอัตราส่วนที่เหมาะสม อินดิเคเตอร์ผสมทั้งสองนี้จะทำหน้าที่ควบคุมความเป็นกรดเป็นด่าง (buffer) โดยอัตโนมัติ และทำให้สารละลายที่ได้มี pH มีค่าเท่ากับ 0.7 ± 0.1 ถึงแม้ว่าสารละลายเดิมจะมี pH อยู่ระหว่าง 6.5-10.0 ก็ตาม

อุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 100 ลบ.ซม.
2. Pipette ขนาด 10 ลบ.ซม.
3. Burette ขนาด 50 ลบ.ซม.
4. ขวดรูปกรวย (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 ลบ.ซม.

สารเคมี

1. สารละลายซิลเวอร์ไนเตรด ละลาย AgNO_3 หนัก 8.5 กรัมในน้ำกลั่น 500 ลบ.ซม. เก็บสารละลายนี้ลงในขวดสีน้ำตาล
2. สารละลายอินดิเคเตอร์ ละลาย 4.2 กรัม K_2CrO_4 และ 0.7 กรัมของ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ในน้ำกลั่น แล้วเจือจางจนได้ปริมาตรของสารละลายเป็น 100ลบ.ซม. ใช้สารละลายนี้ 1-2 ลบ.ซม.ต่อสารละลายที่จุดยุติ 50 ลบ.ซม.
3. สารละลายมาตรฐานปฐุมภูมิโซเดียมคลอไรด์ให้มีความเข้มข้นใกล้เคียงกับ 0.10 M เตรียมได้โดยนำ NaCl ที่เป็นรีเอเจนต์เกรด ออบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120°C ในตู้อบเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำมาทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่ง NaCl ที่ได้ให้มีน้ำหนักใกล้เคียงกับ 0.58 กรัม (4 ตำแหน่ง) ละลายในน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 100 ลบ.ซม. ในขวดวัดปริมาตร

วิธีทดลอง

1. ใช้ปิเปตดูดสารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์มา 10 ลบ.ซม. ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. แล้วเติม 0.5 ลบ.ซม. (10 หยด) ของสารละลายอินดิเคเตอร์
2. นำสารละลายมาไตเตรตกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดจากบิวเรตและเขย่าสารละลายในขวดอยู่เสมอ เนื่องจากซิลเวอร์โครเมตที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับ Cl^- ได้ช้ามาก ให้สังเกตดูสีแดงของสารละลายเมื่อเติมซิลเวอร์ไนเตรดลงไป ถ้าจวนใกล้จุดยุติ สีแดงที่เกิดขึ้นจะค่อยๆ จางหายไปอย่างช้า ๆ แล้วไตเตรตต่อไปจนได้สีแดงอิฐเกิดขึ้นบนตะกอนและไม่จางหายไปเมื่อเขย่า

การทำอินดิเคเตอร์แบบลค์ ควรทำในเวลาใกล้เคียงกับการไตเตรชันข้างบน โดยดำเนินการดังต่อไปนี้

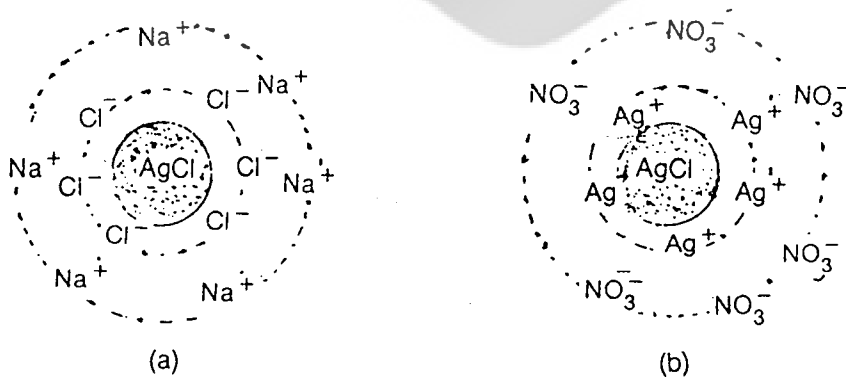
1. ปิเปตสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดตัวอย่าง 10 ลบ.ซม. ทำให้เจือจางเป็นสิบเท่าตัว ในขวดวัดปริมาตร 100 ลบ.ซม. บรรจุสารละลายนี้ลงในบิวเรตอีกอันหนึ่ง
2. นำขวดรูปกรวย ขนาด 250 ลบ.ซม. ใส่ผง CaCO_3 ที่ปราศจากคลอไรด์ ให้มีปริมาณเท่ากับตะกอนซิลเวอร์คลอไรด์ที่เกิดขึ้นจากการไตเตรชันข้างบนแล้วทำปริมาตรของสารละลายให้เท่ากันโดยการเติมน้ำกลั่น
3. หยดสารละลายอินดิเคเตอร์ลงไป 0.5 ลบ.ซม. (10 หยด) แล้วนำไปไตเตรตกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดเจือจาง 10 เท่าตัวในข้อ 1. จนได้สีที่ตะกอนใกล้เคียงกับสีของตะกอนที่ได้จากการไตเตรชันข้างบนมากที่สุด
4. เปลี่ยนปริมาตรสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดที่เจือจางที่ได้ให้เป็นปริมาตรของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดตัวอย่าง ปริมาตรที่ได้นี้เป็นอินดิเคเตอร์แบบลค์ ซึ่งจะต้องนำไปหักออกจากปริมาตรของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดที่ใช้ในการไตเตรชันข้างบน
5. คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดตัวอย่างในหน่วยของโมลต่อลิตร และเป็นกรัมต่อลิตร

การทดลองที่ 3.2 หาความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดโดยแอคซอร์ฟชันอินดิเคเตอร์

หลักการวิธีของฟาเจนหรือแอคซอร์ฟชันอินดิเคเตอร์

เค. ฟาเจน (K.Fajan) เป็นผู้ริเริ่มนำเอาอินดิเคเตอร์แบบนี้มาใช้ในการไตเตรตแบบตกตะกอนสารที่เป็นอินดิเคเตอร์นั้นเป็นพวกสีทางอินทรีย์ ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นสารที่ถูกดูดบนตะกอนแล้วทำให้ตะกอนนั้นเปลี่ยนเป็นสีอื่นๆ อินดิเคเตอร์เหล่านี้ส่วนใหญ่จะเป็นกรดทางอินทรีย์ ที่มีสีเช่นสารพวกฟลูออเรสซิน (fluorescein) ซึ่งส่วนมากจะอยู่ในรูปของเกลือโซเดียม อินดิเคเตอร์ที่เป็นเบสทางอินทรีย์ก็มีเหมือนกัน เช่น สารพวกโรดามีน (rhodamine) อินดิเคเตอร์เหล่านี้เหมาะที่จะใช้ในการหาปริมาณของเฮไลด์ด้วยการไตเตรตโดยตรง

การทำงานของอินดิเคเตอร์เหล่านี้ขึ้นอยู่กับสมบัติของตะกอน ในกรณีของการหาปริมาณของคลอไรด์ โดยใช้สารละลายซิลเวอร์ไนเตรดเป็นตัวไตเตรนต์ ก่อนถึงจุดสมมูล (equivalent point) ตะกอนของ AgCl ที่เกิดขึ้น จะดูดซับ (adsorb) เอา Cl^- ที่มีอยู่ในสารละลายไว้บนผิวของตะกอนเป็นชั้นดูดซับปฐมภูมิ (primary adsorption layer) Cl^- ที่ถูกดูดซับบนตะกอนนี้จะดูดซับ Na^+ (ในกรณีที่ใช้ NaCl เป็นสารที่หาปริมาณของ Cl^- ไว้อีกชั้นหนึ่ง เรียกว่า ชั้นดูดซับทุติยภูมิ (secondary adsorption layer) หรือ counter ion layer หลังจากจุดสมมูล Cl^- ในชั้นดูดซับปฐมภูมิจะถูกแทนที่ด้วย Ag^+ ที่เติมลงไปเกินเล็กน้อยจากบิวเรต Ag^+ ในชั้นดูดซับปฐมภูมินี้จะชักนำให้ NO_3^- แทนที่ Na^+ ในชั้นดูดซับทุติยภูมิ ถ้าสารละลายมีแอคซอร์ฟชันอินดิเคเตอร์ละลายอยู่ เช่น โซเดียมฟลูออเรสซิน (sodium fluoresceinate) ฟลูออเรสซินไอออนจะถูกดูดซับในชั้นดูดซับทุติยภูมิ แทน NO_3^- ซึ่งจะทำให้ผิวของตะกอนเปลี่ยนไปเป็นสีชมพูอ่อน การไตเตรตแบบใช้แอคซอร์ฟชันอินดิเคเตอร์นี้จะต้องเขย่าสารละลายอยู่เสมอ เพื่อให้ Cl^- ที่มีอยู่ทำปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์กับ Ag^+



รูป 3.1 แสดงตะกอนของ AgCl ที่แขวนลอยในสารละลาย a) ตะกอนอยู่ในสารละลายที่มี Cl^- เหลืออยู่ก่อนถึงจุดยุติ b) ตะกอนอยู่ในสารละลายที่มี Ag^+ มากเกินพอหลังจุดยุติ

ในการใช้ไดคลอโรฟลูออเรสซินเป็นอินดิเคเตอร์ สารละลายควรมี pH 4-10 ถ้า pH สูงกว่านี้ AgOH จะตกตะกอน แต่ถ้า pH ต่ำมาก ๆ จะทำให้ไดคลอโรฟลูออเรสซินจะอยู่ในรูปโมเลกุลของกรดที่แตกตัวเป็นไอออนได้น้อย และทำให้การดูดซับของอินดิเคเตอร์นี้บนตะกอนของเกลือซิลเวอร์ไม่ได้ผล เท่าที่ควร วิธีของฟาเจนนี้เหมาะสมสำหรับหาปริมาณของคลอไรด์ที่มีความเข้มข้นอยู่ระหว่าง 0.1-0.005 M แต่ถ้าความเข้มข้นของคลอไรด์สูงกว่าระดับนี้ ใช้วิธีของโมอร์และวิธีของไวลฮาร์ตจะดีกว่า

อุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) 100 ลบ.ซม.
2. ขวดรูปกรวย Erlenmeyer flask) 250 ลบ.ซม.
3. Pipette ขนาด 10 ลบ.ซม.
4. Burette ขนาด 50 ml.

สารเคมี

1. สารละลายซิลเวอร์ไนเตรดจากการทดลองที่ 3.1
2. สารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์จากการทดลองที่ 3.1
3. สารละลายไดคลอโรฟลูออเรสซิน (dichlorofluorescein) ขึ้น 0.1 กรัมต่อ 100 ลบ.ซม. เตรียมได้โดยละลาย 0.1 กรัมของไดคลอโรฟลูออเรสซิน ใน 100 ลบ.ซม. ของแอลกอฮอล์ที่เข้มข้นร้อยละ 70 หรือเตรียมได้จาก 0.1 กรัมของโซเดียมไดคลอโรฟลูออเรสซิน (sodium dichlorofluorescein) ในน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม.

วิธีทดลอง

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานโซเดียมคลอไรด์ 10 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250ลบ.ซม. เติมน้ำกลั่นลงไป 10 ลบ.ซม.
2. เติม 5 หยดของสารละลายอินดิเคเตอร์ไดคลอโรฟลูออเรสซิน แล้วนำไปไทเทรตกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดจากบิวเรต เขย่าสารละลายอยู่เสมอ จะเกิดตะกอนสีขาวของ AgCl รวมตัวกันเป็นก้อนเมื่อหยดสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดลงไป สารละลายจะเป็นสีชมพู เมื่อเขย่า สารละลายสีชมพูจะจางหายไปค่อย ๆ หยดสารละลายไปเรื่อย ๆ จนกระทั่งตะกอนขาวของ AgCl เปลี่ยนไปเป็นสีชมพู ทำการทดลองซ้ำอีกครั้ง ผลที่ได้จะต้องไม่แตกต่างกันเกิน 0.05 ลบ.ซม.

คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดเป็น โมลต่อลิตร

การทดลองที่ 3.3 การหาปริมาณของคลอไรด์ในสารละลายตัวอย่างโดยวิธีของโวลฮาร์ด

หลักการวิธีของโวลฮาร์ด (Volhard's Method)

วิธีนี้ใช้ในการหาปริมาณของเฮไลด์ในสารละลายได้โดยการเติมสารละลายซิลเวอร์ ในเตรตลงไปให้มากเกินไปและทราบปริมาณแน่นอน แล้วไตเตรตหาปริมาณของ AgNO_3 ที่เหลือจากปฏิกิริยาด้วยสารละลายมาตรฐานไทโอไซยานेटโดยใช้เฟอร์ริกอะลูมิน (ferric alum) เป็นอินดิเคเตอร์ที่ จุดยุติ จะได้สารละลายสีแดงของ $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ เกิดขึ้น



ถ้าเราพิจารณาค่า K_{sp} ของ AgCl (1.8×10^{-10}) และของ AgSCN (1.1×10^{-12}) จะเห็นว่าการละลายของ AgCl จะมีค่ามากกว่าของ AgSCN ดังนั้น ขณะที่เราเติมสารละลายไทโอไซยานेटลงไปในสารละลายใกล้จุดยุติในการทำไตเตรตแบบย้อนกลับ (back titration) จะเกิดปฏิกิริยาต่อไปนี้ขึ้น



ซึ่งเป็นผลทำให้ต้องเติมสารละลาย SCN^- ลงไปมากกว่าความเป็นจริง ดังนั้นจึงจำเป็นต้องเติมสารอินทรีย์ที่เป็นของเหลวใส่ลงไปในสารละลายเพื่อคลุมตะกอน AgCl ไม่ให้ทำปฏิกิริยากับ SCN^- สารอินทรีย์ที่ใช้คือไนโตรเบนซีน (nitrobenzene) แต่สำหรับโบรไมด์และไอโอไดด์สามารถหาปริมาณได้เช่นเดียวกับคลอไรด์ แต่เนื่องจาก AgBr และ AgI ละลายในน้ำได้ยากกว่า AgSCN ดังนั้น จึงไม่มีความจำเป็นต้องเติมไนโตรเบนซีนลงไปในสารละลายก่อนทำแบคไตเตรชัน

อุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 100 ลบ.ซม.
2. ขวดรูปกรวย (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 ลบ.ซม.
3. Pipette ขนาด 10 ลบ.ซม.
4. Pipette ขนาด 20 ลบ.ซม.
5. Burette ขนาด 50 ลบ.ซม.

สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรต จากการทดลองที่ 3.2
2. สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์เข้มข้น 0.1 M เตรียมได้โดยละลาย 2.5 กรัม ของ KSCN ในน้ำกลั่น 250 ลบ.ซม.
3. สารละลายเฟอร์ริกอะลูมิเนียม 40 กรัมต่อ 100 ลบ.ซม. เตรียมได้โดยละลาย 40 กรัม ของ เฟอร์ริกอะลูมิเนียม ($\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$: ferric alum) ชนิดรีเอเจนต์เกรดในน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม. แล้วหยด 2-3 หยดของ 6.0 M HNO_3 ลงไปในสารละลายที่ได้
4. ไนโตรเบนซีน

วิธีทดลอง

แบ่งการทดลองออกเป็นสองตอน

ตอนที่ 1 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KSCN

1. บรรจุน้ำสารละลาย KSCN ลงในบิวเรตขนาด 50 ลบ.ซม. ปรับระดับสารละลายให้เหมาะสม
2. ปิเปิดสารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรต 10 ลบ.ซม. ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. เติมน้ำกลั่น 5 ลบ.ซม. ของสารละลาย 3.0 M HNO_3 แล้วเติมน้ำกลั่น 0.5-1.0 ลบ.ซม. ของสารละลายเฟอร์ริกอะลูมิเนียม
3. แล้วนำไปไทเทรตกับสารละลาย KSCN จากบิวเรต ขณะที่ไทเทรตจะต้องเขย่าสารละลายอยู่เสมอ จนสารละลายกลายเป็นสีแดงอ่อน ๆ และเมื่อเขย่าไม่จาง
4. คำนวณหาความเข้มข้น KSCN ที่แน่นอน

ตอนที่ 2 การหาปริมาณของคลอไรด์

1. ปิเปิดสารละลายคลอไรด์ตัวอย่างมา 10 ลบ.ซม. ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. แล้วเติมน้ำกลั่น สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรตลงไป 20 ลบ.ซม. ด้วยปิเปิด
2. เติมน้ำกลั่น 5.0 ลบ.ซม. 3.0 M HNO_3 และ 0.5-1.0 ลบ.ซม. ของสารละลายเฟอร์ริกอะลูมิเนียม เขย่าสารละลายให้ผสมกัน
3. เติมน้ำกลั่น 2-3 ลบ.ซม. ของไนโตรเบนซีน (1 ลบ.ซม. ของไนโตรเบนซีนต่อ 0.05 กรัมของคลอไรด์) เขย่าสารละลาย แล้วนำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน KSCN จากตอนที่ 1 จนได้สารละลายสีแดง อ่อน ๆ อย่างถาวร
5. คำนวณหาน้ำหนักของคลอไรด์เป็นกรัมต่อลิตรและความเข้มข้นโมลต่อลิตร

การทดลองที่ 4

การหาปริมาณของ Fe(II) และ Fe(III) ในสารละลายตัวอย่าง

(Determination of Fe(II) and Fe(III) in Solution)

จุดประสงค์

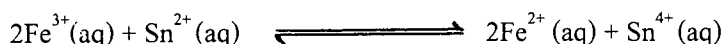
1. ศึกษาปฏิกิริยาออกซิเดชันรีดักชัน
2. หาปริมาณ Fe(II) ในสารละลาย
3. หาปริมาณ Fe(III) ในสารละลาย
4. หาปริมาณ Fe ทั้งหมดในสารละลาย

หลักการ

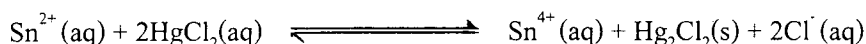
เหล็กในสารละลายจะอยู่ในรูป Fe(II) และ Fe (III) ในวิธีนี้เราสามารถหาปริมาณเหล็กที่อยู่ในสารละลายได้โดยต้องทำให้เหล็กอยู่ในรูป Fe(II) สำหรับ Fe(III) ที่มีอยู่ในสารละลายนั้นจำเป็นต้องทำการรีดิวซ์ให้อยู่ในรูป Fe(II) โดยใช้ตัวรีดิวซ์ซึ่งมี 2 วิธีคือ การรีดักชันโดยไอโอดีนรีดักเตอร์ และการรีดักชันโดย Sn(II) ในการทดลองนี้จะใช้วิธีรีดักชัน Fe(III) ให้เป็น Fe(II) ด้วย Sn(II) แล้วทำการหาปริมาณ Fe(II) โดยทำปฏิกิริยากับ KMnO_4

1. การรีดักชัน Fe (III) ด้วย Sn (II)

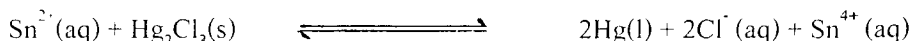
สารละลายที่ร้อนของ Fe(III) สามารถถูกรีดิวส์ด้วย Sn(II) ตามสมการ



Sn^{2+} ที่มากเกินไปจะถูกกำจัดโดยการเติมเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ลงไปเกิดปฏิกิริยาตามสมการ

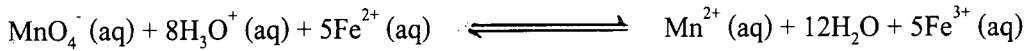


ดังนั้น ในสารละลายจะเกิดตะกอนสีขาวแวววาวของ Hg_2Cl_2 ขึ้น แต่ถ้าเราเติมสารละลายของ Sn^{2+} มากเกินไป จะมี Sn^{2+} เหลืออยู่ในสารละลายซึ่งจะไปรีดิวส์ Hg_2Cl_2 ต่อไปทำให้เกิดตะกอนสีเทาของปรอทเกิดขึ้น และอาจจะทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดส์ได้ในการทำไตเตรชันขั้นต่อไป ดังสมการ



2. การไทเทรต Fe(II) ด้วย KMnO_4

Fe (II) ที่ได้ทั้งหมดสามารถทำปฏิกิริยา oxidation-reduction กับ KMnO_4 ได้ตามสมการ



ที่จุดยุติสารละลายจะได้เป็นสีชมพูอย่างถาวร โดยสามารถคำนวณหาปริมาณเหล็กโดยอาศัยมวลสารสัมพันธ์จากปฏิกิริยาข้างบน และ

$$\frac{\text{จำนวนโมลของ Fe}^{2+}}{\text{จำนวนโมลของ MnO}_4^-} = \frac{5}{1}$$

อุปกรณ์

1. ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 ลบ.ซม.
2. Pipette ขนาด 25 ลบ.ซม.
3. Burette
4. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 ลบ.ซม.

สารเคมี

1. สารละลายทิน (II) คลอไรด์ ละลาย 12 กรัมของ $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ใน 100 ลบ.ซม. ของสารละลายกรดเกลือที่เข้มข้นแล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 200 ลบ.ซม. สารละลายนี้ควรเตรียมใหม่ๆ
2. สารละลายเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์เข้มข้น 5 กรัม ต่อ 100 ลบ.ซม. เตรียมได้โดยละลาย 5 กรัมของ HgCl_2 ในน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม.
3. สารละลายซิมเมอร์แมน เรินฮาร์ดต์ (Zimmermann-Reinhardt Solution) เตรียมได้โดยละลาย 50 กรัมของ $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ใน 250 ลบ.ซม. ของน้ำกลั่นในบีกเกอร์ ขนาด 1 ลิตร เติมน้ำ 400 ลบ.ซม. ของ H_2SO_4 เข้มข้น 1:3 ที่เย็นลงไป พร้อมทั้งคนสารละลายเติม 100 ลบ.ซม. ของ H_3PO_4 ที่เข้มข้นร้อยละ 85 ลงไป คนสารละลายให้เข้ากัน
4. สารละลายมาตรฐาน KMnO_4 0.02 M ละลายหนัก 1.6 กรัมในน้ำกลั่น 500 มล. แล้วต้มบน حمامอังไอน้ำที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำให้สารละลายที่ได้เย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง แล้วกรองเอาตะกอนออกด้วยกระดาษกรองวอทแมนเบอร์ 42 หรือ ซินเตอร์กลาส
5. สารละลายตัวอย่างของ $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ ทางห้องปฏิบัติการจะเตรียมให้

วิธีทดลอง

ตอนที่ I หาปริมาณของเหล็กทั้งหมด (total iron) นำสารละลายตัวอย่างมารีดิวส์ด้วย Sn(II) ดังนี้

1. ปิเปตสารละลายตัวอย่าง 25 ลบ.ซม. ใส่ในขวดชมพู่ขนาด 250 ลบ.ซม. แล้วนำไปเติมกรดเกลือที่เข้มข้น 6-8 ลบ.ซม. ลงไปในสารละลาย เขย่าให้ผสมกัน
2. อุ่นสารละลายที่ได้ให้มีอุณหภูมิ 70-90 °C
3. ค่อย ๆ เติมสารละลายทิน (II) คลอไรด์ลงไปทีละหยดจากปิเปต พร้อมทั้งเขย่าสารละลายที่ได้จนสีเหลืองของสารละลายเกือบจางหายไป
4. นำสารละลายทิน (II) คลอไรด์มาใหม่ 1.0 ลบ.ซม. (ใช้เกรดูลูเอตปิเปต) แล้วเจือจางด้วย 4.0 M HCl จนมีปริมาตร 10 ลบ.ซม.
5. นำสารละลายในข้อ 3 มาค่อย ๆ หยดสารละลายทิน (II) คลอไรด์ในข้อ 4 ลงไปจนสารละลายที่ได้เปลี่ยนแปลงเป็นไม่มีสีหรือเป็นสีเขียวย่อมน ๆ แล้วเติมสารละลายทิน(II)คลอไรด์ให้เกินไป 1-2 หยด (อย่าเติมลงไปมาก ๆ มิฉะนั้นจะเกิน และต้องเริ่มทำการทดลองใหม่)
6. ทำสารละลายให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง แล้วเติมสารละลายเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ลงไป 10 ลบ.ซม. จะเกิดตะกอนสีขาวเป็นเงาขึ้น (แต่ถ้าไม่เกิดตะกอนสีขาวขึ้น แสดงว่าเติมสารละลายทิน (II) คลอไรด์น้อยไป ไม่พอเพียงแก่การรีดักชัน หรือถ้าได้ตะกอนที่มีสีเทาแสดงว่าเติมทิน(II)คลอไรด์มากเกินไป ถ้าเกิดเหตุการณ์อย่างใดอย่างหนึ่งทีกล่าวนานี้ ต้องเทสารละลายทิ้งและเริ่มทำการทดลองใหม่)
7. วางสารละลายที่ได้ทิ้งไว้ 2-3 นาที แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 100 ลบ.ซม. ด้วยขวดวัดปริมาตร
8. ปิเปตสารละลาย 25 ลบ.ซม. ลงในขวดชมพู่ จำนวน 3 ใบ นำสารละลายในแต่ละใบที่ได้มาเติมสารละลายซิมเมอร์แมน-เรนฮาร์ด จำนวน 10 ลบ.ซม. ลงไป แล้วนำไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 0.02 M จนได้สารละลายมีสีชมพูอ่อนอย่างถาวร
9. คำนวณความเข้มข้นของ Fe ทั้งหมดในรูปของ Fe(II) ในหน่วยกรัมต่อลิตร

ตอนที่ II การหาปริมาณของ Fe (II) ในสารละลายตัวอย่าง

1. ปิเปตสารละลายตัวอย่างมา 25 ลบ.ซม. ในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. เติม 25 ลบ.ซม. ของสารละลาย 2.0 M H_2SO_4 และ 5 ลบ.ซม. ของสารละลาย H_3PO_4 เข้มข้นร้อยละ 85
2. นำสารละลายที่ได้ไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตจนได้สารละลายที่มีสีชมพูอ่อนอย่างถาวร ทำการทดลอง 3 ครั้ง
3. คำนวณความเข้มข้นของ Fe(II) ในหน่วยหน่วยกรัมต่อลิตร ในสารละลาย

การคำนวณ

จากผลการทดลองข้างบนสองตอน คำนวณหาปริมาณของเหล็กทั้งหมดในรูปของเหล็ก(II) ในหน่วยกรัมต่อลิตร โดยอาศัยมวลสารสัมพันธ์ของปฏิกิริยาในตอนที 1 และหาปริมาณเหล็ก(II)ในสารละลายได้จากตอนที่2 ส่วนปริมาณเหล็ก(III)ในสารละลายได้จากปริมาณเหล็กทั้งหมด -ปริมาณเหล็ก(II)ในสารละลาย



การทดลองที่ 5

การหาความกระด้างของน้ำ (Determination of Water Hardness)

วัตถุประสงค์

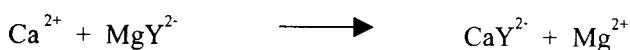
1. ศึกษาปฏิกิริยา Complexometric titration
2. หาความเข้มข้นของ EDTA
3. หาความกระด้างของน้ำในรูปปริมาณ Ca^{2+} และ Mg^{2+} ในน้ำ

หลักการ

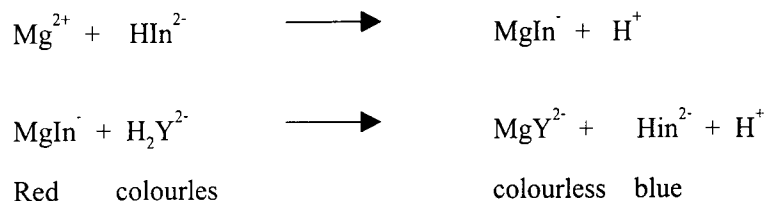
น้ำกระด้าง หมายถึง น้ำที่ประกอบด้วยไอออนของแคลเซียมและแมกนีเซียมละลายอยู่ ซึ่งจะอยู่ในรูปของเกลือไฮโดรเจนคาร์บอเนต ของเกลือคลอไรด์และเกลือซัลเฟต น้ำที่มีเกลือไฮโดรเจนคาร์บอเนตของโลหะทั้งสองละลายอยู่ เมื่อต้มโลหะทั้งสองจะตกตะกอนอยู่ในรูปของ CaCO_3 และ MgCO_3 น้ำที่ได้จึงหายกระด้าง เราเรียกความกระด้างอันเนื่องมาจาก $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ และ $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ นี้ว่า ความกระด้างชั่วคราว (temporary hardness) ส่วนน้ำที่มีเกลือคลอไรด์และเกลือซัลเฟตของแคลเซียมและแมกนีเซียมละลายอยู่ เมื่อเอาน้ำนี้มาต้ม แคลเซียมและแมกนีเซียมจะไม่ตกตะกอนแยกตัวออกจากน้ำ ความกระด้างอันเนื่องมาจากเกลือคลอไรด์และเกลือซัลเฟตนี้เรียกว่า ความกระด้างถาวร (permanent hardness)

การหาความกระด้างของน้ำนั้น เราหาปริมาณของ CaCO_3 ซึ่งมีจำนวนโมลเท่ากับจำนวนโมลของไอออนของโลหะต่างๆ ทั้งหมดที่เป็นสาเหตุแห่งความกระด้างของน้ำนั้น เราจะรายงานเป็นจำนวนมิลลิกรัมของ CaCO_3 ต่อน้ำ 1 ลิตร ค่าที่ได้นี้เป็นค่าที่เรานิยมใช้ในหน่วยของส่วนในล้านส่วน Part per million (ppm) ในการหาปริมาณของแคลเซียมและแมกนีเซียมในน้ำ สามารถทำได้โดยการไตเตรตกับอีดีทีเอ (ethylenr amine tetraacetic acid, EDTA, H_2Y^{2-}) โดยใช้เอริโอโครมแบล็คที่เป็นอินดิเคเตอร์

Titration



End Point



อุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 250 ลบ.ซม.
2. ขวดรูปกรวย (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 ลบ.ซม.
3. ปิเปต (pipette) ขนาด 25 ลบ.ซม.
4. ปิเปต ขนาด 100 ลบ.ซม.
5. บิวเรต (Burette)

สารเคมี

1. สารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.1 M ละลาย 37.2 กรัมของอีดีทีเอ (ethylenediamine tetraacetic acid dihydrate, disodium salt) ในน้ำกลั่น 1 ลิตร
2. สารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.01 M นำสารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.1 M มา 25 ลบ.ซม. ลงในบีกเกอร์ ขนาด 250 ลบ.ซม. แล้วเติม 0.03 กรัมของ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ลงไปจนสารละลายจนของแข็งละลายหมด เติมน้ำ กลั่นลงไปจนสารละลายมีปริมาตร 250 ลบ.ซม. การเติม MgSO_4 ลงไปในสารละลายนี้ก็เพื่อทำให้อินดิเคเตอร์ เอร์โอโครมแบลคที่ทำงานได้ดีขึ้น
3. สารละลายบัฟเฟอร์ pH 10 เตรียมได้โดยผสม 6.8 กรัมของแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) กับ น้ำแอมโมเนียมที่เข้มข้น 57 ลบ.ซม. แล้วเจือจางสารละลายที่ได้ด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 100 ลบ.ซม.
4. อินดิเคเตอร์เอร์โอโครมแบลคที่ (EBT) เตรียมได้โดยละลาย 0.15 กรัมของเอร์โอโครมแบลคที่ชนิดรี เอเจนต์เกรดใน 15 ลบ.ซม. ของไตรเอทานอลามีน (triethanolamine) แล้วเติมเอทานอล 15 ลบ.ซม. เก็บสารละลาย ในขวดสีน้ำตาลที่มีจุกอุดกันสารละลายถูกแสงสว่างโดยตรง
5. แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3) ชนิดรีเอเจนต์เกรด
6. สารละลาย 0.5 M HCl

วิธีทดลอง

แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ตอน

ตอนที่ 1 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของ 0.01 M อีดีทีเอ

1. ชั่งแคลเซียมคาร์บอเนตชนิดรีเอเจนต์เกรดที่อบจนแห้งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนและใกล้เคียงกับ 0.25 กรัม
2. ละลายแคลเซียมคาร์บอเนตที่ชั่งมาในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 ลบ.ซม. ด้วยสารละลาย 0.5 M HCl ให้น้อยที่สุดจนของแข็งละลายหมด เติมน้ำกลั่นจนสารละลายที่ได้มีปริมาตรเป็น 250 ลบ.ซม.
3. ปิเปิดสารละลายในข้อ 2 มา 25 ลบ.ซม. ใส่ลงไปในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH10 จำนวน 5 ลบ.ซม. ลงไป และ 2-3 หยดสารละลายอินดิเคเตอร์เอรีโอโครมแบลคที แล้วนำไปไตเตรตกับสารละลาย 0.01 M อีดีทีเอ จนสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีส้มแดงไปเป็นสีน้ำเงินที่ไม่มีสีแดงปน
4. ทำการทดลองซ้ำอีกครั้ง แล้วคำนวณหาความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลายอีดีทีเอ

ตอนที่ 2 หาความกระด้างของน้ำ

1. ปิเปิดน้ำประปาจากก๊อกน้ำในห้องปฏิบัติการ 100 ลบ.ซม. ลงในขวดรูปกรวย ขนาด 250 ลบ.ซม. เติมสารละลายบัฟเฟอร์ pH10 จำนวน 5 ลบ.ซม. แล้วเติม 5-6 หยด สารละลายอินดิเคเตอร์เอรีโอโครมแบลคที แล้วนำไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานของอีดีทีเอในตอนที่ 1 ทำการทดลองอีกครั้งหนึ่ง แล้วคำนวณหาความกระด้างของน้ำ
2. ทำการทดลองหาความกระด้างของน้ำในสระในแหล่งน้ำธรรมชาติ

หมายเหตุ

ถ้าตัวอย่างน้ำมีไอออนของโลหะอื่นปนอยู่ด้วย เช่น ทองแดง เหล็ก อะลูมิเนียมและแมงกานีส ไอออนเหล่านี้จะรบกวนการหาความกระด้างของน้ำ เนื่องจากจะทำให้การเปลี่ยนแปลงสีของอินดิเคเตอร์ที่จุดยุติมองเห็นได้ยาก ข้อแก้ไขการรบกวนแบบนี้ทำได้โดยการเติมสารละลาย โพแตสเซียมไซยาไนด์ (KCN) และกรดแอสคอร์บิก (ascorbic acid) ลงไป ยกเว้นการรบกวนที่เกิดจากอะลูมิเนียมเท่านั้นที่ต้องแก้ไขโดยการเติมสารละลาย triethanolamine ลงไป

เติม KCN แล. ๑๕๐ ๑๐.๐ มล. ๑

การทดลองที่ 6

การหาปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดโดยวิธี Kjeldahl

(Determination of Total Nitrogen by the Kjeldahl Method)

จุดประสงค์

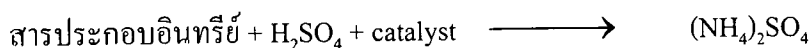
1. ศึกษาการหาไนโตรเจนวิธีของ Kjeldahl
2. หาปริมาณไนโตรเจนในสารตัวอย่าง
3. ศึกษาการไตเตรตแบบย้อนกลับ(back titration)

หลักการ

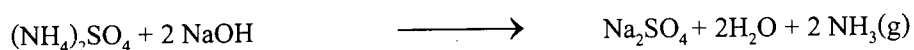
วิธี Kjeldahl เป็นการหาปริมาณของไนโตรเจน (หรือโปรตีน) ในสารตัวอย่าง เช่น เลือดแห้ง นม ไข่ โดยการเปลี่ยนพันธะของไนโตรเจนของสารอินทรีย์หรือสารโมเลกุลใหญ่ให้อยู่ในรูปของ ammonium sulphate โดยนำมาทำการย่อย (digest) กับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น แอมโมเนียไอออนที่เกิดขึ้นจะทำให้มีสภาพเป็นกลางด้วยเบสแก่แล้วกลั่นให้อยู่ในรูปก๊าซแอมโมเนีย แล้วจับก๊าซที่ได้ด้วยกรดบอริก (boric acid) ดังนั้นจึงสามารถหาปริมาณของแอมโมเนียที่เกิดขึ้นได้โดยการไตเตรตกับกรดเกลือที่ทราบความเข้มข้นหรือถ้าหากใช้กรดแก่ที่มากเกินไป เช่น สารละลายกรด HCl มาตรฐานมารองรับ จะทำการไตเตรตแบบย้อนกลับกับสารละลายมาตรฐาน NaOH

วิธีของ Kjeldahl มี 3 ขั้นตอน คือ

1. การย่อย (digestion)

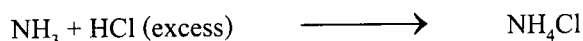


2. การกลั่นแอมโมเนีย (distillation)



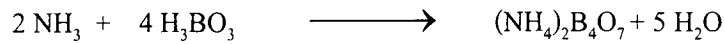
รองรับ NH_3 ที่เกิดขึ้นด้วย

2.1 standard HCl solution



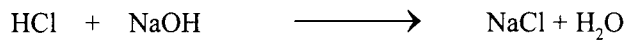
หรือ

2.2 boric acid solution



3. การไทเทรต (titration)

3.1 ถ้าวางรับด้วย standard HCl solution excess ทำการไทเทรตด้วย standard NaOH



3.2 ถ้าวางรับด้วยสารละลายกรดบอริก ทำการไทเทรตด้วย standard HCl



สารเคมี

1. สารตัวอย่าง
2. potassium sulphate
3. copper sulphate
4. H_2SO_4 เข้มข้น
5. สารละลาย NaOH 50%
6. mixed indicator, methylen blue + methyl red : โดยใช้ 0.2% methylene blue ใน alcohol 1 ส่วนผสมกับ 0.2% methyl red ใน alcohol 2 ส่วน
7. สารละลาย boric acid 4 %
8. สารละลายกรดเกลือมาตรฐาน HCl เข้มข้น 0.10 M

อุปกรณ์

1. ขวดชมพู่ (Erlenmeyer flask)
2. ชุคกลั่น
3. บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร
4. กระบอกตวง ขนาด 100 มิลลิลิตร
5. Kjeldahl flask พร้อมเตาให้ความร้อน
6. บีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร และ 500 มิลลิลิตร
7. ตะเกียงบุนนเสน

วิธีทดลอง

ตอนที่ 1 ย่อยสารตัวอย่าง (ต้องทำในตู้ควัน)

1. ชั่งน้ำหนักสารตัวอย่างที่แน่นอน (4 ตำแหน่ง) ประมาณ 0.5 กรัม หรือตามที่อาจารย์สั่งแล้วนำสารตัวอย่างที่ชั่งใส่ลงในขวด Kjeldahl flask
2. เติม K_2SO_4 10 กรัม และ $CuSO_4$ 1 กรัม ลงไปในขวด Kjeldahl
3. เติม H_2SO_4 เพิ่มขึ้นจำนวน 25 มิลลิลิตร และใส่เศษกระเบื้อง (boiling chip) 2-3 ชิ้น
4. ตั้ง Kjeldahl flask บนเตาซึ่งอยู่ในตู้ควัน
5. ย่อยสารละลายตัวอย่างจนกระทั่งใส ซึ่งใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง ในระหว่างที่รอการย่อยนี้ให้เตรียมจัดตั้งชุดกลั่น (ดังรูป) ให้เรียบร้อย หรือใช้เครื่องกลั่นแบบไอน้ำเอนกประสงค์(ตามที่อาจารย์กำหนด)
6. ตั้งทิ้งสารละลายใส่ที่ได้ให้เย็น

ตอนที่ 2 กลั่นและหาปริมาณแอมโมเนีย(โดยการใช้ชุดกลั่นเครื่องแก้ว)

1. นำขวดสำหรับกลั่นมาบรรจุน้ำกลั่น 200 ml ค่อย ๆ เทสารละลายที่ได้จากการย่อยในข้อ 6 ตอนที่ 1 ลงในขวด กลั่น ล้างขวด Kjeldahl ด้วยน้ำกลั่นแล้วเทลงไปในขวดกลั่น เติมเศษกระเบื้อง ใส่กระดาษลิตมัสสีแดงชิ้นเล็ก ๆ ลงไปในขวด
2. ใช้สารละลายกรดบอริก 4% จำนวน 50 มิลลิลิตร ใส่ขวดชมพูสำหรับจับแอมโมเนีย (NH_3) ที่เกิดขึ้น และหยด mixed indicator ลงไป 2-3 หยดเติม แล้วนำไปวางที่ปลายทางออกของ condenser ต้องให้ปลายของ condenser จุ่มอยู่ใต้ผิวของสารละลายกรดบอริกตลอดเวลา
3. เติมสารละลาย NaOH 50% ประมาณ 75 มิลลิลิตร ลงในขวดสารละลายที่จะกลั่นซึ่งได้จากข้อ 1 อย่างช้าๆและระมัดระวัง(เนื่องจากจะเกิดปฏิกิริยาและมีความร้อนเกิดขึ้น) และรีบปิดจุกอย่างรวดเร็ว
4. กลั่นทันทีหลังจากเติมสารละลาย NaOH เพียงพอซึ่งสังเกตได้จากสีของกระดาษลิตมัสเริ่มเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน
5. ทำการกลั่นสารละลายประมาณครึ่งชั่วโมง จะสังเกตได้จากสีของ indicator เปลี่ยนจากสีม่วงไปเป็นสีเขียว และทำการกลั่นต่อไปจนกว่าสารละลายที่ได้จากการกลั่นไม่เปลี่ยนสีของกระดาษลิตมัสสีแดง
6. นำสารละลายกรดบอริกที่จับแอมโมเนียไว้มาไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน 0.1M HCl จนกระทั่ง indicator เปลี่ยนสีจากเขียวเป็นสีม่วง
7. ทำ blank โดยการใช้น้ำกลั่นปริมาตรเท่ากับสารละลายของแอมโมเนียในกรดบอริก
8. คำนวณหาปริมาณของไนโตรเจน

หมายเหตุ ถ้าใช้เครื่องกลั่นไอน้ำเอนกประสงค์ให้อ่านคู่มือการใช้เครื่องก่อนเสมอ

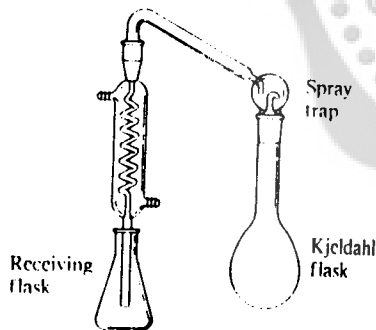
การคำนวณ

ในกรณีที่รองรับด้วยสารละลายกรดบอริก จะสามารถหาปริมาณของไนโตรเจนได้โดย

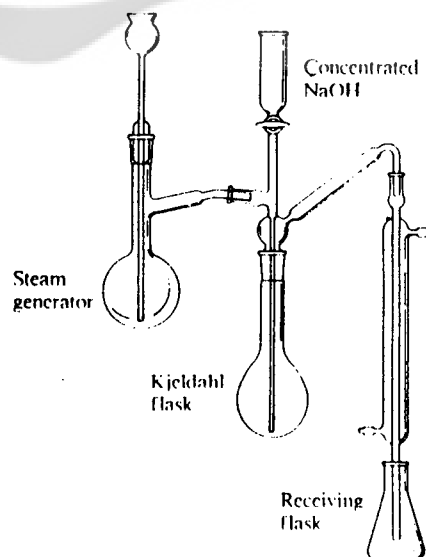
$$\% \text{ Nitrogen} = \frac{(V_2 - V_1) \times N \times 14 \times 100}{W}$$

- เมื่อ W = น้ำหนักของสารตัวอย่าง หน่วยเป็น มิลลิกรัม
 V_2 = ปริมาตรของสารละลายกรดเกลือมาตรฐานที่ใช้ไตเตรตกับสารละลายสารตัวอย่าง หน่วยเป็น มิลลิลิตร
 V_1 = ปริมาตรของสารละลายกรดเกลือมาตรฐานที่ใช้ไตเตรตกับ blank หน่วยเป็น มิลลิลิตร
 N = ความเข้มข้นกรดเกลือมาตรฐาน (N)

เปอร์เซ็นต์ของโปรตีนสามารถคำนวณได้โดยคูณเปอร์เซ็นต์ของไนโตรเจนด้วย 5.70 สำหรับ ธัญพืช 6.25 สำหรับเนื้อสัตว์ และ 6.38 สำหรับผลิตภัณฑ์นม



ชุดเครื่องแก้วสำหรับกลั่นแอมโมเนียแบบตรง



ชุดเครื่องแก้วสำหรับกลั่นแอมโมเนียโดยใช้ไอน้ำ

การทดลองที่ 7

การวิเคราะห์หาค่า COD

(Determination of Chemical Oxygen Demand)

จุดประสงค์

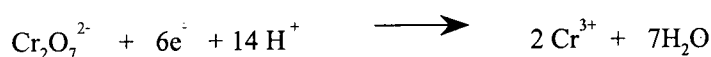
1. เพื่อให้รู้จักวิธีและเทคนิคการ reflux
2. เพื่อให้รู้จักวิธีการหาค่า COD ในน้ำเสียโดย Open Reflux Method
3. เพื่อให้ทราบวิธีการทำ back titration

หลักการ

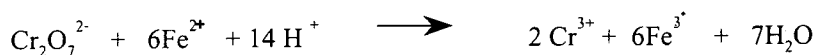
ความสกปรกของน้ำทั้งจากอาคารบ้านเรือนและโรงงานอาจบอกได้จากค่า COD (chemical oxygen demand) ซึ่งเป็นปริมาณออกซิเจนทั้งหมดที่ต้องการใช้ในปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารอินทรีย์ที่มีอยู่ในน้ำให้กลายเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ โดยอาศัยหลักการที่ว่าสารอินทรีย์เกือบทั้งหมดสามารถถูกออกซิไดซ์โดยตัวเติมออกซิเจนอย่างแรงภายใต้สภาวะที่เป็นกรด



จากปริมาณตัวออกซิเจนที่ใช้ในปฏิกิริยา จะสามารถคำนวณหาปริมาณออกซิเจนที่ต้องการใช้ได้ ตัวเติมออกซิเจนที่ใช้ในการหาค่า COD ของน้ำมีอยู่หลายตัว เช่น potassium permanganate, potassium iodide, potassium dichromate สำหรับการทดลองครั้งนี้จะใช้ potassium dichromate โดยในการทดลองจะเติม potassium dichromate ลงไปมากเกินไป ซึ่ง dichromate ion จะถูก reduced ไปเป็น Cr^{3+} ตามสมการ



ปริมาณของ potassium dichromate ที่เหลือจะหาได้โดยการไทเทรตย้อนกลับ (back titration) กับสารละลายมาตรฐานของ ferrous โดยมี ferroin เป็น redox indicator ตามสมการ



ในการวิเคราะห์ค่าซีโอดีจะมีสารสอดแทรก (Interference) ที่สำคัญคือ คลอไรด์ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องแก้ไขโดยการใส่สารเคมีที่สามารถเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อน เช่น เมอร์คิวริกซัลเฟต (HgSO_4) ลงไปตอนรีฟลักซ์ เพื่อจะไปจับอออนคลอไรด์ (Cl^-) ให้อยู่ในรูปของเมอร์คิวริกคลอไรด์คอมเพล็กซ์

สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต (Standard potassium dichromate solution) เข้มข้น 0.04167 โมลาร์ หรือ 0.2500 N : ละลายโพแทสเซียมไดโครเมต (สารมาตรฐานปฐมภูมิ) หนัก 12.259 กรัม (ซึ่งอบให้แห้งที่ อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) ลงในน้ำกลั่นปริมาณเล็กน้อยจนสารละลายหมดแล้ว ทำให้เจือจางเป็น 1,000 ลบ.ซม. หรือ

สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต 0.0166 mol/L : ละลาย 4.9031 กรัม $K_2Cr_2O_7$ ซึ่งอบแห้งที่ 105°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงแล้วในน้ำกลั่นและทำปริมาตรให้ครบ 1 ลิตร ในขวดวัดปริมาตร

2. สารละลายกรดซัลฟิวริกเอเจนต์ : ละลายซิลเวอร์ซัลเฟต (Ag_2SO_4) 22.0 กรัม ลงในกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 2.5 ลิตร (มีน้ำหนัก 4.0 กิโลกรัม) โดยค่อยๆเติมทีละน้อยๆจนกว่าละลายหมด ต้องใช้เวลาในการละลาย 1-2 วัน

3. สารละลายมาตรฐานไอร์ออน(II)แอมโมเนียมซัลเฟตไทแทนท์ (standard ferrous ammonium sulfate, FAS, titrant) เข้มข้นประมาณ 0.25 โมล / ลูกบาศก์เดซิเมตร : ละลายไอร์ออน (III) แอมโมเนียซัลเฟต $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ ชนิด เออาร์ (analytical reagent grade crystals, MW = 392.14) จำนวน 98 กรัมในน้ำกลั่นเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 20 ลบ. ซม. ทำให้เย็นแล้วเจือจางเป็น 1,000 ลบ.ซม. สารละลายนี้จะต้องนำมาหาความเข้มข้นที่แน่นอน ด้วยสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมต

4. สารละลาย H_2SO_4 (1:1)

5. สารละลายเฟอร์โรอินอินดิเคเตอร์ (Ferroin indicator Solution) ละลาย 1,10- ฟีนันโทรลีนโมโนไฮเดรต [1,10-phenanthroline monohydrate ($C_{12}H_8H_2 \cdot N_2 \cdot C$)] 1.485 กรัมและไอร์ออน(II) ซัลเฟตเฮปตาไฮเดรต ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) 0.695 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วทำให้เจือจางเป็น 100 ลบ.ซม.

7. เมอร์คิวรี(II)ซัลเฟต ($HgSO_4$)

8. กรดซัลฟามิก ชนิดเออาร์ (Sulfamic acid, analytical grade) ใช้เพื่อกำจัดไนไตรต์ (nitrite) เนื่องจากไนไตรต์ในไตรเจน (nitrite nitrogen) จะมีค่าซีโอดี 1.1 มก. ดังนั้นจึงควรเติมกรดซัลฟามิกจำนวน 10 มก. ต่อ 1 มก. ของไนไตรต์ในไตรเจนที่มีอยู่ในขวดรีฟลักซ์ เพื่อความสะดวกอาจเติมกรดซัลฟามิกจำนวน 0.12 กรัมลงในสารละลายไดโครเมตจำนวน 1000 ลบ.ซม. จะสามารถกำจัดไนไตรต์ที่มีอยู่ในตัวอย่างจำนวน 20 มก./ลบ.คม. ในกรณีที่มีความเข้มข้นของไนไตรต์ในไตรเจนมากกว่า 6 มก./ลบ. คม. จะต้องทำให้ตัวอย่างเจือจางก่อน

อุปกรณ์

1. เครื่องมือที่ใช้ในชุดการรีฟลักซ์ (reflux apparatus) ประกอบด้วย
 - 1.1. ขวด Erlenmayer Flask ขนาดบรรจุ 250 ลบ.ซม. หรือขวดกลมก้นแบน (flat-bottom flask) ชนิดที่มีปากกรวยที่ยึดด้านในขนาด 24 / 40
 - 1.2. เครื่องควบแน่น (Condenser) ซึ่งมีแจ็คเก็ต (jacket) ขนาด 300 มิลลิเมตร มีกรวยที่ยึดด้านนอก ขนาด 24 / 40
 - 1.3. เตาชนิด hot plate หรือ heating mantle ซึ่งสามารถให้กำลังไฟฟ้าอย่างน้อย
- 1.4. วัดต์ / ตารางเซนติเมตร ที่ผิวหน้าเตา
2. ขวดวัด ปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 1 ลิตร
3. ปิเปตขนาด 5 และ 10 ลบ.ซม.
4. กระบอกตวงขนาด 100 ลบ.ซม.
5. บิวเรตขนาด 50 ลบ.ซม.
6. ขวดชมพู ขนาด 250 ลบ.ซม.

ตอนที่ 1 การหาความเข้มข้นสารละลายไอออน (II) แอมโมเนียซัลเฟตไทเตรนท์

การทดลอง

ปิเปตสารละลายมาตรฐานโปแทสเซียมไดโครเมต 10.00 ลบ. ซม. มาเติมน้ำ 90. ลบ. ซม. เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้นจำนวน 30 ลบ.ซม. ทิ้งให้เย็นแล้วนำมาไทเทรตกับไอออน(II) แอมโมเนียซัลเฟตโดยใช้เฟอร์โรอิน (ferroin) จำนวน 2-3 หยด เป็นอินดิเคเตอร์ จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจากสีเขียวแกมเหลืองเป็นสีน้ำตาลแดง แล้วคำนวณความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไอออน (II) แอมโมเนียซัลเฟต(FAS)เป็น

$$\text{ความเข้มข้น FAS (โมล / ลบ.ดม.)} = \frac{(\text{ลบ. ซม. } 0.0417 \text{ M K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \times 0.25}{\text{ลบ. ซม. Fe (NH}_4)_2(\text{SO}_4)}$$

ตอนที่ 2 การวิเคราะห์หาค่า COD

การทดลอง

1. ใส่เมอร์คิวรี (II) ซัลเฟต (HgSO_4) ประมาณ 0.4 กรัมลงในขวดรีฟลักซ์ เติมตัวอย่างน้ำ หรือตัวอย่างน้ำที่เจือจางแล้วลงไป 20.00 ลบ.ซม. เขย่าให้เข้ากันจนละลาย(การใช้เมอร์คิวรี (II) ซัลเฟตเพื่อกำจัด Cl^- โดยอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ $\text{HgSO}_4:\text{Cl}^-$ เป็น 10:1 และถ้ามีตะกอนเกิดขึ้นเล็กน้อยหลังจากเติมเมอร์คิวรี(II) ซัลเฟตลงไปแล้ว ก็ไม่มีผลกระทบกระเทือนต่อการวิเคราะห์แต่อย่างใด)

2. เติมสารละลายมาตรฐานโปแทสเซียมไดโครเมตจำนวน 10.00 ลบ.ซม. แล้วค่อยๆเติมสารละลายกรดซัลฟิวริกรีเอเจนต์ จำนวน 30.00 ลบ.ซม. ลงไป

3. ใส่ลูกแก้ว (glass beads) ลงไป 5-6 เม็ดเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการเดือดอย่างรุนแรง ก่อนที่จะทำการรีฟลักซ์จะต้องผสมสารละลายในขวดให้เข้ากันเสียก่อน มิฉะนั้นเมื่อสารละลายในส่วนก้นขวดเริ่มร้อนอาจทำให้ส่วนผสมพุ่งออกจากเครื่องควบแน่น

4. นำขวดรีฟลักซ์ต่อเข้ากับเครื่องควบแน่น ใช้บีกเกอร์ขนาดเล็กปิดปลายด้านเปิดของเครื่องควบแน่นเพื่อป้องกันสารต่างๆจากภายนอกหลุดเข้าไป แล้วรีฟลักซ์หรือต้มให้เดือดเป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นล้างเครื่องควบแน่นด้วยน้ำกลั่นก่อนที่จะถอดเครื่องควบแน่นออกจากขวดรีฟลักซ์

5. ทำส่วนผสมที่ได้ในข้อ 4. ให้เจือจางลงด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตรประมาณ 150 ลบ.ซม. ทำให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้องแล้วจึงไตเตรตหาปริมาณของไดโครเมตที่มากเกินไปด้วยสารละลายมาตรฐานไอโอรอน (II)แอมโมเนียซัลเฟต (FAS) โดยใช้เฟอร์ไรอินเป็นอินดิเคเตอร์ ซึ่งโดยทั่วไปใช้ประมาณ 2-3 หยด การเปลี่ยนสีของส่วนผสมเมื่อถึงจุดยุติจะเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเขียวไปเป็นสีน้ำตาลแดง ควรจะใช้เมื่อตอนที่สีเริ่มเปลี่ยนไปเป็นสีน้ำตาลแดงทันที ถึงแม้ว่าเมื่อตั้งทิ้งไว้สักครู่หนึ่งสีนั้นอาจเปลี่ยนกลับไปเป็นสีน้ำเงินเขียวใหม่ก็ตาม

6. การทำแบบลค์ควรทำไปพร้อมกับตัวอย่าง ใช้น้ำกลั่น 20.00 ลบ. ซม. แทนตัวอย่างน้ำดื่มรีเอเจนต์ต่าง ๆ ที่ใช้ และทำการรีฟลักซ์เช่นเดียวกันกับตัวอย่างทุกประการ

ในกรณีที่ใช้ปริมาณของตัวอย่างต่าง ๆ กัน อัตราส่วนของสารละลายอื่น ๆ จะต้องเปลี่ยนแปลงด้วยดังแสดงไว้ในตารางดังต่อไปนี้

Sample Size, (ml)	0.0417 M std. Dichromate, (ml)	Conc. H ₂ SO ₄ with Ag ₂ SO ₄ (ml)	HgSO ₄ (g)	Molarity of Fe (NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂	Final Vol. before Titration (ml)
10	5	15	0.2	0.05	70
20	15	30	0.4	0.10	140
30	15	45	0.6	0.15	210
40	20	60	0.8	0.20	280
50	25	75	1.0	0.25	350

จาก standard Methods for the Examination of Water and wastewater, 15th, edition, 1980

การคำนวณ

$$\text{ซีไอดี (มิลลิกรัม O}_2\text{ / ลูกบาศก์เดซิเมตร)} = \frac{(A - B) M \times 8,000}{\text{ปริมาตรของน้ำตัวอย่าง(ลบ.ซม.)}}$$

เมื่อ

A = ปริมาตรสารละลายไอร์ออน(II)แอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ไตเตรตสำหรับแบลงค์(ลบ.ซม.)

B = ปริมาตรสารละลายไอร์ออน (II)แอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ไตเตรตสำหรับตัวอย่างน้ำ(ลบ.ซม.)

M = โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ไอร์ออน (II)แอมโมเนียมซัลเฟต

8000 = มิลลิสมมูลย์ของออกซิเจน x 1000 มล./ลิตร



การทดลองที่ 8

การหาปริมาณออกซิเจนในน้ำและค่าบีโอดี

(Determination of Dissolved Oxygen and Biochemical Oxygen Demand)

วัตถุประสงค์

1. เพื่อให้เข้าใจความหมายและความสำคัญของออกซิเจนที่ละลายในน้ำธรรมชาติ
2. เพื่อทดลองหาค่าออกซิเจนที่ละลายน้ำ โดยวิธี Azide Modification of Iodometric Method

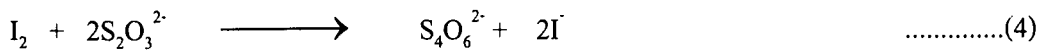
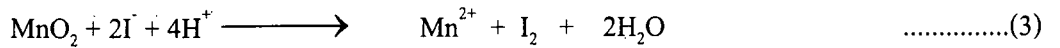
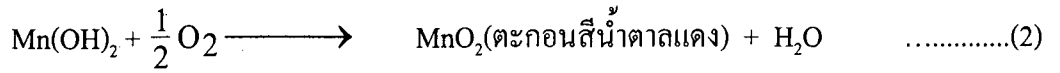
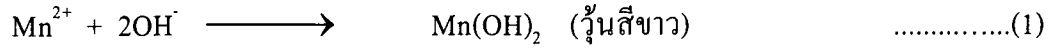
ตอนที่ 1. การหาปริมาณออกซิเจนในน้ำ

หลักการ

ปริมาณออกซิเจนในน้ำมีความสำคัญมากต่อพืชและสัตว์น้ำมาก ถ้าน้ำสกปรกจะทำให้ปริมาณออกซิเจนในน้ำมีน้อย สัตว์และพืชน้ำจะมีชีวิตอยู่ไม่ได้ พืชและสัตว์น้ำมีความต้องการปริมาณออกซิเจนในน้ำอย่างต่ำ 5 ppm ถ้าปราศจากออกซิเจน น้ำนั้นจะเกิดสภาพ anaerobic คือแบคทีเรียในน้ำจะเผาผลาญอาหารโดยใช้ออกซิเจนจากสารประกอบที่มีออกซิเจนอยู่ เช่น จากอนุมูลซัลเฟต (SO_4^{2-}) ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ก๊าซไฮโดรเจนซัลไฟด์ (hydrogen sulfide, H_2S) เกิดขึ้น ซึ่งเป็นต้นเหตุทำให้น้ำมีกลิ่นและสีดำเพราะซัลไฟด์ไอออน (sulfide ion, S^{2-}) ทำปฏิกิริยากับโลหะหนักในน้ำเกิดเป็นสารประกอบโลหะซัลไฟด์มีสีดำ ปริมาณออกซิเจนในน้ำ(dissolved oxygen, DO) จะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับองค์ประกอบหลายประการ เช่น อุณหภูมิ ความดัน และปริมาณเกลือแร่ที่ละลายอยู่ในน้ำนั้น ถ้าอุณหภูมิสูง ความดันต่ำ และปริมาณเกลือแร่มากจะทำให้มีปริมาณออกซิเจนในน้ำน้อย พบว่าถ้าที่อุณหภูมิ 30°C ความดัน 1 บรรยากาศ และความเข้มข้นของเกลือคลอไรด์ (chloride) 0 มิลลิกรัม/ลิตร น้ำนั้นจะมีปริมาณออกซิเจนได้สูงสุด 7.6 มิลลิกรัม/ลิตร

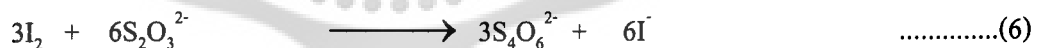
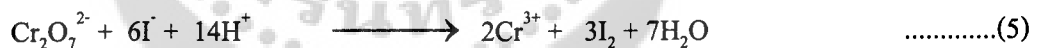
การวิเคราะห์หาปริมาณออกซิเจนในน้ำมีหลายวิธี วิธีที่นิสิตจะได้ทดลองนี้เรียกว่า วิธี Azide Modification of Iodometric Method ทำการวิเคราะห์โดยนำน้ำตัวอย่างมาเติมสารละลายแมงกานีสซัลเฟต (MnSO_4) และสารละลายอัลคาไลด์ ไอโอไดด์เอไซด์ (alkaline iodide azide) แมงกานีสไอออน (Mn^{2+}) จะทำปฏิกิริยากับเบสเกิดแมงกานีสไฮดรอกไซด์ $\text{Mn}(\text{OH})_2$ ซึ่งเป็นฐานสีขาวที่สามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่อยู่ในน้ำเกิดเป็นตะกอนสีน้ำตาลแดงของแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) เมื่อปฏิกิริยาเปลี่ยนออกซิเจนในน้ำเป็น MnO_2 โดยสมบูรณ์แล้วจะมีการเติมกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) เข้มข้นลงไป เพื่อให้ MnO_2 ละลายและเข้าทำปฏิกิริยากับไอโอไดด์ไอออน (I^-) ในสถานะที่เป็นกรด จะได้ไอโอดีน (iodine, I_2) เมื่อนำสารละลายไอโอดีนที่ได้ไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต (sodium thiosulfate, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) โดยใช้แป้งเป็นอิน

ดิเคเตอร์ (indicator) จะทราบปริมาณไอโอดีนที่เกิดขึ้นซึ่งก็จะคำนวณหาปริมาณออกซิเจนในน้ำได้ สมการแสดงปฏิกิริยาสำคัญในการวิเคราะห์โดยวิธีนี้มีดังนี้



จากสมการ (1) ถึง (4) จะได้ว่า 4 โมลของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ สมมูลกับ 1 โมลของปริมาณออกซิเจนในน้ำ เมื่อหยดน้ำแป้งลงในสารละลาย I_2 สารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงิน อันเป็นสีของสารประกอบเชิงซ้อนของแป้งและ I_2 ดังนั้นจุดยุติของการไตเตรทระหว่างสารละลาย I_2 กับสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เมื่อใช้น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์ คือจุดที่สารละลายเปลี่ยนสีจากน้ำเงินเป็นไม่มีสี ซึ่งเป็นสีของสารละลาย I^-

เนื่องจากสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เป็นสารละลายมาตรฐานทุติยภูมิ ก่อนนำไปใช้ต้องทำการเทียบมาตรฐานเพื่อให้ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนก่อน วิธีเทียบมาตรฐานทำได้โดยนำไปทำไตเตรทกับสารละลาย I_2 ที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารละลายมาตรฐานปฐมภูมิโพแทสเซียมไดโครเมต (potassium dichromate, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) กับสารละลาย I^- ที่มากเกินไปในภาวะที่เป็นกรด โดยใช้น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์ สมการแสดงปฏิกิริยาสำคัญที่เกี่ยวข้องมีดังนี้



จากสมการ (5) และ (6) จะได้ว่า 6 โมลของ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ สมมูลกับ 3 โมลของ I_2 และสมมูลกับ 1 โมลของ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

สารเคมี

1. สารละลาย MnSO_4 : ละลาย $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 480 กรัม หรือ $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 400 กรัม หรือ $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 364 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 1 ลิตร
2. สารละลาย alkalide iodide azide : ละลาย NaOH 500 กรัม NaI 135 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 1 ลิตร แล้วเติมสารละลายของ NaN_3 10 กรัม ที่ละลายในน้ำกลั่น 40 ลบ.ซม.

3. น้ำแป้ง : ละลายแป้งมัน 5 กรัมในน้ำกลั่น 50 ลบ.ซม. ค่อย ๆ เทลงในน้ำกลั่นที่ต้มจนเดือด ประมาณ 300 ลบ.ซม. กวนจนเป็นเนื้อเดียวกัน เติมน้ำจนมีปริมาตรเป็น 1 ลิตร แล้วปล่อยให้เดือดอีกประมาณ 5 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น เติมกรดซาลิไซลิก 1.25 กรัม หรือ ทอลูอิน (toluene) 2-3 หยด ในสารละลายน้ำแป้ง เพื่อกันบูด

4. สารละลายมาตรฐาน $0.025M Na_2S_2O_3$: ละลาย $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ หนัก 6.205 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มจนเดือดใหม่ ๆ และปล่อยให้เย็นแล้วเติมจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร สารละลายสามารถเก็บรักษาให้คงสภาพ ได้โดยเติม NaOH 0.4 กรัมต่อลิตร สารละลายนี้ 1. ลบ.ซม. จะมีค่าเท่ากับปริมาณออกซิเจนในน้ำ 0.2 มิลลิกรัม

5. สารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$: ละลาย $K_2Cr_2O_7$ ที่อบแห้งแล้ว 1.226 กรัม ละลายในน้ำกลั่น และเติมน้ำกลั่นจนมีปริมาตรเป็น 1 ลิตร

อุปกรณ์

- | | |
|--------------------------------|-------|
| 1. ขวดหา BOD (winkler bottle) | 3 ใบ |
| 2. บิวเรต ขนาด 50 ลบ.ซม. | 1 อัน |
| 3. ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 ลบ.ซม. | 3 ใบ |
| 4. ปิเปต ขนาด 50 ลบ.ซม. | 1 อัน |
| 5. ปิเปต ขนาด 10 ลบ.ซม. | 1 อัน |
| 6. บีกเกอร์ ขนาด 250 ลบ.ซม. | 1 ใบ |

วิธีการทดลอง

ตอน ก-1. การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย $Na_2S_2O_3$

1. แบ่งสารละลาย $Na_2S_2O_3$ จำนวน 150 ลบ.ซม. ลงในบีกเกอร์
2. ล้างบิวเรตให้สะอาด แล้วกลั้วด้วยสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ปริมาณเล็กน้อย
3. เติมสารละลาย $Na_2S_2O_3$ ในบิวเรต อ่านและบันทึกปริมาตรเริ่มต้น
4. ละลาย KI ประมาณ 0.5 กรัม ในขวดรูปชมพู่ด้วยน้ำกลั่นประมาณ 25-40 ลบ.ซม.
5. เติม H_2SO_4 (1:9) 2.5 ลบ.ซม.
6. ใช้ปิเปตดูดสารละลายมาตรฐาน $K_2Cr_2O_7$ 5 ลบ.ซม ใส่ในขวดรูปชมพู่
7. ตั้งไว้ในที่มืด 5 นาที
8. ไทเตรตสารละลาย I_2 ที่เกิดขึ้นด้วยสารละลาย $Na_2S_2O_3$ จะได้สารละลายสีเหลืองอ่อน
9. เติมน้ำแป้ง 20-25 หยด สารละลายจะมีสีน้ำเงิน
10. ไทเตรตต่อจนสารละลายเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเป็นไม่มีสี บันทึกปริมาตรสุดท้าย
11. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 4-10
12. คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย $Na_2S_2O_3$ จากข้อมูลการไทเตรต

ตอน ก-2. การหาปริมาณออกซิเจนในน้ำตัวอย่าง

1. บรรจุน้ำตัวอย่างในขวดหา BOD อย่าให้มีฟองอากาศ ปิดจุก อย่าให้เหลือที่ว่างได้จุกขวด
2. ใช้ปิเปตดูดสารละลาย MnSO_4 2 ลบ.ซม. ลงในน้ำตัวอย่าง โดยให้ปลายปิเปตจุ่มจนเกือบถึงก้นขวดหา BOD จึงค่อย ๆ ค้างปิเปตขึ้นมา
3. เติมสารละลาย alkaline iodide azide 2 ลบ.ซม. ตามลงไปทันทีด้วยวิธีเดียวกัน ปิดจุกขวดหา BOD ทันที และต้องระวังอย่าให้มีฟองอากาศติดอยู่ในขวด
4. จับขวดคว่ำแล้วเขย่าแบบพลิกมือให้ขวดตั้งขึ้น และคว่ำลงสลับกันอย่างน้อย 15 ครั้ง จึงตั้งทิ้งไว้ให้ตะกอนที่เกิดขึ้นนอนก้น
5. รอนจนได้น้ำใสส่วนบนประมาณ 100 ลบ.ซม. เปิดจุกแล้วใช้ปิเปตดูด conc- H_2SO_4 2 ลบ.ซม. ลงในขวดหา BOD โดยให้กรดไหลลงไปตามคอขวด (หมายเหตุ ห้ามใช้กรด H_2SO_4 1:9)
6. ปิดจุก เขย่า จนตะกอนละลายหมด
7. ใช้ปิเปตดูดสารละลายที่ได้ 100 ลบ.ซม. ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ลบ.ซม. (ปริมาตรนี้จะแทนน้ำตัวอย่างจริง ๆ 98.7 ลบ.ซม.)
8. ไตเตรทกับสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ จนได้สีเหลืองอ่อน
9. เติมน้ำแ่ง 1 ลบ.ซม. สารละลายจะมีสีน้ำเงิน
10. ไตเตรทต่อจนกระทั่งสีน้ำเงินหายไป
11. ทำการทดสอบซ้ำตั้งแต่ข้อ 2.7-2.10
12. คำนวณปริมาณออกซิเจนในน้ำ จากข้อมูลการไตเตรท

ตอนที่ ข. วิเคราะห์หาค่าบีโอดี (Biochemical Oxygen Demand, BOD)

หลักการ

การวิเคราะห์หาค่าบีโอดี เป็นการวิเคราะห์เพื่อจะทราบถึงปริมาณความสกปรกของน้ำ เช่นในแม่น้ำ ลำคลอง น้ำทิ้งจากอาคารบ้านเรือน และโรงงานอุตสาหกรรม เป็นต้น เพื่อออกแบบระบบบำบัดควบคุมคุณภาพน้ำทิ้งและประสิทธิภาพของระบบนั้นๆ โดยคิดเปรียบเทียบในรูปของปริมาณออกซิเจนที่จุลินทรีย์ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ การวิเคราะห์หาค่าบีโอดีโดยทั่วไปเป็นการวัดปริมาณออกซิเจนที่ถูกใช้หมดไปในเวลา 5 วันในตู้ควบคุมอุณหภูมิ ที่ 20°C

เนื่องจากออกซิเจนในอากาศสามารถละลายน้ำได้ในจำนวนจำกัด คือประมาณ 9 มก. / ลบ.ดม. ในน้ำบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 20°C ดังนั้นในน้ำเสียซึ่งมีความสกปรกมากจำเป็นจะต้องทำให้ปริมาณความสกปรกเจือจางลงอยู่ในระดับซึ่งสมดุลพอดีกับปริมาณออกซิเจนที่มีอยู่ การวิเคราะห์นี้เกี่ยวข้องกับจุลินทรีย์ในน้ำ จึง

จำเป็นต้องทำให้มีสภาพที่เหมาะสมสำหรับการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ กล่าวคือไม่มีสารพิษในน้ำแต่มีอาหารเสริมเพียงพอสำหรับจุลินทรีย์ เช่น ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส เป็นต้น นอกจากนี้การย่อยสลายสารอินทรีย์ให้เป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำกระทำโดยจุลินทรีย์ หลายชนิด จึงจำเป็นต้องมีปริมาณจุลินทรีย์ชนิดต่าง ๆ เหล่านี้เพียงพอยูในตัวอย่างน้ำซึ่งทำการวิเคราะห์(ถ้าไม่มีหรือมีปริมาณน้อยไปควรเติมจุลินทรีย์ซึ่งเรียกว่า หัวเชื้อ : Seed ลงไป)

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ขวดอินคิวเบท (Incubation battles) หรือขวดบีโอดี (BOD) ขนาด 300 ลบ.ซม. ซึ่งมีจุกปิดเป็นจุกแก้วปิดสนิท
2. ตู้อินคิวเบท (Incubator) ปรับอุณหภูมิได้เองโดยอัตโนมัติ ที่ $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ และต้องเป็นตู้ซึ่งสามารถป้องกันไม่ให้แสงผ่านเข้าไปได้
3. บิวเรต ขนาด 25 ลบ.ซม.
4. ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ลบ. ซม.
5. กระบอกตวงขนาด 1,000 ลบ.ซม.

สารเคมี

1. น้ำกลั่น
2. สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ : ละลายโปแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) 8.5 กรัม ไดโปแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) 21.75 กรัม โซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเฮปตาไฮเดรต (Na_2HPO_4) 33.4 กรัม และแอมโมเนียมคลอไรด์ (NH_4Cl) 1.7 กรัม ในน้ำกลั่น 500 ลบ.ซม. แล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 ลบ.ซม. สารละลายนี้จะมีค่า pH เท่ากับ 7.2
3. สารละลายแมกนีเซียมซัลเฟต : ละลายแมกนีเซียมซัลเฟตเฮปตาไฮเดรต ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 22.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 ลบ.ซม.
4. สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ : ละลายแอนไฮดรัสแคลเซียมคลอไรด์ (anhydrous CaCl_2) 27.5 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วทำให้เจือจาง เป็น 1,000 ลบ.ซม.
5. สารละลายไอรอน (III) คลอไรด์ : ละลายไอรอน (III) คลอไรด์เฮกซาไฮเดรต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.25 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วทำให้เจือจางเป็น 1,000 ลบ.ซม.
6. สารละลายกรด H_2SO_4 1 M และ NaOH 1 M ใช้สำหรับปรับตัวอย่างน้ำที่เป็นกรดและด่างให้เป็นกลางก่อนที่จะนำมาวิเคราะห์
7. สารละลายแมงกานีสซัลเฟต
8. สารละลายอัลคาไลไอโอไดด์เอไซด์ (alkali-iodide-azide reagent)
9. กรดกำมะถันเข้มข้น
10. น้ำเป้ง

11. สารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.0021 M (ดูวิธีเตรียมในตอนที่ 1)
12. สารละลายโซเดียมซัลไฟด์ 0.025 M :

วิธีทดลอง

1. การเตรียมตัวอย่างน้ำก่อนการวิเคราะห์ (pretreatment)

1.1 ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำไม่เป็นกลางจะต้องทำให้มีค่าพีเอช 6.5 -7.5 โดยใช้ H_2SO_4 หรือ Na OH ปรับ

1.2 ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมีคลอรีนตกค้างจะต้องกำจัดออกก่อน

1.2.1 โดยนำตัวอย่างน้ำมาในปริมาณที่เหมาะสม(ระหว่าง 100– 1,000 ลบ.ซม.) ต้องเติมกรดอะซิติก (1+1) หรือกรดกำมะถัน (H_2SO_4 (1+50)) 10 ลบ.ซม.

1.2.2 เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 10 ลบ.ซม. (เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 10 กรัมในน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม.) แล้วไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมซัลไฟด์ 0.025 M โดยใช้ น้ำแป้งไอโอไดด์เป็นอินดิเคเตอร์ จากนั้นก็จะทราบปริมาณของโซเดียมซัลไฟด์ที่ใช้เติมลงไป ในตัวอย่าง หลังจากเติมสารละลายโซเดียมซัลไฟด์ตามปริมาณที่คำนวณได้ลงในตัวอย่างแล้วควรรวให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้ 10-20 นาที

2. การวิเคราะห์ ค่าบีโอดี มี 2 วิธี

2.1 **วิธีตรง (Direct Method)** ใช้ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมีค่าบีโอดี น้อยกว่า 7 โมล / ลบ.ซม. ทำได้ดังนี้

2.1.1 นำตัวอย่างน้ำที่ปรับปรุงแล้วตามข้อ 1. มาปรับอุณหภูมิให้ได้ประมาณ 20 °ซ

2.1.2 เติมอากาศให้มีออกซิเจนละลายอิ่มตัว (ใช้เวลาประมาณ 5- 10 นาที)

2.1.3 รินตัวอย่างน้ำลงในขวดบีโอดีจนเต็ม 3 ขวด ปิดจุกให้สนิท ดูให้แน่ใจว่ามีน้ำหล่อที่ปากขวด นำขวดหนึ่งมาหาค่าออกซิเจนละลาย(DO)ก่อนโดยใช้วิธี Azide Modification อีกสองขวดนำไปอินคิวเบตที่อุณหภูมิ 20 °ซ เป็นเวลา 5 วัน

2.1.4 หลังจาก 5 วันแล้ว นำตัวอย่างนั้นมาหาค่าออกซิเจนละลาย(DO) ที่เหลืออยู่โดยใช้วิธี Azide Modification

การคำนวณ

$$\text{ค่าบีโอดี (มิลลิกรัม / ลูกบาศก์เดซิเมตร)} = \text{DO}_0 - \text{DO}_5$$

เมื่อ DO_0 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตเมื่อเริ่มต้น

DO_5 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไตเตรตได้ในวันที่ 5

2.2 วิธีทำให้เจือจาง (Dilution method) ใช้ในกรณีที่ตัวอย่างน้ำมีความสกปรกสูง(มีค่าบีโอดีมากกว่า 7 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เดซิเมตร) จำเป็นจะต้องทำให้ตัวอย่างน้ำที่สกปรกเจือจางลงโดยใช้น้ำผสมเจือจาง (Dilution Water) และควรทำหลาย ๆ ความเข้มข้น อย่างน้อย 3 ความเข้มข้น

2.2.1 การเตรียมน้ำผสมเจือจาง นำน้ำกลั่นที่ปราศจากสารมีพิษมาปรับอุณหภูมิให้อยู่ระหว่าง $(20 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ ปรับคุณภาพน้ำให้เหมาะสมกับการดำรงชีวิตของจุลินทรีย์ โดยเติมสารละลายฟอสเฟต บัฟเฟอร์ แมกนีเซียมซัลเฟต แคลเซียมคลอไรด์ และไอโรน(III) คลอไรด์อย่างละ 1 ลบ.ซม. ต่อน้ำกลั่น 1 ลบ.ดม. จากนั้นเติมอากาศให้มียอกซิเจนละลายอิ่มตัวในน้ำอย่างน้อย 2-3 ชั่วโมง

2.2.2 การผสมเจือจาง : เลือก%ตัวอย่างในการทำเจือจางที่คาดว่าจะทำให้ค่า BOD อยู่ในช่วงที่กำหนด แล้วเลือก % ที่สูงกว่า และต่ำกว่าอีก 2 ค่าตามลำดับ โดยปกติแล้วจะใช้ % การเจือจางดังนี้

strong trade waste	0.1 – 1.0 %
raw and settled sewage	1-5 %
oxidized effluent	5-25%
polluted river water	25-100%

2.2.3 เติมตัวอย่างตามปริมาตรที่คำนวณได้ตาม % เจือจาง จากนั้นเติมน้ำสำหรับเจือจางให้ครบ 1,000 ลบ.ซม. กวนให้เข้ากันโดยระวังอย่าให้เกิดฟองอากาศ ค่อยๆรินตัวอย่างน้ำที่ผสมเข้ากันดีแล้วนี้ลงในขวด BOD ที่แห้งและสะอาดจนเต็ม 3 ขวด ปิดจุกให้สนิท นำสองขวดนำไปอินคิวเบทในตู้ที่อุณหภูมิ 20°C เป็นเวลา 5 วันเพื่อหาค่าออกซิเจนละลาย (DO_5) ส่วนขวดที่เหลือนำไปหาค่า DO โดยใช้วิธี Azide modificationทันทีเพื่อหาค่า DO_0

2.2.4 ทำเช่นเดียวกันในข้อ 2.2.3 สำหรับ % ตัวอย่างเจือจางที่ต่ำกว่าและสูงกว่าตามลำดับ

การคำนวณ

$$\text{ค่าบีโอดี (มิลลิกรัม / ลูกบาศก์เดซิเมตร)} = (\text{DO}_0 - \text{DO}_5) \times \frac{100}{\% \text{dilution}}$$

เมื่อ DO_0 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไต่เตรตเมื่อเริ่มต้น

DO_5 = ค่าออกซิเจนละลายที่ไต่เตรตได้ในวันที่ 5

การทดลองที่ 9

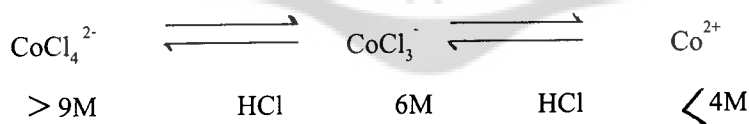
การแยกโคบอลต์และนิกเกิลในสารละลายโดยใช้วิธี Anion Exchange Chromatography (Anion Exchange Chromatography Separation of Cobalt and Nickel Ions followed by EDTA Titration of the Metals)

วัตถุประสงค์

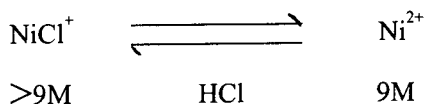
1. เพื่อศึกษาการแยกไอออนโคบอลต์และนิกเกิล โดยวิธี anion exchange chromatography
2. เพื่อหาปริมาณไอออนโคบอลต์และนิกเกิลในสารละลาย
3. เพื่อศึกษาการไตเตรตแบบย้อนกลับ

หลักการ

Anion exchange chromatography เป็นวิธีการแยกไอออนลบบนเรซินที่มีประจุบวกที่เรียกว่า anion resin ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ของสารอินทรีย์โดยส่วนมากจะเป็น polystyrene ที่มี functional group ที่มีประจุบวก เช่น quaternary ammonium group เขียนสูตรได้เป็น Res-NR_2^+ ซึ่งจะถูกดูดด้วยไอออนลบ เช่น OH^- หรือ Cl^- เรซินชนิดนี้จะแลกเปลี่ยนไอออนลบเหล่านี้กับไอออนลบในสารละลายตามลำดับความแรงของการแลกเปลี่ยน โดยนิกเกิล (II) และโคบอลต์ (II) เมื่ออยู่ในสารละลาย HCl ที่สมมูลจะเกิด chloro complex ของไอออนโลหะต่าง ๆ ตามความเข้มข้นของ HCl คือ



และ



ไอออนโคบอลต์ (II) และนิกเกิล (II) ในสารละลายสามารถหาปริมาณได้โดยการแยกไอออนดังกล่าวออกจากกันบน strong base anion exchange column (ในรูปของคลอไรด์) ได้แล้วทำการชะล้างไอออนดังกล่าวด้วยสารละลาย 9 M HCl และ 3 M HCl ตามลำดับ ในสารละลาย 9 M HCl นั้นไอออนนิกเกิล (II) จะเกิดเป็น cation chloro complex ในขณะที่ไอออนโคบอลต์ (II) สามารถเกิดเป็น anion chloro complex ซึ่งมีการเกิดสมดุลในการแลกเปลี่ยนไอออนดังนี้

5. เม็ดสังกะสี (zinc granules) ห้ามใช้ผงสังกะสี
6. 0.2% phenolphthaleine ใน 90% ethanol
7. hexamine (หรือ hexamethylene tetraamine)
8. สารละลายมาตรฐาน 0.01M EDTA : โดยใช้ $\text{Na}_2\text{-H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C ประมาณ 2 ชั่วโมง แล้วชั่งมาประมาณ 1.9 กรัม (น้ำหนักที่แน่นอน) ทำการละลายในน้ำกลั่นแล้วทำปริมาตรให้ครบ 500 ml โดยใช้ขวดวัดปริมาตร คำนวณความเข้มข้นที่แท้จริง
9. สารละลายมาตรฐาน 0.01 M Zn^{2+} : ละลาย 1.4377 กรัม ของ $\text{ZnSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ชนิดรีเอเจนต์เกรดที่ทราบน้ำหนักที่แน่นอนในน้ำกลั่นจนมีปริมาตรครบ 500 ml แล้วคำนวณความเข้มข้นที่แน่นอนหรืออาจเตรียมจากเม็ดสังกะสีโดยชั่งน้ำหนักเม็ดสังกะสีประมาณ 0.33 กรัม (4 ตำแหน่ง) แล้วถ่ายลงในบีกเกอร์ ขนาด 400 ml (เพื่อให้มีความถูกต้องมาก ต้องทำการล้าง Zn ที่เคลือบเม็ดสังกะสีด้วย 2M HCl แล้วรินสารละลายที่ได้จากการล้างทิ้งแล้วตามด้วยน้ำกลั่น ethanol และ ether ตามลำดับปล่อยให้เม็ดสังกะสีแห้งก่อนจึงจะนำไปชั่ง) ละลายเม็ดสังกะสีที่ล้างแล้วด้วย H_2SO_4 จำนวนเล็กน้อยเท่าที่จำเป็นโดยให้ความร้อนจากไฟน้ำจนละลายหมด โดยปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์ ตลอดเวลาหลังจากละลายแล้วล้างกระดาษฟิวส์ด้วยน้ำกลั่น แล้วเทสารละลายที่ได้ลงในบีกเกอร์ ถ่ายสารละลายดังกล่าวลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 500 ml ล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำกลั่นและสารละลายทั้งหมดลงในขวดวัดปริมาตรแล้วเจือจางสารละลายจนได้ปริมาตรครบคำนวณความเข้มข้นสารละลาย Zn^{2+}

อุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 ลบ.ซม. 2 ใบ
2. บีกเกอร์ ขนาด 400 ลบ.ซม.
3. ion exchange column หรือ บิวเรต ขนาด 50 ลบ.ซม.
4. ขวดชมพู (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 ลบ.ซม.
5. บิวเรต ขนาด 50 ลบ.ซม.
6. ปิเปต ขนาด 2 หรือ 5 ลบ.ซม.
7. heater หรือ hotplate
8. กรวยแยก ขนาด 250 ลบ.ซม.
9. กระบอกตวง ขนาด 100 ลบ.ซม.
10. หลอดหยด
11. ไยแก้ว (glass wool)
12. ขวดวัดปริมาตร 50 ลบ.ซม.

วิธีทดลอง

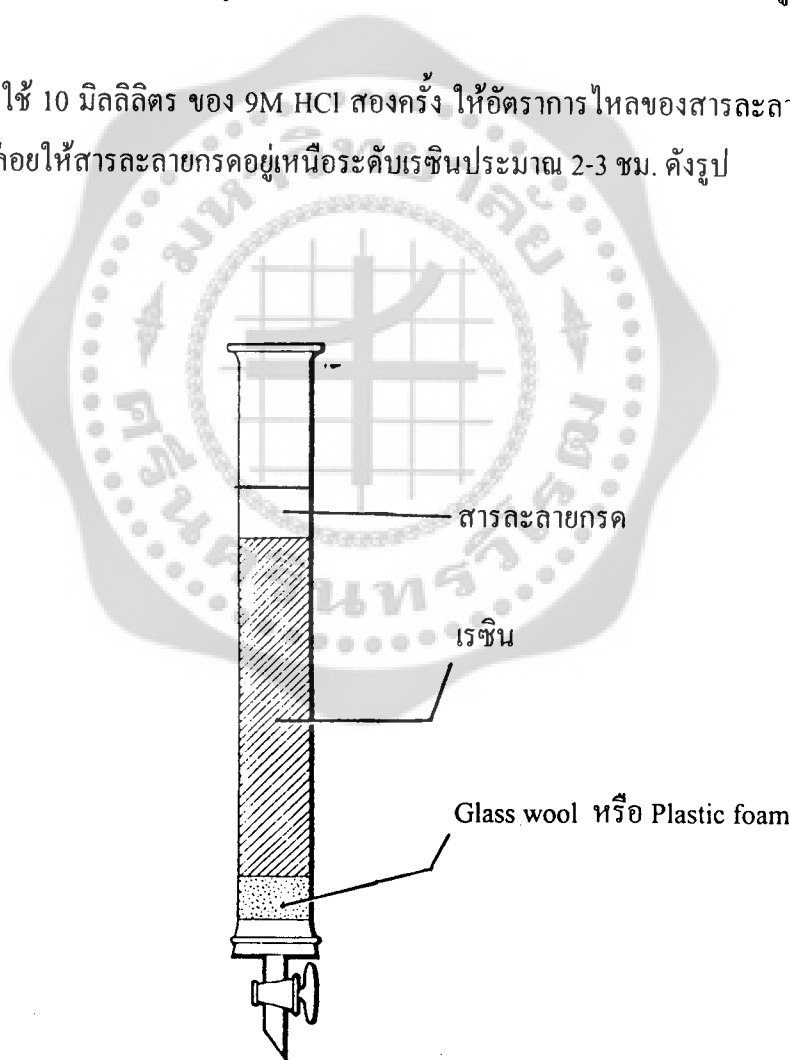
ตอนที่ 1. เตรียม anion exchange column

1. แบ่ง strong anion resin มาประมาณ 100 ml ล้างด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้งให้สะอาด กำจัดเรซินที่เลืยหายทั้งที่จมและลอยขึ้นมาทั้งหมด เทน้ำกลั่นออกเกือบหมด แล้วเท HCl ลงไปให้ท่วมเรซินเพื่อให้เรซินอยู่ในรูป chloride ทั้งหมด

2. ใช้ไขแก้วใส่ลงที่ก้นของบิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร เพื่อป้องกันมิให้เม็ดเรซินหลุดออกจากคอลัมน์

3. เติม slurry ของเรซินซึ่งอยู่ในสารละลาย 9 M HCl ในคอลัมน์ที่เตรียมไว้อย่างช้า ๆ ปล่อยให้เรซินจมลงและอัดตัวกันแล้ว ค่อยๆเติมส่วนที่เหลือต่อไปพร้อมกับไขปล่อยสารละลายกรดออกจากคอลัมน์อย่างช้าๆ อย่าให้คอลัมน์แห้งทำไปเช่นนี้จนกระทั่งสูงประมาณ 25-30 ซม. และมีสารละลายกรดอยู่เหนือเรซินประมาณ 2 ซม.

4. ล้างคอลัมน์โดยใช้ 10 มิลลิลิตร ของ 9M HCl สองครั้ง ให้อัตราการไหลของสารละลายประมาณ 2-3 มิลลิลิตรต่อนาที และปล่อยให้สารละลายกรดอยู่เหนือระดับเรซินประมาณ 2-3 ซม. ดังรูป



รูปแสดงการเตรียมคอลัมน์

ตอนที่ 2. การแยกนิเกิลและโคบอลต์

1. รับสารละลายตัวอย่างจากอาจารย์ ทำการเจือจางด้วยสารละลายด้วยกรด 9M HCl ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 ลบ.ซม. โดยสารละลายต้องมีนิเกิลและโคบอลต์แต่ละชนิดไม่เกิน 5 มิลลิโมล
2. ปิเปตสารละลายตัวอย่างที่เจือจางแล้ว 2 ลบ.ซม. ลงในคอลัมน์ที่เตรียมไว้
3. ล้างคอลัมน์เพื่อชะเอานิกเกิล (ในรูป NiCl^+) ออกจากคอลัมน์ด้วย 75 ลบ.ซม. 9M HCl โดยค่อย ๆ ไซสารละลายออกจากคอลัมน์อย่างช้า ๆ ราว 1 หยดต่อวินาที ขณะเดียวกันต้องคอยระวังอย่าให้คอลัมน์แห้ง โดยการไซ 9 M HCl จากกรวยแยกเข้าสู่คอลัมน์ด้วยอัตราเร็วที่สัมพันธ์กัน เพื่อไม่ให้สารละลายล้นคอลัมน์
4. รองรับสารละลายที่ออกจากคอลัมน์ด้วยขวดชมพู ขนาด 250 ลบ.ซม. สารละลายที่ได้จะมีสีเหลืองแกมเขียว จนกระทั่งสารละลายที่ออกมาใสแล้วให้หยุดการล้าง ส่วน CoCl_4^{2-} ซึ่งมีสีน้ำเงินจะติดอยู่บนเรซินในคอลัมน์
5. เปลี่ยนขวดชมพูใบใหม่มารองรับสารละลายของโคบอลต์โดยใช้ 3M HCl จำนวน 75 ลบ.ซม. จากกรวยแยกโดยสารละลายที่ถูกชะล้างออกมาจะมีสีชมพูทำการชะล้างจนกระทั่งสารละลายใส แล้วหยุดการชะล้าง

ตอนที่ 3. การวิเคราะห์หาปริมาณ

1. ระเหยสารละลายที่ได้จากการชะล้างบน heater จนเกือบแห้ง ทำสารละลายให้เย็น แล้วทำการเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่น 50 ลบ.ซม. (ทำในตู้ดูดควัน)
2. ทำการสะเทิน (neutralized) สารละลายด้วย 3M NaOH ที่ละลายโดยใช้ phenolphthaleine เป็นตัว indicator พยายามหลีกเลี่ยงการใช้ NaOH มากเกินไปโดยการเติม 6 M HCl ที่ละลายจนกระทั่งสีของ indicator หายไป
3. ปิเปต 25.00 ลบ.ซม. ของสารละลายมาตรฐาน 0.01 M EDTA ลงในขวดชมพู แล้วหยด 9 M HCl จำนวน 5 หยด hexamine 1 กรัม และ xelynol orange indicator 4 หยด ขณะนี้สารละลายจะมี pH ประมาณ 5-6 ถ้าหากสารละลายมีสีม่วงแกมแดงให้อุ่นสารละลายแล้วเติมสารละลาย EDTA เพิ่มอีก 10.00 ลบ.ซม.
4. ทำการไตเตรตสารละลายแบบย้อนกลับกับสารละลายมาตรฐาน Zn^{2+} จนกระทั่งสีสารละลายเปลี่ยนจากเขียวแกมเหลืองเป็นสีม่วงแกมแดง

การคำนวณ

จำนวน m mole EDTA ที่ทำปฏิกิริยากับโลหะ = จำนวน mmole EDTA ที่เติมลงไป - จำนวน mmole EDTA ที่ทำปฏิกิริยากับ Zn^{2+}

$$\text{จำนวน mmole โลหะทั้งหมด} = \frac{\text{จำนวน mmole EDTA ที่ทำปฏิกิริยากับโลหะ} \times 50 \text{ ml}}{\text{ml ของสารละลายที่ใช้ load ลงคอลัมน์}}$$

การทดลองที่ 10

การวิเคราะห์แอลกอฮอล์โดย Gas Chromatography

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาการใช้เครื่อง Gas Chromatography
2. หาค่า Retention time ของ alcohol แต่ละชนิด
3. ประสิทธิภาพ ของ column
4. หา Resolution ของ column

หลักการ

Gas Chromatography เป็นวิธีแยกสารผสมที่สามารถระเหยเป็นไอผ่านไปในคอลัมน์ที่มี stationary phase เป็นของแข็ง(เรียก Gas-solid Chromatography, GSC) หรือของเหลวเคลือบบนของแข็ง (Gas-liquid Chromatography, GLC)บรรจุอยู่ในคอลัมน์ แต่ส่วนใหญ่นิยมใช้ GLC มากกว่า โดยมีแก๊ส เป็น mobile phase หรือ carrier gas โดยการฉีดสารตัวอย่างของเหลวเข้าไปในเครื่อง GC ในส่วน **Injection Port** ที่ร้อน สารตัวอย่างจะระเหยกลายเป็นไอทันทีที่เข้าผสมกับแก๊สนำพาที่ออกจากถังบรรจุที่มีมาตรควบคุมความดันแล้วผ่านไปยังคอลัมน์ที่ติดตั้งในส่วนที่ควบคุมอุณหภูมิได้ และต้องเป็นอุณหภูมิที่สารตัวอย่างจะยังคงสภาพเป็นแก๊สอยู่ตลอด ที่คอลัมน์นี้สารตัวอย่างจะถูกแยกออกจากกันที่ด้วยความแตกต่างของค่าความสามารถการละลาย หรือค่าการยึดเกาะของสารใน stationary phase กับ mobile phase สารตัวอย่างที่แยกแล้วจะถูก carrier gas พาออกไปสู่ detector ซึ่งจะส่งสัญญาณเป็นกระแสไฟฟ้าให้มาตรอ่านแล้วจึงส่งต่อสัญญาณไปยัง recorder เพื่อบันทึกสัญญาณออกมาเป็น peak ซึ่งเป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัญญาณกับเวลา กราฟนี้เรียกว่า **chromatogram** โดยความสูงของ peak จะสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณสาร ซึ่งใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ เวลาตั้งแต่เริ่มฉีดสารตัวอย่างจนถึงจุดสูงสุดของ peak เรียก **retention time** (t_R) ซึ่งจะเป็นลักษณะเฉพาะของสารซึ่งใช้ผลในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพได้

ประสิทธิภาพการแยกของคอลัมน์แสดงด้วยค่า **HETP** (Height Equivalent to a Theoretical Plate) ซึ่งมีค่าดังนี้

$$HETP = L/N \quad \text{มีหน่วย cm/plate}$$

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2$$

- L คือ ความยาวของคอลัมน์ หน่วยเป็น cm
 N คือ จำนวน Theoretical plate หน่วยเป็น plate
 t_R คือ retention time หน่วยเป็น sec
 W คือ ความกว้างของฐาน peak หน่วยเป็น cm

คอลัมน์ที่ดีนั้นค่า N ต้องมีค่าสูง และค่า HETP ต้องมีค่าน้อย คือ มีระยะทางเป็น cm ใน 1 plate ต่ำสุด การแยกสารตัวอย่างได้ดีหรือไม่ สามารถดูได้ที่ chromatogram โดย peak จะต้องไม่ซ้อนทับกันและสามารถคำนวณได้ด้วยค่า resolution โดยค่าความสามารถแยกของ peak แสดงได้ด้วยค่า **Resolution (R)** ตามสมการ

$$R = \frac{2(t_{R_2} - t_{R_1})}{W_1 + W_2}$$

โดยคิดจาก peak ที่อยู่ติดกันค่า **R** ที่ดีควรมีค่าน้อยกว่า 0.8 หรือมากกว่า 1.2 การแยกสารตัวอย่างผสมจึงขึ้นกับประสิทธิภาพของคอลัมน์ และสถานะของการทดลอง เช่น อุณหภูมิ ความเร็วของ carrier gas และชนิดของ stationary phase ในคอลัมน์

สารเคมี

1. alcohol มาตรฐานชนิดต่าง ๆ : MeOH, EtOH, 1-propanol, n-butanol, 3-pentanol ฯลฯ
2. alcohol ตัวอย่าง
3. Carrier gas : N_2 gas
4. แก๊สเชื้อเพลิงและอากาศ

อุปกรณ์

1. Syringe ขนาด 10 μ L
2. เครื่อง Gas Chromatograph
3. คอลัมน์ยาว 3 เมตร ภายในบรรจุ 10% Carbowax หรือ คอลัมน์อื่นๆที่อาจารย์แนะนำ
4. Flame Ionization Detector

วิธีการทดลอง

1. เปิดเครื่อง GC อุ่นไว้อย่างน้อย 1 ชั่วโมง (ตามคู่มือการใช้เครื่อง)
2. ตั้งเงื่อนไขของเครื่องมือดังนี้ (หรือตามที่ผู้ควบคุมกำหนด)

อุณหภูมิของคอลัมน์ : 120°C

อุณหภูมิของ Injector Port และ Detector : 180°C

3. ฉีด alcohol ชนิดต่าง ๆ ที่ใช้เป็นสารมาตรฐานเข้าไปในเครื่อง GC คราวละ $10\mu\text{L}$ ตามลำดับ บันทึก chromatogram วัดค่า Retention time และสังเกตลักษณะของ peak แต่ละตัว

4. ผสม alcohol มาตรฐานในข้อ 3 ทั้งหมดเข้าด้วยกันอย่างละ 1 ml จาก pipette แล้วฉีด alcohol ผสม $1.0\mu\text{L}$ เข้าไปในเครื่อง GC บันทึก chromatogram วัดค่า t_R ของ alcohol แต่ละชนิดพร้อมทั้งสังเกตลักษณะของ peak แต่ละชนิดเทียบกับขณะที่เป็นสารเดี่ยวจากข้อ 3

5. ฉีด alcohol ตัวอย่าง $1.0\mu\text{L}$ เข้าไปในเครื่อง GC บันทึก chromatogram วัดค่า t_R สังเกตลักษณะของ peak เทียบกับข้อมูลในข้อ 3 และข้อ 4 ค้นหาชนิดของ alcohol ตัวอย่างได้

6. ในกรณีที่ไม่มีอ้างอิงชนิดของ alcohol ตัวอย่าง ให้นำข้อมูลจากข้อ 3, 4 รวมกลุ่ม alcohol ชนิดโซ่ตรง พร้อมค่า t_R สร้าง calibration curve จากค่า t_R ของ alcohol ตัวอย่าง ทำนายชนิดของ alcohol ตัวอย่างได้จาก calibration curve นั้น

7. จาก chromatogram ของ alcohol ผสมข้อ 4 ให้วัดค่า t_R ของแต่ละ peak พร้อมทั้งค่าความกว้างของ peak (W) แล้วคำนวณหา

7.1 ประสิทธิภาพของคอลัมน์ในเทอมของ HETP (H) โดยหาค่าจำนวน plate (N) ของแต่ละ peak แล้วใช้ค่า N เฉลี่ยหาค่า H

7.2 Resolution ของแต่ละ peak โดยเริ่มจากการหาค่า R_1 ของ peak ที่ 1 กับ 2 และ R_2 ของ peak ที่ 2 กับ 3 ดังนี้ต่อไปเรื่อย ๆ

การทดลองที่ 11

การวิเคราะห์หาปริมาณสารโดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตริก (Quantitative Analysis by Spectrophotometric Method)

จุดประสงค์

1. เพื่อให้รู้จักการใช้เครื่อง spectrophotometer
2. สามารถใช้ทฤษฎีทาง spectrophotometry มาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสารได้

หลักการ

สารโดยทั่วไปสามารถดูดกลืน(absorb)แสงได้ในช่วงความยาวคลื่น หรือ ความถี่ที่แตกต่างกันและปริมาณแสงที่ถูกดูดกลืนจะแปรตามความเข้มข้นของสารชนิดนั้นๆ ดังนั้นจะสามารถนำคุณสมบัติเหล่านี้มาใช้หาชนิด และปริมาณได้ Lambert และ Beer ได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลายที่มีสารต้องการวิเคราะห์หนึ่งชนิด ที่ความยาวคลื่นหนึ่งๆ ไว้ดังนี้

$$A = \epsilon b C$$

เมื่อ

- A = ค่าการดูดกลืนแสง(Absorbance)
- ϵ = ค่าความสามารถในการดูดกลืนแสงต่อหนึ่งหน่วยความเข้มข้น โมลาร์(Molar Extinction coefficient) หน่วย โมลาร์/ซม.
- b = ระยะทางที่แสงผ่านสารละลายตัวอย่าง หน่วย ซม.
- C = ความเข้มข้นของสารละลาย หน่วยโมลาร์

เมื่อทำการทดลองที่ความยาวคลื่นหนึ่งๆทำการเขียนกราฟจะได้ความสัมพันธ์ของAและCเป็นสมการเส้นตรงที่มีความชันเป็น ϵb และโดยทั่วไปภาชนะที่บรรจุสารละลายที่ทำการวิเคราะห์จะมีค่า 1 ซม. ดังนั้นจะสามารถหาค่า ϵ ได้จากกราฟการทดลองเสมอ

สำหรับสารละลายที่มีสารผสมที่สามารถดูดกลืนแสงได้มากกว่า 1 ชนิดนั้น ค่าการดูดแสงรวมของสารละลายจะมีค่าเท่ากับผลรวมของ ค่าการดูดแสงของสารแต่ละชนิดรวมกัน ที่ความยาวคลื่นหนึ่งๆ ดังสมการ

$$A_{\text{total}} = A_1 + A_2 + A_3 + \dots$$

ถ้าพิจารณาสารละลายที่มีสาร 2 ชนิด (สาร x และ y) ที่สามารถดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 450 nm. และ 550 nm. จะสามารถแสดงเป็นสมการได้ดังนี้

$$\begin{aligned}
 A_{450} &= A_{x,450} + A_{y,450} \\
 &= \epsilon_{x,450} bC + \epsilon_{y,450} bC \\
 A_{550} &= A_{x,550} + A_{y,550} \\
 &= \epsilon_{x,550} bC + \epsilon_{y,550} bC
 \end{aligned}$$

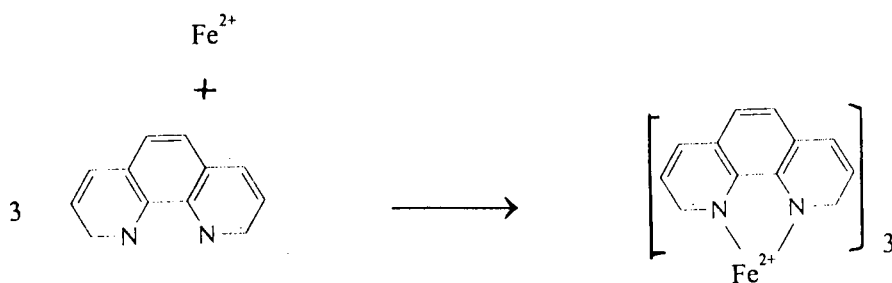
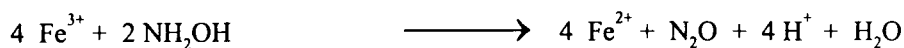
การทดลองที่ 8.1 การหาปริมาณเหล็กโดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี (Spectrophotometric Determination of Iron)

จุดประสงค์

1. เพื่อให้รู้จักปฏิกิริยาออกซิเดชัน
2. เพื่อให้รู้จักการใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
3. เพื่อหาปริมาณเหล็ก (Fe^{2+}) ในสารตัวอย่าง

หลักการ

เหล็กที่อยู่ในรูป Fe^{2+} สามารถหาปริมาณได้โดยให้ Fe^{2+} เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับ 1,10-phenanthroline เป็น $\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2^{2+}$ ซึ่งเป็นสารประกอบที่มีสี จึงสามารถตรวจสอบและหาปริมาณได้โดยใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer) และเนื่องจาก Fe^{2+} สามารถเปลี่ยนไปเป็น Fe^{3+} ได้ และ Fe^{3+} สามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันเป็น Fe^{2+} ดังนั้นจึงต้องเติม hydroxylamine hydrochloride ลงไปเพื่อทำการรีดิวซ์ Fe^{3+} ทั้งหมดให้เปลี่ยนมาเป็น Fe^{2+} ตามสมการ



1,10-phenanthroline

tris(1,10-phenanthroline)iron(II)

สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐาน Fe^{2+} : ชั่ง 0.0702 กรัม $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ละลายด้วยน้ำกลั่นจนละลายแล้วเทลงในขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) และเติม 2.5 มิลลิลิตร H_2SO_4 เข้มข้น ทำปริมาตรให้ครบ 1 ลิตร
2. สารละลาย 1,10-phenanthroline : ละลาย 100 มิลลิกรัม ของ 1,10-phenanthroline monohydrate ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร แล้วเก็บไว้ในขวดพลาสติก
3. สารละลาย hydroxylamine hydrochloride : ละลาย 10 กรัม $\text{NH}_4\text{OH} \cdot \text{HCl}$ ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร
4. สารละลาย sodium acetate : ละลาย 10 กรัม NaO_2CCH_3 ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร

อุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 8 ใบ
2. ปิเปต ขนาด 5, 10, 25 มิลลิลิตร
3. บีกเกอร์ (Beaker)
4. เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer)

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมสารละลาย

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐาน Fe^{2+} ที่เตรียมไว้ลงในขวดวัดปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 1.00, 2.00, 5.00, 10.00, 25.00 มิลลิลิตร รวม 5 ขวด น้ำกลั่น 50.00 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตรใบที่ 6 ซึ่งเป็นสารไร้ตัวอย่าง (blank) และสารละลายตัวอย่าง 2.00 มิลลิลิตรลงในขวดวัดปริมาตรใบที่ 7 และ 8
2. เติมสารละลาย hydroxylamine hydrochloride 1.0 มิลลิลิตรลงในสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อที่ 1 ทุกขวด
3. เติมสารละลาย 1,10-phenanthroline จำนวน 5.0 มิลลิลิตร
4. เติมสารละลาย sodium acetate จำนวน 8.0 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันแล้ววางตั้งไว้ ประมาณ 15 นาที ขณะเดียวกัน ให้เปิดเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ไว้ก่อนเพื่อใช้ในการวัดตอนที่ 2
5. เติมน้ำกลั่นให้ครบ 100 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันแล้วนำมาวัดการดูดกลืนของแสง

การใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์วัดค่าการดูดแสง

1. เชียบปลั๊กเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แล้วเปิดเครื่องทิ้งไว้ประมาณ 15 นาทีก่อนทำการวัด โดยอ่านรายละเอียดการใช้เครื่อง
2. นำสารละลาย blank ใส่ใน reference และ sample cuvette ทั้งสองประมาณ 2 ใน 3 ของปริมาตร แล้วนำมาใส่ที่ช่องสำหรับใส่ cuvette แล้วปรับค่า การดูดกลืนแสงเป็นศูนย์
3. นำ sample cuvette มาเติมสารละลายมาตรฐานในข้อ 5 ที่เตรียมไว้ซึ่งมีความเข้มข้นสูงมาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวแสง 400-700 นาโนเมตรแล้วหาค่าความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงมากที่สุด
4. เลือกความยาวคลื่นแสงที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดแล้ว วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน โดยเริ่มจากสารละลายที่เข้มข้นน้อยไปหาความเข้มข้นมาก แล้วตามด้วยสารละลายตัวอย่าง
5. ในกรณีที่สารละลายตัวอย่างมีค่าการดูดกลืนแสงมากกว่าสารละลายมาตรฐานที่เข้มข้นมากที่สุด จำเป็นต้องทำการเตรียมสารละลายตัวอย่างใหม่ให้เจือจางน้อยกว่าเดิม
6. นำค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์กับค่าความเข้มข้น ผลลัพธ์ควรจะเป็นแนวเส้นตรง ตามกฎของ Lambert และ Beer ถ้าหากได้เป็นแนวเส้นโค้ง ต้องนำสารละลายมาตรฐานมาเจือจางใหม่และทำการวัดค่าใหม่

การคำนวณ

1. สร้างกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐาน Fe^{2+} ที่ทำปฏิกิริยากับ 1,10-phenanthroline โดยเขียนกราฟแสดงค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายในแกนตั้งและค่าความเข้มข้นของ Fe^{2+} ในแกนนอน
2. หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างโดยเทียบค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายกับกราฟมาตรฐาน

การทดลองที่ 8.2 การหาปริมาณแมงกานีสและโครเมียมในของผสมโดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี

(Spectrophotometric Determination of Manganese and Chromium in Mixture)

วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาปฏิกิริยาออกซิเดชัน
2. เพื่อให้รู้จักการใช้เครื่อง spectrophotometer
3. เพื่อหาความเข้มข้นของ Cr^{3+} และ Mn^{2+} ในสารละลายผสม

หลักการ

ความเข้มข้นของแมงกานีสและโครเมียมในสารละลายสามารถหาได้พร้อมๆกันได้โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 2 ตำแหน่งภายหลังจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกลายเป็น $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ และ MnO_4^- แล้ว จากกฎของเบียร์ ($A = \epsilon bC$) นั้น จะสามารถทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายที่อยู่ในตัวทำละลาย 0.5 M H_2SO_4 โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 440 นาโนเมตรสำหรับ $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ และที่ 545 นาโนเมตรสำหรับ MnO_4^- (มีความยาวคลื่นที่ดูดกลืนแสงสูงสุดที่ 525 นาโนเมตร แต่จะถูกรบกวนจาก $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ได้) ส่วนค่าคงที่ (ϵb) ของสารแต่ละตัวสามารถหาได้โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายบริสุทธิ์แต่ละชนิดที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอนหลายๆค่า จากนั้นนำค่าการดูดกลืนแสงเหล่านั้นมาสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve) ของสารละลายที่ความยาวหนึ่งๆ ค่าความชันของกราฟที่พล็อตระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับความเข้มข้นจะเป็นค่าคงที่ (ϵb) เฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง

สารตัวอย่างที่ประกอบด้วย Cr^{3+} และ Mn^{2+} จะถูกออกซิไดซ์โดย Cr^{3+} จะกลายเป็น $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ โดยการให้ความร้อนกับ peroxydisulphate (persulphate) โดยมีไอออนเงินเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



และ Mn^{2+} จะถูกออกซิไดซ์โดย peroxydisulphate หรือ periodate ตามสมการ



สารเคมี

1. สารละลาย 18 M H_2SO_4 (เข้มข้น)
2. Potassium persulphate, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$
3. Potassium periodate, KIO_4
4. Silver nitrate, AgNO_3
5. สารละลายมาตรฐาน 0.002 M MnSO_4 : อบ MnSO_4 ประมาณ 1 กรัมที่อุณหภูมิ 110°C ประมาณ 1 ชั่วโมง ทำให้เย็น (ทำซ้ำจนน้ำหนักคงที่) แล้วชั่ง MnSO_4 มาประมาณ 0.08 กรัม (4 ตำแหน่ง) นำมาละลายด้วยน้ำกลั่นในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มล. แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร คำนวณหาความเข้มข้นที่แท้จริงของ Mn ในหน่วย mg/l หรือ ppm

6. สารละลายมาตรฐาน 0.017 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$: อบ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ให้แห้งจนน้ำหนักคงที่ แล้วชั่งมาประมาณ 2.5 กรัม (4 ตำแหน่ง) ละลาย $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 ลบ.ซม.. แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร

คำนวณความเข้มข้นของ Cr^{3+} ในหน่วย mg/l หรือ ppm (โดยต้องพิจารณาว่า 1 โมเลกุล $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ จะให้ Cr 2 อะตอม)

7. สารละลาย 0.1 M AgNO_3 : ละลาย 0.2 กรัม AgNO_3 ในน้ำกลั่น 12 ลบ.ซม.

อุปกรณ์

1. ขวดชมพู ขนาด 250 มล. จำนวน 6 ใบ
2. ปิเปต ขนาด 10, 25 และ 50 มล.
3. กระบอกตวง ขนาด 10 มล.
4. ตะเกียบปูนเสน
5. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 250 มล. จำนวน 12 ใบ
6. เครื่อง Spectrophotometer

วิธีทดลอง

ตอนที่ 1 สร้างกราฟมาตรฐาน

1.1 สำหรับ Mn^{2+} :

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐาน MnSO_4 จำนวน 10, 15 และ 20 มล. ลงในขวดชมพู
2. เติมน้ำกลั่นลงให้มีปริมาตรทั้งหมดประมาณ 50 มล. แล้วเติม H_2SO_4 เข้มข้น 10 มล. อย่างระมัดระวัง และเติม 0.5 กรัม KIO_4
3. ให้ความร้อนจนกระทั่งเดือดประมาณ 10 นาที แล้วปล่อยให้เย็น
4. ถ่ายสารละลายที่ได้แต่ละขวดลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มล. แล้วเติมน้ำกลั่นให้ครบปริมาตร
5. ใช้สารละลาย 0.5 M H_2SO_4 เป็น blank วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ความยาวคลื่น 440 และ 545 นาโนเมตร

1.2 สำหรับ Cr^{3+} :

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐาน $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ จำนวน 10, 15 และ 20 มล. ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มล.
2. เติมน้ำกลั่น 100 มล. และ H_2SO_4 เข้มข้น 10 มล. ลงในขวดวัดปริมาตร ผสมให้เข้ากันแล้วเจือจางให้ครบปริมาตร
3. วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ความยาวคลื่น 440 และ 545 นาโนเมตร โดยใช้สารละลาย 0.5 M H_2SO_4 เป็นตัวเทียบ (blank)
4. พล็อตค่าการดูดกลืนแสงของ Mn^{2+} และ Cr^{3+} กับค่าความเข้มข้นในหน่วย mg/l ของสารละลาย

ตอนที่ 2 วิเคราะห์หาปริมาณของ Cr^{3+} และ Mn^{2+} ในของผสม

1. นำสารตัวอย่างซึ่งเป็นของผสมระหว่าง Mn^{2+} และ Cr^{3+} (น้ำหนักตามที่สั่ง) ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มล. ละลายด้วยน้ำกลั่นแล้วทำปริมาตรให้ครบ
2. ปิเปตสารละลายจำนวน 25 มล. ใส่ขวดชมพูขนาด 250 มล. 3 ใบ
3. เติม H_2SO_4 เข้มข้น 5 มล. อย่างระมัดระวัง แล้วผสมให้เข้ากัน
4. เติม 1-2 มล. สารละลาย 0.1M AgNO_3 และ 1.0 กรัม $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ผสมให้เข้ากัน
5. ให้ความร้อนแก่สารละลายจนกระทั่งเดือด แล้วปล่อยให้เดือดอ่อน ๆ ต่ออีกประมาณ 5 นาที
6. ทำสารละลายให้เย็น แล้วเติม 0.5 กรัม KIO_4 แล้วให้ความร้อนจนกระทั่งเดือดประมาณ 5 นาที ทำสารละลายให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้อง แล้วเทสารละลายลงสู่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มล. และทำปริมาตรให้ครบด้วยน้ำกลั่น
7. วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ความยาวคลื่น 440 และ 545 นาโนเมตร

การคำนวณ

จากกฎของ Beer - Lambert

$$A = \epsilon b C = KC \quad (\text{เมื่อ } K = \epsilon b)$$

สารละลายตัวอย่างที่ได้จากปฏิกิริยาออกซิเดชัน จะนำมาวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 440 นาโนเมตร และ 545 นาโนเมตร โดย

$$A_{440} = K_{\text{Cr}, 440} C_{\text{Cr}} + K_{\text{Mn}, 440} C_{\text{Mn}} \quad \text{-----(1)}$$

$$A_{545} = K_{\text{Cr}, 545} C_{\text{Cr}} + K_{\text{Mn}, 545} C_{\text{Mn}} \quad \text{-----(2)}$$

และเนื่องจากค่า K หรือ ϵb สามารถหาได้จากความชันของ calibration curve ของสารละลายบริสุทธิ์ โดย

$$K_{\text{Cr}, 440} = A_{440}/C_{\text{Cr}}$$

$$K_{\text{Cr}, 545} = A_{545}/C_{\text{Cr}}$$

$$K_{\text{Mn}, 440} = A_{440}/C_{\text{Mn}}$$

$$K_{\text{Mn}, 545} = A_{545}/C_{\text{Mn}}$$

ดังนั้นจะสามารถแก้สมการที่ (1) และ (2) หาค่าความเข้มข้นของแมงกานีสในรูปของเปอร์แมงกานेटไอออน (MnO_4^-) และโครเมียมในรูปของไดโครเมตไอออน ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) ได้

การทดลองที่ 12

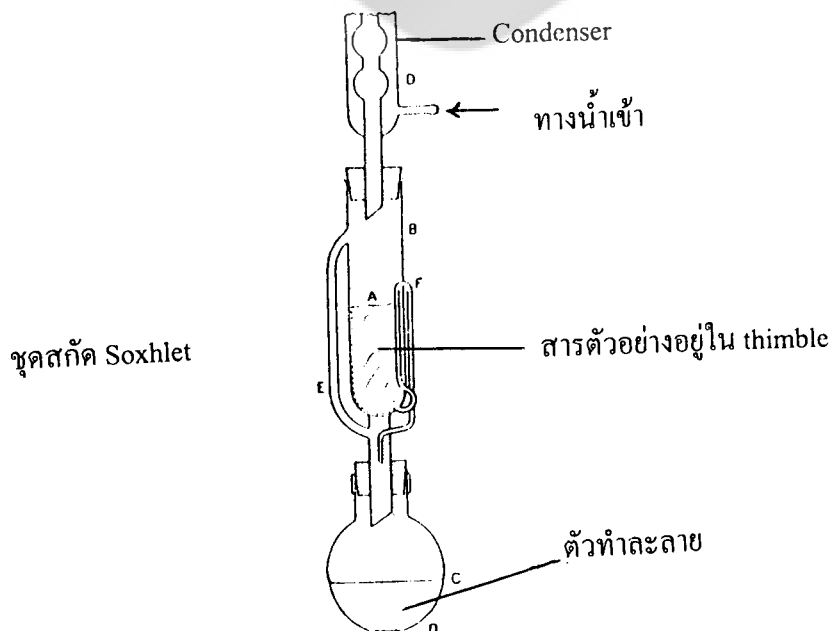
การสกัดน้ำมันจากถั่วเหลือง และหาความชื้น (Oil Extraction and Moisture Content Determination)

วัตถุประสงค์

1. เพื่อให้นิสิตสามารถหาความชื้นของสารตัวอย่าง
2. เพื่อให้นิสิตสามารถสกัดและหาปริมาณน้ำมันจากถั่วเหลืองโดยใช้ชุดสกัด Soxhlet Extractor

หลักการ

วิธี Soxhlet extraction เป็นวิธีการสกัดสารที่เป็นของเหลวออกจากของแข็ง (solid extraction หรือ leaching) โดยใช้สารตัวละลายเป็นของเหลว วิธีนี้เหมาะสำหรับสารตัวอย่างที่มีสารไฮโดรคาร์บอนที่ไม่ระเหย เช่น น้ำมันพืชไขมันสัตว์ จี๊ผึ้ง สบู่ และสารอื่นๆ วิธีนี้ทำการสกัดไขมันและน้ำมัน โดยใช้ตัวทำละลายต่างๆ ที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic molecule) เช่น n-hexane, methylene chloride ส่วนตัวทำละลายที่ใช้สกัดสารที่ชอบน้ำ ได้แก่ น้ำ การสกัดโดยวิธีนี้สารตัวอย่างจะต้องเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสม ในการทดลองครั้งนี้จะทำการสกัดไขมันออกจากถั่วเหลืองโดยใช้ n-hexane ซึ่งมีจุดเดือดต่ำเป็นระยะเวลาหนึ่ง แล้วนำสารละลายที่ได้จากการสกัดไประเหยตัวทำละลายออก สารประกอบที่กลายเป็นไอที่อุณหภูมิต่ำกว่า 103°C จะระเหยไปได้ระหว่างการทำให้แห้ง เพื่อให้ได้ค่าที่แน่นอนควรทำอย่างน้อย 2-3 ครั้ง โดยใช้อัตราการกลั่น และเวลาที่ใช้ในการกลั่น และการทำให้แห้งควรคงที่ทุกครั้ง



เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ชุด Soxhlet extractor
2. Boiling flask
3. เตาอบ (Oven)
4. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง (Analytical balance)
5. Rotary evaporator
6. เครื่องวัดหาความชื้น
7. โถอบแห้ง (Dessicator)
8. เครื่องปั่น (Blender)

สารเคมี

1. n-Hexane

วิธีทดลอง

ตอนที่ 1 หาน้ำหนักแห้งของถั่วเหลือง

1. นำถั่วเหลืองมาปั่นให้ละเอียดโดยเครื่องปั่น
2. ชั่งถั่วเหลืองน้ำหนักที่แน่นอน 10 กรัม นำไปหาน้ำหนักแห้งโดยใช้เครื่องวัดความชื้น หรืออบในตู้อบที่อุณหภูมิ 110°C ประมาณ 2 ชั่วโมง นำมาวางไว้ในโถอบแห้ง (dessicator) แล้วชั่งน้ำหนักที่คงที่และแน่นอนจนน้ำหนัก c กรัม แล้วห่อด้วยกระดาษกรอง

ตอนที่ 2 สกัดน้ำมันโดยเครื่องสกัด Soxhlet

1. นำ boiling flask ขนาด 500 ลบ.ซม. ไปอบที่ 103°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ให้เย็น ในโถอบแห้งแล้วชั่งน้ำหนัก a กรัม.
2. นำถั่วเหลืองที่เตรียมได้จากตอนที่ 1 ใส่ใน extraction thimble โดยห่อด้วยกระดาษกรอง
3. นำ extraction thimble จากข้อ 2 ไปสกัดในเครื่องมือ Soxhlet ดังรูป
4. เติมน-hexane 250 ลบ.ซม. ลงใน boiling flask ใส่ boiling chip. 4-5 เม็ดที่ชั่งน้ำหนัก d กรัม แล้วทำการสกัดเป็นเวลา 6-8 ชั่วโมง
5. นำ boiling flask ที่ได้ไประเหย n-hexane โดยใช้ rotary evaporator เพื่อนำ n-hexane กลับมาใช้ใหม่
6. นำ boiling flask ไปอบใน oven ที่อุณหภูมิ 103°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
7. ทิ้งให้เย็นในโถอบแห้ง 30 นาที แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก b กรัม

การคำนวณ

$$\text{เปอร์เซ็นต์ไขมันและน้ำมันคิดจากน้ำหนักแห้งของถั่วเหลือง} = \frac{100 \times (a - b - d)}{Cx \% \text{dry solid}}$$

- a = น้ำหนักเป็นกรัมของ boiling flask หลังการสกัด
- b = น้ำหนักเป็นกรัมของ boiling flask ก่อนการสกัด
- c = น้ำหนักเป็นกรัมของ ถั่วเหลืองอบแห้ง
- d = น้ำหนักเป็นกรัมของ boiling chip



เอกสารอ้างอิง

1. ศุภชัย ไข่เทียมวงศ์. “ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ ” สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย : กรุงเทพฯ 2537
2. ชูติมา ศรีวิบูลย์ และ ธวัชชัย ศรีวิบูลย์. “ปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ ” สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง : กทม. พ.ศ. 2536.
3. รศ. ธวัชชัย ศรีวิบูลย์. “เคมีวิเคราะห์ II” สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง: กทม. พ.ศ. 2537.
4. D.A. Skoog, D.M. West and F.J. Holler. “ Fundamentals of Analytical Chemistry ” 6th ed. Saunder College Publishing: USA, 1992.
5. G.D. Christian. “ Analytical Chemistry ” 5th ed., John-Wiley & Son : USA, 1994
6. J. Bassett, R. C. Denny, G. H. Jeffery and J. Mendham. “Vogel’s Textbook of Quantitative Inorganic Analysis including Elementary Instrumental Analysis.” 6th ed., Pearson Education: Great Britain, 2000.
7. Lenore S. Clesceri, Arnold E. Greenberg and Andrew D. Eaton. “ Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater .” 20th ed., United Book Press: Baltimore, Maryland, USA, 1998.