

บทที่ 11

การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอน

วัตถุประสงค์

เมื่อศึกษาและทำปฏิบัติการบทเรียนบทนี้จบแล้ว ควรจะสามารถ

1. บอกความหมายของการไทเทรตแบบตกตะกอนได้
2. บอกความหมายของการไทเทรตที่เรียกว่า Argentimetric method
3. บอกหลักและวิธีการไทเทรตโดยวิธีมอร์ ฟาเจนส์และไวลฮาร์ด
4. ทำการทดสอบหาค่าแปลงค์ของการไทเทรตโดยวิธีมอร์
5. หาปริมาณที่เหมาะสมของอินดิเคเตอร์ที่จะนำไปใช้ในการไทเทรตวิธีมอร์ และไวลฮาร์ด
6. ทำการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ได้ทั้ง 3 วิธี คือ มอร์ ฟาเจนส์ และไวลฮาร์ด
7. คำนวณหาปริมาณคลอไรด์ในสารตัวอย่างจากผลที่ได้จากการวิเคราะห์ทั้ง 3 วิธี
8. สรุปข้อแตกต่างในการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ โดยการไทเทรตแบบตกตะกอนของการวิเคราะห์ทั้ง 3 วิธี
9. เปรียบเทียบการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ โดยวิธีการวิเคราะห์โดยน้ำหนัก และปริมาตรวิเคราะห์

การหาปริมาณคลอไรด์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอน

การหาปริมาณคลอไรด์สามารถทำได้ทั้งวิธีวิเคราะห์โดยน้ำหนัก (การทดลองบทที่ 5) และปริมาตรวิเคราะห์ การวิเคราะห์โดยวิธีปริมาตรวิเคราะห์ สามารถทำได้โดยใช้เทคนิคของการไทเทรตแบบตกตะกอน (precipitation titration) ซึ่งใช้เงินไนเตรตเป็นไทแทรนด์ ก่อนที่จะกล่าวถึงรายละเอียดของวิธีการทดลองหาปริมาณคลอไรด์ ก็จะกล่าวถึงทฤษฎีของการไทเทรตแบบตกตะกอนก่อน

ทฤษฎีการไทเทรตแบบตกตะกอน

กระบวนการไทเทรตที่สำคัญที่สุดสำหรับการวิเคราะห์โดยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน คือ การใช้เงินไนเตรตเป็นตัวตกตะกอน เงินไอออนสามารถตกตะกอนกับแอนไอออนได้หลายชนิด ซึ่งจะเกิดเป็นตะกอนที่ละลายน้ำยาก จึงสามารถใช้ในการวิเคราะห์โดยวิธีการไทเทรตได้ดี การไทเทรตที่ใช้เงินไอออนจะมีชื่อเรียกเฉพาะว่า argentimetric method นิยมใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออน จำพวกเฮไลต์มากที่สุด ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งทางตรง (direct titration) และทางอ้อม (back titration)

การวิเคราะห์ทางตรง คือ วิธีการใช้เงินไอออนเป็นไทแทรนด์ ทำการไทเทรตกับแอนไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ โดยเลือกใช้อินดิเคเตอร์ที่เหมาะสมซึ่งบอกจุดยุติ อินดิเคเตอร์ที่สามารถเลือกใช้ แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ อินดิเคเตอร์ที่สามารถเกิดตะกอนที่มีสีหลังจากแอนไอออนที่วิเคราะห์ตกตะกอนกับเงินไอออนหมดแล้ว เรียกวิธีนี้ว่า วิธีของมอห์ร์ (Mohr's method) และอินดิเคเตอร์ที่สามารถดูดซับที่ผิวของตะกอนแล้วให้สีที่แตกต่างจากเดิมเรียกวิธีนี้ว่า วิธีของฟาแจนส์ (Fajans's method)

การวิเคราะห์ทางอ้อม คือ วิธีการเติมสารละลายเงินไนเตรตลงในสารละลายของแอนไอออนที่ต้องการวิเคราะห์ให้มากเกินพอ แล้วไทเทรตหาปริมาณของเงินไนเตรตที่มากเกินพอ ด้วยสารละลายโรโอไซยานेट โดยใช้เฟอร์ริกอัลลัมเป็นอินดิเคเตอร์ การไทเทรตเงิน

ไอออนด้วยสารละลายไฮโอไซยานด์ โดยใช้เฟอร์ริกอัลลัมเป็นอินดิเคเตอร์ จะมีชื่อเรียกเฉพาะว่า วิธีโวลฮาร์ด (Volhard's method)

ในกระบวนการไทเทรตแบบตกตะกอน เราสามารถสร้างไทเทรชันเคอร์ฟ ตามทฤษฎีได้เช่นเดียวกับการไทเทรตกรด-เบส คือ โดยการคำนวณหาความเข้มข้นของเงินไอออนที่เปลี่ยนไปทุก ๆ จุด เมื่อทำการไทเทรตแล้วนำมาสร้างกราฟ โดยการพลอตระหว่างปริมาณไทเทรนต์ที่เติมลงไป (แกน x) เทียบกับ $-\log[\text{Ag}^+]$ หรือ $p\text{Ag}^+$ (แกน y) ตัวอย่างเช่น พิจารณาการไทเทรตสารละลาย NaCl เข้มข้น 0.1 M จำนวน 100 ลบ.ซม. ด้วยสารละลายเงินไนเตรด เข้มข้น 0.1 M ณ จุดต่าง ๆ ที่ทำการไทเทรตสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของไอออน Cl^- และ Ag^+ ได้ดังนี้

จุดเริ่มต้น (เมื่อยังไม่เติม AgNO_3)

ในสารละลายจะมี $[\text{Cl}^-] = 0.1 \text{ M}$

$$\therefore p\text{Cl}^- = 1$$

เมื่อยังไม่มีการเติม AgNO_3 ดังนั้น ที่จุดเริ่มต้นจึงไม่สามารถคำนวณหาความเข้มข้นของ Ag^+ ได้

เมื่อเติม Ag^+ ก่อนถึงจุดสมมูล (เช่นเติม $\text{AgNO}_3 = 50.00$ ลบ.ซม.)

ปริมาตรรวมทั้งหมดของสารละลาย $100 + 50 = 150$ ลบ.ซม.

$$\therefore [\text{Cl}^-] = \frac{100 \times 0.1 - 50 \times 0.1}{150}$$

$$= 3.33 \times 10^{-2}$$

$$p\text{Cl}^- = 1.48$$

ในเมื่อ $p\text{Ag}^+ + p\text{Cl}^- = pK_{sp}$

$$\therefore p\text{Ag}^+ = 9.92 - 1.48 = 8.44$$

ทุก ๆ จุดก่อนถึงจุดสมมูลสามารถคำนวณได้แบบเดียวกันนี้

ที่จุดสมมูล (เมื่อเติม $\text{AgNO}_3 = 100.0$ ลบ.ซม.)

ในสารละลายควรมีแต่ AgCl เพราะเติม AgNO_3 สมมูลกับ NaCl ที่มีอยู่พอดี แต่เนื่องจากตะกอน AgCl จะเกิดสมดุลของการละลายขึ้น ดังนี้คือ



ทำให้ในสารละลายมีไอออน Ag^+ อยู่เท่ากับไอออน Cl^-

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

หรือ
$$p\text{Ag}^+ = p\text{Cl}^-$$

เนื่องจาก
$$p\text{Ag}^+ + p\text{Cl}^- = pK_{sp}$$

$$\begin{aligned}\therefore p\text{Ag}^+ &= p\text{Cl}^- = \frac{1}{2}pK_{sp} = 9.92/2 \\ &= 4.96\end{aligned}$$

เมื่อเติม Ag^+ เกินจุดสมมูล (เช่นเติม $\text{AgNO}_3 = 100.1$ ลบ.ซม.)

แสดงว่าในสารละลายมี Ag^+ เกินพอ

$$\begin{aligned}[\text{Ag}^+] &= \frac{100.1 \times 0.1 - 100 \times 0.1}{200.1} \\ &= 5 \times 10^{-5}\end{aligned}$$

$$\therefore p\text{Ag}^+ = 4.30$$

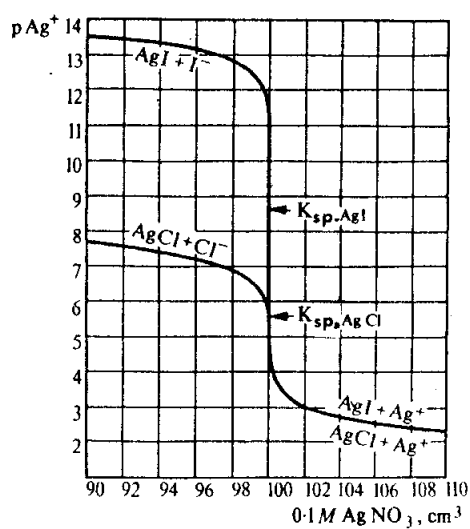
$$\begin{aligned}p\text{Cl}^- &= pK_{sp} - p\text{Ag}^+ \\ &= 9.92 - 4.30 = 5.62\end{aligned}$$

การคำนวณนี้ไม่คำนึงถึงสมดุลของการละลายของตะกอน AgCl ถ้าเป็นการคำนวณที่ใกล้จุดสมมูลมาก ๆ ต้องนำมาคำนึงถึงด้วย

เมื่อทำการคำนวณหา $p\text{Cl}^-$ หรือ $p\text{Ag}^+$ ทุก ๆ จุดที่เติมไทเทรนต์ลงไปตามวิธีการที่ยกตัวอย่างมา จะได้ข้อมูลดังแสดงในตารางที่ 11.1 และเมื่อนำมาสร้างกราฟจะได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 11.1

ตารางที่ 11.1 ข้อมูลที่ได้จากการคำนวณในการไทเทรตสารละลาย 0.1 M NaCl และ 0.1 M KI ตามลำดับจำนวน 100 ลบ.ซม. ด้วยสารละลาย AgNO_3 0.1 M ($K_{sp}\text{AgCl} = 1.2 \times 10^{-10}$, $K_{sp}\text{AgI} = 1.7 \times 10^{-16}$)

Cm ³ of 0.1M- AgNO ₃	Titration of Chloride		Titration of Iodide	
	pCl ⁻	pAg ⁺	pI ⁻	pAg ⁺
0	1.0	—	1.0	—
50	1.5	8.4	1.5	14.3
90	2.3	7.6	2.3	13.5
95	2.6	7.3	2.6	13.2
98	3.0	6.9	3.0	12.8
99	3.3	6.6	3.3	12.5
99.5	3.7	6.2	3.7	12.1
99.8	4.0	5.9	4.0	11.8
99.9	4.3	5.6	4.3	11.5
100.0	5.0	5.0	7.9	7.9
100.1	5.6	4.3	11.5	4.3
100.2	5.9	4.0	11.8	4.0
100.5	6.3	3.6	12.2	3.6
101	6.6	3.3	12.5	3.3
102	6.9	3.0	12.8	3.0
105	7.3	2.6	13.2	2.6
110	7.6	2.3	13.5	2.4



รูปที่ 11.1 ไทเทรชันเคอร์ฟของการไทเทรต 100 ลบ.ซม. ของ 0.1 M NaCl และ 0.1 M KI ตามลำดับ ด้วย 0.1 M AgNO₃

จากไทเทรชันเคอร์ฟสามารถพิจารณาได้แบบเดียวกับไทเทรชันเคอร์ฟของการไทเทรตกรด-เบส คือ ถ้าเลือกใช้อินดิเคเตอร์ที่สามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงสีให้เห็นในช่วงที่มีการเปลี่ยนแปลง pAg อย่างรวดเร็วที่จุดสมมูล ก็จะทำให้การไทเทรตได้ผลถูกต้อง เช่น ถ้าเลือกใช้อินดิเคเตอร์ที่สามารถตกตะกอนที่มีสีกับ Ag^+ เมื่อมี $pAg^+ = 4$ ถึง 5.9 ในการวิเคราะห์คลอไรด์ก็จะทำให้การทดลองไม่มีข้อผิดพลาดเกิดขึ้น แต่ถ้าเป็นการวิเคราะห์ไอโอไดต์ จะมีช่วงของความเข้มข้น Ag^+ มากกว่า จึงจะให้ผลถูกต้อง คือ เมื่อมี $pAg^+ = 4$ ถึง 11.8

กิจกรรมที่ 11.1
 ทดลองสร้างไทเทรชันเคอร์ฟของการไทเทรต 0.1 M KBr จำนวน 100 ลบ.ซม. ด้วยสารละลาย 0.1 M $AgNO_3$ และพิจารณาช่วงที่มีการเปลี่ยนแปลง pAg^+ อย่างรวดเร็ว เพื่อเลือกใช้อินดิเคเตอร์ที่เหมาะสม

การหาจุดยุติให้ใกล้เคียงกับจุดสมมูล เป็นสิ่งสำคัญที่สุดของการไทเทรต การไทเทรตแบบตกตะกอนมีวิธีการหาจุดยุติอยู่หลายวิธี แต่จะมีอยู่ 3 วิธีเท่านั้น ที่นิยมใช้กันมากที่สุด คือ

1. เกิดตะกอนที่มีสีของอินดิเคเตอร์ วิธีนี้ถูกค้นพบโดยนักวิทยาศาสตร์ที่ชื่อ มอห์ร์ จึงมีชื่อเรียกเฉพาะว่า วิธีของมอห์ร์ (Mohr's method) ซึ่งใช้ในการวิเคราะห์แอนไอออน คลอไรด์ และโบรไมด์ได้ดี โดยใช้หลักที่ว่า ตะกอน 2 ชนิดที่มีค่าผลคูณของการละลายต่างกัน จะตกตะกอนไม่พร้อมกัน ดังนั้น ถ้าเลือกอินดิเคเตอร์ชนิดแอนไอออนที่สามารถตกตะกอนที่มีสีกับเงินไอออนได้ หลังจากตกตะกอนคลอไรด์และโบรไมด์ตกตะกอนหมดแล้ว ก็จะทำให้สามารถวิเคราะห์หาปริมาณของคลอไรด์และโบรไมด์ได้ อินดิเคเตอร์ที่ใช้ได้ผลดีตามหลักการนี้ คือ โครเมตไอออน (CrO_4^{2-}) เพราะว่าการละลายของเงินโครเมตมีค่าสูงกว่าการละลายของเงินคลอไรด์และเงินโบรไมด์ ดังนั้น เมื่อเงินคลอไรด์หรือเงินโบรไมด์ตกตะกอนหมดแล้วจึงจะเกิดตะกอนเงินโครเมต ซึ่งมีสีส้มแดงขึ้นทำให้สังเกตจุดยุติจากสีของตะกอนเงินโครเมตที่เกิดขึ้นได้ ในทางทฤษฎีเราสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของโครเมตไอออนที่ต้องใช้ ทำให้เกิดตะกอนสีส้มแดงเมื่อการไทเทรตคลอไรด์ หรือโบรไมด์ถึงจุดสมมูลพอดีได้ ตัวอย่างเช่น การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ เมื่อเกิดตะกอนเงินคลอไรด์และเงินโครเมตขึ้น จะได้

$$[Ag^+][Cl^-] = K_{sp, AgCl} \quad \dots\dots\dots (11.1)$$

$$[Ag^+]^2[CrO_4^{2-}] = K_{sp, Ag_2CrO_4} \quad \dots\dots\dots (11.2)$$

จากสมการที่ 11.1

$$[Ag^+] = \frac{K_{sp, AgCl}}{[Cl^-]} \dots\dots\dots (11.3)$$

จากสมการที่ 11.2

$$[Ag^+] = \sqrt{\frac{K_{sp, Ag_2CrO_4}}{[CrO_4^{2-}]}} \dots\dots\dots (11.4)$$

สมการที่ (11.3) = (11.4)

$$\begin{aligned} \frac{[Cl^-]}{\sqrt{[CrO_4^{2-}]}} &= \frac{K_{sp, AgCl}}{\sqrt{K_{sp, Ag_2CrO_4}}} \\ &= \frac{1.2 \times 10^{-10}}{\sqrt{1.7 \times 10^{-12}}} = 9.2 \times 10^{-2} \dots\dots\dots (11.5) \end{aligned}$$

ที่จุดสมมูลความเข้มข้นของคลอไรด์ จะมีค่าเท่ากับเงินไอออนและเท่ากับบรากที่สองของ $K_{sp, AgCl}$

$$\begin{aligned} [Cl^-] &= [Ag^+] = \sqrt{K_{sp, AgCl}} = \sqrt{1.2 \times 10^{-10}} \\ &= 1.1 \times 10^{-5} \end{aligned}$$

แทนค่า $[Cl^-]$ ลงในสมการที่ 11.5

$$\sqrt{[CrO_4^{2-}]} = \frac{[Cl^-]}{9.2 \times 10^{-2}} = \frac{1.1 \times 10^{-5}}{9.2 \times 10^{-2}}$$

$$\therefore [CrO_4^{2-}] = \left(\frac{1.1 \times 10^{-5}}{9.2 \times 10^{-2}} \right)^2 = 1.4 \times 10^{-2}$$

แสดงว่า ต้องใช้โครเมตไอออนเข้มข้น $1.4 \times 10^{-2} M$ จึงจะทำให้เกิดตะกอนสีส้มแดงของเงินโครเมตที่จุดสมมูลพอดี แต่ในทางปฏิบัติถ้าใช้ความเข้มข้นของโครเมตไอออนสูงถึง $1.4 \times 10^{-2} M$ จะทำให้สีของโครเมตรบกวนการสังเกตสีของตะกอนที่เกิดขึ้น ความเข้มข้นของโครเมตที่เหมาะสมสำหรับการไทเทรตคือ $0.003 - 0.005 M$ เมื่อใช้ปริมาณของโครเมตไอออนน้อยลง พบว่าเงินไอออนที่จะตกตะกอนกับโครเมตต้องถูกใช้มากขึ้น จึงจะทำให้เกิดตะกอนของเงินโครเมตขึ้นได้ ซึ่งทำให้การไทเทรตมีข้อผิดพลาด เราสามารถคำนวณหาข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นจากการไทเทรตได้ สมมุติว่าใช้ความเข้มข้นของโครเมตไอออนเท่ากับ $0.003 M$ เงินโครเมตจะตกตะกอนเมื่อมีความเข้มข้นของเงินไอออน ดังนี้

$$\begin{aligned}
[\text{Ag}^+] &= \sqrt{\frac{K_{\text{sp, Ag}_2\text{CrO}_4}}{[\text{CrO}_4^{2-}]}} \\
&= \sqrt{\frac{1.7 \times 10^{-12}}{3 \times 10^{-3}}} \\
&= 2.4 \times 10^{-5}
\end{aligned}$$

แสดงว่า ต้องใช้ความเข้มข้นของเงินไอออนเท่ากับ $2.4 \times 10^{-5} \text{ M}$ ในขณะที่เมื่อการทดลองไม่มีข้อผิดพลาดเกิดขึ้น จะมีเงินไอออนเข้มข้นเท่ากับ $1.1 \times 10^{-5} \text{ M}$ นั่นคือ การไทเทรตจะใช้เงินไอออนมากกว่าความเป็นจริง เท่ากับ $1.3 \times 10^{-5} \text{ M}$ ถ้าปริมาตรของสารละลายที่จุดยุติมีค่าเท่ากับ 150 ลบ.ซม. และไทแทรนต์เงินไอออนมีความเข้มข้นเท่ากับ 0.1 M แสดงว่าการไทเทรตผิดพลาด โดยใช้เงินไอออนมากกว่าความเป็นจริง $= \frac{1.3 \times 10^{-5} \times 150}{0.1} = 0.02$ ลบ.ซม. ความผิดพลาด 0.02 ลบ.ซม. ที่เกิดขึ้นนี้ เป็นความผิดพลาดที่คำนวณได้ตามทฤษฎีในทางปฏิบัติสามารถหาปริมาณของเงินไอออนที่ใช้มากกว่าความเป็นจริงได้ โดยทำอินดิเคเตอร์แบลนด์ (indicator blank) ซึ่งทำได้โดยเตรียมสารละลายที่มีคุณสมบัติเหมือนกับสารละลายตัวอย่าง แต่ไม่มีสปีชีส์ของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ (คือปราศจากคลอไรด์ไอออนหรือโบรมไนด์ไอออน) จากนั้นให้เติมอินดิเคเตอร์ปริมาณเท่ากับที่เติมลงในขวดของสารละลายตัวอย่าง แล้วเติมแคลเซียมคาร์บอเนตที่ปราศจากคลอไรด์ลงไปด้วย เพื่อทำให้เกิดเป็นตะกอนขาวคล้ายกับตะกอนขาวของเงินคลอไรด์ ที่เกิดขึ้นในขวดของสารตัวอย่าง แล้วไทเทรตสารละลายทั้งสองขวดให้มีสีเหมือนกันมากที่สุด ในขวดของสารละลายตัวอย่าง จะเกิดตะกอนสีส้มแดงของเงินโครเมตปนกับตะกอนขาวของเงินคลอไรด์ ซึ่งเงินไอออนที่ใช้ไปทั้งหมดจะเท่ากับที่ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ไอออนรวมกับโครเมตไอออน ส่วนสารละลายในขวดของแบลนด์ จะเกิดตะกอนของเงินโครเมตปนอยู่กับตะกอนขาวของแคลเซียมคาร์บอเนต ซึ่งจะใช้เวลาไอออนไปเท่ากับที่ทำปฏิกิริยากับโครเมตไอออนเท่านั้น เมื่อนำปริมาณของเงินไอออนที่ใช้ไปในการไทเทรตของทั้งสองขวดมาหักลบกัน ก็จะได้ปริมาณของเงินไอออนที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับคลอไรด์ไอออนนั่นเอง สำหรับปริมาณที่เหมาะสมของโครเมตไอออนที่ใช้ในการไทเทรตทั่ว ๆ ไป คือ ใช้สารละลายโพแทสเซียมโครเมตที่เข้มข้นร้อยละ 5 จำนวน 1-2 ลบ.ซม. ต่อสารละลายที่จุดยุติ 100 ลบ.ซม. ข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นจากการไทเทรตจะเพิ่มมากขึ้น เมื่อสารละลายเจือจางมากขึ้น สารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ไม่ควรเจือจางน้อยกว่า 0.01M

การหาปริมาณคลอไรด์หรือโบรไมด์ไอออนโดยวิธีมอร์ตามที่กล่าวมา ควรทำการไทเทรตเมื่อสารละลายมี pH อยู่ในช่วง 7-10 ทั้งนี้ เพราะว่าถ้าสารละลายเป็นกรด จะทำให้โครเมตถูกเปลี่ยนเป็นไดโครเมตได้

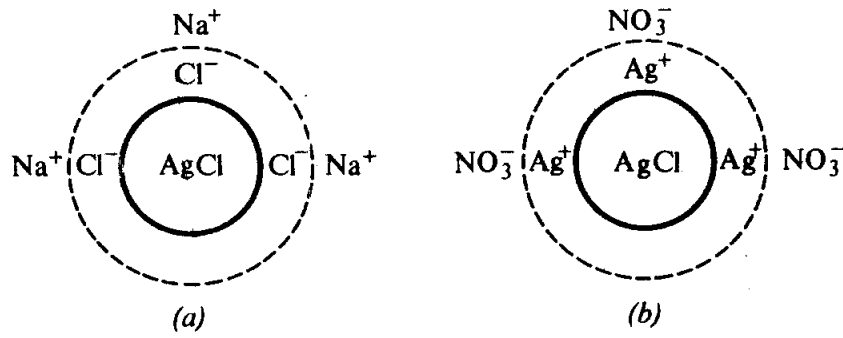


ซึ่งทำให้ปริมาณความเข้มข้นของโครเมตลดลง เป็นผลทำให้ต้องใช้เงินไอออนมากขึ้น และในสารละลายที่มี pH มากกว่า 10 ก็จะไม่เหมาะสมในการวิเคราะห์ เพราะในสารละลายที่เป็นเบส OH^- จะทำให้เงินตกตะกอนเป็น AgOH ได้ วิธีที่ง่ายที่สุดในการควบคุมสารละลายให้มี pH เป็นกลาง คือ เติมแคลเซียมคาร์บอเนตหรือโซเดียมไบคาร์บอเนต ที่ปราศจากคลอไรด์ลงไป ในสารละลายที่จะทำการไทเทรตให้มากเกินพอ ถ้าสารละลายเริ่มต้นเป็นเบส มาก ต้องทำให้สะเทินก่อน โดยเติมกรดแอสซิติค แต่ถ้าเป็นกรดมาก ต้องทำให้สะเทินก่อน โดยเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นจึงเติมแคลเซียมคาร์บอเนตหรือโซเดียมไบคาร์บอเนต ให้มากเกินพอ

2. วิธีดูดซับอินดิเคเตอร์ (Adsorption method) วิธีนี้ถูกค้นพบโดยนักวิทยาศาสตร์ชื่อ ฟาแจนส์ จึงมีชื่อเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า วิธีของฟาแจนส์ (Fajans's method) ในปฏิบัติการเกิดตะกอน จะต้องมีการควบคุมการดูดซับไอออนไว้ที่ผิวของตะกอนเสมอ จากหลักอันนี้ ฟาแจนส์ จึงได้ศึกษาหาอินดิเคเตอร์ที่มีคุณสมบัติที่สามารถดูดซับที่ผิวของตะกอน เมื่อการไทเทรตถึงจุดสมมูลพอดี ซึ่งอินดิเคเตอร์ที่ใช้ในการดูดซับที่ผิวของตะกอน จะต้องมียุทธศาสตร์ที่สามารถให้สีที่แตกต่างไปจากเดิม เมื่อยังไม่ถูกดูดซับด้วย พบว่าสารที่ใช้เป็นอินดิเคเตอร์ดูดซับได้ คือ สารอินทรีย์จำพวกสีย้อมที่มีฤทธิ์เป็นกรดอ่อน ได้แก่ สารในกลุ่มของฟลูออเรสซิน เช่น ฟลูออเรสซิน (fluorescein) และอีโอซิน (eosin) เนื่องจากอินดิเคเตอร์ที่เป็นกรดอ่อนนี้ละลายน้ำยาก ดังนั้น อินดิเคเตอร์ที่นำมาใช้จึงอยู่ในรูปของเกลือโซเดียม ทำให้มีฤทธิ์เป็นเบสอ่อน แอนไอออนของอินดิเคเตอร์หรือฟลูออเรสซิเนตแอนไอออน (fluoresceinate anion) จะถูกดูดซับที่ผิวของตะกอนในชั้นที่ 2 เมื่อการไทเทรตถึงจุดสมมูล โดยมีกระบวนการดังนี้

เมื่อทำการไทเทรตสารละลายตัวอย่างโซเดียมคลอไรด์ด้วยเงินไนเตรต ถ้าเติมเงินไนเตรตยังไม่ถึงจุดยุติหรือคลอไรด์ถูกไทเทรตไม่หมด พบว่าคลอไรด์ที่เหลืออยู่จะถูกดูดซับไว้ที่ผิวของตะกอนในชั้นที่ 1 (primary layer) และในชั้นที่ 2 (secondary layer) Na^+ จะถูกดูดซับไว้ (ดังรูป 11.2 (a)) เมื่อทำการเติมเงินไนเตรตจนถึงจุดสมมูลและเติมมากเกินพออีกเล็กน้อย

จะปรากฏว่าชั้นที่ 1 จะดูดซับ Ag^+ ไว้ และในชั้นที่ 2 จะเป็น NO_3^- (ดังรูป 11.2 (b))



รูปที่ 11.2 a. ตะกอน AgCl ในสารละลายที่มี Cl^- มากเกินพอ

b. ตะกอน AgCl ในสารละลายที่มี Ag^+ มากเกินพอ

ถ้าในสารละลายมีอินดิเคเตอร์ที่เป็นแอนไอออนที่มีการละลายต่ำ เมื่อรวมกับ Ag^+ อินดิเคเตอร์นั้นก็สามารถถูกดูดซับไว้ในชั้นที่ 2 แทนที่ NO_3^- ได้ เมื่ออินดิเคเตอร์ถูกดูดซับในชั้นที่ 2 ก็จะปรากฏสีที่ต่างไปจากเมื่อยังอยู่ในสารละลาย และไม่ถูกดูดซับ ทำให้สังเกตจุดยุติได้นั่นเอง

เนื่องจากอินดิเคเตอร์ที่ใช้มีฤทธิ์เป็นกรดอ่อน ดังนั้น ถ้า pH ของสารละลายต่ำ จะมีผลทำให้อินดิเคเตอร์นั้นแตกตัวให้แอนไอออนได้ยาก ทำให้แอนไอออนฟลูออเรสเซนต์มีปริมาณน้อย การเห็นสีที่จุดยุติอาจจะจางลงไม่ชัดเจน ดังนั้น pH ที่เหมาะสมในการไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์โดยใช้ฟลูออเรสเซนต์เป็นอินดิเคเตอร์ คือ 6.5-10 ทั้งนี้ เพราะว่าถ้า pH มากกว่า 10 จะเกิดตะกอนของ AgOH ได้ การที่ต้องสังเกตจุดยุติจากการดูดซับของอินดิเคเตอร์ที่ผิวของตะกอน ทำให้ต้องป้องกันไม่ให้ตะกอนมีการจับก้อน (coagulate) เพื่อให้ตะกอนมีพื้นที่ผิวมาก ๆ ซึ่งสามารถป้องกันได้โดยการเติม 5% ของสารละลายเดกซ์ตริน (dextrin solution)

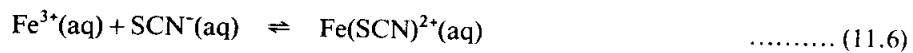
นอกจากฟลูออเรสเซนต์ยังมีสีย้อมอีกหลายตัว ที่สามารถใช้เป็นอินดิเคเตอร์ดูดซับได้ และไม่ใช่เพียงแค่ใช้ในการไทเทรตเฮไลด์เท่านั้น การไทเทรตแอนไอออนอื่น ๆ ก็สามารถทำได้ เช่น การไทเทรตไซยาไนด์ไอออน จะใช้ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ (diphenylcarbazide) เป็นอินดิเคเตอร์ดูดซับ ตะกอนจะปรากฏสีม่วงอมชมพูที่จุดยุติ การเลือกใช้อินดิเคเตอร์ให้เหมาะสมสำหรับการไทเทรต ต้องพิจารณาจากคุณสมบัติของการละลายของเกลือเงินอินดิเคเตอร์ ตารางที่ 11.2 แสดงการเลือกใช้อินดิเคเตอร์สำหรับการไทเทรตไอออนต่าง ๆ

ตารางที่ 11.2 การเลือกใช้อินดิเคเตอร์จุดจบในการไทเทรตแอนไอออนต่าง ๆ ด้วยวิธีการไทเทรตแบบตกตะกอน

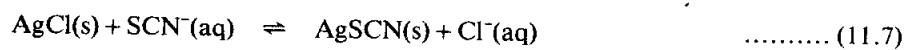
Indicator	Use	Colour change at end-point*	Further data of interest
Fluorescein	Cl ⁻ , Br ⁻ , I ⁻ , with Ag ⁺	Yellowish green → pink	Solution must be neutral or weakly basic
Dichloro-(R)-fluorescein	Cl ⁻ , Br ⁻ , BO ₃ ⁻ with Ag ⁺	Yellowish green → red	Useful pH range 4.4–7
Tetrabromo-(R)-fluorescein (eosin)	Br ⁻ , I ⁻ , SCN ⁻ with Ag ⁺	Pink → reddish-violet	Best in acetic acid solution; useful down to pH 1–2
Dichloro-(P)-tetraiodo-(R)-fluorescein (Rose Bengal)	I ⁻ in presence of Cl ⁻ with Ag ⁺	Red → purple	Accurate if (NH ₄) ₂ CO ₃ added
Di-iodo-(R)-dimethyl-(R)-fluorescein	I ⁻ with Ag ⁺	Orange-red → blue-red	Useful pH range 4–7
Tartrazine	Ag ⁺ with I ⁻ or SCN ⁻ ; I ⁻ + Cl ⁻ with excess Ag ⁺ , back-titration with I ⁻	Colourless solution → green solution	Sharp colour change in I ⁻ + Cl ⁻ back-titration
Sodium alizarin sulphonate (alizarin red S)	[Fe(CN) ₆] ⁴⁻ , [MoO ₄] ²⁻ with Pb ²⁺	Yellow → pink	Neutral solution
Rhodamine 6G	Ag ⁺ with Br ⁻	Orange-pink → reddish-violet	Best in dilute (up to 0.3M) HNO ₃
Phenosafranin	Cl ⁻ , Br ⁻ with Ag ⁺ Ag ⁺ with Br ⁻	Red ppt. → blue ppt. Blue ppt. → red ppt.	Sharp, reversible colour change on ppt., but only if NO ₃ ⁻ is present. Tolerance up to 0.2M-HNO ₃

* The colour change is as indicator passes from solution to precipitate, unless otherwise stated.

3. เกิดสารประกอบที่มีสีซึ่งละลายน้ำได้ วิธีการนี้ คือ การไทเทรตสารละลายเงินไอออนด้วยสารละลายไซโอไซยานเนต มีเฟอร์ริกอัลลัมเป็นอินดิเคเตอร์ เมื่อการไทเทรตถึงจุดสมมูล ไซโอไซยานเนตจะทำปฏิกิริยากับ Fe³⁺ ให้สารประกอบเชิงซ้อนที่ละลายน้ำได้ของ Fe(SCN)²⁺ ซึ่งมีสีแดง ดังนั้น จุดยุติจึงสังเกตได้จากสีแดงของ Fe(SCN)²⁺ ที่เกิดขึ้น



วิธีการไทเทรตแบบนี้ มีชื่อเรียกว่า วิธีของโวลฮาร์ด (Volhard's method) เราสามารถนำวิธีของโวลฮาร์ดมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแอนไอออนจำพวกเฮไลด์ได้ โดยทำการไทเทรตย้อนกลับ (back titration) คือ เติมสารละลายมาตรฐาน Ag⁺ ให้มากเกินไปแล้วไทเทรต Ag⁺ ที่มากเกินไปด้วยสารละลายมาตรฐาน SCN⁻ เงินคลอไรด์จะต่างจากเงินเฮไลด์ตัวอื่น ๆ ตรงที่ว่า มีการละลายมากกว่าเงินไซโอไซยานเนต (AgSCN) เล็กน้อย จึงทำให้ที่ใกล้ ๆ ถึงจุดสมมูลสามารถเกิดปฏิกิริยา



จึงเป็นเหตุให้ต้องเติมสารละลายมาตรฐาน SCN⁻ มากกว่าความเป็นจริง ได้มีผู้ทดลองบางท่านแนะนำให้กรองตะกอน AgCl ออกก่อนที่จะทำการไทเทรตย้อนกลับ แต่จะ

พบว่าวิธีนี้ล่าช้าและยังทำให้มีการสูญเสีย Ag^+ ในระหว่างการกรองได้ ดังนั้น นักวิทยาศาสตร์ชื่อ Caldwell และ Mayer จึงได้แนะนำให้ใช้สารอินทรีย์ที่เป็นของเหลวใส่ลงไปในสารละลายให้คลวมตะกอน AgCl ไม่ให้ทำปฏิกิริยากับ SCN^- สารอินทรีย์ที่ใช้คือ ไนโตรเบนซีน (nitrobenzene) สำหรับข้อผิดพลาดที่เกิดขึ้นจากสมการที่ 11.7 นี้ จะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของอินดิเคเตอร์ด้วย เราสามารถคำนวณหาความผิดพลาดที่เกิดขึ้นได้ เมื่อทราบความเข้มข้นของอินดิเคเตอร์และสารละลายไฮโอไซยาเนตที่ใช้ ตามปกติในการทดลองจะใช้อินดิเคเตอร์เฟอร์ริกอัลลัมเข้มข้น 40% หรืออ้อมตัวประมาณ 1 ถึง 2 ลบ.ซม. ต่อสารละลาย 100 ลบ.ซม. ซึ่งจะต้องใช้ SCN^- เข้มข้น 0.1 F จำนวน 0.01 ลบ.ซม. จึงจะสามารถเห็นสีของ $\text{Fe}(\text{SCN})_2^{2+}$ แสดงว่าความเข้มข้นของ SCN^- ที่จุดสมมูลควรมีค่าดังนี้

$$\begin{aligned} [\text{SCN}^-]_{\text{ที่จุดสมมูล}} &= \frac{0.1 \times 0.01}{100} \\ &= 10^{-5} \text{ F} \end{aligned}$$

จากค่าสมมูลของการละลายของ AgCl และ AgSCN จะได้

$$\begin{aligned} K &= \frac{K_{\text{sp, AgCl}}}{K_{\text{sp, AgSCN}}} = \frac{[\text{Ag}^+][\text{Cl}^-]}{[\text{Ag}^+][\text{SCN}^-]} = \frac{[\text{Cl}^-]}{[\text{SCN}^-]} \\ \therefore K &= \frac{[\text{Cl}^-]}{[\text{SCN}^-]} = \frac{1.8 \times 10^{-10}}{1.1 \times 10^{-12}} = 1.65 \times 10^2 \\ [\text{Cl}^-] &= 1.65 \times 10^2 \times [\text{SCN}^-] \\ &= 1.65 \times 10^2 \times 10^{-5} \\ &= 1.6 \times 10^{-3} \text{ โมล/ลบ.ดม.} \end{aligned}$$

แสดงว่าจะมีคลอไรด์เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาของสมการที่ 11.7 จำนวน 1.6×10^{-3} โมล/ลบ.ดม. แสดงว่า SCN^- ที่ถูกใช้ไปในปฏิกิริยานี้จะมีค่าเท่ากับ 1.6×10^{-3} โมล/ลบ.ดม. ด้วย เราสามารถคำนวณหาปริมาณของ $[\text{SCN}^-]$ ที่ต้องเติมเกินลงไปทำให้มีความเข้มข้นในสารละลาย 100 ลบ.ซม. เท่ากับ 1.6×10^{-3} โมล/ลบ.ดม. ได้ดังนี้คือ

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณ } [\text{SCN}^-] \text{ ที่ใช้เกิน} &= \frac{1.6 \times 10^{-3} \times 100}{0.1} \\ &= 1.6 \text{ ลบ.ซม.} \end{aligned}$$

นั่นคือ ถ้าทำการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ โดยวิธีไทเทรตย้อนกลับของโวลฮาร์ด

จะมีข้อผิดพลาดเกิดขึ้น โดยเติม SCN^- มากกว่าความเป็นจริงเท่ากับ 1.6 ลบ.ซม. ถ้าไม่ต้องการให้การทดลองมีข้อผิดพลาดนี้เกิดขึ้น ต้องใช้วิธีการประยุกต์ของ Caldwell และ Mayer โดยการเติมในโตรเบนซินลงไปนสารละลายก่อนทำการไทเทรตกับไฮโอไซยาเนต

การไทเทรตโดยวิธีของโวลฮาร์ดจะได้ผลดีในสารละลายที่เป็นกรด ทั้งนี้เพื่อป้องกันการเกิดเหล็กไฮดรอกไซด์ $[\text{Fe}(\text{OH})_3]$ และยังมีผลทำให้คาร์บอเนต ออกซาเลตและอาร์ซีเนต ไม่รบกวนการตกตะกอน เพราะแอนไอออนเหล่านี้สามารถตกตะกอนกับ Ag^+ ได้ในสารละลายที่เป็นกลาง ข้อผิดพลาดจากการไทเทรตโดยวิธีนี้จะมีน้อยมาก เพราะ Fe^{3+} จะเกิดปฏิกิริยากับ SCN^- ได้ไวมาก เพื่อหลีกเลี่ยงการเห็นจุดยุติก่อนจุดสมมูลต้องเขย่าสารละลายแรง ๆ ขณะไทเทรตและต้องไทเทรตจนได้สีของสารละลายคงที่ ทั้งนี้เพราะ AgSCN มีแนวโน้มที่จะดึงดูด Ag^+ ไว้ได้มาก จึงทำให้ Ag^+ ทำปฏิกิริยากับ SCN^- ได้ช้าลง เนื่องจากความเข้มข้นของอินดิเคเตอร์มีผลต่อการเกิดสีของ $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ คือ ถ้าความเข้มข้นของ Fe^{3+} มีน้อย ก็ต้องใช้ SCN^- มาก จึงจะทำให้เกิดสีของ $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ ที่สามารถมองเห็นได้ ถ้าความเข้มข้นของ Fe^{3+} มีค่ามาก ก็ต้องใช้ SCN^- น้อย เราสามารถคำนวณหาได้ว่า ควรใช้ความเข้มข้นของ Fe^{3+} เท่าใด จึงจะเกิด $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ ที่สามารถมองเห็นได้โดยไม่มีข้อผิดพลาดจากการไทเทรตเกิดขึ้น จากการทดลองพบว่าความเข้มข้นของ $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ ที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า คือ ที่ความเข้มข้นประมาณ $6.4 \times 10^{-6} \text{ M}$ ดังนั้น ในการไทเทรต 50.0 ลบ.ซม. ของ 0.0500 F Ag^+ ด้วย 0.100 F KSCN ควรทำให้สารละลายมีความเข้มข้นของ Fe^{3+} เท่าไร จึงจะทำให้ไม่มีข้อผิดพลาดจากการไทเทรตเกิดขึ้นเลย

สำหรับการไทเทรตที่มีความผิดพลาดของการไทเทรตเท่ากับ 0 จะมีความเข้มข้นของ Ag^+ ที่จุดสมมูลเท่ากับผลบวกของไฮโอไซยาเนตทั้งสองสปีชีส์

$$[\text{Ag}^+] = [\text{SCN}^-] + [\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}] \quad \dots\dots\dots (11.8)$$

ความเข้มข้นของ $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ ที่สามารถมองเห็นได้ คือ 6.4×10^{-6}

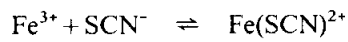
$$\therefore [\text{Ag}^+] = [\text{SCN}^-] + 6.4 \times 10^{-6}$$

$$\frac{K_{sp}}{[\text{SCN}^-]} = \frac{1.1 \times 10^{-12}}{[\text{SCN}^-]} = [\text{SCN}^-] + 6.4 \times 10^{-6}$$

$$[\text{SCN}^-]^2 + 6.4 \times 10^{-6}[\text{SCN}^-] - 1.1 \times 10^{-12} = 0$$

$$[\text{SCN}^-] = 1.7 \times 10^{-7} \text{ โมล/ลบ.ดม.}$$

จากปฏิกิริยา



มีค่า K_f เท่ากับ 1.4×10^2

$$\begin{aligned} K_f &= 1.4 \times 10^2 = \frac{[\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}]}{[\text{Fe}^{3+}][\text{SCN}^-]} \\ &= \frac{6.4 \times 10^{-6}}{[\text{Fe}^{3+}](1.7 \times 10^{-7})} \end{aligned}$$

$$\therefore [\text{Fe}^{3+}] = 0.27 \text{ โมล/ลบ.ดม.}$$

แสดงว่าถ้าต้องการให้การไทเทรตไม่มีข้อผิดพลาดเกิดขึ้นเลย ต้องทำให้สารละลายที่จะถูกไทเทรตมีความเข้มข้นของ $[\text{Fe}^{3+}]$ เท่ากับ 0.27 โมล/ลบ.ดม. แต่เนื่องจากปริมาณของ $[\text{Fe}^{3+}]$ ที่มากเท่านี้ จะนำมาใช้ไม่ได้ผลดีเพราะความเข้มข้นของ Fe^{3+} ที่มากกว่า 0.20 โมล/ลบ.ดม. จะทำให้สังเกตเห็นจุดยุติได้ยาก เพราะถูกสีของ Fe^{3+} รับกวน โดยปกติในการทดลองจะใช้ความเข้มข้นของ Fe^{3+} เท่ากับ 0.01 โมล/ลบ.ดม. จึงจะทำให้เห็นสีที่จุดยุติได้ชัดเจน จากการคำนวณถ้าความผิดพลาดของการไทเทรตเกิดขึ้นเท่ากับ ± 1 ส่วนในพันส่วน พบว่าจะมีความเข้มข้นของ Fe^{3+} เท่ากับ 0.002 ถึง 1.6 โมล/ลบ.ดม. ซึ่งความเข้มข้น 0.01 โมล/ลบ.ดม. ยังเป็นความเข้มข้นที่ทำให้เกิดข้อผิดพลาดได้ไม่เกิน 1 ส่วนในพันส่วน แสดงได้ว่าการไทเทรตโดยวิธีของ ไวลฮาร์ด ไม่มีข้อผิดพลาดจากการไทเทรตเกิดขึ้น จึงไม่จำเป็นต้องทำอินดิเคเตอร์แบลงค์

กิจกรรมที่ 11.2

ให้แสดงวิธีการคำนวณว่า เมื่อต้องการให้ความผิดพลาดของการไทเทรตโดยวิธีไวลฮาร์ดเกิดขึ้นไม่เกิน ± 1 ส่วนในพันส่วน จะต้องใช้ความเข้มข้นของ Fe^{3+} อยู่ในช่วง 0.002 ถึง 1.6 โมล/ลบ.ดม.

การประยุกต์ใช้ (Application)

การวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธี argentimetric method ซึ่งมีวิธีการหาจุดยุติ ได้ 3 วิธีดังที่กล่าวมา สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณเฮไลด์ โดยสรุปได้ดังนี้

1) การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์และโบรไมด์ สามารถวิเคราะห์ได้ทั้ง 3 วิธี คือ วิธีของมอห์ร วิธีของฟาเจนส์และวิธีของโวลฮาร์ด

2) การวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีน สามารถวิเคราะห์ได้ 2 วิธี คือ วิธีของฟาเจนส์ และวิธีของโวลฮาร์ด สำหรับวิธีการของมอห์รไม่สามารถนำมาใช้หาปริมาณไอโอดีนได้ เพราะวีสของตะกอน AgI ที่เกิดขึ้น จะทำให้สังเกตเห็นสีของตะกอน Ag_2CrO_4 ที่เกิดขึ้น ได้ยาก

3) วิธีการวิเคราะห์สามารถนำมาใช้วิเคราะห์หาปริมาณสารผสมของเฮไลต์ได้ ดังนี้

ก) สารผสมของคลอไรด์และไอโอดีน สามารถวิเคราะห์ได้โดยการใช้อินดิเคเตอร์ ชนิดดูดซับได้ (วิธีของฟาเจนส์) การไทเทรตที่ใช้ไดโอดไดเมทิลฟลูออเรสซิน (diiododimethylfluorescein) เป็นอินดิเคเตอร์ เมื่อทำการไทเทรตสารละลายผสมด้วย $0.1\text{ N } AgNO_3$ จะพบว่าเมื่อ Ag^+ ทำปฏิกิริยากับ I^- หมดแล้วอินดิเคเตอร์จะถูกดูดซับไว้ที่ผิวของตะกอน ทำให้สังเกตจุดยุติได้โดยที่ Cl^- จะยังไม่ทำปฏิกิริยา จากการไทเทรตนี้ สามารถหาปริมาณของ ไอโอดีนในสารละลายผสมได้ ถ้านำสารตัวอย่างมาอีกจำนวนหนึ่งและไทเทรตกับ $0.1\text{ N } AgNO_3$ โดยใช้ฟลูออเรสซินเป็นอินดิเคเตอร์ พบว่าฟลูออเรสซินจะถูกดูดซับที่ผิวของตะกอน ทำให้สังเกตจุดยุติได้เมื่อ Ag^+ ทำปฏิกิริยากับ I^- และ Cl^- ทั้งสองตัวหมดแล้ว จากการไทเทรตทั้งสอง ครั้งนี้ จะทำให้สามารถคำนวณหาปริมาณของไอโอดีนและคลอไรด์ในสารละลายผสมได้

ข) สารผสมของโบรไมด์และไอโอดีน สามารถวิเคราะห์ได้โดยวิธีของการใช้อินดิเคเตอร์ชนิดดูดซับ (วิธีของฟาเจนส์) เมื่อนำสารตัวอย่างมาไทเทรตกับ $0.1\text{ N } AgNO_3$ โดยใช้อีโอซิน (eosin) หรือฟลูออเรสซินเป็นอินดิเคเตอร์ ปริมาณ Ag^+ ที่ใช้จะเท่ากับปริมาณของ Br^- และ I^- ที่มีอยู่ในสารละลายทั้งหมด หลังจากนั้นถ้านำสารตัวอย่างมาไทเทรตกับ $0.1-0.2\text{ N } AgNO_3$ โดยใช้ไดโอดไดเมทิลฟลูออเรสซินเป็นอินดิเคเตอร์ จะได้ปริมาณของ Ag^+ เท่ากับ ปริมาณของ I^- จากการไทเทรตทั้ง 2 ครั้ง ทำให้คำนวณหาปริมาณของ Br^- และ I^- ในสารละลายผสมได้

ค) สำหรับสารละลายระหว่าง Br^- และ Cl^- ไม่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณแต่ละตัวได้ เพราะตะกอน $AgBr$ และ $AgCl$ มีค่าผลคูณของการละลายไม่แตกต่างกันมากนัก ทำให้ไม่สามารถหาอินดิเคเตอร์ที่เหมาะสมได้

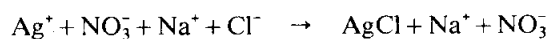
การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอน

การทดลองสามารถแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนในการเตรียมสารละลายมาตรฐานและหาความเข้มข้นที่แน่นอนกับขั้นตอนในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

1. การเตรียมสารละลายมาตรฐานและหาความเข้มข้นที่แน่นอน

สารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการทดลองมี 2 ชนิด คือ สารละลายมาตรฐานเงินในเทรต และสารละลายมาตรฐานไซโอไซยานेट

การเตรียมสารละลายมาตรฐานเงินในเทรต สามารถเตรียมได้โดยใช้โลหะเงินที่บริสุทธิ์ซึ่งให้น้ำหนักละเอียด แล้วละลายในกรดไนตริกเจือจางที่บริสุทธิ์ การเตรียมโดยวิธีนี้จะได้สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ในเทรตที่มีฤทธิ์เป็นกรดมาก ซึ่งไม่เหมาะในการหาปริมาณเฮไลต์โดยวิธีของมอร์และวิธีของฟาเจนส์ ตามเหตุผลที่ได้กล่าวมาแล้วในตอนต้น ดังนั้น การเตรียมสารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ที่มีฤทธิ์เป็นกลางเตรียมได้โดยใช้ซิลเวอร์ในเทรตชนิด A.R. grade ที่มีความบริสุทธิ์อย่างน้อย 99.9 เปอร์เซ็นต์ ในการเตรียมถ้าชั่ง A.R. เงินในเทรตมาอย่างถูกต้อง สารละลายที่เตรียมได้สามารถใช้เป็นสารละลายปฐมภูมิ และเป็นสารละลายมาตรฐานได้โดยไม่ต้องหาความเข้มข้นที่แน่นอนอีกครั้ง ถ้าสารเงินในเทรตที่นำมาใช้เตรียมสารละลายมาตรฐาน เป็นเงินในเทรตที่ได้จากการตกผลึกเงินในเทรตเกรดการค้า สารละลายที่เตรียมได้ต้องทำการหาความเข้มข้นที่แน่นอน โดยการไทเทรตกับไซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ก่อนที่จะนำไปใช้ โดยทำการไทเทรตด้วยวิธีเดียวกับวิธีที่จะนำไปใช้วิเคราะห์หาปริมาณสารตัวอย่าง



ไซเดียมคลอไรด์ที่นำมาใช้เป็นสารปฐมภูมิ ต้องมีความบริสุทธิ์ 99.9–100% และต้องปราศจากน้ำ โดยก่อนที่จะนำมาใช้ต้องอบที่อุณหภูมิ 250–350°C ในเตาอบไฟฟ้าเป็นเวลา 1–2 ชั่วโมง และทำให้เย็นในโถอบ

การเตรียมสารละลายมาตรฐานไซโอไซยานेट สามารถเตรียมได้จากเกลือแอมโมเนียมไซโอไซยานेट หรือโพแทสเซียมไซโอไซยานेट สารละลายนี้ใช้ในการวิเคราะห์วิธีโวลฮาร์ดเท่านั้น เนื่องจากเกลือไซโอไซยานेटดูดน้ำได้ง่าย ทำให้สารเยิ้มเหลว ดังนั้น สารละลายที่เตรียมขึ้น จึงไม่สามารถนำมาใช้ทำการไทเทรตได้เลย ต้องทำการหาความเข้มข้นที่แน่นอนเสียก่อน โดยไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานเงินในเทรต

2. การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ในสารตัวอย่าง

การหาปริมาณคลอไรด์ในสารตัวอย่างสามารถทำได้ทั้งสามวิธีคือ วิธีของมอร์, วิธีของฟาเจนส์ และวิธีของโวลฮาร์ด ในการวิเคราะห์โดยวิธีมอร์และฟาเจนส์ ถ้าพบว่าสารละลายตัวอย่างของคลอไรด์ที่จะนำมาวิเคราะห์ มีฤทธิ์เป็นกรดมากเกินไป ควรทำให้สารละลายมีฤทธิ์เป็นกลางก่อน โดยเติมแคลเซียมคาร์บอเนตหรือโซเดียมไบคาร์บอเนต หรือบอ-แรกซ์ (borax) ที่ปราศจากคลอไรด์ ถ้าพบว่าในสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรดจาก mineral acid สามารถทำให้สารละลายเป็นกลางได้ โดยการเติมแอมโมเนีย หลังจากนั้นเติม A.R. แอมโมเนียมแอซิเตดที่มากเกินไป แล้วจึงจะสามารถนำสารตัวอย่างมาทำการวิเคราะห์ตามวิธีการต่าง ๆ ได้

ปฏิบัติการทดลอง

การทดลองหาปริมาณคลอไรด์ในสารตัวอย่าง สามารถทำเป็นขั้นตอนได้ดังนี้ คือ

1. เตรียมสารเคมีและอุปกรณ์ เพื่อใช้ในการทดลอง

1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- ก. เงินไนเตรด (AgNO_3)
- ข. โพแทสเซียมไธโอไซยาเนต (KSCN)
- ค. NaCl ชนิด A.R. grade
- ง. สารตัวอย่างคลอไรด์
- จ. 5% dextrin solution
- ฉ. ไนโตรเบนซีน
- ช. โครเมตอินดิเคเตอร์
- ญ. ฟลูออเรสซีนอินดิเคเตอร์
- ฎ. เฟอร์ริกอัลลัมอินดิเคเตอร์
- ฏ. แคลเซียมคาร์บอเนต
- ท. 6M HNO_3

1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- ก. บีเปต

- ข. บิวเรตพร้อมที่ตั้ง
- ค. ขวดรูปกรวย
- ง. ขวดวัดปริมาตร

2. วิธีการทดลอง

2.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานเงินในเทรตเข้มข้น 0.10 F สามารถทำได้ 2 วิธี ดังนี้คือ

วิธีการทดลอง A.

เตรียมสารละลายมาตรฐาน 0.10 F AgNO_3 จากเงินในเทรต ชนิด A.R. grade ให้ได้ความเข้มข้นแน่นอนโดยตรง

ใช้ A.R. เงินในเทรตที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.9–100 เปอร์เซ็นต์ อบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เก็บไว้ให้เย็นในโถอบ ชั่งเงินในเทรตที่อบแล้วนี้มาอย่างละเอียดประมาณ 8.5 กรัม ละลายน้ำกลั่นให้เป็น 500 ลบ.ซม. โดยใช้ขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ลบ.ซม. คำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย AgNO_3 จากน้ำหนักที่ชั่งได้อย่างละเอียดนั้น แล้วเก็บสารละลาย AgNO_3 ไว้ในขวดสีชาที่จุกปิดสนิท

วิธีการทดลอง B.

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน 0.10 F AgNO_3 จากเงินในเทรตที่ทำให้บริสุทธิ์โดยการตกผลึก

ชั่งเงินในเทรตประมาณ 8.5 กรัม ละลายน้ำและทำให้มีปริมาตรเป็น 500 ลบ.ซม. โดยใช้ขวดวัดปริมาตร เขย่าสารละลายให้ทั่ว เก็บสารละลายที่เตรียมได้ในขวดสีชา ไม่ให้โดนแสง ก่อนที่จะนำสารละลายเงินในเทรตไปใช้ ต้องทำการหาความเข้มข้นที่แน่นอนก่อน โดยใช้โซเดียมคลอไรด์เป็นสารปฐมภูมิ สามารถหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายเงินในเทรตได้ 2 วิธีคือ วิธีของมอห์ร์และวิธีของฟาเจนส์

การเตรียมสารละลายปฐมภูมิโซเดียมคลอไรด์ 0.1000 F เตรียมโดยชั่ง A.R. NaCl ที่แห้ง (อบแล้วที่อุณหภูมิ $250-350^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 1–2 ชั่วโมง) ประมาณ 2.9 กรัม ให้น้ำหนักละเอียด ละลายโซเดียมคลอไรด์ที่ชั่งได้ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ลบ.ซม. เติมน้ำกลั่นให้พอดีขีดเขย่าให้ทั่ว คำนวณหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย NaCl จากน้ำหนักที่ชั่งได้

ก. การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของเงินในเทรตโดยวิธีของมอห์ร

ปิเปตสารละลายปรอทัมมิโซเดียมคลอไรด์ 0.100 F มา 10.0 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. โดยปิเปตใส่ลงในขวดรูปกรวย 3 ใบ นำแต่ละขวดมาเติม 1 ลบ.ซม. ของสารละลายอินดิเคเตอร์ K_2CrO_4 (หมายเหตุ 1) -เติมสารละลายเงินในเทรตจากบิวเรตซ์ ๑ ๆ พร้อมเขย่าสม่ำเสมอเมื่อคลอไรด์ใกล้หมดจะเกิดสีแดงอิฐของ Ag_2CrO_4 ต้องเขย่าจนสีแดงอิฐหายไปจึงค่อยเติมหยดต่อไปของเงินในเทรต ที่จุดยุติจะปรากฏสีแดงอิฐของ Ag_2CrO_4 อย่างถาวร ถ้าการไทเทรตเกินจุดสมมูลไปมาก จะทำให้สีของตะกอนเป็นสีแดงอิฐเข้ม เนื่องจากเกิด Ag_2CrO_4 ปริมาณมากหรือใช้เงินในเทรตมากกว่าความเป็นจริง การทดลองสามารถแก้ไขได้โดยการทำอินดิเคเตอร์แบลงค์ การทำอินดิเคเตอร์แบลงค์ทำโดยใช้ 0.2 กรัมของ A.R. แคลเซียมคาร์บอเนต ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. เติมน้ำกลั่น 10 ลบ.ซม. เติมอินดิเคเตอร์ K_2CrO_4 1 ลบ.ซม. แล้วไทเทรตด้วยเงินในเทรตจนเกิดตะกอนแดงอิฐให้สีเหมือนกับขวดที่ทำการไทเทรตคลอไรด์ (โดยปกติปริมาณของเงินในเทรตที่ใช้ในการทำอินดิเคเตอร์-แบลงค์ ประมาณ 0.03 – 0.10 ลบ.ซม.) หลังจากนั้น นำปริมาณของอินดิเคเตอร์แบลงค์ไปหักออกจากปริมาณที่ใช้ในการไทเทรตคลอไรด์ จะได้ปริมาณของเงินในเทรตที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับคลอไรด์

ข. การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของเงินในเทรตโดยวิธีของฟาเจนส์

ปิเปตสารละลายปรอทัมมิโซเดียมคลอไรด์ 0.100 F มา 10.0 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. โดยปิเปตใส่ลงในขวดรูปกรวย 3 ใบ นำแต่ละขวดมาเติม 5 หยดของฟลูออเรสซิน หรือไดคลอโรฟลูออเรสซิน (ดูหมายเหตุ 2) และเติม 2 ลบ.ซม. ของ 5% dextrin solution ไทเทรตสารละลายแต่ละขวด ด้วยสารละลายเงินในเทรต พร้อมเขย่าขวดอย่างสม่ำเสมอที่จุดสมมูล จะมีสีชมพูที่ตะกอนเกิดขึ้น

2.2 เตรียมสารละลายแอมโมเนียหรือโพแทสเซียมไฮโอไซยาเนตเข้มข้น 0.1 F

ชั่งโพแทสเซียมไฮโอไซยาเนตที่ปราศจากคลอไรด์ ประมาณ 2.4 กรัม ด้วยเครื่องชั่งหยาบ นำมาละลายด้วยน้ำกลั่นที่บริสุทธิ์แล้วเจือจางให้มีปริมาตร 250 ลบ.ซม.

2.3 หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮโอไซยาเนต

ปิเปตสารละลายมาตรฐานเงินในเทรตมา 10.0 ลบ.ซม. (ที่เตรียมจาก 2.1) ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. เติม 6 N HNO_3 2 ลบ.ซม. และอินดิเคเตอร์เฟอร์ริกอัลลัม

1 ลบ.ชม. (หมายเหตุ 3) ไทเทรตสารละลายนี้ด้วยสารละลายมาตรฐาน KSCN ที่อยู่ในบิวเรต เมื่อเติม KSCN ลงไป จะเกิดตะกอนขาว สารละลายจะมีลักษณะขุ่นขาวคล้ายนมและในขณะที่เติม KSCN ลงไปแต่หยุด จะมีสีน้ำตาลแดงเกิดขึ้นด้วย แต่เมื่อเขย่าจะหายไปอย่างรวดเร็ว ขณะที่ไทเทรตใกล้ถึงจุดยุติ จะพบว่าตะกอนจะรวมตัวกันนอนกันทันที สังเกตเห็นได้อย่างชัดเจน และเมื่อเติม KSCN ลงไปอีกเป็นหยดสุดท้าย จะปรากฏว่า สารละลายเป็นสีน้ำตาลแดงโดยที่ไม่จางหายไปเมื่อเขย่านาน ๆ เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดข้อผิดพลาดเกิดขึ้น ในขณะที่ไทเทรตควรเขย่าสารละลายแรง ๆ ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง บันทึกผลและคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย KSCN

หมายเหตุ : - สารละลายอินดิเคเตอร์ต่อไปนี้ ทางห้องปฏิบัติการจะเตรียมไว้ให้ นักศึกษาไม่ต้องเตรียมเอง

1) เตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์โพแทสเซียมโครเมต

ละลาย 4.2 กรัม K_2CrO_4 และ 0.7 กรัมของ $K_2Cr_2O_7$ ในน้ำกลั่นแล้ว เจือจางให้มีปริมาตรเป็น 100 ลบ.ชม. ใช้สารละลายนี้ 1-2 ลบ.ชม. ต่อสารละลาย 50 ลบ.ชม. ที่จุดยุติ

2) เตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์ไดคลอโรฟลูออเรสซิน

เตรียมโดยใช้ 0.1 กรัม ของไดคลอโรฟลูออเรสซิน ละลายใน 100 ลบ.ชม. ของแอลกอฮอล์ที่เข้มข้นร้อยละ 70 หรือเตรียมได้จาก 0.1 กรัมของโซเดียมไดคลอโรฟลูออเรสซินเนต ละลายในน้ำกลั่น 100 ลบ.ชม. จะได้สารละลายเข้มข้นร้อยละ 0.1

3) เตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์เฟอร์ริกอัลลัม (ferric alum)

เตรียมโดยละลาย 40 กรัมของเฟอร์ริกอัลลัมชนิด A.R. ในน้ำกลั่น 100 ลบ.ชม. แล้วหยุด 2-3 หยดของ 6.0 F HNO_3 ลงในสารละลายที่ได้

4) เตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์ฟลูออเรสซิน

ละลาย 2 กรัมของฟลูออเรสซินใน 70% แอลกอฮอล์จำนวน 100 ลบ.ชม. หรือละลาย 0.2 กรัมของโซเดียมฟลูออเรสซินเนต ในน้ำกลั่น 100 ลบ.ชม.

5) เตรียมสารละลายอินดิเคเตอร์อีโอซิน (eosin)

ละลาย 0.1 กรัมของอีโอซินใน 100 ลบ.ชม. ของ 7% แอลกอฮอล์หรือละลาย 0.1 กรัมของเกลือโซเดียมของอีโอซินในน้ำ 100 ลบ.ชม.

2.4 การหาปริมาณคลอรีนโดยวิธีมอร์

เตรียมขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ชม. จำนวน 4 ใบ 3 ใบแรกให้เปิดสารตัวอย่าง

ที่เตรียมไว้ให้ใส่ลงไปจำนวน 10.0 ลบ.ซม. ส่วนอีกใบหนึ่งให้บีบเปิดน้ำกลั่นบริสุทธิ์ใส่ลงไป 10.0 ลบ.ซม. พร้อมกับซังแคลเซียมคาร์บอเนตที่ปราศจากคลอไรด์ 0.2 กรัมใส่ลงไปด้วย (ขวดใบนี้คือสารละลายแบลนค์) ในแต่ละขวดทั้ง 4 ใบ ให้เติมสารละลายโพแทสเซียมโครเมต 1 ลบ.ซม. จากนั้นทำการไทเทรตแต่ละขวด จนปรากฏตะกอนสีส้มแดงของเงินโครเมตที่มีสีเหมือนกันทุกขวด สำหรับขวดของสารละลายแบลนค์ ต้องเติมสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรดที่ละลายอย่างระมัดระวังจนปรากฏตะกอนสีส้มแดง แล้วนำขวดอื่น ๆ ที่ไทเทรตได้ เปรียบเทียบสีที่จุดยุติกับขวดของสารละลายแบลนค์ให้ได้สีที่เหมือนกัน

หมายเหตุ :-

ก. อย่าหยดสารละลายเงินเร็วเกินไป เพราะจะทำให้เกิดตะกอนเงินโครเมตมากจนไม่สามารถทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ได้ทัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งที่ใกล้ถึงจุดยุติ ดังนั้นในการไทเทรตต้องเขย่าจนสีแดงอิฐจางหายไป จึงจะหยดสารละลายเงินไนเตรดหยดต่อไป

ข. แอนไอออนที่สามารถเกิดสารประกอบที่ไม่ละลายน้ำกับเงินไอออน ไม่ควรมีปนอยู่ในสารละลายตัวอย่างคลอไรด์ แต่ถ้ามีปริมาณไม่มากนัก อาจไม่รบกวนการไทเทรตได้ ทั้งนี้เพราะไอออนเหล่านี้อาจตกตะกอนหลังจากที่เกิดตะกอนเงินโครเมตขึ้นแล้ว ถ้าในสารละลายมีคาร์บอเนต (CO_3) หรือซัลไฟด์ (S^{2-}) ปนอยู่ สามารถเอาออกจากสารละลายได้โดยการต้มกับกรด และ pH ของสารละลาย จะต้องถูกควบคุมก่อนที่จะไปไทเทรตกับเงินไอออน

2.5 การหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีฟาเจนส์

บีบเปิดสารละลายตัวอย่างคลอไรด์มา 10.0 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 ลบ.ซม. เติม 2 ลบ.ซม. ของ 5% dextrin solution และ 5 หยดของ 0.1% ฟลูออเรสเซินเนตหรือไดคลอโรฟลูออเรสเซินเนต จะได้สารละลายเป็นสีเขียวแกมเหลือง ไทเทรตสารละลายนี้ด้วยสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรด จนกระทั่งปรากฏสีชมพูอ่อนที่ตะกอน วิธีนี้ไม่ต้องทำการทดสอบแบลนค์ ทำการทดลองอีกอย่างน้อย 2 ครั้ง

หมายเหตุ :

ก. วิธีของฟาเจนส์เหมาะสำหรับการหาปริมาณคลอไรด์ ที่มีความเข้มข้นอยู่ระหว่าง 0.1 – 0.005 M ถ้าความเข้มข้นของคลอไรด์สูงกว่าระดับนี้ ควรใช้วิธีของมอร์ หรือวิธีของไวลฮาร์ด จะดีกว่า

ข. ที่จุดยุติตะกอนขาวของ AgCl จะปรากฏสีชมพู ควรใช้กระดาษขาวรองข้างใต้

ของขบวนการรวม เพื่อสะดวกในการดูจุดยุติ

ค. แอนไอออนที่เกิดตะกอนกับ Ag^+ และไม่ละลายในสารละลายที่เป็นกลางหรือกรดอ่อน จะรบกวนการหาปริมาณของคลอไรด์ได้ เช่น Br^- , I^- , CN^- , SCN^- , S^{2-} , IO_3^- , $Fe(CN)_6^{3-}$, $Fe(CN)_6^{4-}$

2.6 การหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีโวลฮาร์ด (Caldwell modification)

ปีเปตสารละลายตัวอย่างของคลอไรด์มา 10.0 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดรูปกรวย เติม 6 M HNO_3 ที่ปราศจากคลอไรด์จำนวน 4 ลบ.ซม. เติมสารละลายมาตรฐาน $AgNO_3$ จากบิวเรตให้มากเกินพอ โดยสังเกตจากตะกอน คือให้ $AgCl$ ตกตะกอนหมด แล้วเติม $AgNO_3$ เกินอีกจำนวนหนึ่ง (เติมทั้งหมดประมาณ 20 ลบ.ซม.) จดปริมาตรที่แน่นอนของ $AgNO_3$ ที่เติมด้วย เติมไนโตรเบนซิน 2 ลบ.ซม. เขย่าแรง ๆ เติม 2 ลบ.ซม. ของอินดิเคเตอร์เฟอร์ริกอัลลัมไทเทรตเงินในเทรตที่มากเกินพอ ด้วยสารละลายมาตรฐาน $KSCN$ ไทเทรตจนกระทั่งปรากฏสารละลายเป็นสีแดงอย่างถาวร ทำการทดลองซ้ำอีก อย่างน้อย 2 ครั้ง

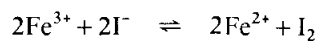
กิจกรรมที่ 11.3

ให้ทำการทดลองวิธีโวลฮาร์ดซ้ำอีก โดยที่ไม่เติมไนโตรเบนซิน แล้วเปรียบเทียบผลกับการทดลองที่ทำโดยเติมไนโตรเบนซิน ผลแตกต่างกันหรือไม่ เพราะเหตุใด

หมายเหตุ :

ก. โบรไมด์และไอโอไดด์สามารถหาปริมาณได้ เช่นเดียวกับคลอไรด์และเนื่องจาก $AgBr$ กับ AgI ละลายน้ำได้ยากกว่า $AgSCN$ ดังนั้น จึงไม่มีความจำเป็นที่ต้องเติมไนโตรเบนซินเพื่อปกคลุมตะกอนในการไทเทรตย้อนกลับ

ข. ในการไทเทรตหาปริมาณไอโอไดด์ อย่าเติมอินดิเคเตอร์ก่อนเติม Ag^+ มากเกินพอ ทั้งนี้เพราะ Fe^{3+} จะทำปฏิกิริยากับไอโอไดด์



ค. ไอออนของปรอทและแพลเลเดียม สามารถทำปฏิกิริยากับไซโอไซยานेटเกิดตะกอนได้ ดังนั้น สมควรแยกไอออนทั้งสองชนิดออกก่อนทำการไทเทรต โดยตกตะกอนเป็น

เกลือซัลไฟด์

ผลที่ได้จากการทดลองทั้งหมด ต้องจัดบันทึกลงในตารางข้อมูลที่ได้เตรียมไว้แล้ว
ล่วงหน้าในการวางแผนงาน ตัวอย่างที่ 11.1 เป็นการแสดงการจดบันทึกข้อมูลที่ได้จากการ
ทดลองลงในตารางข้อมูล

ตัวอย่างที่ 11.1 การบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลองลงในตารางข้อมูลที่ได้เตรียมไว้แล้ว
ล่วงหน้า

1) การเตรียมสารละลายมาตรฐานเงินในเทรต

วิธีการทดลอง A เตรียมให้ได้ความเข้มข้นที่แน่นอนโดยตรง

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. AgNO_3 น.น.ขวดชั่ง น.น. AgNO_3	ไม่ทำ

วิธีการทดลอง B.

ก. เตรียมสารละลายเงินในเทรตเข้มข้นประมาณ 0.1 F จำนวน 500 ลบ.ซม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. AgNO_3	35.7321
น.น.ขวดชั่ง	27.1976
น.น. AgNO_3	8.5345

ข. เตรียมสารละลายปฐมภูมิ NaCl เข้มข้น 0.1000 F จำนวน 500 ลบ.ซม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. NaCl	31.2809
น.น.ขวดชั่ง	28.3795
น.น. NaCl	2.9004

ค. ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายเงินไนเตรต

วิธี	ปริมาณสาร NaCl (ลบ.ชม.)	ไทเทรนต์ AgNO ₃ (ลบ.ชม.)				แบลงก์	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสีของอินดิเคเตอร์
		1	2	3	เฉลี่ย			
มอห์ร	25.0	24.90	24.85	24.80	24.85	0.05	K ₂ CrO ₄	สารละลายเหลือง น้ำตาล → ตะ กอนสีส้มแดง
ฟาเจนส์	25.0	24.85	24.70	24.75	24.73	—	fluorescein	สารละลายสี เหลืองแกมเขียว → ตะกอนสีชมพู

2) การเตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไซยาไนด์และหาความเข้มข้นที่แน่นอน

ก. เตรียมสารละลาย KSCN

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. KSCN	18.98
น.น.ขวดชั่ง	16.57
น.น. KSCN	2.41

ข. ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอน KSCN

ปริมาณสารปฐมภูมิ AgNO ₃ (ลบ.ชม.)	ไทเทรนต์ KSCN (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสีของอินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0	25.10	25.15	25.10	25.12	Ferric alum	สารละลายสีเหลือง → สารละลายสีแดง

3) การไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์

ก) หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีมอร์ห์

ปริมาณสาร ตัวอย่าง (ลบ.ชม.)	ไทเทรนต์ AgNO ₃ (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์ เบลงค์	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย			
25.0	23.30	23.35	23.35	23.33	0.10	K ₂ CrO ₄	สารละลายสีเหลือง น้ำตาล → ตะกอน สีส้มแดง

ข. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีฟาเจนส์

ปริมาณ สารตัวอย่าง (ลบ.ชม.)	ไทเทรนต์ AgNO ₃ (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0	23.30	23.20	23.25	23.25	fluorescein	สารละลายสีเหลืองแกมเขียว → ตะกอนสีชมพู

ค. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีโวลฮาร์ด (Caldwell Modification)

ปริมาณ สารตัวอย่าง (ลบ.ชม.)	AgNO ₃ ที่มากเกินไป (ลบ.ชม.)	ไทเทรนต์ KSCN (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
		1	2	3	เฉลี่ย		
25.0	35.0	9.80	9.85	9.95	9.78	Ferric alum	สารละลายสีเหลือง → สารละลายสีแดง

3. การคำนวณผล จากตัวอย่างข้อมูลที่แสดงในตัวอย่างที่ 11.1 สามารถนำมาคำนวณผลได้ ดังนี้

3.1 กำหนดหาความเข้มข้นของสารละลายปฐมภูมิ NaCl

ซึ่ง NaCl มาหนัก 2.9004 กรัมเตรียมเป็นสารละลายจำนวน 500 ลบ.ซม.

$$\begin{aligned}\therefore \text{ความเข้มข้นของ NaCl} &= \frac{2.9004}{\text{M.W. NaCl}} \times \frac{1,000}{500} \\ &= \frac{2.9004}{58.44} \times \frac{1,000}{500} \\ &= 0.0993 \text{ F}\end{aligned}$$

3.2 กำหนดหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรต

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจากการไทเทรต คือ



แสดงว่า NaCl จำนวน 1 โมลจะทำปฏิกิริยาพอดีกับ AgNO_3 จำนวน 1 โมล นั่นคือ จำนวนมิลลิโมลของ NaCl = จำนวนมิลลิโมลของ AgNO_3

ก. การไทเทรตโดยวิธีมอห์ร์ ใช้เงินไนเตรต = $24.85 - 0.05 = 24.80$ ลบ.ซม.

$$\begin{aligned}M_{\text{NaCl}} \times V_{\text{NaCl}} &= M_{\text{AgNO}_3} \times V_{\text{AgNO}_3} \\ \therefore 25.0 \times 0.0993 &= M_{\text{AgNO}_3} \times 24.80 \\ M_{\text{AgNO}_3} &= \frac{25.0 \times 0.0993}{24.80} \\ &= 0.1001\end{aligned}$$

ข. การไทเทรตโดยวิธีฟาเจนส์ ใช้เงินไนเตรต = 24.73 ลบ.ซม.

$$\begin{aligned}\therefore 25.0 \times 0.0993 &= M_{\text{AgNO}_3} \times 24.73 \\ M_{\text{AgNO}_3} &= \frac{25.0 \times 0.0993}{24.73} \\ &= 0.1004\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{ความเข้มข้นของเงินไนเตรตเฉลี่ย} &= \frac{0.1001 + 0.1004}{2} \\ &= 0.1002 \text{ M}\end{aligned}$$

3.3 คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไซยาเนต

จากการทดลองพบว่าสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรด 25.0 ลบ.ซม. ทำปฏิกิริยาพอดีกับโพแทสเซียมไซยาเนต 25.12 ลบ.ซม.

จำนวนมิลลิโมลของ AgNO_3 = จำนวนมิลลิโมลของ KSCN

$$M_{\text{AgNO}_3} \times V_{\text{AgNO}_3} = M_{\text{KSCN}} \times V_{\text{KSCN}}$$

$$0.1002 \times 25.0 = M_{\text{KSCN}} \times 25.12$$

$$\therefore M_{\text{KSCN}} = \frac{0.1002 \times 25.0}{25.12}$$

$$= 0.0997$$

3.4 คำนวณหาความเข้มข้นของคลอไรด์ในสารละลายตัวอย่าง

ก. หาปริมาณโดยวิธีมอร์

จากการทดลองใช้เงินไนเตรดเท่ากับ $23.33 - 0.10 = 23.23$ ลบ.ซม. ทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายตัวอย่าง 25.0 ลบ.ซม.

$$\therefore M_{\text{NaCl}} \times 25.0 = 0.1002 \times 23.23$$

$$M_{\text{NaCl}} = \frac{0.1002 \times 23.23}{25.0}$$

$$= 0.0931$$

ข. หาปริมาณโดยวิธีฟานเจนส์

จากการทดลองใช้เงินไนเตรดเท่ากับ 23.25 ลบ.ซม. ทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายตัวอย่าง 25.0 ลบ.ซม.

$$\therefore M_{\text{NaCl}} \times 25.0 = 0.1002 \times 23.25$$

$$M_{\text{NaCl}} = \frac{0.1002 \times 23.25}{25.0}$$

$$= 0.0932$$

ค. หาปริมาณโดยวิธีไวลฮาร์ต

จากการทดลองเติมเงินไนเตรดมากเกินไป 35.0 ลบ.ซม. ลงในสารละลาย

ตัวอย่าง 25.0 ลบ.ซม. ปรากฏว่าใช้ KSCN ทำปฏิกิริยากับเงินไนเตรดที่มากเกินไปเท่ากับ 9.78 ลบ.ซม.

$$\text{จำนวนมิลลิโมล NaCl} = \text{จำนวนมิลลิโมล AgNO}_3 - \text{จำนวนมิลลิโมล KSCN}$$

$$\begin{aligned} M_{\text{NaCl}} \times 25 &= 0.1002 \times 35.0 - 0.0997 \times 9.78 \\ &= 3.507 - 0.9751 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} M_{\text{NaCl}} &= \frac{2.532}{25} \\ &= 0.1013 \end{aligned}$$

สรุปผลการคำนวณ

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน AgNO}_3 = 0.1002 \text{ M}$$

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน KSCN} = 0.0997 \text{ M}$$

ความเข้มข้นของคลอไรด์ในสารละลายตัวอย่าง

$$\text{ก. หาโดยวิธีมอห์ร} = 0.0931 \text{ M}$$

$$\text{ข. หาโดยวิธีฟาเจนส์} = 0.0932 \text{ M}$$

$$\text{ค. หาโดยวิธีไวลฮาร์ด} = 0.1013 \text{ M}$$

บทสรุป

ถ้าพิจารณาการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ทั้ง 3 วิธีจะพบว่า แต่ละวิธีมีข้อดีและข้อเสียต่างกัน การวิเคราะห์ด้วยวิธีมอร์มีสิ่งยุ่งยาก คือ ต้องควบคุม pH ของสารละลายและต้องทำอินดิเคเตอร์แบลงค์ นอกจากนี้ในการทดลองยังสังเกตสีที่จุดยุติได้ยากพอสมควร เพราะต้องสังเกตให้ปริมาณของเงินโครเมตที่เกิดขึ้นในขวดของสารตัวอย่างกับขวดของแบลงค์มีจำนวนเท่ากัน ซึ่งทำได้ยาก วิธีการสังเกตที่ง่ายกว่าควรทำโดยแกว่งสารละลายในขวดทั้งสองให้เข้ากันแล้วสังเกตสีของสารละลายแขวนลอยในขวดทั้งสองให้ใกล้เคียงกันมากที่สุดเท่าที่เป็นไปได้ วิธีการทดลองที่จะทำให้ไม่ต้องยุ่งยากในการทำแบลงค์สามารถทำได้โดยหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเงินในเทรตด้วยวิธีมอร์ จากนั้นให้ไทเทรตสารตัวอย่างคลอไรด์ด้วยวิธีมอร์เช่นกัน จากความเข้มข้นของเงินในเทรตที่ได้โดยไม่ทำอินดิเคเตอร์แบลงค์ เมื่อนำไปคำนวณหาปริมาณคลอไรด์ในสารตัวอย่างซึ่งไทเทรตกับเงินในเทรตตัวเดิมโดยไม่ทำอินดิเคเตอร์แบลงค์เช่นกัน พบว่าขนาดของแบลงค์ใน 2 ตอนนี้จะหักลบกันไปได้พอดี ทำให้ผลการทดลองที่ได้นั้นถูกต้องโดยไม่ต้องเสียเวลาในการทำแบลงค์ สำหรับการวิเคราะห์โดยวิธีฟาเจนส์เป็นวิธีวิเคราะห์ที่สังเกตจุดยุติได้ง่ายกว่าวิธีของมอร์ แต่ก็ยุ่งยากในการควบคุม pH ของสารละลายเช่นกัน และสิ่งสำคัญอีกประการหนึ่งก็คือต้องมีการเติม 5% ของสารละลายเดกซ์ทรินด้วย เพื่อป้องกันไม่ให้ตะกอนจับก้อน วิธีการของฟาเจนส์จะให้ผลการทดลองถูกต้องมากน้อยแค่ไหนขึ้นอยู่กับทางเลือกใช้อินดิเคเตอร์ อินดิเคเตอร์ที่เลือกใช้ต้องสามารถเกิดการดูดซับที่ผิวของตะกอนได้ทันทีเมื่อการไทเทรตสารตัวอย่างถึงจุดสมมูล การพิจารณาเลือกใช้อินดิเคเตอร์นั้นขึ้นอยู่กับความรู้เกี่ยวกับค่าผลคูณของการละลายของตะกอน ตะกอนที่เกิดขึ้นจากแอนไอออนของอินดิเคเตอร์กับเงินไอออนควรมีค่าผลคูณของการละลายสูงกว่าตะกอนเงินคลอไรด์เล็กน้อย ส่วนวิธีการของไวลฮาร์ตนับเป็นวิธีที่ยุ่งยากกว่า 2 วิธีแรก เพราะต้องมีการควบคุมสภาวะของสารละลาย และต้องใช้สารละลายมาตรฐานถึง 2 ตัว คือ เงินไอออนและไรโอไซยานเนตไอออน ดังนั้น ถ้ามีการเตรียมสารละลายมาตรฐานผิดพลาด ผลการทดลองจะเกิดการผิดพลาดได้มากกว่า นอกจากนี้ยังมีโอกาสเกิดปฏิกิริยา $AgCl + SCN^- \rightleftharpoons AgSCN + Cl^-$ ได้ง่ายที่บริเวณใกล้ ๆ จุดสมมูล ทำให้ผลการทดลองต้องใช้ SCN^- มากกว่าความเป็นจริง ดังนั้นการทดลองต้องมีวิธีการควบคุมปฏิกิริยานี้ด้วย โดยการเติมไนโตรเบนซีน เนื่องจากมีปรากฏการณ์หลายอย่างที่ต้องควบคุม ดังนั้นการทดลองจึงมีโอกาสมีผิดพลาดได้ง่ายกว่าวิธี

ของมอห์รและฟาเจนส์ แต่อย่างไรก็ตาม ถ้ามีการควบคุมสภาวะต่าง ๆ ของการทดลองทุกวิธีได้ดีก็พบว่าการวิเคราะห์ทั้ง 3 วิธีให้ผลถูกต้องดี

คำถามท้ายบท

1. การวิเคราะห์โดยวิธี Argentimetric method เป็นอย่างไร จงอธิบาย
2. การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีของมอห์รควรทำการวิเคราะห์ที่ pH เท่าไร ถ้า pH สูงเกินไปหรือต่ำเกินไปจะให้ผลอย่างไร
3. ในการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีมอห์รถ้าทำให้สารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด เมื่อทำการไทเทรตกับเงินไนเตรตจะให้ผลมากกว่าหรือน้อยกว่า ผลที่แท้จริงเพราะเหตุใด? จงอธิบาย
4. ทำไมจึงต้องเติมแคลเซียมคาร์บอเนตในการทำอินดิเคเตอร์แบบลงสีในการไทเทรตโดยวิธีมอห์ร
5. จงแสดงวิธีการคำนวณเพื่อหาปริมาณของอินดิเคเตอร์โพแทสเซียมโครเมตที่ต้องใช้ในการไทเทรตที่ทำให้ไม่มีข้อผิดพลาดจากการไทเทรตเกิดขึ้น
6. ความเข้มข้นของโครเมตที่เหมาะสมในการไทเทรตควรมีค่าเท่ากับเท่าไร ซึ่งความเข้มข้นนี้มีผลต่อการไทเทรตอย่างไร
7. ในการหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีของโวลฮาร์ด ถ้าผู้ทดลองไม่ได้ทำการเคลือบผิวของตะกอนเงิน-คลอไรด์ด้วยไนโตรเบนซีนจะปรากฏว่าการทดลองให้ผลมากกว่าหรือน้อยกว่า ผลที่แท้จริง เพราะเหตุใด? จงอธิบาย
8. ในการใช้ไดคลอโรฟลูออเรสซินเป็นอินดิเคเตอร์ pH ของสารละลายควรจะมีค่าเท่าไร ถ้า pH ของสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรดมากจะให้ผลอย่างไรในการทดลอง
9. ในการหาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีโวลฮาร์ด ขณะที่ไทเทรต Ag^+ ที่มากเกินไปด้วย SCN^- ทำไมจึงต้องเขย่าสารละลายแรง ๆ
10. ทำไมการไทเทรตหาปริมาณโบรไมด์ โดยวิธีโวลฮาร์ดไม่จำเป็นต้องเติมไนโตรเบนซีนเพื่อคลุมตะกอน
11. ทำไมจึงไม่สามารถวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนด้วยวิธีมอห์ร
12. สารละลายประกอบด้วย KCl ที่บริสุทธิ์ 3.023 กรัม ใน 500 ลบ.ซม. ถ้า 50 ลบ.ซม. ของสารละลายนี้ทำปฏิกิริยาพอดีกับเงินไนเตรต 36.6 ลบ.ซม. จงคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายเงินไนเตรต
13. สารละลายประกอบด้วยคลอไรด์ไอออนและโบรไมด์ไอออน เมื่อนำมา 25 ลบ.ซม. จะ

ไทเทรตพอดีกับ 0.1466 N AgNO_3 จำนวน 36.05 ลบ.ซม. และถ้านำมาอีก 25 ลบ.ซม. เติมนเงินไนเทรตให้มากเกินไปเพื่อตกตะกอนไอออนทั้งสอง จากนั้นกรองตะกอน ทำให้แห้งแล้วนำไปชั่งปรากฏว่าชั่งได้หนัก 0.8045 กรัม จงคำนวณหาความเข้มข้นของ Cl^- และ Br^- ในสารละลายนี้

14. สารละลายตัวอย่างประกอบด้วย HCl และ KCl เมื่อนำสารละลายตัวอย่างมา 25.00 ลบ.ซม. พบว่าทำปฏิกิริยาพอดีกับ NaOH 31.73 ลบ.ซม. และเมื่อนำสารตัวอย่างอีกส่วนหนึ่งมาจำนวน 25.00 ลบ.ซม. เช่นกันไทเทรตกับ AgNO_3 ด้วยวิธีของฟาเจนส์ (adsorption indicator) ปรากฏว่าใช้ AgNO_3 ไปเท่ากับ 42.37 ลบ.ซม. สารละลาย NaOH ที่นำมาใช้ 1.00 ลบ.ซม. จะทำปฏิกิริยาพอดีกับ 1.00 ลบ.ซม. ของ $0.05\text{ M H}_2\text{SO}_4$ และ 1.00 ลบ.ซม. ของ AgNO_3 จะมี Ag หนักเท่ากับ 0.0100 กรัม จงคำนวณหาความเข้มข้นของ HCl และ KCl ในสารละลาย ตัวอย่างนี้
15. สารตัวอย่างของแข็งที่ประกอบด้วย KCl และ KClO_3 ถูกนำมาหนัก 0.500 กรัม ละลายในน้ำกลั่นบริสุทธิ์แล้วไทเทรตกับ 0.100 N AgNO_3 ปรากฏว่าทำปฏิกิริยาพอดีเมื่อใช้ $\text{AgNO}_3 = 22.0$ ลบ.ซม. นำสารตัวอย่างของแข็งมาอีกในน้ำหนักเท่าเดิมเผาจนกระทั่งคลอเรตสลายตัว จากนั้นนำมาละลายน้ำ แล้วไทเทรตกับ 0.100 N AgNO_3 ปรากฏว่าใช้ไปเท่ากับ 40.7 ลบ.ซม. จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ KCl และ KClO_3 ในสารตัวอย่างของแข็งนี้

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 11

เรื่อง การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอน

ผู้ทดลอง 1. รหัส.....
 2. รหัส.....
 3. รหัส.....

ตอนที่..... กลุ่มที่.....

ทำการทดลองวันที่.....

1) การเตรียมสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรต

วิธีการทดลอง A เตรียมให้ได้ความเข้มข้นที่แน่นอนโดยตรง

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. AgNO_3 น.น. ขวดชั่ง น.น. AgNO_3	

วิธีการทดลอง B

ก. เตรียมสารละลายเงินไนเตรตเข้มข้นประมาณ 0.1 F จำนวน 500 ลบ.ซม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. AgNO_3 น.น. ขวดชั่ง น.น. AgNO_3	

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 11

เรื่อง การวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์โดยการไทเทรตแบบตกตะกอน

ผู้ทดลอง 1. รหัส.....
2. รหัส.....
3. รหัส.....

ตอนที่..... กลุ่มที่.....

ทำการทดลองวันที่.....

1) การเตรียมสารละลายมาตรฐานเงินไนเตรต

วิธีการทดลอง A เตรียมให้ได้ความเข้มข้นที่แน่นอนโดยตรง

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. AgNO_3 น.น. ขวดชั่ง น.น. AgNO_3	

วิธีการทดลอง B

ก. เตรียมสารละลายเงินไนเตรตเข้มข้นประมาณ 0.1 F จำนวน 500 ลบ.ซม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. AgNO_3 น.น. ขวดชั่ง น.น. AgNO_3	

ข. เตรียมสารละลายปฐุมภูมิ NaCl เข้มข้น 0.1000 F จำนวน 500. ลบ.ซม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. NaCl น.น. ขวดชั่ง น.น. NaCl	

ค. ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายเงินไนเตรด

วิธี	ปริมาณสาร ปฐุมภูมิ NaCl	ไทเทรนต์ AgNO ₃ (ลบ.ซม.)				แบลงค์	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
		1	2	3	เฉลี่ย			
มอห์ร์	10.0 ลบ.ซม.							
ฟาเจนส์	10.0 ลบ.ซม.							

2) เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไซโอไซยานาตและหาความเข้มข้นที่แน่นอน

ก. เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไซโอไซยานาต

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. KSCN น.น. ขวดชั่ง น.น. KSCN	

ข. เตรียมสารละลายปฐมภูมิ NaCl เข้มข้น 0.1000 F จำนวน 500 ลบ.ซม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. NaCl น.น. ขวดชั่ง น.น. NaCl	

ค. ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายเงินไนเตรต

วิธี	ปริมาณสาร ปฐมภูมิ NaCl	ไทเทรนต์ AgNO ₃ (ลบ.ซม.)				แปลงค่า	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
		1	2	3	เฉลี่ย			
มอห์ร	10.0 ลบ.ซม.							
ฟาเจนส์	10.0 ลบ.ซม.							

2) เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไซโอไซยานาตและหาความเข้มข้นที่แน่นอน

ก. เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไซโอไซยานาต

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. KSCN น.น. ขวดชั่ง น.น. KSCN	

ข. ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KSCN

ปริมาณสาร ปฐมภูมิ AgNO ₃	ไทเทรนต์ KSCN (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย		
10.0 ลบ.ชม.						

3) การไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์

ก. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีมอร์

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	ไทเทรนต์ AgNO ₃ (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์ แบลงค์	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย			
10.0 ลบ.ชม.							

ข. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีฟาเจนส์

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	ไทเทรนต์ AgNO ₃ (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสีของ อินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย		
10.0 ลบ.ชม.						

ค. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีไวลฮาร์ด

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	AgNO ₃ ที่มากเกินไป	ไทเทรนต์ KSCN (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
		1	2	3	เฉลี่ย		
10.0 ลบ.ชม.							

หมายเหตุ การเติมสารละลาย AgNO₃ ที่มากเกินไปให้เติมปริมาณมากกว่าตอน ก. หรือ ข.
ประมาณ 5 ลบ.ชม.

ข. ไทเทรตหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KSCN

ปริมาณสาร ปฐมภูมิ AgNO_3	ไทเทรนต์ KSCN (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย		
10.0 ลบ.ชม.						

3) การไทเทรตหาปริมาณคลอไรด์

ก. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีมอร์

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	ไทเทรนต์ AgNO_3 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์ แบลงค์	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย			
10.0 ลบ.ชม.							

ข. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีฟาเจนส์

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	ไทเทรนต์ AgNO_3 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสีของ อินดิเคเตอร์
	1	2	3	เฉลี่ย		
10.0 ลบ.ชม.						

ค. หาปริมาณคลอไรด์โดยวิธีไวลฮาร์ด

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	AgNO_3 ที่มากเกินไปพอ	ไทเทรนต์ KSCN (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของอินดิเคเตอร์
		1	2	3	เฉลี่ย		
10.0 ลบ.ชม.							

หมายเหตุ การเติมสารละลาย AgNO_3 ที่มากเกินไปให้เติมปริมาณมากกว่าตอน ก. หรือ ข.
ประมาณ 5 ลบ.ชม.