

บทที่ 12

การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับด่างทับทิม

วัตถุประสงค์ เมื่อศึกษาและทำปฏิบัติการบทเรียนบทนี้จบแล้วควรจะสามารถ

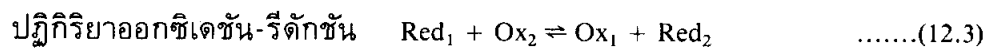
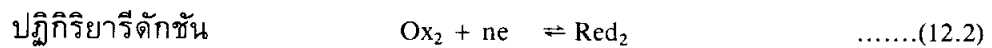
- 1) บอกความหมายของปฏิกิริยารีดอกซ์
- 2) คำนวณการเปลี่ยนแปลงค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายที่ถูกไทเทรต และสร้างไทเทรชันเคอร์ฟตามทฤษฎีได้
- 3) บอกชนิดต่าง ๆ ของอินดิเคเตอร์ที่ใช้ในการหาจุดยุติของปฏิกิริยารีดอกซ์
- 4) เตรียมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตได้โดยปราศจากตะกอน MnO_2
- 5) หาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต โดยใช้สารปฐมภูมิ As_2O_3 หรือ $Na_2C_2O_4$
- 6) ทำการรีดิวซ์ Fe^{3+} ให้เป็น Fe^{2+} โดยใช้สารละลาย $SnCl_2$ และโจนส์รีดักซ์เตอร์ได้
- 7) ทำการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับด่างทับทิม โดยควบคุมสภาวะของการไทเทรตได้ถูกต้อง
- 8) คำนวณหาปริมาณของเหล็กในสารตัวอย่างจากข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์

บทที่ 12

การหาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับด่างทับทิม

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการไทเทรตเหล็กกับด่างทับทิม คือ ปฏิกิริยารีดอกซ์ ดังนั้นก่อนที่นักศึกษาจะได้ลงมือทำปฏิบัติการทดลอง ควรมีความรู้เกี่ยวกับปฏิกิริยารีดอกซ์ ด้วย จึงได้นำทฤษฎีของปฏิกิริยารีดอกซ์มากล่าวไว้พอเข้าใจก่อนที่จะกล่าวถึงปฏิบัติการทดลอง ทฤษฎีของปฏิกิริยารีดอกซ์

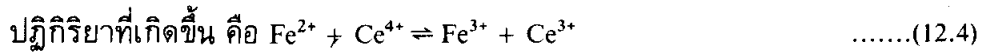
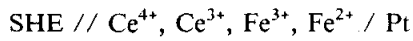
ปฏิกิริยารีดอกซ์คือ ปฏิกิริยาที่เกิดการถ่ายเทอิเล็กตรอนจากโมเลกุลหนึ่งไปยังอีกโมเลกุลหนึ่ง มีชื่อเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า ปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน (Oxidation – reduction reactions) ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นได้เมื่อมีโมเลกุลหนึ่งเป็นตัวให้อิเล็กตรอนเรียกว่า ตัวรีดิวซ์ และอีกโมเลกุลหนึ่งเป็นตัวรับอิเล็กตรอน เรียกว่าตัวออกซิไดส์ ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดการให้อิเล็กตรอน จะเรียกว่าปฏิกิริยาออกซิเดชัน และปฏิกิริยาที่เกิดการรับอิเล็กตรอนจะเรียกว่า ปฏิกิริยารีดักชัน เมื่อรวม 2 ปฏิกิริยาเข้าด้วยกันจึงเกิดเป็นปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน หรือรีดอกซ์ เกิดขึ้น ดังนี้



หรือปฏิกิริยารีดอกซ์

เมื่อทำการไทเทรตตัวรีดิวซ์ (Red_1) ด้วยตัวออกซิไดส์ (Ox_2) ความเข้มข้นของ Red_1 จะลดลงเรื่อย ๆ เมื่อเติมไทเทรนต์ (Ox_2) ลงไป จึงมีผลทำให้ค่าศักย์ไฟฟ้าของปฏิกิริยารีดอกซ์เปลี่ยนแปลงไปตามความเข้มข้นที่เปลี่ยนไป เราสามารถวัดการเปลี่ยนแปลงค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายที่ทำการไทเทรตได้ โดยนำสารละลายมาต่อให้เป็นเซลล์ไฟฟ้าเคมี แล้ววัดค่าศักย์ไฟฟ้าของเซลล์ด้วยเครื่องมือโพเทนชิโอมิเตอร์ ตัวอย่างเช่น ทำการไทเทรตสารละลาย

Fe²⁺ ด้วย Ce⁴⁺ สามารถต่อเป็นเซลล์ไฟฟ้าเคมีได้ ดังนี้



โดยการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าของเซลล์ทุก ๆ ครั้ง ที่ทำการเติมไทเทรนต์ลงไป จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้ กับปริมาณไทเทรนต์ที่เติม เมื่อนำมาพลอตกราฟจะได้กราฟที่เรียกว่า ไทเทรชันเคอร์ฟ เราสามารถสร้างไทเทรชันเคอร์ฟตามทฤษฎีได้ เมื่อทราบความเข้มข้นและปริมาตรของสารที่ถูกไทเทรตกับไทเทรนต์โดยการคำนวณ จากตัวอย่างของการไทเทรต Fe²⁺ ด้วย Ce⁴⁺ พบว่าการเปลี่ยนแปลงค่าศักย์ไฟฟ้าจะเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารทั้งสอง การคำนวณสามารถทำได้ทั้งสองระบบ คือ คำนวณจากระบบของ Fe²⁺/Fe³⁺ และระบบของ Ce³⁺/Ce⁴⁺ เพราะหลังจากเติมไทเทรนต์ลงไปแล้ว เกิดปฏิกิริยาจนถึงสมดุลค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากการคำนวณทั้ง 2 ระบบ จะมีค่าเท่ากัน

จากระบบที่ 1 ของ Fe²⁺/Fe³⁺

$$\begin{aligned} E_1 &= E_1^\circ - \frac{0.0591}{1} \log \frac{[\text{Fe}^{2+}]}{[\text{Fe}^{3+}]} \\ &= 0.75 + 0.0591 \log \frac{[\text{Fe}^{3+}]}{[\text{Fe}^{2+}]} \quad \text{.....(12.5)} \end{aligned}$$

จากระบบที่ 2 ของ Ce³⁺/Ce⁴⁺

$$\begin{aligned} E_2 &= E_2^\circ - \frac{0.0591}{1} \log \frac{[\text{Ce}^{3+}]}{[\text{Ce}^{4+}]} \\ &= 1.45 + 0.0591 \log \frac{[\text{Ce}^{4+}]}{[\text{Ce}^{3+}]} \quad \text{.....(12.6)} \end{aligned}$$

การคำนวณหาค่าศักย์ไฟฟ้าของระบบ เมื่อเติมไทเทรนต์ลงไปปริมาณต่าง ๆ กัน ตามทฤษฎีสามารถใช้สมการที่ 12.5 หรือ 12.6 สมการใดสมการหนึ่งก็ได้ เมื่อพิจารณาการเติมไทเทรนต์พบว่าเมื่อเติมไทเทรนต์ก่อนจึงจุดสมมูล Ce⁴⁺ จะถูกทำปฏิกิริยาจนเกือบหมด ส่วนที่เหลือนั้นจะน้อยมากซึ่งจะมีค่าเท่าไรนั้น ขึ้นอยู่กับสมดุลของปฏิกิริยา (สมการที่ 12.4) ดังนั้น เทอมความเข้มข้นของ Ce⁴⁺ จึงเป็นค่าที่ไม่ทราบแน่ชัด การคำนวณที่สะดวกและให้ผลถูกต้อง ควรใช้การคำนวณจากระบบที่ 1 (สมการที่ 12.5) ในทางกลับกันถ้าการไทเทรตเกินจุดสมมูลพบว่า Fe²⁺ จะถูกไทเทรตไปเกือบหมด จะเหลือน้อยมากซึ่งขึ้นอยู่กับค่าสมดุลของปฏิกิริยา

ดังนั้น การคำนวณควรใช้ระบบที่ 2 (สมการที่ 12.6) สำหรับการคำนวณที่จุดสมมูลต้องพิจารณาจากทั้งสองระบบ เพราะว่า $E_1 = E_2$ ดังนั้น เมื่อนำสมการที่ (12.5)+(12.6) จะได้

$$\begin{aligned} 2E_1 &= 0.75 + 0.0591 \log \frac{[\text{Fe}^{3+}]}{[\text{Fe}^{2+}]} + 1.45 + 0.0591 \log \frac{[\text{Ce}^{4+}]}{[\text{Ce}^{3+}]} \\ &= 0.75 + 1.45 + 0.0591 \log \frac{[\text{Fe}^{3+}]}{[\text{Fe}^{2+}]} \frac{[\text{Ce}^{4+}]}{[\text{Ce}^{3+}]} \end{aligned}$$

ที่จุดสมมูลพิจารณาได้ว่า

$$[\text{Fe}^{3+}] = [\text{Ce}^{3+}]$$

$$[\text{Fe}^{2+}] = [\text{Ce}^{4+}]$$

$$\therefore 2E_1 = 0.75 + 1.45 + 0$$

$$E_1 = \frac{0.75 + 1.45}{2} \text{ คือ } \frac{E_1^0 + E_2^0}{2}$$

$$= 1.10 \text{ โวลต์}$$

ค่าศักย์ไฟฟ้าของระบบที่ทำการไทเทรตระหว่าง Fe^{2+} กับ Ce^{4+} ที่จุดสมมูล จะมีค่าเท่ากับ 1.10 เสมอ ไม่ว่าความเข้มข้นของ Fe^{2+} และ Ce^{4+} จะมีค่าเท่ากับเท่าไร ถ้าพิจารณาการไทเทรตที่มีความเข้มข้นของ Fe^{2+} เท่ากับ 0.10 F จำนวน 100 ลบ.ซม. ซึ่งถูกไทเทรตกับ Ce^{4+} ที่มีความเข้มข้น 0.10 F เช่นกัน ค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายที่จุดเมื่อเติมไทแทรนด์ลงไป ปริมาณต่าง ๆ กัน สามารถคำนวณได้ดังนี้ คือ

เมื่อเติมไทแทรนด์ก่อนถึงจุดสมมูล ให้ใช้สมการที่ 12.5 ดังนี้

เติมไทแทรนด์ 10 ลบ.ซม.

$$[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] \approx \frac{10}{90}$$

$$\therefore E_1 = 0.75 + 0.0591 \log \frac{10}{90}$$

$$= 0.75 - 0.056 = 0.69 \text{ โวลต์}$$

เติมไทแทรนด์ 50 ลบ.ซม.

$$[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] \approx 1$$

$$\therefore E_1 = E_1^0 = 0.75 \text{ โวลต์}$$

เติมไทแทรนด์ 90 ลบ.ซม.

$$[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] \approx \frac{90}{10}$$

$$E_1 = 0.75 + 0.0591 \log \frac{90}{10} = 0.81 \text{ โวลต์}$$

เติมไทแทนต์ 99 ลบ.ซม.

$$[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] \approx \frac{99}{1}$$

$$E_1 = 0.75 + 0.0591 \log \frac{99}{1} = 0.87 \text{ โวลต์}$$

เติมไทแทนต์ 99.9 ลบ.ซม.

$$[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}] \approx \frac{99.9}{0.1}$$

$$E_1 = 0.75 + 0.0591 \log \frac{99.9}{0.1} = 0.93 \text{ โวลต์}$$

ที่จุดสมมูล

$$E = \frac{E_1^\circ + E_2^\circ}{2} = \frac{0.75 + 1.45}{2} = 1.10 \text{ โวลต์}$$

เมื่อเติมไทแทนต์เกินจุดสมมูล ให้ใช้สมการที่ 12.6 ดังนี้
เติมไทแทนต์ 101.1 ลบ.ซม.

$$[\text{Ce}^{4+}]/[\text{Ce}^{3+}] \approx \frac{0.1}{100}$$

$$E_2 = 1.45 + 0.0591 \log \frac{0.1}{100} = 1.27 \text{ โวลต์}$$

เติมไทแทนต์ 110 ลบ.ซม.

$$[\text{Ce}^{4+}]/[\text{Ce}^{3+}] \approx \frac{10}{100}$$

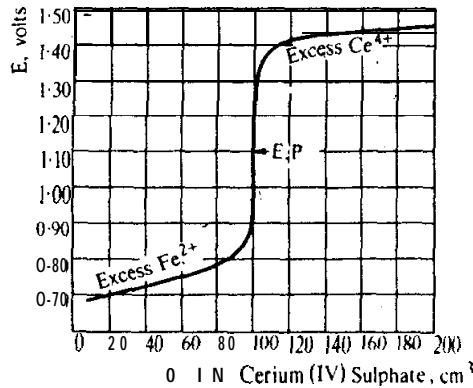
$$E_2 = 1.45 + 0.0591 \log \frac{10}{100} = 1.39 \text{ โวลต์}$$

เติมไทแทนต์ 190 ลบ.ซม.

$$[\text{Ce}^{4+}]/[\text{Ce}^{3+}] \approx \frac{90}{100}$$

$$E_2 = 1.45 + 0.0591 \log \frac{90}{100} = 1.45 \text{ โวลต์}$$

ถ้านำผลที่คำนวณได้ ณ จุดต่าง ๆ ที่เติมไทเทรนต์ Ce^{4+} ลงไปนี้มาสร้างกราฟ จะได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 12.1



รูปที่ 12.1 ไทเทรชันเคอร์ฟของการไทเทรต 0.10 F Fe^{2+} จำนวน 100 ลบ.ซม. ด้วย 0.10 F Ce^{4+}

กิจกรรมที่ 12.1

ให้สร้างไทเทรชันเคอร์ฟของการไทเทรตสารละลาย 0.100 N Fe^{2+} จำนวน 50 ลบ.ซม. ด้วย 0.100 N $KMnO_4$ โดยมีความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกอยู่ในสารละลายทั้งสองเท่ากับ 1.00 N

เนื่องจากมีธาตุและสารประกอบหลายชนิดที่มีเลขออกซิเดชันมากกว่า 1 ค่า ซึ่งธาตุและสารประกอบเหล่านี้ สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ ดังนั้น การวิเคราะห์โดยวิธีการไทเทรตแบบปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน จึงเป็นการวิเคราะห์ที่ตีวิธีหนึ่ง เพราะสามารถวิเคราะห์ธาตุหรือสารประกอบได้หลายชนิด ตามปกติตัวออกซิไดส์ที่ใช้กันมากในห้องปฏิบัติการ ได้แก่ โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ($KMnO_4$), โพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$), ซีลิกซัลเฟต $Ce(SO_4)_2$ และไอโอดีน (I_2) ส่วนตัวรีดิวซ์ที่ใช้ ก็คือ โซเดียมไฮโอซัลเฟต ($Na_2S_2O_3$) สารตัวอื่น ๆ บางตัว แม้ว่าจะเป็นตัวรีดิวซ์ที่ดี แต่จะไม่นิยมใช้ ทั้งนี้ เป็นเพราะว่ายุ่งยากในการป้องกันไม่ให้ถูกออกซิไดส์โดยออกซิเจนในอากาศ

สารประกอบหรือไอออนบางตัวไม่สามารถทำปฏิกิริยากับสารละลายมาตรฐานที่

เป็นตัวออกซิไดส์ หรือตัวรีดิวซ์โดยตรงได้ แต่สามารถดัดแปลงทำการวิเคราะห์หาปริมาณ โดยวิธีรีดอกซ์ได้ เช่น Cu^{2+} ไม่ทำปฏิกิริยากับสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ดังนั้น เราให้ Cu^{2+} ทำปฏิกิริยากับไอโอดีนที่มากเกินพอ ทำให้เกิดไอโอดีน (I_2) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับ สารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ได้

อินดิเคเตอร์สำหรับการไทเทรตปฏิกิริยารีดอกซ์

สิ่งสำคัญในการหาปริมาณวิธีปริมาตรวิเคราะห์ หรือการไทเทรตทุกวิธี คือ การหาจุดยุติของปฏิกิริยาให้ได้ใกล้เคียงกับจุดสมมูลมากที่สุด ซึ่งขึ้นอยู่กับทางเลือกใช้อินดิเคเตอร์ อินดิเคเตอร์ที่เป็นสารเคมีที่ใช้ในการไทเทรตแบบปฏิกิริยารีดอกซ์ สามารถแบ่งได้เป็น 3 ชนิด คือ

1) อินดิเคเตอร์เป็นตัวออกซิไดส์หรือรีดิวซ์ (True oxidation-Reduction indicator)

สารอินทรีย์บางชนิดสามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ แล้วทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสี ให้เห็นได้ ครึ่งปฏิกิริยาของอินดิเคเตอร์ที่เกิดขึ้น เขียนได้ดังนี้



$$E = E^\circ - \frac{0.0591}{n} \log \frac{[\text{In}_{\text{red}}]}{[\text{In}_{\text{ox}}]} \quad \dots\dots\dots (12.8)$$

In_{ox} และ In_{red} จะมีสีต่างกัน ถ้าต้องการให้เกิดการเปลี่ยนแปลง In_{red} กับ In_{ox} อย่างสมบูรณ์ คือ เห็นการเปลี่ยนแปลงสีอย่างชัดเจน ปริมาณของอินดิเคเตอร์ทั้งสองต้อง ต่างกันอย่างน้อย 10 เท่า

$$\frac{[\text{In}_{\text{red}}]}{[\text{In}_{\text{ox}}]} \leq \frac{1}{10} \quad \text{ปรากฏสีของ } \text{In}_{\text{ox}} \dots\dots\dots (12.9)$$

$$\frac{[\text{In}_{\text{red}}]}{[\text{In}_{\text{ox}}]} \geq 10 \quad \text{ปรากฏสีของ } \text{In}_{\text{red}} \dots\dots\dots (12.10)$$

แทนค่าอัตราส่วนของ $\frac{\text{In}_{\text{red}}}{\text{In}_{\text{ox}}}$ ลงใน (12.8) จะได้เงื่อนไขในการทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสีจาก In_{red} เป็นไป In_{ox} โดยสมบูรณ์ คือ

$$E = E^\circ \pm \frac{0.0591}{n} \quad \dots\dots\dots (12.11)$$

ศักย์ไฟฟ้าที่ได้จากสมการ (12.11) เรียกว่า ศักย์ไฟฟ้าทรานซิชัน (Transition potential) การเลือกใช้อินดิเคเตอร์ในการไทเทรต ต้องเลือกอินดิเคเตอร์ที่มีศักย์ไฟฟ้าทรานซิชันอยู่ในช่วงที่มีการเปลี่ยนแปลงศักย์ไฟฟ้ามากที่สุดของปฏิกิริยาที่ทำการไทเทรต อินดิเคเตอร์บางชนิดครึ่งปฏิกิริยาของมันมี H^+ เข้ามาเกี่ยวข้องด้วย ดังนั้น จะทำให้ศักย์ไฟฟ้าของอินดิเคเตอร์ขึ้นอยู่กับ pH ด้วย

ตารางที่ 12.1 อินดิเคเตอร์ออกซิเดชัน-รีดักชัน บางตัว

Indicator	Colour change		Formal potential (volts) at pH = 0
	Oxidised form	Reduced form	
5-Nitro-1,10-phenanthroline iron(II) sulphate (nitroferroin)	Pale blue	Red	1.25
1,10-Phenanthroline iron(II) sulphate (ferroin)	Pale blue	Red	1.06
2,2'-Bipyridyl iron(II) sulphate	Faint blue	Red	1.02
5,6-Dimethylferroin	Pale blue	Red	0.97
N-phenylanthranilic acid.	Purple red	Colourless	0.89
1,7-Dimethyl-1, 10-phenanthroline iron(II) sulphate (4,7-dimethylferroin)	Pale blue	Red	0.88
Diphenylaminesulphonic acid	Red-violet	Colourless	0.85
Diphenylbenzidine	Violet	Colourless	0.76
Diphenylamine	Violet	Colourless	0.76
3,3'-Dimethylnaphthidine	Purplish-red	Colourless	0.71
Starch-I ₂ . KI	Blue	Colourless	0.53
Methylene blue	Blue	Colourless	0.52

2) อินดิเคเตอร์เฉพาะ (Specific indicator) หมายถึง อินดิเคเตอร์ที่ทำปฏิกิริยาโดยตรงกับไทเทรนต์เฉพาะอย่างได้ โดยการเกิดปฏิกิริยาแล้วให้สารประกอบเชิงซ้อนที่ให้สีเกิดขึ้น จึงสังเกตได้ว่าถึงจุดยุติแล้ว ตัวอย่างเช่น น้ำแ่ียง เมื่อใช้ไอโอดีนเป็นไทเทรนต์ หลังจากปฏิกิริยาถึงที่จุดสมมูลแล้ว ไอโอดีนที่เติมลงไปอีกเพียงเล็กน้อยจะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับน้ำแ่ียง ให้สีน้ำเงินเข้มเกิดขึ้น จึงทราบว่าถึงจุดยุติ อีกตัวอย่างหนึ่ง คือ ไธโอไซยาเนตเมื่อมี Fe^{3+} เป็นไทเทรนต์หลังจากปฏิกิริยาถึงจุดสมมูลแล้ว Fe^{3+} จะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับ SCN^- ให้ $Fe(SCN)^{2+}$ ที่มีสีแดง ซึ่งแสดงว่าถึงจุดยุติแล้ว

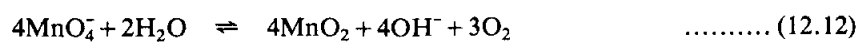
3) ไทเทรนต์บางตัว เช่น $KMnO_4$ ซึ่งมีสีเฉพาะตัว สามารถเป็นอินดิเคเตอร์ด้วยตัวมันเองได้ ในปฏิกิริยาการไทเทรตที่ใช้ไทเทรนต์เป็นด่างทับทิม เมื่อไทเทรตยังไม่ถึงจุดสมมูล ด่างทับทิมจะถูกรีดิวซ์เป็นไม่มีสี เมื่อถึงจุดสมมูลและเติม $KMnO_4$ อีกจำนวนเล็กน้อย จะปรากฏ

สารละลายเป็นสีชมพูอ่อนอมม่วง แสดงให้เห็นว่าถึงจุดยุติแล้ว

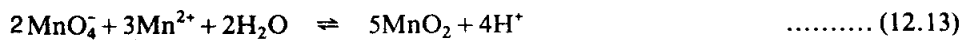
การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับด่างทับทิม

ด่างทับทิมหรือโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เป็นตัวออกซิไดส์ที่นิยมใช้กันมากที่สุดในห้องปฏิบัติการ เพราะมีราคาถูกและไม่จำเป็นต้องใช้อินดิเคเตอร์ เนื่องจากจุดยุติสามารถสังเกตได้จากสีของ MnO_4^- เอง ในการวิเคราะห์ถ้าเตรียมสารละลายอย่างดี โดยไม่ให้มีตัวรีดิวซ์ปนอยู่ด้วย และเก็บไว้อย่างดีไม่ให้สลายตัว จะเก็บไว้ได้นานพอสมควร แต่ถ้าจะให้ผลของการทดลองถูกต้องแน่นอน ควรมีการทดลองหาความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตใหม่ทุกครั้งที่ทำกรวิเคราะห์

สารละลายเปอร์แมงกาเนตสลายตัวได้ในน้ำ น้ำกลั่นอาจจะมีตัวรีดิวซ์ที่เป็นอินทรีย์-สารปนอยู่บ้างเล็กน้อย จึงทำให้เกิด MnO_2 ปนอยู่ เมื่อเตรียมเป็นสารละลาย และการเก็บสารละลายไว้นาน ๆ จะทำให้เกิดการสลายตัวแบบออโตดีคอมโพสิชัน (autodecomposition) ขึ้นด้วย ดังนี้



และถ้าในสารละลายมี Mn^{2+} ปนอยู่ จะทำให้ MnO_4^- ไม่อยู่ตัว เกิดปฏิกิริยาขึ้นได้ ดังนี้



การเกิดปฏิกิริยานี้ จะเกิดขึ้นช้าถ้าสารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด และจะเกิดขึ้นเร็วถ้าสารละลายมีฤทธิ์เป็นกลาง แสดงว่า ในการเตรียมสารละลายเปอร์แมงกาเนต จะพบว่ามีตะกอน MnO_2 เกิดขึ้นด้วยเสมอ ตามสมการที่ 12.12 ดังนั้น จึงจำเป็นต้องมีการกรองเอาตะกอนของ MnO_2 ออกเสียก่อนที่จะนำสารละลายนี้มาใช้ การกรองควรกรองผ่านสำลีหรือใยแก้วที่อุดไว้ที่รูของกรวยกรอง ไม่ควรใช้กระดาษกรอง เพราะกระดาษกรองมีคาร์บอน อาจเกิดการรีดิวซ์สารละลายได้อีก สารละลายเปอร์แมงกาเนตที่เตรียมได้ ควรเก็บไว้ในขวดสีชา เพื่อป้องกันแสง เพราะปฏิกิริยาออโตดีคอมโพสิชันถูกเร่งได้ด้วยแสง จากเหตุผลที่กล่าวมา จึงทำให้ไม่สามารถเตรียมสารละลายเปอร์แมงกาเนตเป็นสารละลายปฐมภูมิได้ การใช้ $KMnO_4$ ที่บริสุทธิ์แบบ A.R. เกรด ก็ไม่ทำให้การเตรียมได้ความเข้มข้นที่ถูกต้องได้ ดังนั้น

จึงใช้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตแบบธรรมดา ก็เพียงพอสำหรับการเตรียม แล้วจึงค่อยนำมาหาความเข้มข้นที่แน่นอนอีกครั้งหนึ่ง ก่อนที่จะนำไปใช้ต่อไป

กิจกรรมที่ 12.2

เตรียมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้มข้น ประมาณ 0.1 N โดยใช้น้ำกลั่น แล้วบรรจุใส่ขวดแก้วใส ตั้งทิ้งไว้ให้โดนแสงสว่าง 1 อาทิตย์ จากนั้นนำมากรอง ให้สังเกตว่ามีตะกอน KMnO_4 เกิดขึ้นหรือไม่ เพราะเหตุใด

มีสารปฐมภูมิ (primary standard substance) อยู่หลายตัว ที่สามารถใช้หาความเข้มข้นที่แน่นอนของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ในการทดลองนี้จะนำมากล่าว 2 ชนิด คือ การใช้อาร์ซีเนียสออกไซด์ (As_2O_3) และการใช้โซเดียมออกซาลेट

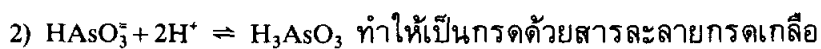
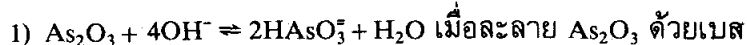
1) การใช้สารปฐมภูมิอาร์ซีเนียสออกไซด์ (As_2O_3)

As_2O_3 เป็นสารประกอบที่ As มีออกซิเดชันนัมเบอร์เท่ากับ 3 เมื่อถูกออกซิไดส์ จะได้ As ที่มีออกซิเดชันนัมเบอร์เท่ากับ 5 ดังนี้

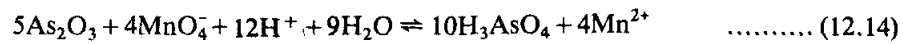


ในปฏิกิริยาการไทเทรตควรมีสภาพเป็นกรด และควรเติมโพแทสเซียมไฮโอไดด์ หรือโพแทสเซียมไฮโอเดต เพื่อเป็นตัวเร่งในปฏิกิริยา กรดที่ใช้ในปฏิกิริยาอาจใช้ได้ทั้งกรดซัลฟิวริก และกรดเกลือ ถ้าในสารละลายใช้กรดซัลฟิวริก เมื่อเติมไทเทรนต์ลงไป จะปรากฏสีเขียวจนถึงสีน้ำตาลของ manganese (V) arsenate และสีนี้จะจางหายไปอย่างช้า ๆ เมื่ออุ่น ปรากฏการณ์แบบนี้จะไม่ปรากฏ ถ้าใช้กรดเกลือ (HCl)

การเตรียมสารละลายปฐมภูมิที่จะใช้ในการหาความเข้มข้นที่แน่นอนของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ทำได้โดยใช้อาร์ซีเนียสออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง และปราศจากน้ำนำมาละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แต่เนื่องจากสารละลายเบสของอาร์ซีเนียสออกไซด์ไม่เสถียร อาจเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับอากาศได้ จึงต้องทำให้สารละลายมีฤทธิ์เป็นกรดด้วยกรดเกลือ จะทำให้สารละลายนี้เก็บได้นาน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นทั้งหมด มีดังนี้



3) $5\text{H}_3\text{As}^{+3}\text{O}_3 + 2\text{Mn}^{+7}\text{O}_4 + 6\text{H}^+ \rightleftharpoons 5\text{H}_3\text{As}^{+5}\text{O}_4 + 2\text{Mn}^{2+} + 3\text{H}_2\text{O}$ ปฏิกิริยาการไทเทรต
รวมสมการที่ 1), 2) และ 3) จะได้



จากปฏิกิริยาที่ 3 จะเห็นได้ว่า แมงกานีสจะเปลี่ยนออกซิเดชันสเตตจาก +7 เป็น +2 (เปลี่ยนไป 5)

$$\text{น้ำหนักสมมูล KMnO}_4 = \frac{\text{M.W. KMnO}_4}{5}$$

อาร์ซีนิกจะเปลี่ยนออกซิเดชันสเตตจาก +3 ไปเป็น +5 (เปลี่ยนไป 2)

$$\therefore \text{น้ำหนักสมมูล H}_3\text{AsO}_3 = \frac{\text{M.W. H}_3\text{AsO}_3}{2}$$

$$\text{น้ำหนักสมมูล As}_2\text{O}_3 = \frac{\text{M.W. As}_2\text{O}_3}{2 \times 2}$$

(เพราะ As 1 ตัว เปลี่ยนออกซิเดชันสเตตไป 2 เมื่อ As_2O_3 มี As อยู่ 2 ตัว แสดงว่าออกซิเดชันสเตตของ As_2O_3 เปลี่ยนไป 4)

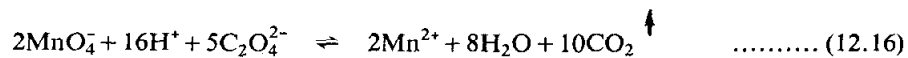
ในการทดลองจะทราบน้ำหนักของ As_2O_3 ที่ซ้่งมา ทำให้สามารถคำนวณหาจำนวนกรัมสมมูลของ As_2O_3 ได้ As_2O_3 เมื่อทำปฏิกิริยาพอดีกับ KMnO_4 แสดงว่าจำนวนกรัมสมมูลของสารทั้งสองที่ทำปฏิกิริยากันพอดีจะเท่ากัน ซึ่งสามารถคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายได้ ดังนี้

$$\frac{\text{wt. As}_2\text{O}_3}{\text{eq. wt. As}_2\text{O}_3} = \frac{N_{\text{MnO}_4^-} V_{\text{MnO}_4^-}}{1000}$$

$$\therefore N_{\text{MnO}_4^-} = \frac{\text{wt. As}_2\text{O}_3}{\text{eq. wt. As}_2\text{O}_3} \times \frac{1000}{V_{\text{MnO}_4^-}} \quad \dots\dots\dots (12.15)$$

2) การใช้สารปฐมภูมิโซเดียมออกซาลेट ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างโพแทสเซียมเปอร์แมงกานेट กับโซเดียมออกซาลेट คือ



จะเห็นได้ว่า ตัวที่ทำปฏิกิริยากับ MnO_4^- คือ $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ดังนั้น สารละลายปฐมภูมิที่ใช้ น่าจะใช้ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (กรดออกซาลิก) ได้ด้วย แต่ไม่นิยมกลับนิยมใช้เกลือโซเดียมออกซาลेट มากกว่า ทั้งนี้ เพราะกรดออกซาลิกเป็นผลึกที่มีจำนวนโมเลกุลของน้ำในผลึกไม่แน่นอน ในการไทเทรตสารละลาย $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ด้วยค่าคงที่ที่มันั้น ต้องทำให้สารละลายมีฤทธิ์เป็นกรดและ

มีอุณหภูมิ 80–90°C เสียก่อน จึงค่อย ๆ เติมต่างทับทิมไปอย่างช้า ๆ (10–15 ลบ.ซม.ต่อนาที) โดยที่สารละลายต้องมีอุณหภูมิไม่ต่ำกว่า 60°C จนได้สารละลายมีสีชมพูอ่อนที่จุดยุติ

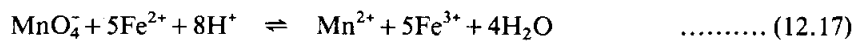
จากปฏิกิริยาแสดงว่า

$$\text{น้ำหนักสมมูลของ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{\text{M.W. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{2}$$

เมื่อเตรียมสารละลาย Na₂C₂O₄ ได้แล้ว ให้คำนวณหาความเข้มข้นจากน้ำหนักที่ชั่งได้เป็นนอร์แมล เมื่อทำปฏิกิริยาพอดีกับ KMnO₄ สามารถคำนวณหาความเข้มข้นของ KMnO₄ ได้จากสมการ

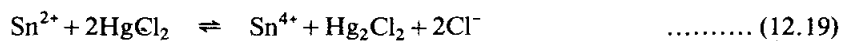
$$N_1V_1 = N_2V_2$$

สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต สามารถนำมาใช้หาปริมาณของเหล็กได้ โดยที่สารละลายของเหล็กต้องอยู่ในรูปของดิวิติวซ์ (Fe²⁺) เหล็กจะทำปฏิกิริยากับเปอร์แมงกาเนตได้ ดังนี้



เนื่องจากสารละลายตัวอย่างเหล็กที่มีอยู่ทั่ว ๆ ไป จะอยู่ในรูปของตัวออกซิไดส์ ซึ่งเสถียรกว่า (อยู่ในรูปของ Fe³⁺) ดังนั้น ก่อนที่จะนำเหล็กมาทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ต้องเปลี่ยนสารละลายเหล็กในรูปของ Fe³⁺ มาเป็น Fe²⁺ ก่อน โดยการทำรีดักชัน สารที่จะนำมาใช้ในการทำรีดักชันมีหลายชนิด เช่น ดีบุก (II), ซัลเฟอร์ไดออกไซด์, ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และโลหะบางชนิด วิธีที่นิยมใช้กันมากคือ วิธีการใช้สแตนนัสคลอไรด์ (SnCl₂) และการใช้โลหะสังกะสีอะมัลกัม (Zinc amalgam) ที่เรียกว่า วิธีโจนส์รีดักเตอร์ (Jones reductor)

การใช้สแตนนัสคลอไรด์ (SnCl₂) สำหรับเปลี่ยน Fe³⁺ ไปเป็น Fe²⁺ สารละลายที่ร้อนของเหล็กจะถูก SnCl₂ รีดิวซ์ให้เป็น Fe²⁺ ได้ดี โดยการเติม SnCl₂ ให้มากเกินไปเล็กน้อย หลังจากนั้นทำลาย SnCl₂ ที่มากเกินไปด้วย HgCl₂ จะทำให้เกิดตะกอนขาวของ Hg₂Cl₂ ขึ้น

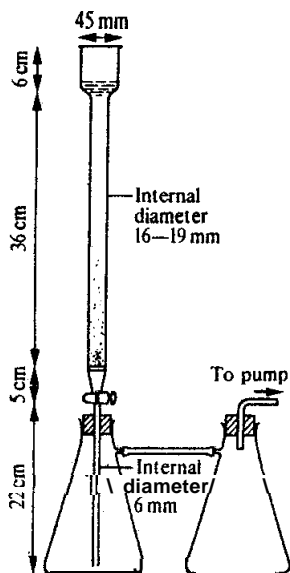


ถ้าเติมสารละลาย SnCl₂ มากเกินไป จะทำให้มี SnCl₂ เหลืออยู่ (ถูก HgCl₂ ทำลายไม่หมด) ทำให้ Sn²⁺ ที่เหลืออยู่ทำปฏิกิริยากับ Hg₂Cl₂ ต่อไป ได้เป็นตะกอนสีเทาดำของปรอท ซึ่งอาจจะทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดส์ในการทำไทเทรชันขั้นต่อไป และทำให้สังเกตสีที่จุดยุติ

ได้ยากด้วย ดังนั้น ในการทดลองถ้าเกิดสีเทาดำของปรอท ควรทำการทดลองชั้นรีดักชันนี้ใหม่ แต่ถ้า Sn^{2+} ที่ใช้น้อยเกินไป เมื่อเติม HgCl_2 ลงไปแล้ว จะไม่มีตะกอนขาวของ Hg_2Cl_2 เกิดขึ้น แสดงว่า Fe^{3+} ถูกรีดิวซ์เป็น Fe^{2+} ไม่หมด ก็ต้องทำการทดลองชั้นนี้ใหม่เช่นกัน

วิธีการของโจนส์รีดักเตอร์ เตรียมคอลัมน์ของโจนส์รีดักเตอร์ได้ โดยใช้หลอดแก้ว ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2.0 ซม. ยาว 36 ซม. โดยใส่ใยแก้ว (glass wool) ไว้ที่ก้น คอลัมน์ เตรียมซิงค์อมัลกัมโดยนำผงสังกะสีที่บริสุทธิ์ขนาด 20–30 เมช หนัก 300 กรัม แช่ในสารละลายปรอท (II) คลอไรด์เข้มข้นร้อยละ 2 คนให้เข้ากันประมาณ 5–10 นาที แล้วเทสารละลายปรอทออก ล้างโลหะซิงค์อมัลกัมด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง จะได้ซิงค์อมัลกัมมีลักษณะคล้ายเงิน บรรจุซิงค์อมัลกัมลงในคอลัมน์แล้วจัดรูปเครื่องมือ ดังรูปที่ 12.2 ล้างคอลัมน์ด้วยน้ำกลั่น 50 ลบ.ซม. โดยใช้เครื่องดูด ถ้าโจนส์รีดักเตอร์ยังไม่ใช้ ต้องใส่น้ำไว้ให้ท่วมเสมอ

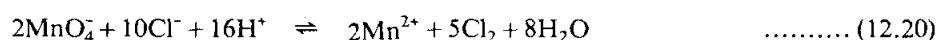
ถ้ามีไอออน เช่น Fe^{3+} , Mo^{4+} , Ti^{4+} หรือ Cr^{3+} อยู่ในสารละลายของกรด HCl หรือ H_2SO_4 เมื่อผ่านลงไปคอลัมน์จะถูกรีดิวซ์เป็น Fe^{2+} , Mo^{3+} , Ti^{3+} หรือ Cr^{2+} สารละลายของไอออนที่ผ่านโจนส์รีดักเตอร์นี้สามารถนำไปทำปฏิกิริยากับตัวออกซิไดส์ที่เหมาะสมต่อไปได้



รูปที่ 12.2 โจนส์รีดักเตอร์

เมื่อทำการรีดิวซ์ Fe^{3+} ไปเป็น Fe^{2+} เรียบร้อยแล้ว ก่อนที่จะนำสารละลายนี้มาไทเทรตกับเปอร์แมงกาเนต ต้องควบคุมสภาวะของสารละลายให้เหมาะสม โดยการเติมสารละลายซิมเมอร์มาน เรนฮาร์ด (Zimmermann-Reinhardt Solution) ลงไปก่อน ทั้งนี้ เพื่อป้องกันการเกิดคลอโรคอมเพลกซ์ การเกิดออกซิเดชันคลอไรด์ไอออน และควบคุมให้สารละลายมีสภาพเป็นกรด สารละลายซิมเมอร์มาน เรนฮาร์ด คือ สารละลายผสมของ H_3PO_4 , H_2SO_4 และ $MnSO_4$ ซึ่งสามารถทำหน้าที่ได้ ดังต่อไปนี้

เนื่องจากโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เป็นตัวออกซิไดส์ที่แรง และในสารละลายตัวอย่างเหล็กจะมีคลอไรด์ผสมอยู่ด้วยเสมอ ทำให้เปอร์แมงกาเนตสามารถออกซิไดส์คลอไรด์ได้



เพื่อป้องกันไม่ให้เปอร์แมงกาเนตทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ จึงต้องลดกำลังของการเป็นตัวออกซิไดส์ที่แรง (oxidizing power) ของเปอร์แมงกาเนตให้ต่ำลง ซึ่งสามารถทำได้โดยการเติม Mn^{2+} ลงในสารละลายซึ่งจะทำให้ MnO_4^- ไม่สามารถออกซิไดส์คลอไรด์ ในการทดลองจึงเติม $MnSO_4$

เนื่องจากระหว่างการไทเทรต จะมี Fe^{3+} เกิดขึ้น ในเมื่อสารละลายมีคลอไรด์ปนอยู่ด้วย จึงทำให้เกิดคลอโรคอมเพลกซ์ของเหล็กซึ่งมีสีเหลืองขึ้น ทำให้รบกวนการสังเกตจุดยุติ ดังนั้น เพื่อป้องกันการเกิดคลอโรคอมเพลกซ์ จึงต้องเติมกรดออร์โธฟอสฟอริก (H_3PO_4) ลงไปในสารละลายด้วย เพราะฟอสเฟตจะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่ไม่มีสีกับเหล็ก (phosphato-complex)

เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างเหล็กกับเปอร์แมงกาเนต ต้องมีสภาพเป็นกรด ดังนั้น เพื่อควบคุมสภาวะให้เป็นกรดมากพอ จึงต้องเติมกรดซัลฟิวริกลงไปด้วย

จากเหตุผล 3 ประการนี้ ทำให้ต้องเติมสารละลายซิมเมอร์มาน เรนฮาร์ด ลงไปในสารละลายของ Fe^{2+} ก่อนทำการไทเทรตกับเปอร์แมงกาเนต

ปฏิบัติการทดลอง

การทดลองหาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับด่างทับทิม สามารถทำได้ตามขั้นตอนต่อไปนี

1. เตรียมสารเคมีและอุปกรณ์เพื่อใช้ในการทดลอง

1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่

- ก. โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต
- ข. A.R. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$
- ค. H_2SO_4 2.0 F
- ด. A.R. As_2O_3
- ง. 0.0025 M KI
- จ. 20% NaOH
- ฉ. SnCl_2
- ช. HCl เข้มข้น
- ซ. HgCl_2
- ฅ. สารละลายซิมเมอร์มาน เรนฮาร์ด ($\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{MnSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$)
- ญ. สารตัวอย่างเหล็ก

1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่

- ก. บีเปต
- ข. บิวเรตพร้อมที่ตั้ง
- ค. ขวดรูปกรวย
- ง. บีกเกอร์
- จ. ขวดวัดปริมาตร
- ฉ. เตาให้ความร้อน

2. วิธีทำการทดลอง

2.1 การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตเข้มข้น 0.1 N

ซึ่ง KMnO_4 ประมาณ 1.6 กรัม ด้วยเครื่องชั่งหยาบ ถ้าย KMnO_4 ลงในบีกเกอร์

ขนาด 1000 ลบ.ซม. เติมน้ำกลั่นประมาณ 500 ลบ.ซม. ใช้กระจกนาฬิกาปิดฝาปิ๊งเกอร์ไว้ ต้มสารละลายจนเดือดเบา ๆ เป็นเวลา 15–30 นาที ทิ้งสารละลายไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง การกรองสารละลายผ่านกรวยกรองที่มีใยแก้วหรือสำลีดูดไว้ที่ก้านกรวย หรือจะกรองผ่าน ภา้วกูช (Gooch) ก็ได้ เก็บสารละลายที่กรองได้ไว้ในขวดสีชาที่ล้างให้สะอาดด้วยน้ำยาล้างแก้ว (chromic acid mixture) และล้างด้วยน้ำกลั่น เก็บสารละลายที่เตรียมได้นี้ไว้ในที่มืด

2.2) เตรียมสารละลายปรุ้หมูมิอาซีเนียสออกไซด์

นำ As_2O_3 มาอบที่อุณหภูมิ $105-110^{\circ}C$ เป็นเวลา 1–2 ชั่วโมง แล้วเก็บให้เย็นใน โถอบ จากนั้นนำมาชั่งอย่างละเอียดให้ได้น้ำหนักประมาณ 0.20 กรัม โดยชั่งทั้งหมด 3 ส่วน นำแต่ละส่วนที่ชั่งได้เทใส่ลงปิ๊งเกอร์ขนาด 500 ลบ.ซม. เติม 10 ลบ.ซม. ของ 20% NaOH คน อย่างสม่ำเสมอจนกระทั่งละลายหมด เมื่อละลายหมดแล้วให้เติมน้ำกลั่น 100 ลบ.ซม. กรดเกลือ เข้มข้น 10 ลบ.ซม. และ 1 หยดของ 0.0025 M KI หรือ KIO_3 นำสารละลายของ As_2O_3 ที่เตรียม ได้นี้ทั้งหมด 3 ส่วน ไปทำการทดลองขั้นต่อไป

2.3 หาคความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย $KMnO_4$ โดยไทเทรตกับสารละลาย As_2O_3

นำสารละลายที่เตรียมได้จากข้อ 2.2) ทั้ง 3 ปิ๊งเกอร์ มาไทเทรตกับสารละลาย เปอร์แมงกานेटโดยไทเทรตทีละใบ จนกระทั่งถึงจุดยุติ ซึ่งสังเกตได้จากสีชมพูของเปอร์แมง- กานेटที่เติมเกินจุดสมมูลไป 1 หยด สีชมพูที่สังเกตเห็นต้องปรากฏอย่างน้อย 30 วินาที ใน การไทเทรตใกล้ ๆ ถึงจุดยุติประมาณ 1–1.5 ลบ.ซม. ต้องทำการไทเทรตซ้ำ ๆ โดยเติมสาร ละลาย $KMnO_4$ ทีละหยด คือ ให้สีชมพูของหยดแรกจางหายไปก่อน แล้วจึงค่อยเติมหยดต่อไป ให้คำนวณหาคความเข้มข้นเฉลี่ยของสารละลายเปอร์แมงกานेटเป็นนอร์แมล

2.4) เตรียมสารละลายปรุ้หมูมิโซเดียมออกซาลेट

นำโซเดียมออกซาลेटชนิด A.R. grade มาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $105-110^{\circ}C$ เป็น เวลา 2 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในโถอบ จากนั้นนำไปชั่งอย่างละเอียดให้ได้น้ำหนักประมาณ 0.67 กรัม นำโซเดียมออกซาลेटที่ชั่งได้มาละลายในน้ำกลั่นที่บริสุทธิ์ ให้มีปริมาตรเป็น 100 ลบ.ซม. โดยใช้ขวดวัดปริมาตร แล้วเขย่าสารละลายให้ทั่ว ให้คำนวณหาคความเข้มข้นของ สารละลายโซเดียมออกซาลेटที่เตรียมได้จากน้ำหนักที่ชั่งได้

2.5 หาคความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย $KMnO_4$ โดยการไทเทรตกับ $Na_2C_2O_4$

ปิ๊ปตสารละลาย $Na_2C_2O_4$ จาก 2.4) มา 25.0 ลบ.ซม. ใส่ลงในขวดรูปกรวย

ขนาด 250 ลบ.ซม. เติม 75 ลบ.ซม. ของ 2.0 F H₂SO₄ และ 50 ลบ.ซม. ของน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากัน ไทเทรตสารละลายในขวดด้วย KMnO₄ ในบิวเรตด้วยอัตราเร็ว 25–35 ลบ.ซม. ต่อนาที พร้อมทั้งเขย่าไปด้วย จนสารละลายมีสีชมพูอ่อน เมื่อวางทิ้งไว้สีชมพูจะจางหายไป นำสารละลายไปอุ่นให้มีอุณหภูมิประมาณ 50–60°C แล้วนำมาไทเทรตกับ KMnO₄ จนกระทั่งเกิดสีชมพูขึ้นอีก และไม่จางหายไปภายใน 30 วินาที ทำการทดลองซ้ำอีก 2 ครั้ง ให้คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย KMnO₄ เป็นนอร์แมล

2.6 หาปริมาณของเหล็กโดยไทเทรตกับเปอร์แมงกาเนต

ปิเปตตัวอย่างเหล็กมา 25.0 ลบ.ซม. อุ่นที่อุณหภูมิ 70–90°C เติมสารละลาย SnCl₂ เข้มข้นที่ละลายจากปิเปตหรือบิวเรต พร้อมกับคนสารละลายให้เข้ากันด้วย จนกระทั่งสีเหลืองจางลงจนเกือบจะหายไป ทำการรีดิวซ์ต่อให้สมบูรณ์ โดยใช้สารละลาย SnCl₂ ที่เจือจาง (เตรียมโดยใช้ SnCl₂ เข้มข้น 1 ส่วน เติม 6 M HCl 2 ส่วน) เติมต่อไปอีกทีละหยด จนกระทั่งสารละลายเป็นสีเขียวอ่อนมาก ๆ จนถึงใสไม่มีสี (สารละลายจะต้องปราศจากสีเหลืองของ Fe³⁺) เมื่อรีดิวซ์เสร็จแล้วทำให้สารละลายเย็นลงที่ 20°C ทันทันที โดยไม่ให้สัมผัสกับอากาศ หลังจากนั้นให้เติม 10 ลบ.ซม. ของสารละลาย HgCl₂ ที่อิ่มตัว (ประมาณ 5%) อย่างรวดเร็วพร้อมกับคนสารละลายด้วย จะปรากฏตะกอนขาวของ Hg₂Cl₂ ตั้งทิ้งไว้ 5 นาที ถ่ายสารละลายทั้งหมดลงในบีกเกอร์ขนาด 600 ลบ.ซม. เติมน้ำ 400 ลบ.ซม. เติมสารละลายซิมเมอร์มาน เรนฮาร์ด 25 ลบ.ซม. คนสารละลายอย่างช้า ๆ แล้วนำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน KMnO₄ สีชมพูที่จุดยุติจะไม่ปรากฏอย่างถาวร สีชมพูควรปรากฏขึ้นนานประมาณ 15 วินาที ให้คำนวณหาปริมาณเหล็กในสารตัวอย่างเป็นกรัม ในสารละลาย 100 ลบ.ซม.

หมายเหตุ :-

1) เตรียมสารละลาย SnCl₂ เข้มข้นโดยการละลาย 12 กรัม ของดีบุก หรือ 30 กรัม SnCl₂·2H₂O ในสารละลายของกรดเกลือเข้มข้น 100 ลบ.ซม. แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่น 200 ลบ.ซม.

2) สารละลายซิมเมอร์มาน เรนฮาร์ด เตรียมโดยละลาย 50 กรัม ของ MnSO₄·4H₂O ในน้ำ 250 ลบ.ซม. แล้วเติมสารละลายผสมที่เย็นของ 100 ลบ.ซม. H₂SO₄ ที่เข้มข้น 300 ลบ.ซม. ของน้ำ และ 100 ลบ.ซม. ของ H₃PO₄ ที่เข้มข้น

3) การไทเทรตในเรื่องนี้ เนื่องจากต้องมีการเติมสารละลายต่าง ๆ มากมาย ทำ

ให้ได้สารละลายสุดท้ายจำนวนมาก การไทเทรตจึงไม่สะดวกที่จะทำในขวดรูปกรวย ให้ใช้ไทเทรตในบีกเกอร์แล้วใช้แท่งแก้วคนให้สารละลายทั่วถึงกัน ก่อนเติมไทเทรนต์หยดต่อไป หลังจากทำการทดลองได้ข้อมูลต่าง ๆ แล้ว ให้บันทึกข้อมูลที่ได้ลงในสมุดแผนงานที่เตรียมตารางไว้สำหรับกรอกข้อมูลล่วงหน้าแล้ว ดังแสดงในตัวอย่างที่ 12.1

กิจกรรมที่ 12.3
 ทำการทดลองข้อ 2.6 ซ้ำใหม่ โดยไม่เติมสารละลายซิมเมอร์มาน เรนฮาร์ด ให้พิจารณาว่าการไทเทรตเป็นไปได้หรือไม่ มีอะไรที่แตกต่างกันระหว่างการไทเทรตทั้งสอง ให้หาเหตุผลมาอธิบาย

ตัวอย่างที่ 12.1 การบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลองลงในตารางข้อมูลที่ได้เตรียมไว้ล่วงหน้า

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. KMnO_4	35.87
น.น.ขวดชั่ง	34.24
น.น. KMnO_4	1.63

2. เตรียมสารปรอทภูมิ As_2O_3

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
น.น.ขวดชั่ง + น.น. As_2O_3	31.5988	31.5795	31.5821
น.น.ขวดชั่ง	31.3876	31.3893	31.3885
น.น. As_2O_3	0.2122	0.1902	0.1936

3. การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4 โดยใช้สารปฐมภูมิ As_2O_3

เลขที่ขวด	น.น. As_2O_3	ปริมาตร KMnO_4 (ลบ.ชม.)	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของสารละลายที่จุดยุติ
1.	0.2122	43.85	ไม่มี	ไม่มีสี → สีชมพู
2	0.1902	39.30		
3	0.1936	40.05		

4. เตรียมสารปฐมภูมิ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ เข้มข้น 0.100 N จำนวน 100 ลบ.ชม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น. ขวดชั่ง + น.น. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	33.5500
น.น. ขวดชั่ง	32.8816
น.น. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	0.6684

5. การหาความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4 โดยใช้สารปฐมภูมิ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

ปริมาณ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	ไทเทรนต์ KMnO_4 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของสารละลายที่จุดยุติ
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0 ลบ.ชม.	25.60	25.55	25.50	25.55	ไม่มี	ไม่มีสี → สีชมพู

6. การหาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับ KMnO_4

ปริมาณสารตัวอย่าง	ไทเทรนต์ KMnO_4 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ของสารละลายที่จุดยุติ
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0 ลบ.ชม.	24.70	24.65	24.70	24.68	ไม่มี	ไม่มีสี → สีชมพู

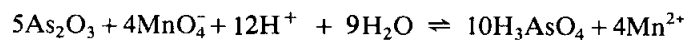
3. การคำนวณผล ข้อมูลที่ได้จากการทดลองสามารถนำมาคำนวณหาปริมาณของเหล็กในสารตัวอย่างได้ จากข้อมูลในตัวอย่างที่ 12.1 สามารถคำนวณผลได้ 2 วิธี คือ การคำนวณผลเป็นโมลาร์และนอร์แมล ซึ่งมีวิธีปฏิบัติดังต่อไปนี้

3.1 การคำนวณเป็นโมลาร์

3.1.1 หาคความเข้มข้นของสารละลายเปอร์แมงกาเนต โดยการไทเทรตกับสารละลาย As_2O_3

$$\text{M.W. As}_2\text{O}_3 = 197.84$$

จากสมการที่ 12.14



แสดงว่า

$$\frac{\text{จำนวนโมล As}_2\text{O}_3}{5} = \frac{\text{จำนวนโมล MnO}_4^-}{4}$$

$$\frac{1}{5} \times \frac{\text{wt. As}_2\text{O}_3}{\text{M.W. As}_2\text{O}_3} = \frac{M_{\text{MnO}_4^-} \times V_{\text{MnO}_4^-}}{4 \times 1000}$$

$$\therefore M_{\text{MnO}_4^-} = \frac{4}{5} \times \frac{\text{wt. As}_2\text{O}_3}{\text{M.W. As}_2\text{O}_3} \times \frac{1000}{V_{\text{MnO}_4^-}}$$

ขวดที่ 1

$$\begin{aligned} M_{\text{MnO}_4^-} &= \frac{4}{5} \times \frac{0.2122}{197.84} \times \frac{1000}{43.85} \\ &= 0.0196 \end{aligned}$$

ขวดที่ 2

$$\begin{aligned} M_{\text{MnO}_4^-} &= \frac{4}{5} \times \frac{0.1902}{197.84} \times \frac{1000}{39.30} \\ &= 0.0196 \end{aligned}$$

ขวดที่ 3

$$\begin{aligned} M_{\text{MnO}_4^-} &= \frac{4}{5} \times \frac{0.1936}{197.84} \times \frac{1000}{40.05} \\ &= 0.0196 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \therefore \text{ความเข้มข้นเฉลี่ยของ KMnO}_4 &= \frac{0.0196 + 0.0196 + 0.0196}{3} \\ &= 0.0196 \end{aligned}$$

3.1.2 หาคความเข้มข้นของสารละลายเปอร์แมงกาเนตโดยการไทเทรตกับสารละลายโซเดียมออกซาเลต

จากน้ำหนักของโซเดียมออกซาเลตที่ชั่งมา เท่ากับ 0.6684 กรัม เมื่อเตรียมเป็นสารละลาย 100 ลบ.ซม. คำนวณความเข้มข้นได้ดังนี้

$$\begin{aligned} M_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} &= \frac{0.6684}{\text{M.W. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times \frac{1000}{100} \\ &= \frac{0.6684 \times 10}{134} \\ &= 0.0488 \end{aligned}$$

จากสมการที่ 12.16



แสดงว่า

$$\frac{\text{จำนวนโมล Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{5} = \frac{\text{จำนวนโมล MnO}_4^-}{2}$$

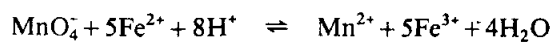
$$\frac{25.0 \times 0.0488}{5 \times 1000} = \frac{M_{\text{MnO}_4^-} \times V_{\text{MnO}_4^-}}{2 \times 1000}$$

$$\therefore M_{\text{MnO}_4^-} = \frac{25.0 \times 0.0488 \times 2}{5 \times 25.55}$$

$$= 0.0195$$

3.1.3 หาปริมาณเหล็กในสารตัวอย่าง

เหล็กเมื่อทำปฏิกิริยากับเปอร์แมงกาเนตจะเกิดปฏิกิริยา ตามสมการที่ 12.17 คือ



แสดงว่า

$$\frac{\text{จำนวนโมล Fe}}{5} = \frac{\text{จำนวนโมล MnO}_4^-}{1}$$

$$\frac{M_{\text{Fe}} \times V_{\text{Fe}}}{5 \times 1000} = \frac{M_{\text{MnO}_4^-} \times V_{\text{MnO}_4^-}}{1000}$$

$$M_{\text{Fe}} = \frac{0.0195 \times 24.68 \times 5}{25.0}$$

$$= 0.0964$$

$$\begin{aligned} \therefore \text{ในสารตัวอย่าง 100 ลบ.ชม. จะมีเหล็ก} &= 0.0964 \times 55.85 \times \frac{100}{1000} \\ &= 0.5381 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

(การคำนวณใช้ความเข้มข้นของเปอร์แมงกาเนตที่หาได้จากการไทเทรตกับโซเดียมออกซาลेट)

3.2 การคำนวณเป็นนอร์แมล

3.2.1 หาความเข้มข้นของสารละลายเปอร์แมงกาเนตโดยการไทเทรตกับสารละลาย As_2O_3

จากการพิจารณาสมการที่ 12.14 จะได้ว่า

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักสมมูล } \text{As}_2\text{O}_3 &= \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } \text{As}_2\text{O}_3}{4} \\ &= \frac{197.84}{4} \\ &= 49.46 \end{aligned}$$

จากสมการที่ 12.15

$$N_{\text{MnO}_4^-} = \frac{\text{wt. As}_2\text{O}_3}{\text{eq. wt. As}_2\text{O}_3} \times \frac{1000}{V_{\text{MnO}_4^-}}$$

ขวดที่ 1

$$\begin{aligned} N_{\text{MnO}_4^-} &= \frac{0.2122}{49.46} \times \frac{1000}{43.85} \\ &= 0.0978 \end{aligned}$$

ขวดที่ 2

$$\begin{aligned} N_{\text{MnO}_4^-} &= \frac{0.1902}{49.46} \times \frac{1000}{39.30} \\ &= 0.0979 \end{aligned}$$

ขวดที่ 3

$$\begin{aligned} N_{\text{MnO}_4^-} &= \frac{0.1936}{49.46} \times \frac{1000}{40.05} \\ &= 0.0977 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \therefore \text{ความเข้มข้นเฉลี่ยของ KMnO}_4 &= \frac{0.0978+0.0979+0.0977}{3} \\ &= 0.0978 \text{ N} \end{aligned}$$

3.2.2 หาคความเข้มข้นของสารละลายเปอร์แมงกาเนตโดยการไทเทรตกับสารละลายโซเดียมออกซาลेट

โซเดียมออกซาลेटจะเกิดปฏิกิริยากับเปอร์แมงกาเนต ตามสมการที่ 12.16 ซึ่งแสดงว่า

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักสมมูลของ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= \frac{\text{M.W. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{2} \\ &= \frac{134}{2} \\ &= 67 \end{aligned}$$

จากการทดลองซึ่ง $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ มาหนัก 0.6684 กรัม ทำเป็นสารละลาย 100 ลบ.ซม.

$$\begin{aligned} \therefore N_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} &= \frac{0.6684}{67} \times \frac{1000}{100} \\ &= 0.0998 \end{aligned}$$

เมื่อนำโซเดียมออกซาลेटมาทำปฏิกิริยากับเปอร์แมงกาเนต จะได้ว่า เมื่อสารสองตัวทำปฏิกิริยากันพอดี จะมีจำนวนกรัมสมมูลเท่ากัน หรือ

$$\begin{aligned} N_1 V_1 &= N_2 V_2 \\ \therefore N_{\text{MnO}_4^-} &= \frac{N_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times V_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{MnO}_4^-}} \\ &= \frac{0.0998 \times 25.0}{25.55} \\ &= 0.0976 \end{aligned}$$

3.2.3 หาปริมาณเหล็กในสารตัวอย่าง

เมื่อเหล็กทำปฏิกิริยาพอดีกับเปอร์แมงกาเนต จะมีจำนวนกรัมสมมูลเท่ากัน

$$\begin{aligned} N_1 V_1 &= N_2 V_2 \\ \therefore N_{\text{Fe}} &= \frac{N_{\text{MnO}_4^-} \times V_{\text{MnO}_4^-}}{V_{\text{Fe}}} \end{aligned}$$

$$= \frac{0.0976 \times 24.68}{25.0}$$

$$= 0.0964$$

$$\therefore \text{ในสารตัวอย่าง 100 ลบ.ชม. จะมีเหล็ก} = 0.0964 \times 55.85 \times \frac{100}{1000}$$

$$= 0.5382 \text{ กรัม}$$

(การคำนวณใช้ความเข้มข้นของเปอร์แมงกาเนตที่หาได้จากการไทเทรตกับโซเดียมออกซาลเลต)

จะเห็นได้ว่า การคำนวณทั้งสองวิธีได้คำตอบที่เท่ากัน ดังนั้น จะใช้วิธีใดคำนวณผลก็ได้

บทสรุป

การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กสามารถทำได้ทุกวิธี คือ วิธีวิเคราะห์โดยน้ำหนัก (Gravimetric analysis) วิธีปริมาตรวิเคราะห์ (Volumetric analysis) และวิธีวิเคราะห์โดยอุปกรณ์ (Instrumental analysis) การวิเคราะห์จะเลือกใช้วิธีใด ต้องพิจารณาถึงสิ่งที่ต้องการ ความถูกต้องของผลที่ได้ และความพร้อมของอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ ตลอดจนชนิดของสารเคมีที่ใช้และระยะเวลาในการทดลอง ถ้ามีสารตัวอย่างเป็นจำนวนมาก และต้องการวิเคราะห์แยกเหล็กออกจากมลทิน เพื่อนำไปใช้งานต่อไป ก็ควรเลือกใช้วิธีวิเคราะห์โดยน้ำหนัก ซึ่งจะทำให้เราสามารถทราบเปอร์เซ็นต์ของเหล็กในสารตัวอย่างได้ และในขณะเดียวกันก็มีผลผลิตของเหล็กออกไซด์ที่สามารถนำไปใช้งานต่อไปได้อีก สำหรับวิธีปริมาตรวิเคราะห์เป็นวิธีที่ใช้ปริมาณสารตัวอย่างน้อยกว่าการวิเคราะห์โดยน้ำหนัก แต่อย่างไรก็ตาม การวิเคราะห์ก็มีขั้นตอนที่ยุ่งยากพอ ๆ กัน ความถูกต้องของการวิเคราะห์อยู่ที่ความถูกต้องของการเตรียมสารละลายมาตรฐาน การรีดิวซ์ Fe^{3+} ไปเป็น Fe^{2+} และการไทเทรต นอกจากนี้ยังมีข้อผิดพลาดเกิดขึ้นได้อีกจากการสังเกตจุดยุติของการไทเทรต เนื่องจากสารละลายของเหล็กที่ถูกนำมาไทเทรต จะมีไอออนที่เป็นตัวรีดิวซ์ปนอยู่บ้าง ซึ่งสามารถรีดิวซ์เปอร์แมงกาเนตได้ แต่ความสามารถในการรีดิวซ์จะน้อยกว่า Fe^{2+} ดังนั้น เมื่อ Fe^{2+} ทำปฏิกิริยากับเปอร์แมงกาเนตจนหมด จะปรากฏสีชมพูที่จุดยุติขึ้นชั่วขณะหนึ่ง ถ้าตั้งทิ้งไว้สีชมพูจะจางหายไป เพราะว่าเปอร์แมงกาเนตจะถูกรีดิวซ์ต่อ อาจทำให้เข้าใจผิดว่ายังไม่ถึงจุดยุติ จึงทำการไทเทรตต่อ ซึ่งจะทำให้การทดลองผิดพลาดได้ การสังเกตจุดยุติที่ถูกต้อง จะสังเกตให้มีสีชมพูปรากฏขึ้นนานเพียง 15 วินาทีเท่านั้น ถ้าผู้ทดลองขาดความชำนาญในการไทเทรต พบว่าจะตัดสินจุดยุติได้ยาก การไทเทรตไม่ควรเติมไทเทรนต์ให้ช้าเกินไป แต่หยุดของการไทเทรตไม่ควรห่างกันเกิน 15 วินาที และก่อนเติมหยุดต่อไป สีชมพูของสารละลายควรจางหายไปแล้ว สำหรับการวิเคราะห์โดยอุปกรณ์ เป็นวิธีวิเคราะห์ที่ได้ผลถูกต้องแน่นอนกว่า 2 วิธีแรก และใช้ปริมาณสารตัวอย่างน้อยกว่า แต่ต้องใช้งบลงทุนที่สูงกว่า เพราะต้องใช้เครื่องมือหรืออุปกรณ์ที่มีราคาแพง ถ้าปริมาณสารตัวอย่างมีน้อย และต้องการความถูกต้องสูง ก็ควรเลือกใช้วิธีการวิเคราะห์โดยอุปกรณ์

จากข้อสรุปที่กล่าวมา น่าจะพิจารณาได้ว่า การวิเคราะห์ปริมาณเหล็กโดยวิธีปริมาตรวิเคราะห์ มักถูกเลือกใช้น้อยกว่า จะถูกเลือกใช้เมื่อไม่ต้องการการลงทุนสูง ไม่ต้องการ

ความถูกต้องมากนัก และไม่ต้องการเก็บเหล็กในสารตัวอย่างไว้ใช้งานต่อไป ตามปกติจะนิยมใช้
วิธีวิเคราะห์โดยอุปกรณ์มากที่สุด

คำถามท้ายบท

1. ทำไมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตจึงเป็นตัวออกซิไดส์ที่ใช้กันมากในห้องปฏิบัติการ
2. การกรองสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ควรกรองอย่างไร เพราะเหตุใด
3. สารชนิดใดที่สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาระหว่าง arsenic (III) กับเปอร์แมงกาเนต
4. วิธีการอ่านปริมาตรของสารละลายเปอร์แมงกาเนตในบิวเรต อ่านอย่างไร แตกต่างจากการอ่านปริมาตรของสารละลายชนิดอื่นอย่างไร
5. ในการไทเทรตปริมาณของเหล็กด้วยเปอร์แมงกาเนต ถ้าในสารละลายมีคลอไรด์ปนอยู่ และมีได้ป้องกันไว้ จะทำให้ผลที่ได้มากกว่าหรือน้อยกว่าปกติ
6. Zimmermann Reinhardt solution มีส่วนประกอบอย่างไร และมีหน้าที่อย่างไร
7. จงอธิบายวิธีการเปลี่ยน Fe^{3+} ไปเป็น Fe^{2+}
8. โจนส์รีดักเตอร์คืออะไร มีวิธีการเตรียมอย่างไร
9. การใช้โซลิวชันเป็นสารปฐมภูมิในการหาความเข้มข้นที่แน่นอนของโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ทำไมจึงใช้เกลือโซเดียม แทนที่จะใช้กรดออกซาลิก
10. สารตัวอย่างของลวดเหล็กที่มีความบริสุทธิ์ 99.78% หนัก 0.100 กรัม นำมาละลายด้วยกรดเกลือและ $Fe(II)$ ถูกออกซิไดส์เป็น $Fe(III)$ ด้วย Br_2 จงคำนวณว่า $SnCl_2$ ควรจะเข้มข้นเท่าไร เมื่อพบว่า 9.47 ลบ.ซม. ของสารละลาย $SnCl_2$ ถูกใช้ไปในการทำปฏิกิริยากับ $Fe(III)$ ได้พอดี และคำนวณหาว่าต้องใช้ปริมาตรของ 0.0500 M $KMnO_4$ จำนวนเท่าไร จึงจะทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายของ $Fe(II)$ ที่ถูกรีดิวซ์มาด้วย $SnCl_2$ พอดี
11. จงคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ Fe และ Fe_2O_3 ในแร่เหล็ก ถ้า 0.500 กรัม ของแร่เหล็กเมื่อทำปฏิกิริยารีดักชันให้อยู่ในรูปของ $Fe(II)$ แล้วทำปฏิกิริยาพอดีกับ 25.50 ลบ.ซม. ของ $KMnO_4$ ซึ่ง $KMnO_4$ ที่ใช้นี้ 1.00 ลบ.ซม. จะทำปฏิกิริยาพอดีกับ 0.01260 กรัม $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$
12. Fe_3O_4 ที่บริสุทธิ์ 1.000 กรัม (น้ำหนักโมเลกุล 232) ถูกนำมาละลายในกรดซัลฟิวริก โดยระมัดระวังไม่ให้โดนอากาศ แล้วนำสารละลายที่ได้มาไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานตัวออกซิไดส์ จงหาว่าต้องใช้ตัวออกซิไดส์เข้มข้น 0.200 N จำนวนเท่าไร
13. สารละลายตัวอย่างประกอบด้วยเหล็กและอะลูมิเนียม จำนวน 25.0 ลบ.ซม. ถูกนำมา

เติมแอมโมเนียมากเกินไป เพื่อตกตะกอนเป็นไฮดรอกไซด์ ปรากฏว่าซังตะกอนได้
หนัก 0.1260 กรัม เมื่อนำสารตัวอย่างอีกส่วนหนึ่ง จำนวน 25.0 ลบ.ซม. เช่นกัน มา
ผ่านลงในโจนส์รีดักเตอร์ แล้วนำไปไทเทรตกับเปอร์แมงกาเนต ปรากฏว่าใช้ 0.0800 N
KMnO₄ ไปเท่ากับ 1.52 ลบ.ซม. เมื่อถึงจุดยุติ จงคำนวณหาความเข้มข้นของ Fe และ Al
ในสารละลายตัวอย่าง

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 12

เรื่อง การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับต่างหับทิม

ผู้ทดลอง 1. รหัส

2. รหัส

3. รหัส

ตอนที่ กลุ่มที่

ทำการทดลองวันที่

1) เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. KMnO_4 น.น.ขวดชั่ง _____ น.น. KMnO_4	

2) เตรียมสารปรอทภูมิ As_2O_3

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
น.น.ขวดชั่ง + น.น. As_2O_3 น.น.ขวดชั่ง _____ น.น. As_2O_3			

ตารางสำหรับบันทึกข้อมูลที่ได้จากการทดลอง

ผลการทดลองบทที่ 12

เรื่อง การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับด่างทับทิม

ผู้ทดลอง 1. รหัส

2. รหัส

3. รหัส

ตอนที่ กลุ่มที่

ทำการทดลองวันที่

1) เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. KMnO_4	
น.น.ขวดชั่ง	
น.น. KMnO_4	

2) เตรียมสารปรอทอมุมิ As_2O_3

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
น.น.ขวดชั่ง + น.น. As_2O_3			
น.น.ขวดชั่ง			
น.น. As_2O_3			

3) หาคความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4 โดยใช้สารปฐมภูมิ As_2O_3

เลขที่ขวด	น.น. As_2O_3	ปริมาตร KMnO_4 (ลบ.ชม.)	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ที่จุดยุติ

4) เตรียมสารปฐมภูมิ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ เข้มข้น 0.100 N จำนวน 100 ลบ.ชม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ น.น.ขวดชั่ง น.น. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	

5) การหาคความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4 โดยใช้สารปฐมภูมิ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

ปริมาณ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	ไทเทรนต์ KMnO_4 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ที่จุดยุติ
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0 ลบ.ชม.						

6) การหาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับ KMnO_4

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	ไทเทรนต์ KMnO_4 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ที่จุดยุติ
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0 ลบ.ชม.						

3) หาคความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4 โดยใช้สารปฐมภูมิ As_2O_3

เลขที่ขวด	น.น. As_2O_3	ปริมาตร KMnO_4 (ลบ.ชม.)	อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ที่จุดยุติ

4) เตรียมสารปฐมภูมิ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ เข้มข้น 0.100 N จำนวน 100 ลบ.ชม.

สิ่งที่ต้องชั่ง	น้ำหนักเป็นกรัม
น.น.ขวดชั่ง + น.น. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ น.น.ขวดชั่ง น.น. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	

5) การหาคความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย KMnO_4 โดยใช้สารปฐมภูมิ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

ปริมาณ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	ไทเทรนต์ KMnO_4 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ที่จุดยุติ
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0 ลบ.ชม.						

6) การหาปริมาณเหล็กโดยการไทเทรตกับ KMnO_4

ปริมาณสาร ตัวอย่าง	ไทเทรนต์ KMnO_4 (ลบ.ชม.)				อินดิเคเตอร์	การเปลี่ยนแปลงสี ที่จุดยุติ
	1	2	3	เฉลี่ย		
25.0 ลบ.ชม.						