

บทที่ 14

การไตเตรตโดยใช้เครื่องมือไตเตรตอัตโนมัติ (Automatic Titration)

หลักการ (Principle)

การใช้เครื่องมือไตเตรตอัตโนมัติเพื่อการวิเคราะห์หาปริมาณ ใช้หลักการเดียวกับการทำ Potentiometric Titration โดยที่ชุดของเครื่องมือประกอบด้วย ส่วนที่ทำหน้าที่เป็น Potentiometer และส่วนที่ทำหน้าที่ทำการไตเตรตสารละลายซึ่งสามารถทำงานได้อย่างอัตโนมัติ และในชุดของเครื่องมือยังประกอบด้วยส่วนประมวลผลที่สามารถวิเคราะห์และสรุปผลที่ได้จากการทดลองทันทีที่ทำการทดลองเสร็จ ให้นักศึกษาดูหลักการของ Potentiometric titration ใน บทที่ 5 หน้า 69

การทดลองที่ 14.1

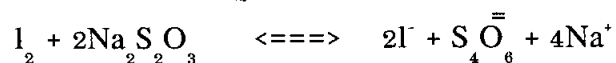
เรื่องการวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนโดยการใช้เครื่องมือไตเตรตอัตโนมัติ

จุดประสงค์ของการทดลอง

1. ศึกษาวิธีการใช้เครื่องมือไตเตรตอัตโนมัติ Mettler DL 70 ES
2. วิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในตัวอย่างยาทิงเจอร์ไอโอดีน

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

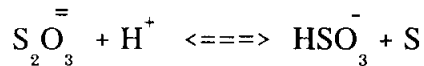
ไอโอดีนเป็นตัวออกซิไดส์ที่สามารถถูกไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโอซัลเฟตที่เป็นตัวรีดิวซ์ โดยเกิดปฏิกิริยา ดังนี้



โดยใช้หลักการของ Potentiometric titration วัดค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายที่เปลี่ยนไปขณะถูกไตเตรตจะสามารถหาจุดสมมูลของปฏิกิริยาได้

สารละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตไม่เหมาะที่จะเตรียมเป็นสารละลายมาตรฐานโดยตรง เนื่องจากในโมเลกุลของสารประกอบมีจำนวนน้ำไม่แน่นอน ($Na_2S_2O_3 \cdot xH_2O$) และเมื่อเตรียม

เป็นสารละลายแล้วเก็บไว้นาน ๆ อาจเกิดการสลายตัว (decomposed) ได้ ในกรณีที่มี pH ต่ำ จะเกิดสลายตัวให้ซัลเฟอร์



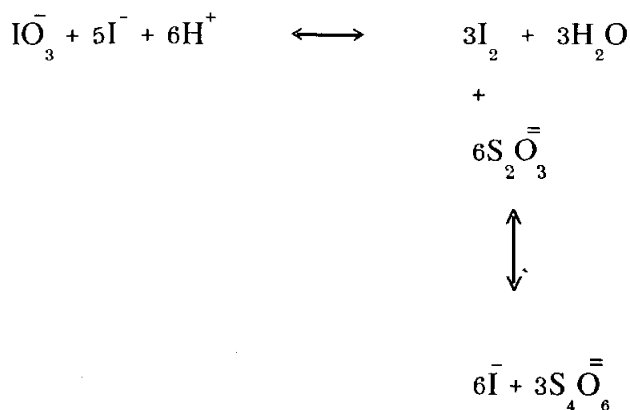
ในกรณีที่มีแบคทีเรียและออกซิเจนปนอยู่ในสารละลายจะเกิดการสลายตัวให้ซัลเฟตไอออน



ด้วยเหตุผลดังกล่าวก่อนนำสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟตที่เตรียมไว้ไปติเตรตกับสารละลายไอโอดีนจะต้องทำการ Standardize เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนก่อน วิธีการ Standardize สามารถทำได้หลายวิธี ดังนี้

1. Standardize กับสารปฏิกิริยาโพแตสเซียมไอโอเดต (KIO_3) โดยวิธีการให้ไอโอเดต ทำปฏิกิริยากับไอโอไดด์แล้วเกิดเป็นสารประกอบไอโอดีนที่สามารถทำปฏิกิริยากับ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ได้

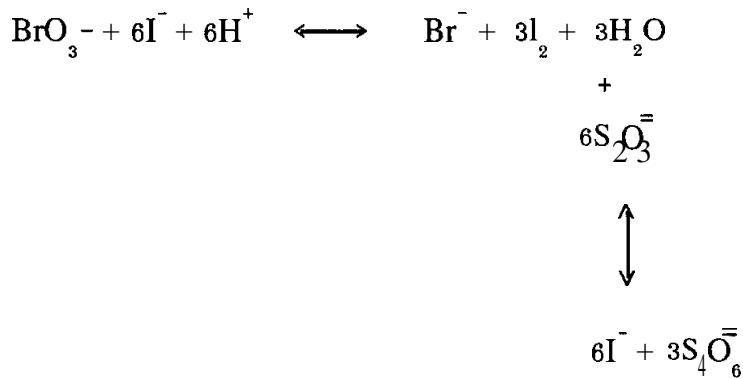
ใช้ KIO_3 ที่บริสุทธิ์อย่างน้อย 99.9% ซึ่งอย่างละเอียด ละลายด้วยน้ำต้มที่เย็น เติม KI ที่บริสุทธิ์ปราศจากไอโอเดตให้มากเกินพอ เติมกรดซัลฟูริกเพื่อให้สารละลายมีฤทธิ์เป็นกรด แล้วนำไปติเตรตกับสารละลายไธโอซัลเฟต



น.น.สมมูล $\text{IO}_3^- = \text{M.W.}/6$

ผลที่ได้คือ 1 ml. 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0.03567 \text{ g. KIO}_3$

2. Standardize กับสารปฏิกิริยาโพแตสเซียมโบรเมต (KBrO_3) โดยวิธีเดียวกับไอโอเดต



น.น.สมมูล $\text{BrO}_3^- = \text{M.W.}/6$

ผลที่ได้คือ 1 ml. 1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0.02784 \text{ g. KBrO}_3$

หรือวิธีอื่น ๆ อีก นักศึกษาสามารถค้นคว้าเพิ่มเติมได้ในหนังสือ A Textbook of Quantitative Inorganic Analysis : A. I. Vogel

เครื่องมือวิเคราะห์อัตโนมัติ Mettler DL 70 ES เป็นเครื่องมือที่มีส่วนประกอบของเครื่องโพเทนทิโอมิเตอร์ บิวเรต ชุดขับเคลื่อนบิวเรต ภาชนะสำหรับวิเคราะห์และเครื่องคน ซึ่งทุกส่วนควบคุมการทำงานอย่างอัตโนมัติด้วย microprocessor ที่สามารถสั่งงานได้ทาง Keyboard พร้อมทั้งประมวลผลการทดลองแสดงทางจอหรือทางเครื่องพิมพ์ การวิเคราะห์สามารถทำได้กับปฏิกิริยา

- Acid-Base reactions
ตัวอย่างการหาปริมาณของกรดในไวน์ (acid content of wine)
- Precipitation reactions
ตัวอย่างการหาปริมาณคลอไรด์ในซอสส์ต่าง ๆ
- Complexometric reactions
ตัวอย่างการหาความกระด้างของน้ำ
- Redox reactions
ตัวอย่างการหาปริมาณไอโอดีนในยาทาแผล
- Karl Fisher titration for determination of water
ตัวอย่างการหาปริมาณน้ำหรือความชื้นในเครื่องสำอาง

นอกจากนี้เครื่องมือวิเคราะห์อัตโนมัติบางยี่ห้อสามารถประยุกต์ใช้กับการทำ Voltammetry Conductometry และ Photometry ได้ด้วย

การวิเคราะห์แต่ละปฏิกิริยาต้องเลือกใช้หัวทำงานให้เหมาะสมสำหรับปฏิกิริยานั้น ๆ ด้วย บริษัทที่ผลิตเครื่องวิเคราะห์อัตโนมัติจำหน่ายก็จะผลิตหัวที่ใช้งานสำหรับปฏิกิริยาต่าง ๆ ขึ้นมาใช้

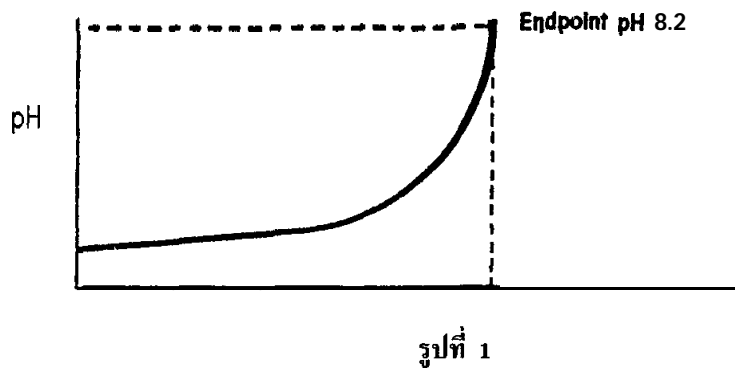
กับเครื่อง ตัวอย่างเช่น บริษัท Mettler Toledo ผลิตเครื่องติเตรตอัตโนมัติรุ่น DL77, DL70 ES และ DL67 มีขั้ว ที่ใช้กับปฏิกิริยาต่าง ๆ ดังนี้

	Order No.
- Combined pH electrode for aqueous medium	DG 111-SC
- Combined glass electrode for nonaqueous medium (With movable sleeve diaphragm)	DG 113-SC
- Combined platinum ring electrode-redox titration	DM 140-SC
- Combined silver ring electrode-argentometry	DM 141-SC
- Double-pin platinum electrode-voltammetry	DM 142

วิธีการติเตรตโดยใช้เครื่องติเตรตอัตโนมัติทำได้ 2 แบบ คือ

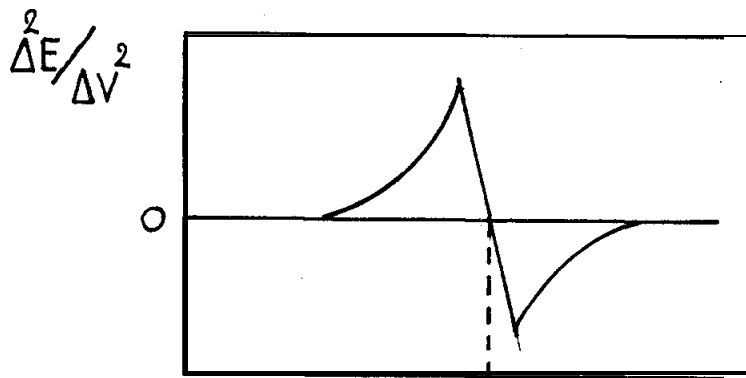
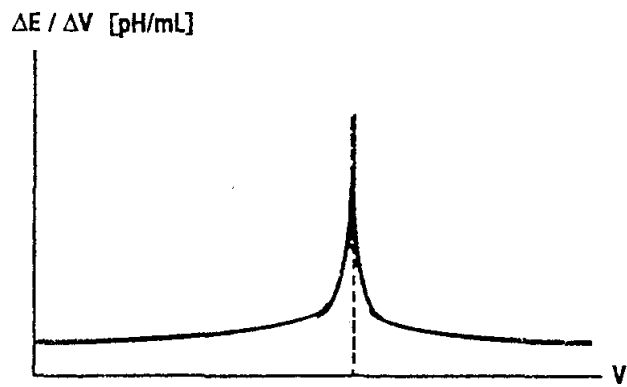
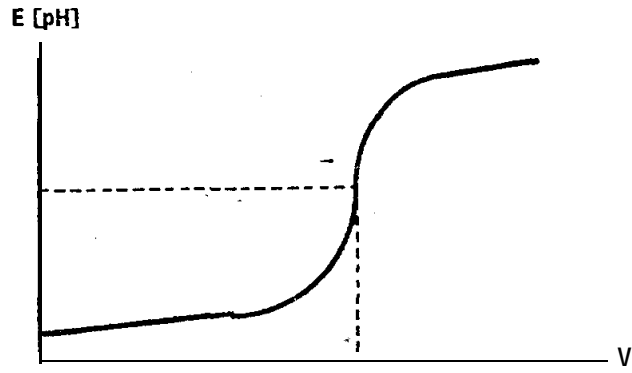
1. End point titration คือกำหนดให้เครื่องติเตรตจนถึงค่า pH หรือ mV ที่ทราบว่าเป็นจุดยุติของปฏิกิริยา จำนวนปริมาตรที่ใช้ไปจนถึงจุดยุติก็จะถูกนำไปคำนวณผลด้วยส่วนประมวลผลของเครื่องมือ

End Point Titration



2. Equivalence point titration คือกำหนดให้ใช้ปริมาณไตเตรนต์ในการติเตรตเกินจุดสมมูลของปฏิกิริยาจากไตเตรชันเคอร์ฟที่ได้ เครื่องสามารถคำนวณหาจุดสมมูลของปฏิกิริยาได้โดยใช้วิธีการคำนวณจาก $E-V$ curve, $\Delta E/\Delta V-V$ curve (first derivative) และ $\Delta^2 E/\Delta V^2-V$ curve (Second derivative curve)

Equivalence Point Titration

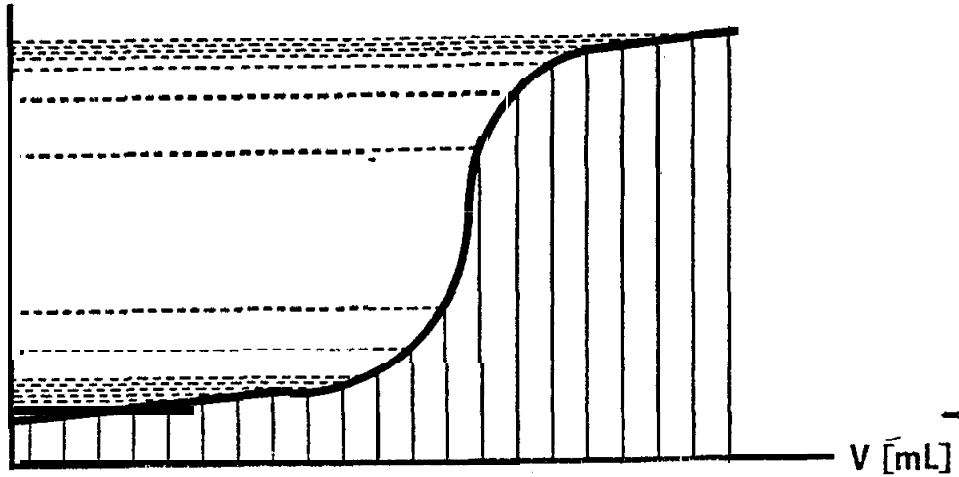


รูปที่ 2

เทคนิคในการไตเตรดเพื่อให้ได้ไตเตรชันเคอร์ฟที่ใช้ในการหาจุดยุติหรือจุดสมมูล สามารถทำได้ 2 วิธี คือ

1. การเติมไตเตรนต์โดยใช้ปริมาตรที่เติมคงที่หรือเท่ากันตลอดการไตเตรด ($V = \text{constant}$) เรียกว่า Incremental Technique

E [pH]

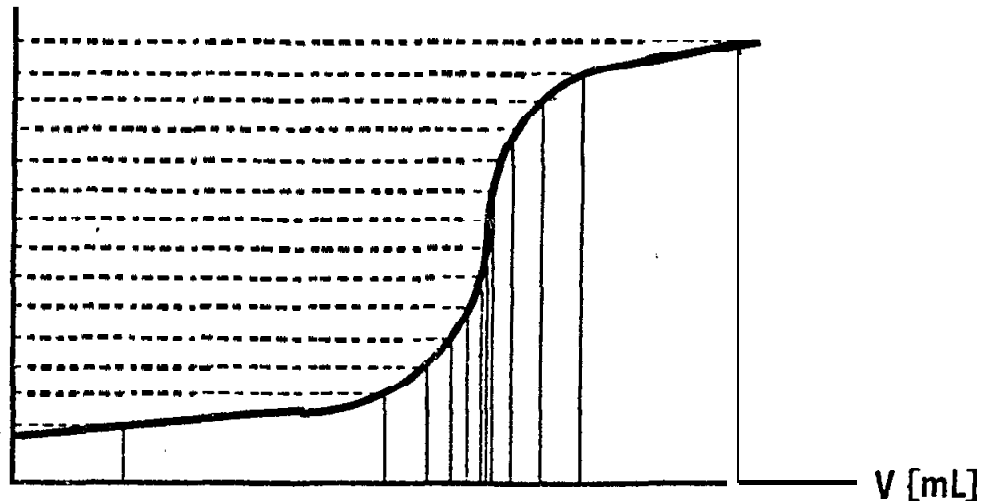


รูปที่ 3

เทคนิคนี้จะให้เคอร์ฟที่มีความชันชัดเจนเมื่อ V มีค่าน้อย ๆ ซึ่งจะทำให้การทดลองซ้ำ การทำ Redox titration สามารถใช้เทคนิคนี้ได้ดี เพราะเคอร์ฟที่ได้จากปฏิกิริยารีดอกซ์ มี potential jump ที่บริเวณจุดสมมูลมากกว่าปฏิกิริยากรด-เบส และปฏิกิริยาการตกตะกอน

2. การเติมไตเตรนต์โดยให้มีค่า ΔE หรือ ΔpH คงที่ ดังนั้นปริมาตรที่เติมแต่ละครั้ง จะไม่เท่ากัน ($\Delta E = \text{constant}$) เรียกว่า Dynamic Technique

E [pH]

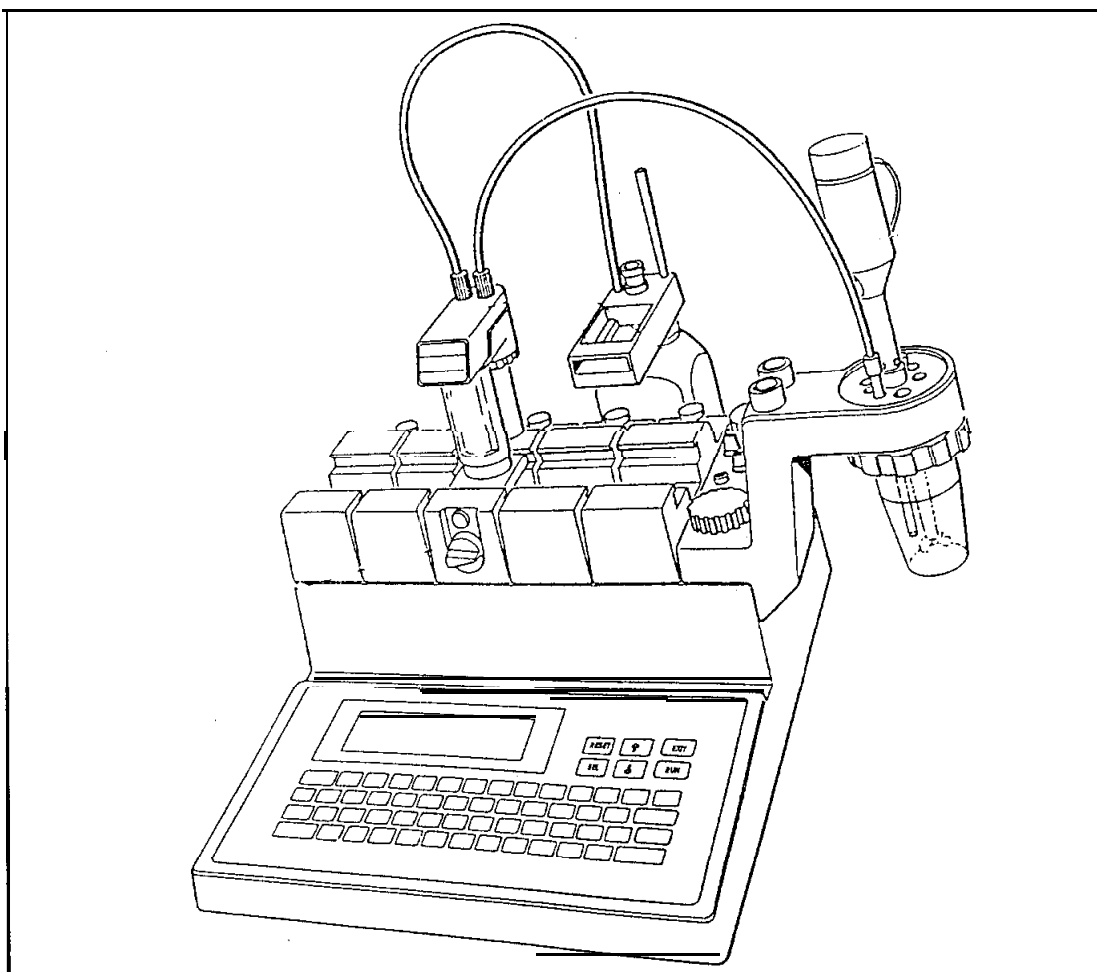


เทคนิคนี้จะทำให้การทดลองทำได้เร็วขึ้นและในช่วง potential jump ของเคอร์ฟมีความชัดเจนดี ใ้กับปฏิกิริยากรด-เบส และปฏิกิริยาการตกตะกอนได้ดี

การตัดสินใจว่าควรใช้เทคนิคใดในการวิเคราะห์ให้ดูจาก potential jump ของไตเตรชันเคอร์ฟ ถ้าบริเวณจุดสมมูลมี potential jump มาก สามารถเลือกใช้เทคนิคของ Incremental ได้

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องมือไตเตรตอัตโนมัติ Mettler DL70ES
- Combined platinum ring electrode (DM140-SC)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ซึ่งต่อเข้ากับเครื่องไตเตรตอัตโนมัติเพื่อส่งน้ำหนักที่ชั่งได้เข้าเครื่องมือเพื่อการวิเคราะห์ผลอย่างอัตโนมัติ



รูปที่ 5 เครื่องมือไตเตรตอัตโนมัติ Mettler DL70ES

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- สารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่มีความเข้มข้นประมาณ 0.05 M
- ตัวอย่างยาทาแผลทิงเจอร์ไอโอดีนหรือ Betadine
- KIO_3 ที่บริสุทธิ์
- H_2SO_4 เข้มข้น 1M. (2N)
- KI ที่บริสุทธิ์ปราศจากไอโอดีน

วิธีทดลอง

1. เตรียมสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เข้มข้นประมาณ 0.05 M จำนวน 500 ลบ.ซม. บรรจุในขวดบรรจุสารที่ต่อเข้ากับบิวเรต ที่อยู่ใน drive 2 (ถ้าของเดิมมีพอไม่ต้องเตรียมใหม่)
2. เลือกขั้ว DM140SC เสียบเข้าที่ตัวเสียบที่ต่อเข้ากับ Sensor 2 (อาจารย์ต่อไว้ให้แล้ว) อย่าลืมเปิดจุกที่ปลายขั้ว (เมื่อทำการทดลองเสร็จอย่าลืมปิด) แล้วนำขั้วใส่ในช่องของ stand
3. นำปลาย tip ของบิวเรตเสียบเข้าที่ช่องของ stand ให้ห่างจากขั้ว (อยู่คนละฝั่ง) นำบีกเกอร์พลาสติกใส่ที่ stand โดยหมุนวงแหวนสีเทาเข้มที่ stand ตามเข็มนาฬิกา 2-3 รอบ เสียบบีกเกอร์เข้าที่วงแหวน แล้วหมุนทวนเข็มนาฬิกากลับให้แน่น (อย่าแน่นมากจนปากบีกเกอร์แตก)
4. เสียบปลั๊ก เปิดสวิทช์ stabilizer เปิดเครื่อง printer เปิดสวิทช์ที่เครื่องดีเทรต รอนขึ้น Main menu

```
          MAIN MENU
INSTALLATION
EDITOR
ANALYSIS
AUXILIARY FUNCTIONS
DOCUMENTATION
```

5. กด   ลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มอยู่ที่ **Auxiliary functions**

```
          MAIN MENU
INSTALLATION
EDITOR
ANALYSIS
AUXILIARY FUNCTIONS
DOCUMENTATION
```

กด run

6. แคมเปญจะอยู่ที่ 1 Burette

```
1 Run
2 0.1 liter
3 0.1 liter
4 0.1 liter
5 0.1 liter
```

7. แคมเปญจะอยู่ที่ 1 Rinse burette Drive 2

```
1 Run
2 Rinse tip
3 Rinse tip
4 Rinse burette
5 Rinse tip
```

กด run

(ถ้าไม่อยู่ที่ Drive 2 ต้องเลื่อนแคมเปญที่ modify แล้วเปลี่ยน drive เป็น drive 2

โดย กด Sel

8. แคมเปญจะอยู่ที่ 2 start

```
1 Run
2 Rinse tip
3 Rinse tip
4 Rinse burette
5 Rinse tip
```

กด run

9. ในขณะที่เครื่อง rinse burette อยู่ให้สังเกตฟองอากาศตามสายยาง และสังเกตที่ปลายบิวเรตว่าสารละลายไหลสม่ำเสมอ ถ้ายังมีฟองอากาศอยู่ที่กด run อีกเมื่อเครื่อง rinse ครั้งที่ 1 เสร็จ ทำแบบนี้ 2-3 ครั้ง จนแน่ใจว่าไม่มีฟองอากาศ และสิ่งอุดตันอยู่ที่ปลาย tip และต้องรอกจนกระทั่งเสียงบิวเรตหายไปบิวเรตหยุด จึงทำงานต่อ

10. กด Exit 3 ครั้งให้ขึ้น main menu

11. กด   ลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มอยู่ที่ Analysis

```

MAIN MENU
INSTALLATION
EDITOR
ANALYSIS
AUXILIARY FUNCTIONS
DOCUMENTATION
  
```

กด run

จอจะขึ้น method และมีแถบเข้มอยู่ที่ Add หรือเลื่อนแถบเข้มไปที่ Add

```

Method
ADD
  
```

กด run

12. พิมพ์ C006 กดลูกศรลง ให้แถบเข้มอยู่ที่ USER พิมพ์ Sec.... gr..... แล้ว

```

Method
C006
User
  
```

กด run

13. จอขึ้น Method data

```

Method data
Sample function No. 1
ID1 KIO3
OPERATION 2
Titration stand Stand 1
Temperature [°C] 25.0
  
```

กด run

14. จอขึ้น Sample data เตรียมชั่ง KIO_3

```

Sample data
Sample No. 1/1
ID2
Minimum [g] 0.007
Maximum [g] 0.01
    
```



ทำ Standardization ข้อ 15-20

15. ชั่ง KIO_3 ให้มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 0.007-0.01 กรัม โดยใช้เครื่องชั่งที่ต่อเข้ากับเครื่องติเตรตอัตโนมัติรุ่น AT 200

- กด on/off bar ของเครื่องชั่งลง รอจนหน้าจอขึ้น 0000
- กดปุ่ม select ประตูจะเปิดเอง เอาบีกเกอร์พลาสติกใบที่ 1 ใส่ กดปุ่ม select เพื่อปิดประตู กด Rezero bar ลงเพื่อ tare น้ำหนักให้เป็น 0000
- ตักสาร KIO_3 ใส่ให้มีน้ำหนักในช่วง 0.007-0.01 กรัม (ห้ามชั่งออกนอกช่วงโดยเด็ดขาด) รอจนน้ำหนักนิ่ง

16. กดปุ่ม Sel ของเครื่องติเตรตอัตโนมัติเครื่องจะถ่ายน้ำหนักจากเครื่องชั่งไปยังเครื่องติเตรตอัตโนมัติเองเพื่อการคำนวณผล รอจนตัวเลขนิ่ง กด run เพื่อให้น้ำหนักเข้าไปที่ sample data กด run

17. ทำข้อ 15-16 ซ้ำอีก 1 บีกเกอร์ (รวมทั้งหมดจะได้ 2 ตัวอย่าง) “ปิดเครื่องชั่งโดยยก on/off bar ขึ้น ขณะนี้หน้าจอจะขึ้น method แถบเข้มอยู่ที่ start

```

Method
start
Method
Add
Sample data
Method data
Out
    
```

18. นำบีกเกอร์ที่ชั่งสาร KIO_3 ทั้ง 2 ใบเติมน้ำกลั่นประมาณ 40 ml. KI ประมาณ 2 กรัม และ 2 N H_2SO_4 5 ml. ลงในแต่ละใบเรียงไว้ตามลำดับ (ห้ามสลับกัน)

19. ล้างหัว stirer และ tip ของบิวเรตให้สะอาด แล้วนำบีกเกอร์ใบที่ 1 ใส่ที่ Stand กด run 5 ครั้ง จนขึ้น Stir function เครื่องจะทำการติเตรตให้อย่างอัตโนมัติ หลังจากติเตรตเสร็จ เครื่องพิมพ์จะพิมพ์ผลการทดลองให้ รอจนเครื่องพิมพ์ พิมพ์ผลเสร็จ

```

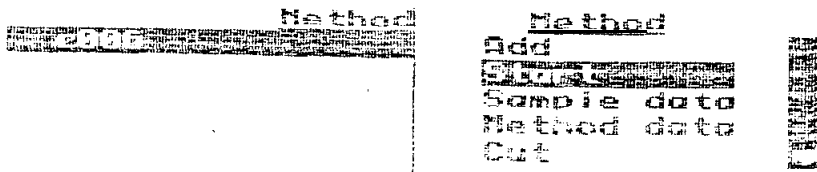
Wait time [s] 8
Speed [%] 30
    
```

20. ล้างหัว stirer และ tip ให้สะอาด นำบีกเกอร์ใบที่ 2 ใส่ที่ stand แล้วกด **run** 2 ครั้ง
จนขึ้น **Stir function**

21. เมื่อเครื่องพิมพ์ พิมพ์ผลการทดลองครั้งที่ 2 เสร็จ ให้ กด **run** อีก 1 ครั้ง

22. เครื่องพิมพ์จะพิมพ์ค่าเฉลี่ยของการทดลองทั้งสองครั้งให้ ผลการทดลองที่ได้คือค่า titer ของสารละลาย 0.05 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (titer หมายถึง ค่าที่นำมาคูณกับค่า 0.05 M แล้ว คือ ความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ทำการ standardize ได้) เครื่องจะทำการบันทึกค่าที่ได้ใน Mode Installation

23. เมื่อเครื่องพิมพ์ พิมพ์ค่าเฉลี่ยของ titer เสร็จให้ กด **run** อีก 1 ครั้ง จอจะขึ้นหน้า method



24. กด **exit** 2 ครั้ง ไปหา main menu

(ข้อที่ 25-30 ไม่จำเป็นต้องทำก็ได้ ให้ข้ามไปทำข้อที่ 31)

25. กดลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มไปอยู่ที่ **Installation** กด run

26. แถบเข้มจะอยู่ที่ **Titrant** กด run จอจะขึ้นหัวข้อ Titrant

27. กดลูกศรลงไปเรื่อย ๆ จนแถบเข้มอยู่ที่ titrant $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.05 M Drive 2 แล้ว กด run

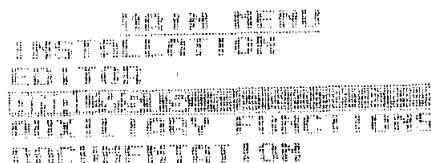
28. แถบเข้มอยู่ที่ **modify** กด run

29. ให้ตรวจสอบดูว่าค่า titer ที่แสดงไว้ที่เครื่องเป็นค่าเดียวกับที่เครื่องพิมพ์พิมพ์ค่าเฉลี่ยไว้ให้หรือไม่ ถ้าไม่ใช่ให้พิมพ์ใหม่โดยกดลูกศรลงให้แถบเข้มไปอยู่ที่หัวข้อ Titer แล้วพิมพ์ค่าตัวเลขที่ถูกต้องให้ตรงกันกับที่ทำการทดลองได้

30. กด **exit** 3 ครั้ง ไปหา main menu

หาปริมาณไอโอดีนในตัวอย่าง

31. ขณะนี้จอจะอยู่ที่ main menu แถบเข้มอยู่ที่ **Analysis**



กด run

32. กด   ลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มไปอยู่ที่ Add

```

Method data
-----
Sample function No. 1
ID1
Treatment stand 5
Temperature (°C) 25.0
  
```

กด run

33. พิมพ์ Co07 กดลูกศรลง ให้แถบเข้มอยู่ที่ User พิมพ์ Sec Gr

```

Method data
-----
Sample function No. Co07
ID1
  
```

กด run

34. จอขึ้น Method data

```

Method data
-----
Sample function No. 1
ID1
Treatment stand 5
Temperature (°C) 25.0
  
```

กด run

35. จอขึ้น Sample data เตรียมขังสารตัวอย่าง

```

Sample data
-----
Sample No. 1/1
ID2
Treatment stand 5
Temperature (°C) 25.0
  
```

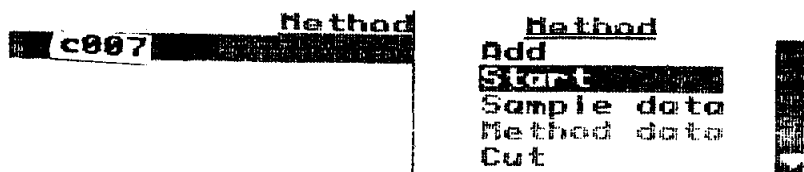


36. ชั่งตัวอย่างยาทิงเจอร์ไอโอดีนให้มีน้ำหนักในช่วง 0.5-3.00 กรัม 3 ตัวอย่าง (ถ้าตัวอย่างยามีไอโอดีนมากกว่า 1% ให้ชั่งไม่เกิน 1.0 กรัม)

- ที่เครื่องชั่ง กด on/off bar ลง รองหน้าจอขึ้น 0000
- กดปุ่ม select ประตูจะเปิดเอง เอาน้ำบีกเกอร์พลาสติกใบที่ 1 ใส่ กดปุ่ม select เพื่อปิดประตู กด Rezero bar ลงเพื่อ tare น้ำหนักให้เป็น 0000
- นำบีกเกอร์ออกจากเครื่องชั่ง หยดสารตัวอย่างไอโอดีนใส่บีกเกอร์ให้มีน้ำหนักในช่วง 0.5-3.0 กรัม นำบีกเกอร์ใส่เครื่องชั่ง รองน้ำหนักนิ่ง (ห้ามชั่งออกนอกช่วงโดยเด็ดขาด และถ้าตัวอย่างเป็นชนิดที่มีไอโอดีนสูงถึง 2% ให้ชั่งในช่วง 0.5-1.0 กรัม)

37. กดปุ่ม Sel ที่เครื่องติเตรตอัตโนมัติจะเกิดการถ่ายน้ำหนักจากเครื่องชั่งลงในเครื่องติเตรตอัตโนมัติเองเพื่อการคำนวณผล กด run รองน้ำหนักขึ้นที่หน้า sample data กด run

38. ทำข้อ 36, 37 ซ้ำอีก 2 บีกเกอร์ (ทั้งหมด 3 ตัวอย่าง) เรียงบีกเกอร์แต่ละใบตามลำดับ ขณะนี้หน้าจอจะขึ้น method แยกแยะอยู่ที่ start



39. นำบีกเกอร์ที่ใส่สารตัวอย่างแต่ละใบ เติมน้ำกลั่น 40 ml.

40. นำบีกเกอร์ใบที่ 1 ใส่ที่ stand กด run 5 ครั้ง จนขึ้น Stir function

รองจนติเตรตเสร็จและพิมพ์ผลเสร็จ แล้วจึงใส่บีกเกอร์ใบที่ 2 กด run 2 ครั้ง รองจนติเตรตเสร็จและพิมพ์ผลเสร็จ จึงใส่บีกเกอร์ใบที่ 3 กด run 2 ครั้ง ตามลำดับ

41. เมื่อติเตรตและพิมพ์ผลเสร็จ 3 ครั้ง ให้กด run 1 ครั้ง เครื่องจะพิมพ์ค่าเฉลี่ยให้

42. กด exit ไปหา main menu ปิดจุกที่ปลายขวด และเก็บแช่ไว้ในสารละลายในหลอดเก็บขวด

43. ปิดสวิตซ์ เครื่องพิมพ์ เครื่องติเตรต stabilizer และดึงปลั๊กเสียบออกจากเต้า

===== เสร็จการทดลอง =====

ตัวอย่างผลการทดลอง

METTLER DL70ES Titrator V3.1
Anal. Chem.

Chemistry Department
Ramkhamhaeng University

Method c006 Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.05mol/L) 10-Sep-1997 9:20
User segi gr3 4 5
Measured 12-May-1998 10:31

SAMPLE

No. 1/1
Titration stand Stand 1
Identification KIO_3
Weight m m = 0.0088 g
Correction factor f = 1.0
Mol.mass M = 213.99 g
Equivalent number z = 6

TITRATION

Titrant $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.05 mol/L t = 0.978641
Drive No. 2 20 mL
Sensor DM140-SC
Temperature Manual 25.0 °C
Consumption EUP 1 VEG1 = 5.1530 mL
Q1 = u.25215 mmol
EPOT1 = 223.4 mV
Excess VEX = 0.0470 mL
QEX = 0.00279 mmol

CALCULATION

Result R1 = 0.9577 Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

MEASURED VALUES TITRATION[1]

Titrant $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.05 mol/L t = 0.978641
Drive No. 2 20 mL
Sensor DM140-SC
Temperature Manual 25.0 °C

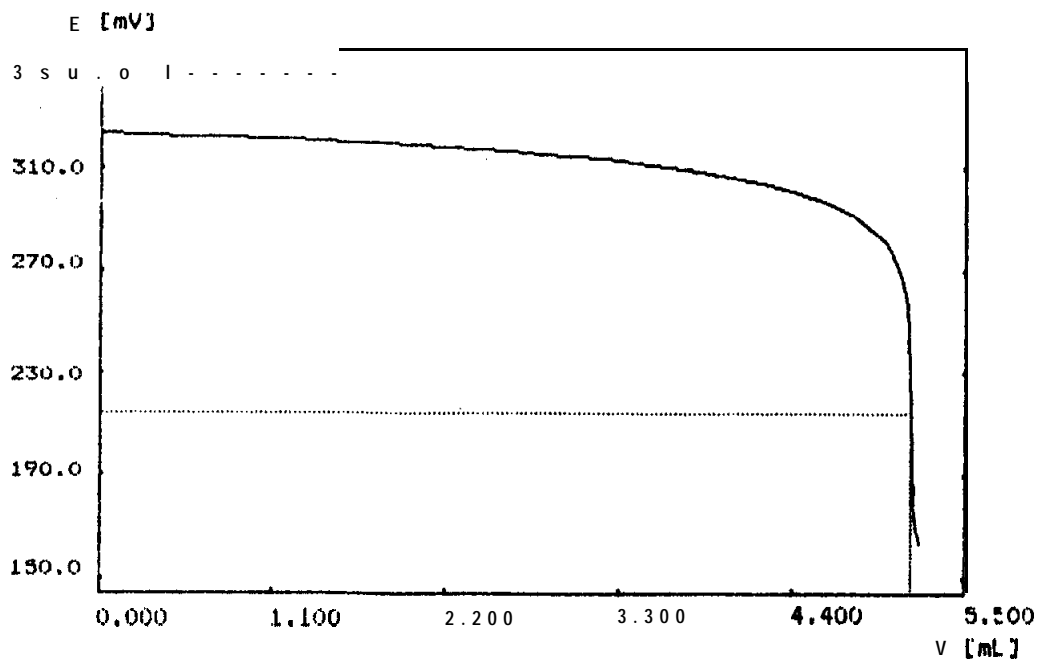
	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv. mV/mL	Time min:s
ET1	0.0000		323.9			0:06
	0.5700	0.5700	322.6	-1.3	-2.2	0:13
	0.8540	0.2840	322.2	-0.4	-1.5	0:20
ET2	1.0000	0.1460	321.9	-0.4	-2.4	0:26
	1.2000	0.2000	321.4	-0.4	-2.1	0:33
	1.4000	0.2000	321.0	-0.4	-2.1	0:39
	1.6000	0.2000	320.5	-0.6	-2.8	0:46
	1.8000	0.2000	319.8	-0.6	-3.2	0:53
	2.0000	0.2000	319.3	-0.6	-2.8	1:00
	2.2000	0.2000	318.4	-0.9	-4.6	1:06
	2.4000	0.2000	317.7	-0.7	-3.5	1:13
	2.6000	0.2000	316.7	-0.9	-4.6	1:20
	2.8000	0.2000	315.8	-0.9	-4.6	1:27
	3.0000	0.2000	314.8	-1.1	-5.3	1:34
	3.2000	0.2000	313.7	-1.1	-5.6	1:41
	3.4000	0.2000	312.3	-1.3	-6.7	1:48
	3.6000	0.2000	310.6	-1.3	-7.7	1:55
	3.8000	0.2000	309.1	-1.7	-8.4	2:02
	4.0000	0.2000	307.1	-2.0	-10.2	2:09
	4.2000	0.2000	304.8	-2.3	-11.6	2:16
	4.4000	0.2000	301.8	-3.0	-15.1	2:23
	4.6000	0.2000	297.8	-4.0	-20.0	2:30
	4.8000	0.2000	291.9	-5.9	-29.4	2:38
	5.0000	0.2000	280.7	-11.2	-56.0	2:46
	5.0960	0.0960	267.0	-13.7	-142.9	2:56
	5.1300	0.0340	256.1	-10.9	-319.1	3:05
	5.1500	0.0200	251.6	-24.5	-1225.0	3:21

301

U Y U U U B
1

EQP1	5.1700	0.0200	177.6	-54.0	-2701.9	3.51
	5.1900	0.0200	168.4	-9.2	-458.5	4.10
	5.2100	0.0200	163.0	-5.4	-269.5	4.28

E - v curve



Method	c006 liter	Na ₂ S ₂ O ₃ (0.05mol/L)	10-Sep-1997	9:20
User	segig34	3		
Measured	12-May-1998	11:01		

SAMPLE	
No.	1/2
Titration stand	Stand 1
Identification	KIO ₃
Weight m	m = 0.0082 g
Correction factor	f = 1.0
Mol.mass	M = 213.99 g
Equivalent number	z = 6

TITRATION	
Titrant	Na ₂ S ₂ O ₃ 0.05 mol/L t = 0.978641
Drive	No. 2 2.0 mL
Sensor	DM140-8C
Temperature	Manual 25.0 °C
Consumption	EQP 1 VEQ1 = 4.8167 mL
	Q1 = 0.23569 mmol
	EPOT1 = 207.0 mV
Excess	VEX = 0.0493 mL
	QEX = 0.00241 mmol

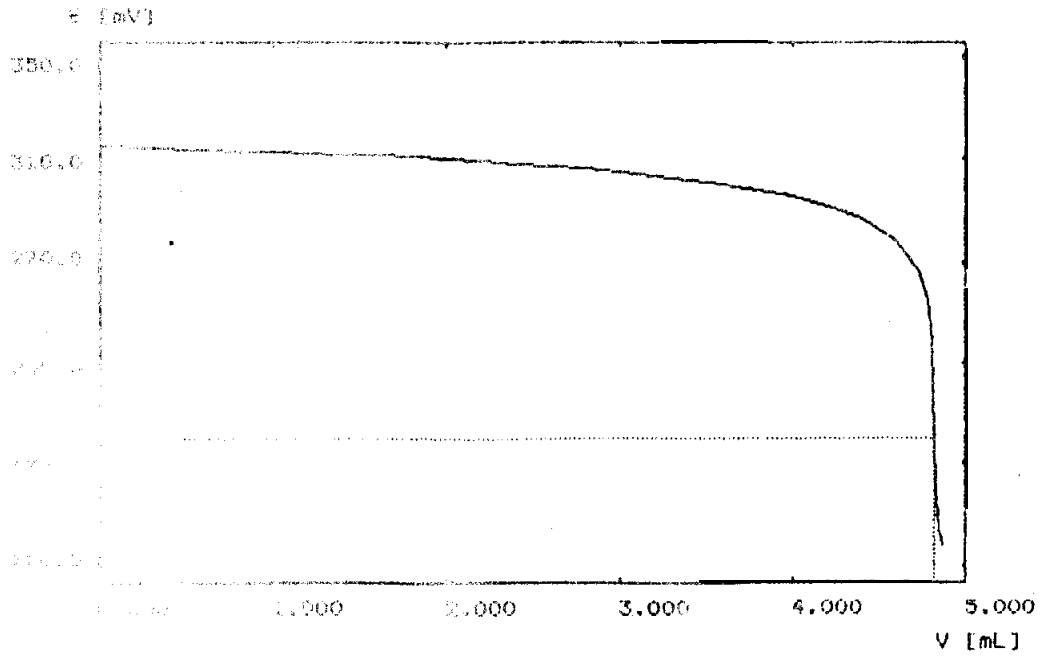
CALCULATION	
Result	R1 = 0.9547 Titer Na ₂ S ₂ O ₃

MEASURED VALUES TITRATION[1]	
Titrant	Na ₂ S ₂ O ₃ 0.05 mol/L t = 0.978641
Drive	No. 2 2.0 mL
Sensor	DM140-8C
Temperature	Manual 25.0 °C

	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv. mV/mL	Time mins
ET1	0.0000		316.1			0:06
	0.5700	0.5700	314.4	-1.3	-2.3	0:13
	0.8540	0.2840	314.2	-0.6	-2.2	0:120
ET2	1.0000	0.1460	313.7	-0.5	-3.4	0:126
	1.2000	0.2000	313.2	-0.3	-2.3	0:33
	1.4000	0.2000	312.5	-0.7	-3.5	0:39
	1.6000	0.2000	312.0	-0.5	-2.5	0:46
	1.8000	0.2000	311.2	-0.8	-3.9	0:52
	2.0000	0.2000	310.4	-0.8	-3.9	0:59
	2.2000	0.2000	309.7	-0.7	-3.9	1:06
	2.4000	0.2000	308.6	-1.1	-4.6	1:13
	2.6000	0.2000	307.7	-1.1	-5.3	1:20
	2.8000	0.2000	306.5	-1.2	-6.0	1:27
	3.0000	0.2000	305.4	-1.1	-3.6	1:34
	3.2000	0.2000	304.1	-1.3	-4.7	1:40
	3.4000	0.2000	302.4	-1.7	-0.4	1:47
	3.6000	0.2000	300.5	-1.9	-9.3	1:55
	3.8000	0.2000	298.4	-2.1	-10.3	2:02
	4.0000	0.2000	295.5	-2.9	-14.4	2:09
	4.2000	0.2000	292.0	-3.5	-17.5	2:16
	4.4000	0.2000	287.1	-3.0	-24.0	2:23
	4.6000	0.2000	278.5	-8.6	-43.0	2:30
	4.7300	0.1300	266.3	-12.2	-93.7	2:38
	4.7840	0.0540	254.3	-12.0	-221.7	2:46
	4.8060	0.0220	233.2	-16.1	-731.4	2:57

EDM1	4.8260	0.0200	180.0	-58.2	-2911.9	3:28
	4.8460	0.0200	163.7	-16.0	-801.5	3:55
	4.8660	0.0200	157.8	-6.2	-308.0	4:10

E - V curve



REYDERS D170ES Titrator V3.1 Chemistry Department
Anal. Chem. Ramkhamhaeng University

Method: 0006 Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.05 mol/L) 10-Sep-1997 9:20
User: seg1 grs 4 5
Acquired: 12-May-1998 11:01

RESULTS

No	ID1	ID2	Sample amount and results			
171	K10 ₃		0.0088	g	Weight m	
			R1 = 0.9577			Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
172	K10 ₃		0.0082	g	Weight m	
			R1 = 0.9547			Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

STATISTICS

Number results: R1 n = 2
Mean value: \bar{x} = 0.9562 Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
Standard deviation: s = 0.002115 Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
Rel. standard deviation: srel = 0.221 %
Outlier test: no outliers!

TITER

Titrant: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.05 mol/L
New titer: t = 0.956158

METTLER DL70ES Titrator V3.1
Anal. Chem.

Chemistry Department
Ramkhamhaeng University

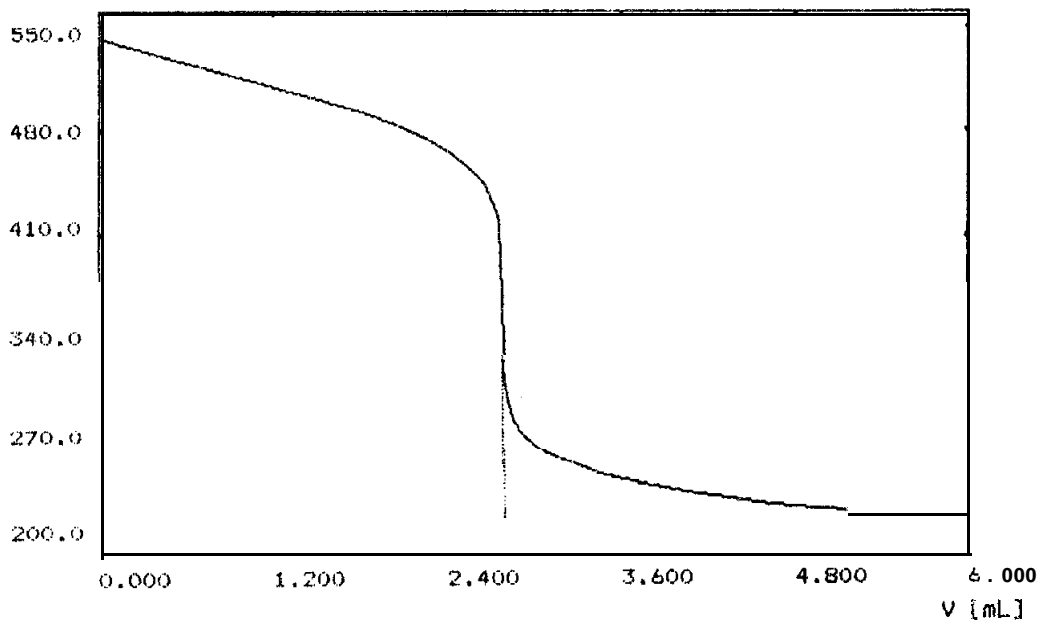
Method 0007 Iodine content 10-Mar-1998 11:55
User seq1 gr3 4 5
Measured 12-May-1998 11:22

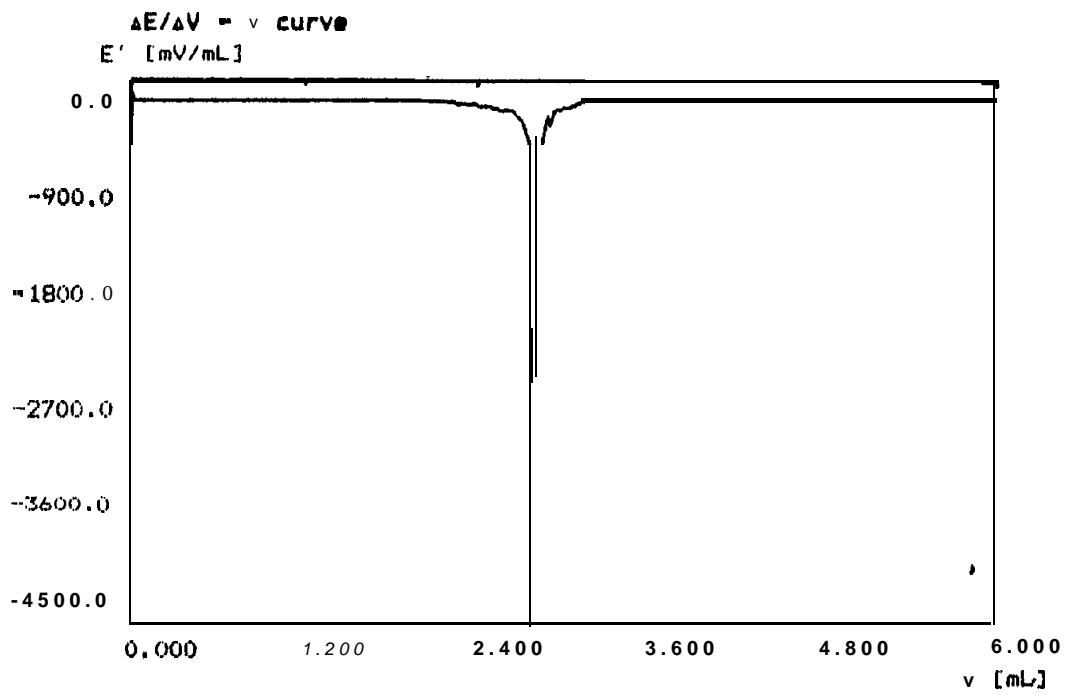
RESULTS

No	ID1	ID2	Sample amount and results		
1/1	Ia		0.8935	g	Weight m
			R1 = 2.783	mL	Consumption
			R2 = 18.913	mg/g	I content
			R3 = 0.074	mmol/g	I content
			R4 = 1.891	%	% content

E - V CURVE

E [mV]

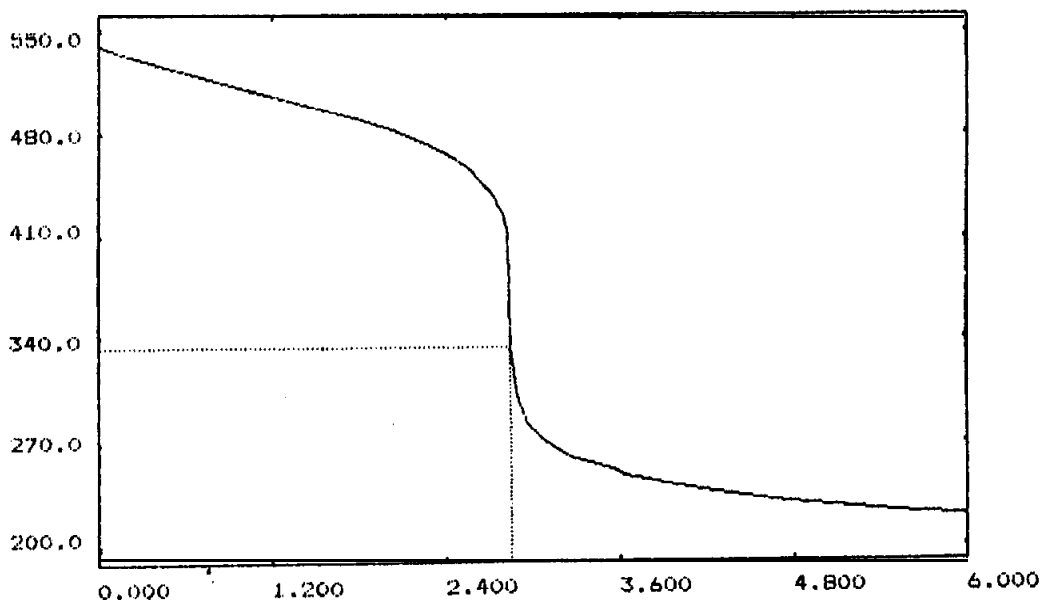


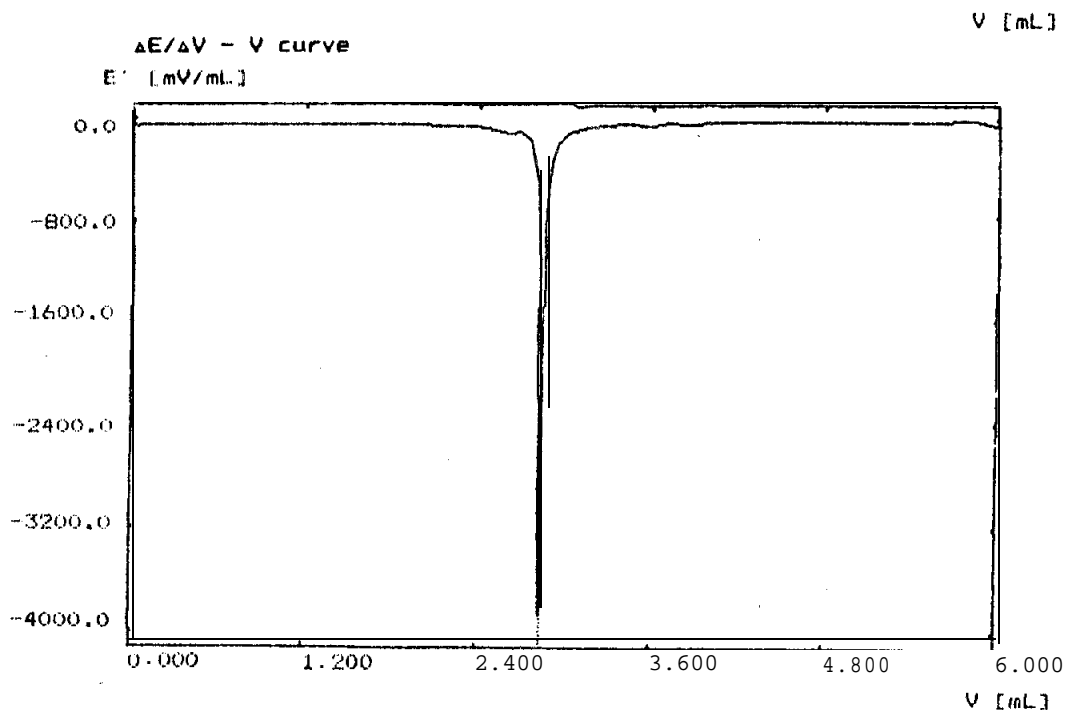


Method	c007 iodine content		10-Mar-1998	11155
User	seg1 gr3 4 4			
Measured	12-May-1998 11:31			
RESULTS				
No	ID1	ID2	Sample amount and results	
1/1	Ie		R1 = 0.8935 g Weight m	
			R2 = 2.783 mL Consumption	
			R3 = 18.913 mg/g I content	
			R4 = 0.074 mmol/g I content	
1/2	IQ		R1 = 1.891 g Weight m	
			R2 = 0.9468 g Weight m	
			R3 = 2.842 ml. Consumption	
			R4 = 18.222 mg/g I content	
			R5 = 0.072 mmol/g I content	
			R6 = 1.822 Y. % content	

E - V curve

E [mV]





METTLER DL70ES Titrator V3.1
Anal. Chem.

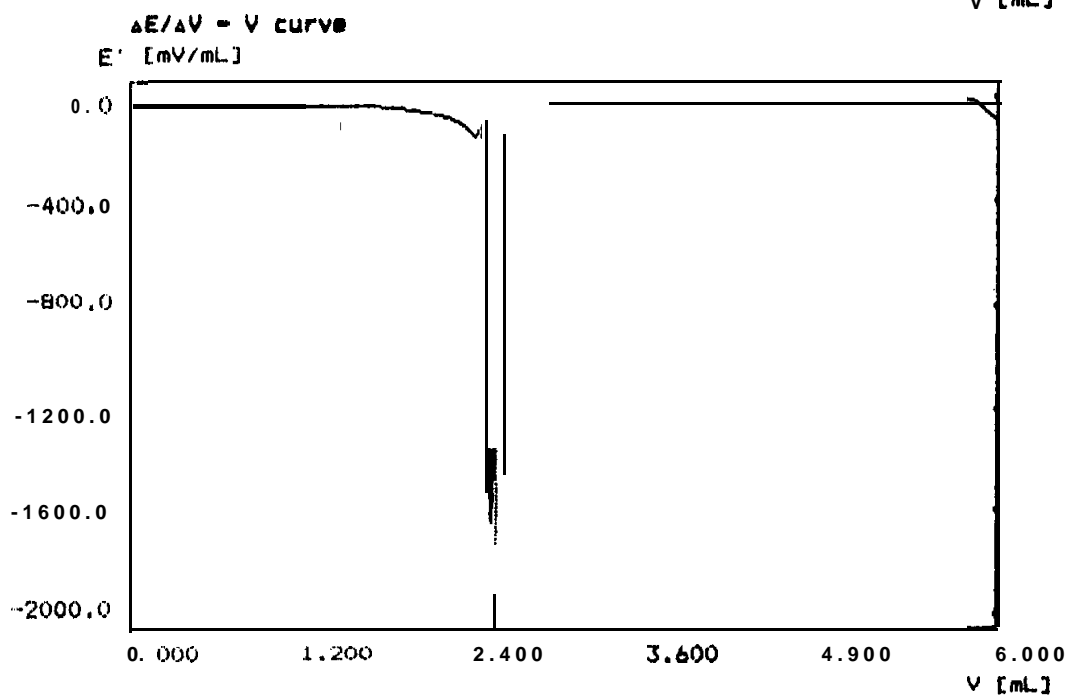
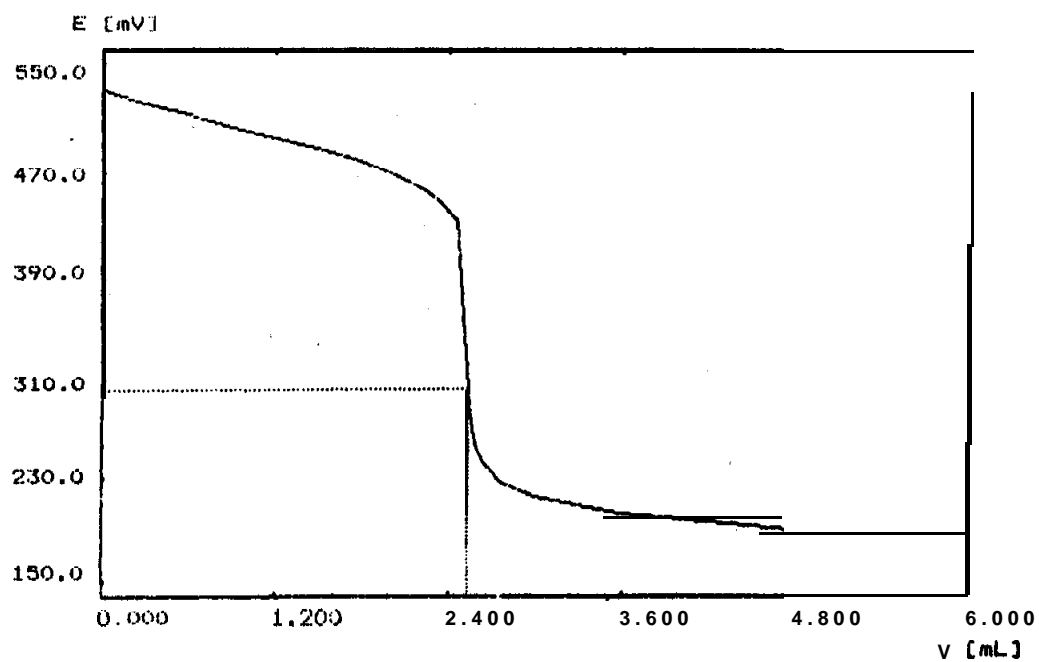
Chemistry Department
Ramkhamhaeng University

Method c007 iodine content 10-Mar-1998 11:55
User seg1 gr3 4 5
Measured 12-May-1998 11141

RESULTS

No	ID1	ID!?	Sample amount and results		
1/1	I ₂		0.8935	g	Weight m
			R1 = 2.783	mL	Consumption
			R2 = 18.913	mg/g	I content
			R3 = 0.074	mmol/g	I content
1/2	I ₂		R4 = 1.891	%	% content
			0.9468	g	Weight m
			R1 = 2.842	mL	Consumption
			R2 = 18.222	mg/g	I content
1/3	I ₂		R3 = 0.072	mmol/g	I content
			R4 = 1.822	%	% content
			0.8497	g	Weight m
			R1 = 2.530	mL	Consumption
			R2 = 1.075	mg/g	I content
			R3 = 0.067	mmol/g	I content
			R4 = 1.708	%	% content

E = v curve



Method c007 iodine content 10-Mar-1998 11:55
User seg1 gr3 4 5
Measured 12-May-1998 11:41

RESULTS

No	ID1	ID2	Sample amount and results			
1/1	I ₂		0.8935	g	Weight	m
			R1 = 2.783	mL	Consumption	
			R2 = 18.913	mg/g	I content	
			R3 = 0.074	mmol/g	I content	
			R4 = 1.891	%	% content	
1/2	I ₂		0.9468	g	Weight	m
			R1 = 2.042	mL	Consumption	
			R2 = 13.222	mg/g	I content	
			R3 = 0.072	mmol/g	I content	
			R4 = 1.822	%	% content	
1/3	I ₂		0.8997	g	Weight	m
			R1 = 2.930	mL	Consumption	
			R2 = 17.075	mg/g	I content	
			R3 = 0.067	mmol/g	I content	
			R4 = 1.700	%	% content	

STATISTICS

Number results HZ n = 3
Mean value \bar{x} = 18.070 mg/g I content
Standard deviation s = 0.928320 mg/g I content
Rel. standard deviation srel = 5.137 %