

วิธีวัดปริมาณไฟฟ้าคูลอมบ์
Coulometric method 7

บทที่ 7

วิธีวัดปริมาณไฟฟ้าคูลอมบ์

Coulometric Method

หลักการ (Principle)

ในการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีคูลอมบ์ ใช้หลักที่ว่าปริมาณไฟฟ้า 1 ฟาราเดย์ (96,487 คูลอมบ์) ที่ผ่านลงไปโดยสารละลายจะทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชันขึ้นที่ขั้วโดยที่ปริมาณสารที่เกิดปฏิกิริยาจะมีค่าเท่ากับ 1 กรัมสมมูล การที่ผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปในเซลล์แล้วทำให้เกิดอิเล็กโทรไลซิสสารตัวที่สนใจวิเคราะห์หาปริมาณโดยตรงเรียกวิธีนี้ว่า primary coulometry ในกรณีที่ผ่านกระแสไฟฟ้าลงไปในเซลล์แล้วทำให้เกิดอิเล็กโทรไลซิสให้สารตัวหนึ่งที่สามารถทำปฏิกิริยากับสารตัวที่สนใจจะวิเคราะห์หาปริมาณได้เรียกวิธีนี้ว่า secondary coulometry หรือ coulometric titration ในการวิเคราะห์สิ่งที่เป็นที่สุดสำหรับวิธีนี้ก็คือการวัดปริมาณไฟฟ้าที่ใช้ในการทดลองให้ได้ซึ่งทำได้โดยควบคุมให้กระแสไฟฟ้าที่ผ่านเข้าไปในเซลล์คงที่ตลอดเวลาแล้วจับเวลาที่ใช้ในการผ่านกระแสไฟฟ้าลงไปในเซลล์ปริมาณไฟฟ้าที่ใช้จะมีค่าเท่ากับกระแสไฟฟ้าคูณด้วยเวลา

$$Q = it \quad \dots \dots (7.1)$$

เมื่อทราบว่าปริมาณไฟฟ้า 96,487 คูลอมบ์ สามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาได้สารจำนวน 1 กรัมสมมูล นั่นคือ

$$\text{จำนวนกรัมสมมูล} = \frac{Q}{96,487} = \frac{it}{96,487} \quad \dots \dots (7.2)$$

$$\text{จำนวนกรัมสมมูล} = \frac{\text{น.น.สาร (กรัม)}}{\text{น้ำหนักสมมูล}} = \frac{Nx \cdot V}{1,000} \quad \dots \dots (7.3)$$

แทน (7.3) ลงใน (7.2)

$$\text{น.น.สาร (กรัม)} = \frac{i \times t \times \text{น้ำหนักสมมูล}}{96,487} \quad \dots \dots (7.4)$$

ถ้าต้องการหาความเข้มข้นของสารตัวอย่างเป็นนอร์มอล

$$\frac{N \times V}{1,000} = \frac{i \times t}{96,487}$$

$$N = \frac{x \times t \times x \times 1,000}{96,487 \times v} \dots (5)$$

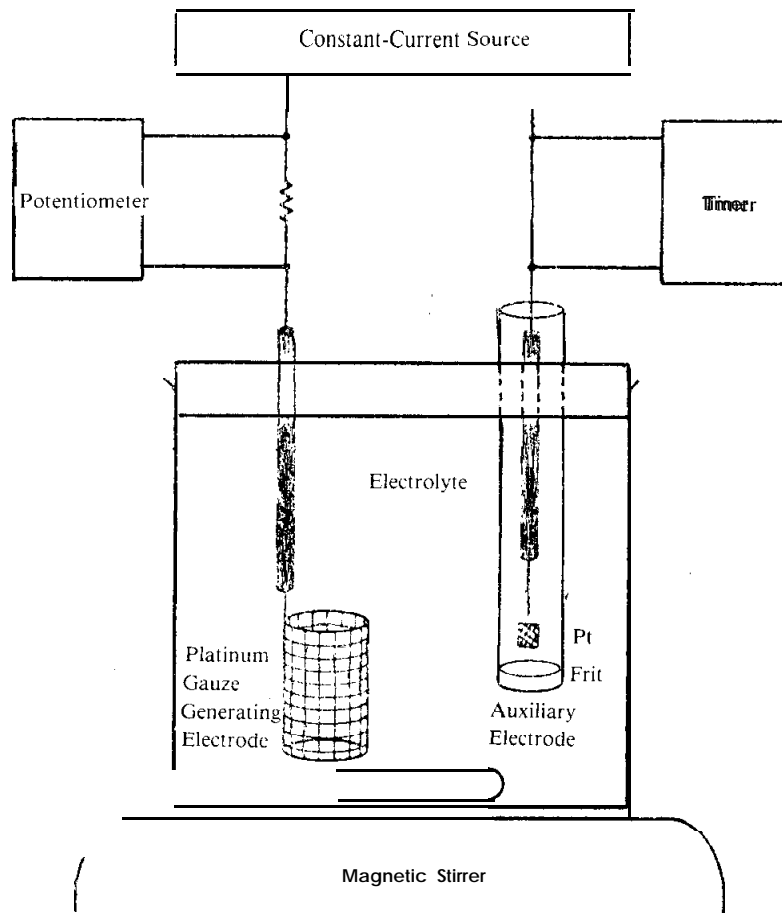
i คือกระแสไฟฟ้ามีหน่วยเป็นแอมแปร์ (ampere)

t คือเวลา มีหน่วยเป็นวินาที (second)

Q คือปริมาณกระแสไฟฟ้ามีหน่วยเป็นคูลอมบ์ (coulomb)

ในการทำ coulometric titration สามารถทำได้กับปฏิกิริยาทุกแบบคือทั้งกรด-เบส, การตกตะกอน, การเกิดสารประกอบเชิงซ้อน ปฏิกิริยารีดอกซ์ และยังสามารถวิเคราะห์สารที่มีความเข้มข้นน้อยกว่า 1.0×10^{-2} M. ได้ นอกจากนี้วิธีคูลอมบ์ยังมีข้อดีเหนือกว่าวิธีอื่น ๆ คือไม่จำเป็นต้องเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ใช้เป็นไตเตรนต์เพราะมันจะผลิตไตเตรนต์โดยอาศัยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่ขั้วระหว่างสารที่ทำหน้าที่เป็น generating reagent กับขั้วใดขั้วหนึ่งของเซลล์ไฟฟ้าทั้งนี้ขึ้นอยู่กับว่าสารนั้นเป็นตัวออกซิไดซ์หรือตัวรีดิวซ์ การใช้วิธีคูลอมบ์จึงทำให้สามารถติดตามปฏิกิริยาที่ต้องใช้ไตเตรนต์ที่ไม่อยู่ตัว (unstable) ได้เช่น Ti^{3+} , Cr^{2+} และ Cu^+ หรือสารที่ระเหิดได้เช่น Cl_2 , Br_2 และ I_2 เป็นต้น สารเหล่านี้เราไม่สามารถเตรียมขึ้นมาใช้เป็นไตเตรนต์โดยตรงได้ แต่อาศัยหลักของคูลอมบ์โดยเตรียมสารละลายที่สามารถ generate ให้ไอออนเหล่านี้ แล้วทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่ใส่ไว้ในเซลล์ด้วย เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าแล้วทำให้เกิดอิเล็กโตรไลซิสจะเกิดไตเตรนต์ที่เข้าทำปฏิกิริยากับสารที่ต้องการวิเคราะห์หาปริมาณได้ทันที ถ้ามีการเติมอินดิเคเตอร์ลงไป ในสารละลายด้วย เราก็จะทราบได้ว่าไตเตรนต์ที่ถูก generate นั้น ทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างพอดี แล้วก็ให้หยุดปฏิกิริยาพร้อมกับจับเวลาที่ใช้ไปในการ generate ไอออนที่เข้าทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่างนั้น จะทำให้สามารถคำนวณหาปริมาณหรือความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้ จากสมการที่ (7.4) หรือ (7.5)

เครื่องมือคูลอมบ์มิเตอร์ประกอบด้วย แบตเตอรี่ 45 โวลต์ แบบกระแสตรง มี variable resistor ที่สามารถปรับความต้านทานให้ได้กระแสตามต้องการ ขั้วที่ใช้คือแพลตินัม (Pt) ขั้วหนึ่งจุ่มในสารละลายโดยตรงซึ่งจะเป็นขั้วที่ generate ให้สารที่ต้องการ ส่วนอีกขั้วหนึ่งจุ่มอยู่ในหลอดแก้วที่บรรจุอิเล็กโทรไลต์ 0.1 MKCl ซึ่งเชื่อมกับสารละลายในบีกเกอร์ทาง sintered glass (ขั้วนี้จัดเป็น auxiliary electrode) เซลล์จะต้องต่อเข้ากับเครื่องวัดกระแส (ammeter) ขนาด 10 มิลลิแอมแปร์ ลักษณะของวงจรของเครื่องคูลอมบ์มิเตอร์แสดงไว้ในรูปที่ 7.1



รูปที่ 7.1 แผนภาพเครื่องมือคูลอมบ์มิเตอร์

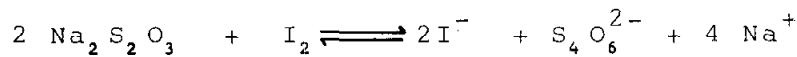
ในการทำคูลอมบ์เมตริกไทเตชัน ถ้ามีเครื่องมือที่ดีสามารถให้กระแสไฟฟ้าคงที่ได้ดี 100% (current efficiency 100%) และการจับเวลาสามารถทำได้แน่นอน พบว่าวิธีนี้ให้ผลถูกต้องสูงมาก

การทดลองที่ 7.1

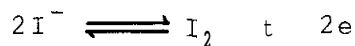
การหาความเข้มข้นโซเดียมไซโอซัลเฟตโดยวิธีคูลอมบ์

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

สารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เป็นตัวรีดิวซ์ที่สามารถถูกดิเตอร์กับไอโอดีนที่เป็นตัวออกซิไดซ์ได้



สารละลายไอโอดีนที่เตรียมขึ้นโดยตรงจะมีคุณสมบัติที่ไม่เสถียร เพราะเป็นสารที่ระเหิดได้ ดังนั้นไอโอดีนที่จะนำมาทำปฏิกิริยากับไซโอซัลเฟตสามารถนำมาจากการ generate ให้ไอโอดีนที่ขั้วแอนโนด ในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันไอโอดัด



เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าลงไปในเซลล์จนกระทั่งไอโอดีนทำปฏิกิริยากับไซโอซัลเฟตหมด ถ้าในสารละลายเดิมอินดิเคเตอร์น้ำแป้งไว้ด้วยก็จะปรากฏสีน้ำเงินขึ้นทันที เพราะว่าไอโอดีนที่เกินจุดสมมูลเล็กน้อยจะเกิดคอมเพลกซ์กับน้ำแป้งแสดงว่าถึงจุดยุติ เมื่อทราบกระแสไฟฟ้าและเวลาก็สามารถคำนวณหาความเข้มข้นของไซโอซัลเฟตได้

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องมือคูลอมบ์มิเตอร์ พร้อมขั้วแพลตินัม 1 ชุด
- เครื่องคน พร้อมทั้งแท่งคนแม่เหล็ก
- บีเปต ขนาด 5 มล. และ 10 มล. 2 อัน
- บีกเกอร์ ขนาด 250 มล. 3 ใบ
- นาฬิกาจับเวลา 1 เครื่อง

สารละลายที่ต้องใช้

- 0.1 M KCl สำหรับใช้ใน auxiliary electrode
- 0.1 M KI (ชั่ง KI หนัก 4.15 กรัม ทำให้เป็นสารละลายมีปริมาตร 250 มล.)
- น้ำแป้งเป็นอินดิเคเตอร์
- สารละลายตัวอย่าง $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

จุดประสงค์ของการทดลอง

1. ศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีคูโลมบ์
2. หาค่าความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง

วิธีทดลอง

1. ตวงสารละลาย 0.1 M KI จำนวน 100 มล. ใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 250 มล.
2. เติมน้ำแป้ง 2.00 มล. ลงในบีกเกอร์ ข้อ (1)
3. ปิเปต สารละลายตัวอย่างโซเดียมไธโอซัลเฟต 2.00 มล. ใส่ในบีกเกอร์ ข้อ (1)
4. ล้างขั้วทั้งสองด้วยน้ำกลั่นให้สะอาด และเติม 0.1 M KCl ลงใน auxiliary electrode

จนท่วมแผ่นแพลตินัม

5. ใส่แท่งคนแม่เหล็กลงในบีกเกอร์และวางบนเครื่องคน (ขณะเกิดปฏิกิริยาและจับเวลาอยู่ ต้องคนสารละลายตลอดเวลา)

6. จุ่มขั้วทั้งสองลงในสารละลายตัวอย่าง

7. ต่อขั้วทั้งสองให้ครบวงจร ดังแสดงในรูปที่ 7.1

8. เปิดสวิชพร้อมเริ่มจับเวลา แล้วปรับให้กระแสไฟฟ้าอ่านได้ 8 มิลลิแอมแปร์อย่างรวดเร็ว

9. ปิดสวิช เมื่อเห็นสารละลายเป็นสีน้ำเงิน และบันทึกเวลาที่ใช้ในการทดลอง

10. ทำการทดลองใหม่อีกครั้งโดยเติมสารละลายตัวอย่างโซเดียมไธโอซัลเฟตลงไปอีก 2.00 มล. พร้อมทั้งจับเวลาโดยไม่ต้องปรับปุ่มความต้านทานอีก

11. จากข้อมูลที่ได้คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไธโอซัลเฟต

ตัวอย่างผลที่ได้จากการทดลองและการคำนวณ

1. เวลาที่ใช้ในการติเตรต ตอนที่ 1 เท่ากับ 6 นาที 32 วินาที
2. เวลาที่ใช้ในการติเตรต ตอนที่ 2 เท่ากับ 6 นาที 28 วินาที

คำนวณความเข้มข้นไฮโอซัลเฟต ตอนที่ 1

$$t = (6 \times 60) + 32 = 392 \text{ วินาที}$$

$$i = 8 \times 10^{-3} \text{ แอมแปร์}$$

$$\frac{N \times v}{1,000} = \frac{i \times t}{96,487} \quad (V = 2.00 \text{ มล.})$$

$$\frac{N \times 2.00}{1,000} = \frac{8 \times 10^{-3} \times 392}{96,487}$$

$$N = \frac{8 \times 392}{96,487 \times 2} = 0.01625$$

คำนวณความเข้มข้นไฮโอซัลเฟต ตอนที่ 2

$$t = (6 \times 60) + 28 = 388 \text{ วินาที}$$

$$I = 8 \times 10^{-3} \text{ แอมแปร์}$$

$$\frac{N \times v}{1,000} = \frac{8 \times 10^{-3} \times 388}{96,487}$$

$$N = 0.01608$$

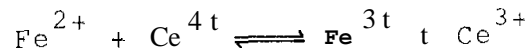
$$\begin{aligned} \text{ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นของ } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 &= \frac{0.01625 + 0.01608}{2} \\ &= 0.01616 = 0.0162 \text{ N} \end{aligned}$$

การทดลองที่ 7.2

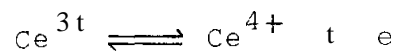
การหาความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

สารละลายของ Fe^{2+} สามารถถูกตีเตรตได้ด้วยสารละลาย Ce^{4+}



สำหรับ Ce^{4+} สามารถทำให้เกิดขึ้นภายในเซลล์ได้โดยทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Ce^{3+} ขึ้นที่ขั้วแอนโนด



สำหรับทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับวิธีของคูลอมบ์เหมือนกับที่กล่าวมาข้างต้น

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง เช่นเดียวกับการทดลองที่ 7.1

สารละลายที่ใช้ในการทดลอง

- สารละลาย $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$ ที่อิ่มตัว
- 2.5 M H_2SO_4
- สารละลายตัวอย่าง iron (II) ammonium sulphate
- 1.5 M H_2SO_4 ใส่ใน auxiliary electrode
- อินดิเคเตอร์เฟอร์โรอิน (Ferrouin)

วิธีทดลอง

1. ตวงสารละลายอิ่มตัวของ Ce^{3+} มา 50 มล. ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มล.
2. เติม 2.5 M H_2SO_4 2.0 มล.
3. ปิเบตสารละลายตัวอย่าง iron (II) ammonium sulphate solution มา 2.00 มล. และเติม 2 หยด ของอินดิเคเตอร์เฟอร์โรอิน

4. ดำเนินวิธีการทดลองแบบเดียวกับการทดลองที่ 7.1 แต่ปรับกระแสให้เป็น 20 มิลลิแอมแปร์

5. จับเวลาจนกระทั่งสีของอินดิเคเตอร์เปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีน้ำเงิน

6. คำนวณความเข้มข้นของสารละลาย iron (II) ammonium sulphate เป็นนอร์มอล

การทดลองที่ 7.3

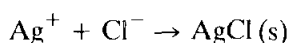
การหาปริมาณคลอไรด์ในสารตัวอย่างโดยวิธีคลอเมตริกไทเตชัน

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าที่คงที่ลงไปในอิเล็กโทรไลติกเซลล์ที่มีขั้วเงินเป็นแอโนด ขั้วเงินจะถูกออกซิไดส์เป็นเงินไอออน



เมื่อ Ag^+ ถูกเจนเนอเรตในสารที่มีคลอไรด์ไอออน เงินไอออนจะทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ไอออนเกิดเป็นตะกอนเงินคลอไรด์



ปริมาณของคลอไรด์ไอออนในสารละลายจะสัมพันธ์กับปริมาณของ Ag^+ ที่ถูกเจนเนอเรตออกมาจากขั้ว ปริมาณของ Ag^+ จะถูกเจนเนอเรตได้เท่าไรขึ้นอยู่กับปริมาณไฟฟ้าที่ใช้ ซึ่งปริมาณไฟฟ้า 1 ฟาราเดย์ (96,487 คูลอมบ์) สามารถทำให้ Ag^+ ถูกเจนเนอเรตได้ 1 กรัมสมมูล ถ้าสามารถควบคุมกระแสไฟฟ้าที่ใช้ให้คงที่และจับเวลาที่ใช้ในการทำให้เกิดอิเล็กโทรไลซิสได้ถูกต้องแล้วก็สามารถหาปริมาณของ Ag^+ ที่ถูกเจนเนอเรตและทำปฏิกิริยาพอดีกับคลอไรด์ไอออนได้

โดยการใช้เครื่องมือ Digital Chloridometer (SEARLE Buchler Instruments) จะสามารถหาจุดยุติของ Ag^+ ที่ถูกเจนเนอเรตและทำปฏิกิริยาพอดีกับ Cl^- ได้ หลังจากที่คลอไรด์ถูกทำปฏิกิริยาหมดขั้วเงินก็จะหยุดเจนเนอเรตให้ Ag^+ (เครื่องหยุดทำงาน) ค่าที่อ่านได้จากมิเตอร์ของเครื่องจะแสดงเป็นปริมาณของคลอไรด์ที่มีอยู่ในสารละลายในหน่วยของ "meq/l" เมื่อทำการเตรียมสารละลายในอิเล็กโทรไลติกเซลล์ ตามคู่มือของเครื่องโดยเฉพาะคือ ภายในอิเล็กโทรไลติกเซลล์แต่ละอันจะต้องประกอบด้วย สารละลายผสมของกรด $\text{HNO}_3 + \text{HOAc}$ จำนวน 5 มล. สารละลายเจลาติน 0.62% 5 หยด และสารละลายคลอไรด์ไอออน 100 μl เมื่อใช้ HI range แต่ถ้าใช้ LO range ต้องใช้สารละลายคลอไรด์ไอออน 10 μl ถ้าต้องการใช้ขนาดของสารละลายคลอไรด์ไอออนเป็นขนาดอื่น สามารถแก้ค่าที่อ่านได้ให้เป็นค่า "meq/l" ได้โดยใช้สูตร

$$C = \text{Reading} \frac{(S^*)}{\text{Sample Size}} \quad (1)$$

C = ความเข้มข้นที่ถูกต้อง (meq/l)

Reading = ค่าที่ปรากฏบนมิเตอร์ของเครื่อง (meq/l)

S* = แฟกเตอร์ในการเปลี่ยนค่า

S* = 0.1 เมื่อใช้ HI range

S* = 0.01 เมื่อใช้ LO range

Sample size = ปริมาตรของสารละลายคลอไรด์ไอออนที่ใช้ (มล.)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

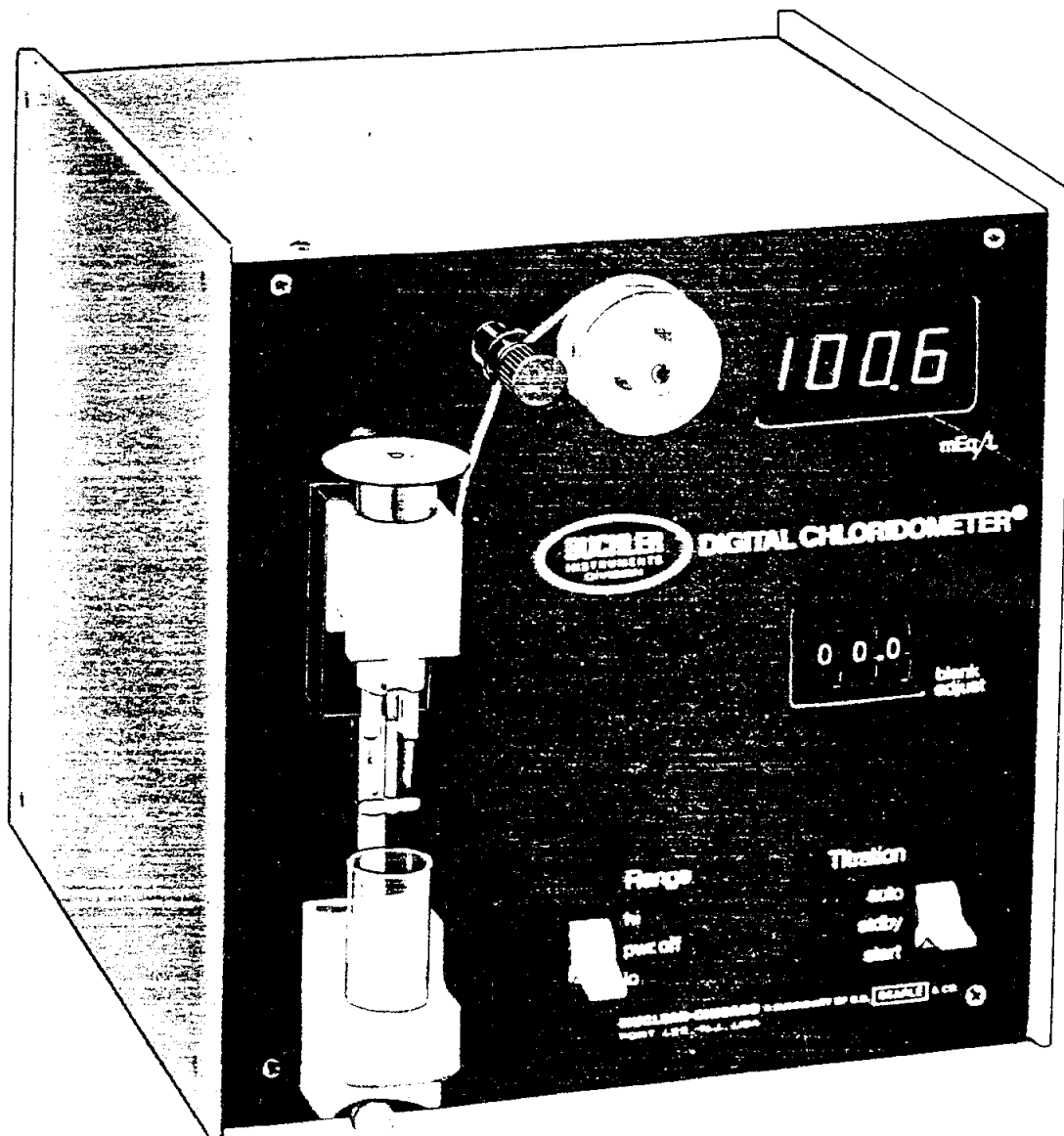
1. เครื่อง digital Chloridometer SEARLE Buchler Instruments ดังแสดงในรูปที่ 7.2
2. vial
3. ปิเปต
4. ขวดวัดปริมาตรขนาด 10, 50, 250 และ 1000 มล.

สารเคมีที่ต้องใช้

1. concentrated HNO₃,
2. concentrated acetic acid
3. NaCl
4. เจลาติน
5. สารตัวอย่าง ผงเกลือแร่ หรืออื่น ๆ

จุดประสงค์ของการทดลอง

1. หาปริมาณคลอไรด์ในสารตัวอย่างที่มีคลอไรด์ เช่น ผงเกลือแร่ น้ำเกลือแร่ น้ำปลา และอื่น ๆ โดยวิธีคูลอมบ์เมตริก ไตเตรชัน



รูปที่ 7.2 เครื่อง digital Chloridometer SEARLE Buchler Instruments

วิธีทดลอง

1. เตรียมสารละลายผสมของกรดไนตริกและกรดแอสติก โดยตวงน้ำกลั่นประมาณ 180 มล. ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มล. และบีบเปิดกรดไนตริกเข้มข้น 1.3 มล. ใส่ลงไป เขย่าให้เข้ากัน จากนั้นบีบเปิดกรดแอสติกเข้มข้น จำนวน 20.0 มล. ใส่ลงไปอีก เขย่าให้เข้ากันแล้วเจือจางให้พอดีขีดด้วยน้ำกลั่น

2. เตรียมสารละลายมาตรฐานคลอไรด์ 1000 ppm จำนวน 1000 มล. โดยชั่ง NaCl ที่อบแห้งแล้วมา 1.6462 กรัม นำมาละลายด้วยน้ำกลั่นจนละลายหมด ถ่ายสารละลายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มล. แล้วเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นจนพอดีขีด

3. เตรียมสารละลายมาตรฐานคลอไรด์ไอออน 100 ppm จำนวน 250 มล. โดยบีบเปิดสารละลายมาตรฐานคลอไรด์ 1000 ppm จำนวน 25.0 มล. ลงในขวดมาตรฐาน 250 มล. แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีด

4. เตรียมสารละลายเจลาติน 0.62% (w/v) 100 มล. โดยชั่งเจลาตินซึ่งประกอบด้วย เจลาติน : ไทโมลบูล : ไทโมล = 60:1:1 จำนวน 0.62 กรัม นำไปละลายด้วยน้ำร้อนจนละลายหมด (ใช้ประมาณ 80-90 มล.) ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้เย็นเท่าอุณหภูมิห้อง ถ่ายสารละลายที่เย็นลงในขวดวัดปริมาตร 100 มล. และเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีด

5. เตรียมสารละลายตัวอย่างคลอไรด์จำนวน 50 มล. ในกรณีที่สารตัวอย่างเป็นของแข็งให้ชั่งมา 0.1-0.3 กรัม อย่างละเอียด ละลายด้วยน้ำกลั่นจำนวนเล็กน้อยจนละลายหมด ถ่ายลงสู่ขวดมาตรฐานขนาด 50 มล. และเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีด

ในกรณีที่สารตัวอย่างเป็นของเหลวให้บีบเปิดสารตัวอย่างนั้นจำนวน 5.0 มล. ถ่ายลงสู่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มล. และเจือจางสารละลายด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีด

6. เตรียมสารละลายมาตรฐานคลอไรด์ไอออนที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยบีบเปิดสารละลายมาตรฐานของคลอไรด์ 100 ppm ที่เตรียมไว้ในข้อ 3. ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มล. จำนวน 8 ใบ โดยมีปริมาณต่าง ๆ กันดังนี้คือ 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 7.0 และ 9.0 มล. ตามลำดับ และเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีด ดังนั้นสารละลายมาตรฐานทั้ง 8 ขวดจะมีปริมาณคลอไรด์ไอออนแตกต่างกันดังนี้คือ 0, 5, 10, 20, 30, 50, 70 และ 90 ppm ตามลำดับ

7. เตรียมสารละลายผสมของสารละลายเกลือแร่และสารละลายมาตรฐานคลอไรด์ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยบีบเปิดสารละลายตัวอย่างเกลือแร่ที่เตรียมไว้ในข้อ 5

ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มล. จำนวน 6 ใบ ในปริมาณที่เท่ากัน คือ 3 มล. ตามด้วย สารละลายมาตรฐานคลอไรด์เข้มข้น 100 ppm จำนวนต่าง ๆ กัน คือ 0, 2.5, 5.0, 10.0, 15.0 และ 20.0 มล. ตามลำดับ เขย่าสารละลายให้เข้ากันและเจือจางสารละลายเหล่านี้ ด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีด สารละลายทั้ง 6 ขวด จะมีปริมาณคลอไรด์ต่าง ๆ กันดังนี้คือ x , $x + 10$, $x + 20$, $x + 40$, $x + 60$ และ $x + 80$ ppm ตามลำดับ เมื่อ x หมายถึงความเข้มข้นของคลอไรด์ในสารละลายตัวอย่างเกลือแร่ปริมาตร 25 มล.

8. เตรียม vial ที่แห้งและสะอาด 10 ใบ พร้อมทั้งปิเปตสารละลายกรดที่เตรียมไว้ในข้อ 1 ลงไป 5 มล. ตามด้วยสารละลาย 0.62% เจลาติน 5 หยด เขย่าสารละลายให้เข้ากัน

9. เตรียม vial ที่แห้งและสะอาดอีก 9 ใบ พร้อมทั้งปิเปตสารละลายผสมของกรดลงไป 5 มล. ตามด้วย 5 หยดของสารละลาย 0.62% เจลาติน และ 1 มล. ของสารละลายแต่ละขวดที่เตรียมไว้ในข้อ 6. ลงไปใน vial แต่ละใบ ส่วน vial ใบสุดท้ายให้ปิเปต 1 มล. ของสารละลายตัวอย่างเกลือแร่ลงไป เขย่าสารละลายทุก vial ให้เข้ากัน

10. เตรียม vial ที่แห้งและสะอาดอีก 10 ใบ พร้อมทั้งปิเปตสารละลายผสมของกรดลงไป 5 มล. ตามด้วย 5 หยดของสารละลาย 0.62% เจลาติน และ 1 มล. ของสารละลายแต่ละขวดที่เตรียมไว้ในข้อ 7. ลงไปใน vial แต่ละใบเรียงตามลำดับ เขย่าสารละลายให้เข้ากัน

11. เตรียม vial ที่สะอาดและแห้งมาอีก 8 ใบ พร้อมทั้งปิเปตสารละลายผสมของกรดลงไป 5 มล. ตามด้วย 5 หยดของสารละลาย 0.62% เจลาติน และ 1 มล. ของสารละลายตัวอย่างเกลือแร่ลงไป ใน vial แต่ละใบ เขย่าสารละลายให้เข้ากัน

12. เบิกยาคัดขั้วจากเจ้าหน้าที่ นำมาขัดขั้วทั้ง 4 ของเครื่อง digital chloridometer (SEARLE) ให้สะอาดปราศจากออกไซด์ ล้างขั้วพร้อมแท่งคนให้สะอาดและซับให้แห้ง ก่อนทำการทดลองเสียบปลั๊กเครื่องมือพร้อมปรับปุ่ม Range ไปที่ "HI" ปุ่ม Titration ไปที่ standby และปรับตัวเลขตรง blank adjust ไปที่ 00.00 จากรูปที่ 7.2 ประกอบ

13. นำ vial ใบหนึ่งที่บรรจุสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 8 มาวางลงบนที่ตั้ง vial ของเครื่อง ค่อย ๆ เลื่อนที่ตั้ง vial ขึ้นไปจนกระทั่งขั้วทั้ง 4 พร้อมทั้งคนจุ่มอยู่ในสารละลาย ใช้นิ้วมือกดปุ่ม Titration ไปที่ start นาน 10 วินาที ที่คนจะเริ่มคนสารละลาย เอนิ้วมือออก ตัวเลขจะเริ่มปรากฏบนจอของเครื่อง รอจนกระทั่งตัวเลขที่ปรากฏคงที่ บันทึกค่าที่ได้ (ถ้าไม่สามารถอ่านค่าที่ปรากฏได้ให้ปรึกษาอาจารย์ผู้ควบคุม) บันทึกค่าที่ได้ เลื่อนที่ตั้ง vial ลงพร้อมทั้งล้างขั้วทั้ง 4 และที่คนให้สะอาดและซับให้แห้ง ทำการทดลองซ้ำเช่นเดียวกันกับสารละลายที่เหลือใน vial อีก 8 ใบ

14. ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 13 กับสารละลายใน vial ที่เตรียมไว้ในข้อ 9, 10 และ 11 ตามลำดับ บันทึกผลการทดลองที่ได้ทั้งหมด

การวิเคราะห์ข้อมูล

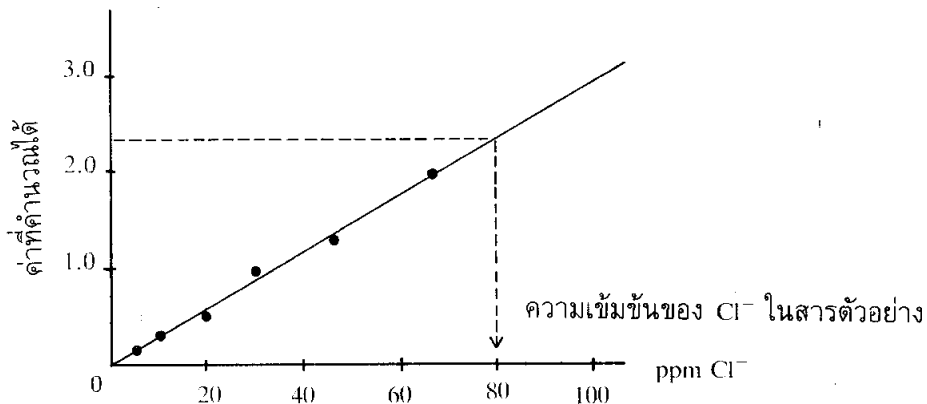
1. หาค่าเฉลี่ยของข้อมูลที่วัดได้ของสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ ข. (\bar{X}) (ข้อมูลที่น่ามาใช้ให้ใช้เฉพาะค่าที่ 3-10 ส่วนค่าที่ 1 และ 2 ให้ตัดทิ้งไป) ดังสมการ

$$\bar{X} = \frac{X_3 + X_4 + \dots + X_{10}}{8}$$

2. หาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (s_{bl}) ของสารละลายที่วัดได้จากข้อ 8 จากสมการ

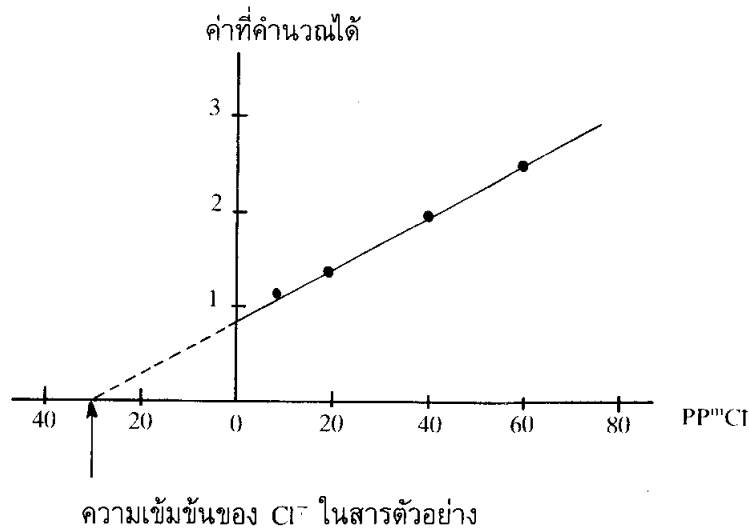
$$s_{bl} = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{N - 1}} \text{ เมื่อ } N = 8$$

3. หักค่าที่วัดได้ของข้อมูลของสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 9 ด้วยค่า \bar{X} ที่คำนวณได้ในข้อ 1 คำนวณหาปริมาณคลอไรด์ที่ถูกต้อง โดยใช้สูตรในสมการที่ (1) นำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่คำนวณได้ (แกน Y) กับค่าความเข้มข้นของคลอไรด์ไอออนในแต่ละ vial (แกน X) ควรจะได้กราฟเส้นตรง (ให้ใช้วิธีการ Fitting the least squares line ในการลากเส้นตรง) จากนั้นนำค่าที่คำนวณได้ของสารละลายตัวอย่างมาเทียบหาความเข้มข้นจากกราฟเส้นตรงที่สร้างได้ดังแสดงในรูปข้างล่างนี้



4. หักค่าที่วัดได้ของข้อมูลของสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 10 ด้วยค่า \bar{X} ที่คำนวณได้ในข้อ 1 คำนวณหาปริมาณคลอไรด์ที่ถูกต้อง โดยใช้สูตรในสมการที่ (1) นำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐาน แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่คำนวณได้ (แกน Y) กับค่าความเข้มข้นของคลอไรด์ไอออนมาตรฐานในแต่ละ vial (แกน X) จะได้กราฟเส้นตรง

ดังรูป จากนั้นให้ต่อกราฟเส้นตรงไปตัดแกน X (ตามรูปคือเส้นปะ) ความเข้มข้นที่อ่านได้บนจุดตัดแกน X คือความเข้มข้นของคลอรีนในสารละลายตัวอย่างนั่นเอง



5. คำนวณหาค่าความเข้มข้นต่ำสุด (detection Limit) ของคลอรีนที่วิเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องมือนี้ จากสูตร

$$C = \frac{D - \bar{X}}{m} \quad (2)$$

$$\text{และ } D = \bar{X} + 3s_{bl} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{และ } m = \frac{\bar{S} - \bar{X}}{C} \quad \dots(4)$$

เมื่อ

- C = ความเข้มข้นต่ำสุดของคลอรีนที่สามารถวิเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องมือนี้
- D = ค่าสัญญาณต่ำสุดที่เครื่องสามารถตอบสนองได้เมื่อไม่มีคลอรีน
- \bar{S} = ค่าสัญญาณต่ำสุดที่เครื่องสามารถตอบสนองได้เมื่อมีคลอรีนไอออนเข้มข้น C

หมายเหตุ ในการแทนค่า C และ \bar{S} นั้น ให้ใช้ค่าที่วัดได้ (\bar{S}) ของข้อมูลของสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 9 ที่มีความเข้มข้นของคลอรีนไอออน (C) 50 ppm.

6. หักค่าที่วัดได้ของข้อมูลของสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 11 ด้วยค่า \bar{X} ที่คำนวณได้ในข้อ 1 นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณคลอรีนที่ถูกต้อง โดยใช้สูตรในสมการที่ (1)

จากนั้นคำนวณหาค่าเฉลี่ย (\bar{X}_1) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (s_1) และค่าความแม่นยำของการทดลอง โดยมีขอบเขตความเชื่อมั่น 95% โดยใช้สูตร

$$\mu = \bar{X}_1 \pm \frac{ts_1}{\sqrt{N}}$$

และหาค่าสัมประสิทธิ์ของการแปรผัน (coefficient of variation) โดยใช้สูตร

$$C.V. = \frac{s_1 \times 100}{\bar{X}_1}$$

คำถาม

1. ปริมาณคลอไรด์ไอออนที่ทำได้จากทั้งสามวิธีมีค่าอย่างไร
2. ท่านคิดว่าหลักการนี้สามารถนำไปใช้วิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมและโลหะอื่นๆในสารตัวอย่างอื่น ๆ ได้หรือไม่ จงอธิบาย
3. ค่าความเข้มข้นต่ำสุดของคลอไรด์ที่เครื่องมือวิเคราะห์ได้มีค่าเท่าใด และผลการทดลองที่ได้มีความแม่นยำดีหรือไม่
4. หลักการทำงานของเครื่องมือนี้ ในการวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์เป็นอย่างไร
5. หน้าที่ของสารละลายผสมของกรดไนตริกและกรดแอสซีติกคืออะไร และสารละลายเจลาตินทำหน้าที่อะไร