

Automatic Titration

บทที่ 14

การไทเทรตโดยใช้เครื่องมือไทเทรตอัตโนมัติ

Automatic Titration

หลักการ (Principle)

การใช้เครื่องมือไทเทรตอัตโนมัติเพื่อการวิเคราะห์หาปริมาณ ใช้หลักการเดียวกับการทำ Potentiometric Titration โดยที่ชุดของเครื่องมือประกอบด้วย ส่วนที่ทำหน้าที่เป็น Potentiometer และส่วนที่ทำหน้าที่ทำการไทเทรตสารละลายซึ่งสามารถทำงานได้อย่างอัตโนมัติ และในชุดของเครื่องมือประกอบด้วยส่วนประมวลผลที่สามารถวิเคราะห์และสรุปผลที่ได้จากการทดลองทันทีที่ทำการทดลองเสร็จ ให้นักศึกษาดูหลักการของ Potentiometric titration ในบทที่ 5 หน้า 87

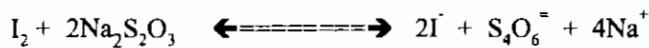
การทดลองที่ 14.1

การวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีน

โดยการใช้เครื่องไทเทรตอัตโนมัติ

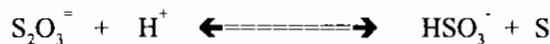
ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

ไอโอดีนเป็นตัวออกซิไดส์ที่สามารถถูกไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมโซ-ไอซัลเฟตที่เป็นตัวรีดิวซ์ โดยเกิดปฏิกิริยา ดังนี้



โดยใช้หลักการของ Potentiometric titration วัดค่าศักย์ไฟฟ้าของสารละลายที่เปลี่ยนไปขณะถูกไทเทรตจะสามารถหาจุดสมมูลของปฏิกิริยาได้

สารละลายโซเดียมโซไอซัลเฟตไม่เหมาะที่จะเตรียมเป็นสารละลายโดยตรงเนื่องจากโมเลกุลของสารประกอบมีจำนวนน้ำไม่แน่นอน ($Na_2S_2O_3 \cdot xH_2O$) และเมื่อเตรียมเป็นสารละลายแล้วเก็บไว้นานๆ อาจเกิดการสลายตัวให้ซัลเฟอร์



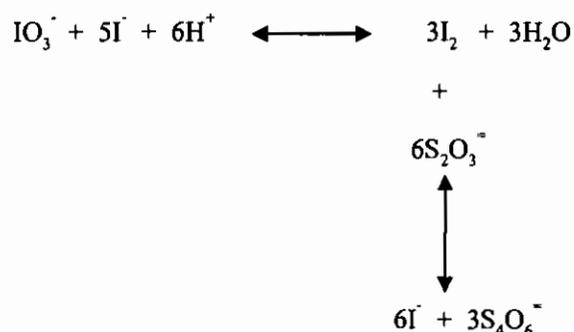
ในกรณีที่มีแบคทีเรียและออกซิเจนปนอยู่ในสารละลายจะเกิดการสลายตัวให้ซัลเฟตไอออน



ด้วยเหตุผลดังกล่าวก่อนนำสารละลายโซเดียมโซไอซัลเฟตที่เตรียมไว้ไปไทเทรตกับสารละลายไอโอดีนจะต้องทำการ Standardize เพื่อหาความเข้มข้นที่แน่นอนก่อน วิธีการ Standardize สามารถทำได้หลายวิธี ดังนี้

1. Standardize กับสารปฐมภูมิโพแทสเซียมไอโอเดต (KIO₃) โดยวิธีการให้ไอโอเดต ทำปฏิกิริยากับไอโอไดด์แล้วเกิดเป็นสารประกอบไอโอไดน์ที่สามารถทำปฏิกิริยากับ Na₂S₂O₃ ได้

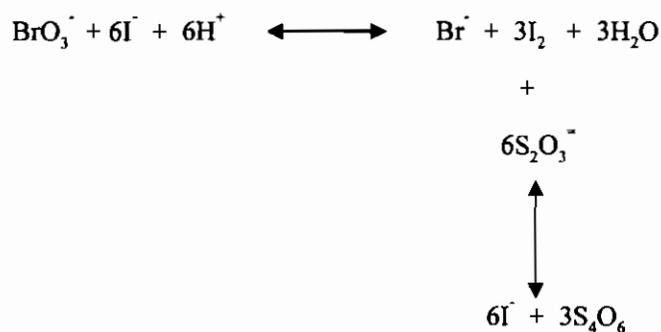
ใช้ KIO₃ ที่บริสุทธิ์อย่างน้อย 99.9% ซึ่งอย่างละเอียด ละลายด้วยน้ำต้มที่เย็น เติม KI ที่บริสุทธิ์ปราศจากไอโอเดตให้มากเกินไป เติมกรดซัลฟูริกเพื่อให้สารละลายมีฤทธิ์เป็นกรดแล้วนำไปไทเทรตกับสารละลายโซอิลต์



น.น. สมมูล IO₃⁻ = M.W. /6

ผลที่ได้คือ 1 ml. 1 N Na₂S₂O₃ ≡ 0.03567 g. KIO₃

2. Standardize กับสารปฐมภูมิโพแทสเซียมโบรเมต (KBrO₃) โดยวิธีเดียวกับไอโอเดต



น.น. สมมูล BrO₃⁻ = M.W./6

ผลที่ได้คือ 1ml. 1 N Na₂S₂O₃ ≡ 0.02784 g. KBrO₃

3. หรือวิธีอื่นๆ อีก นักศึกษาสามารถค้นคว้าเพิ่มเติมได้

เครื่องมือไทเทรตอัตโนมัติ Mettler DL 70 ES เป็นเครื่องมือที่มีส่วนประกอบของเครื่องโพเทนทิโอมิเตอร์ บิวเรต ชุดขับเคลื่อนบิวเรต ภาชนะสำหรับไทเทรตและเครื่องคน ซึ่งทุกส่วนควบคุมการทำงานอย่างอัตโนมัติด้วย microprocessor ที่สามารถสั่งงานได้ทาง Keyboard พร้อมทั้งประมวลผลการทดลองแสดงทางจอหรือทางเครื่องพิมพ์ การไทเทรตสามารถทำได้กับปฏิกิริยา

- Acid-Base reactions

ตัวอย่างการหาปริมาณกรดในไวน์ (acid content of wine)

- Precipitation reactions

ตัวอย่างการหาปริมาณคลอไรด์ในซอสส์ต่างๆ

- Complexometric reactions

ตัวอย่างการหาความกระด้างของน้ำ

- Redox reactions

ตัวอย่างการหาปริมาณไอโอดีนในยาทาแผล

- Karl Fisher titration for determination of water

ตัวอย่างการหาปริมาณน้ำหรือความชื้นในเครื่องสำอาง

นอกจากนี้เครื่องมือไทเทรตอัตโนมัติบางยี่ห้อสามารถประยุกต์ใช้กับการทำ Voltammetry Conductometry และ Photometry ได้ด้วย

การไทเทรตแต่ละปฏิกิริยาต้องเลือกใช้ขั้วทำงานให้เหมาะสมสำหรับปฏิกิริยานั้นๆ ด้วย บริษัทที่ผลิตเครื่องไทเทรตอัตโนมัติจำหน่ายก็จะผลิตขั้วจำหน่ายก็จะผลิตขั้วที่ใช้งานสำหรับปฏิกิริยาต่างๆ ขึ้นมาใช้กับเครื่อง ตัวอย่างเช่น บริษัท Mettler Toledo ผลิตเครื่องไทเทรตอัตโนมัติรุ่น DL77, DL70ES และ DL67 มีขั้วที่ใช้กับปฏิกิริยาต่างๆ 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-voltammetry	DM 141-SC
- Double-pin platinum electrode-voltammetry	DM 142

2. ขั้นตอนของการไทเทรตสารตัวอย่าง

ยกตัวอย่างการคำนวณของการไทเทรตชุดที่ 1/1

ชั่งตัวอย่างทิงเจอร์มา = 0.8935 กรัม

ml consumption ที่ใช้ = 2.783 ml

จากปฏิกิริยาการไทเทรต



$$\begin{aligned} \text{no. mole } I_2 &= \frac{\text{no. mole } Na_2S_2O_3}{2} \\ &= \frac{M \times V}{1000 \times 2} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{จากข้อมูลการ standardize } M_{(Na_2S_2O_3)} &= 0.9562 \times 0.05 \text{ (ค่าเฉลี่ยของการคำนวณ 2 ครั้ง)} \\ &= 0.0478 \end{aligned}$$

$$\text{no. mole } I_2 = \frac{0.0478 \times 2.783}{1000 \times 2}$$

$$\begin{aligned} \text{gm } I_2 &= \frac{0.0478 \times 2.783 \times 254}{1000 \times 2} \\ &= 0.01689 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{นั่นคือ ตัวอย่างยาทิงเจอร์จะมี } I_2 &= \frac{0.01689 \times 100}{0.8935} \text{ กรัม} \\ &= 18.90 \text{ mg/g} \\ &= \frac{18.90}{254} = 0.074 \text{ mmole / g} \end{aligned}$$

$$\text{นั่นคือ ตัวอย่างยาทิงเจอร์จะมี } I_2 = \frac{0.01689 \times 100}{0.8935} = 1.89 \%$$

*** ให้นักศึกษาทำการคำนวณแบบเดียวกันกับตัวอย่างชุดที่ 1/2 และ 1/3 แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย ***

ตัวอย่างการคำนวณ

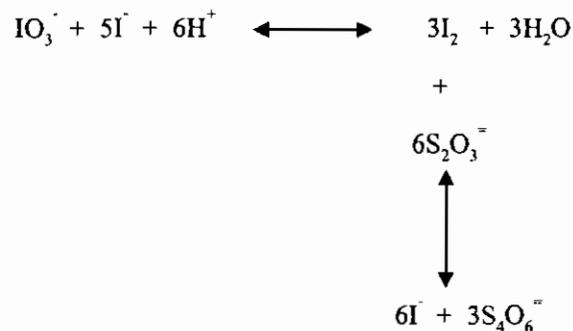
1. ขั้นตอนการ standardize สารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

จากข้อมูลรายงานผลการไทเทรตสารปฏุมุมิจุดที่ 1/1

ได้ค่า consumption EQP1 = 5.1530 ml

ในการทดลองซั้ง KIO_3 หนัก = 0.0088 กรัม

จากสมการ



แสดงว่า

$$\frac{\text{no. mole Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{6} = \text{no. mole KIO}_3$$

$$\text{no. mole Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{6 \times 0.0088}{214}$$

$$\frac{M \times V}{1000} = 2.467 \times 10^{-4}$$

$$M (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{2.467 \times 10^{-4} \times 10^3}{5.1530}$$

$$= 0.04788$$

หาค่า titer (t)

$$0.05t = 0.04788$$

$$t = 0.9576$$

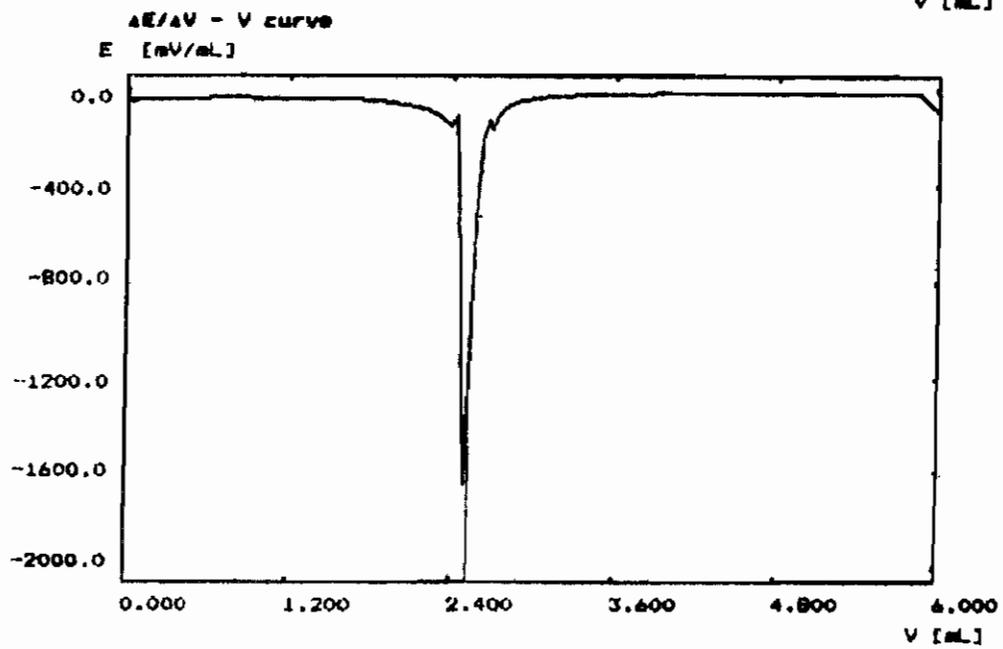
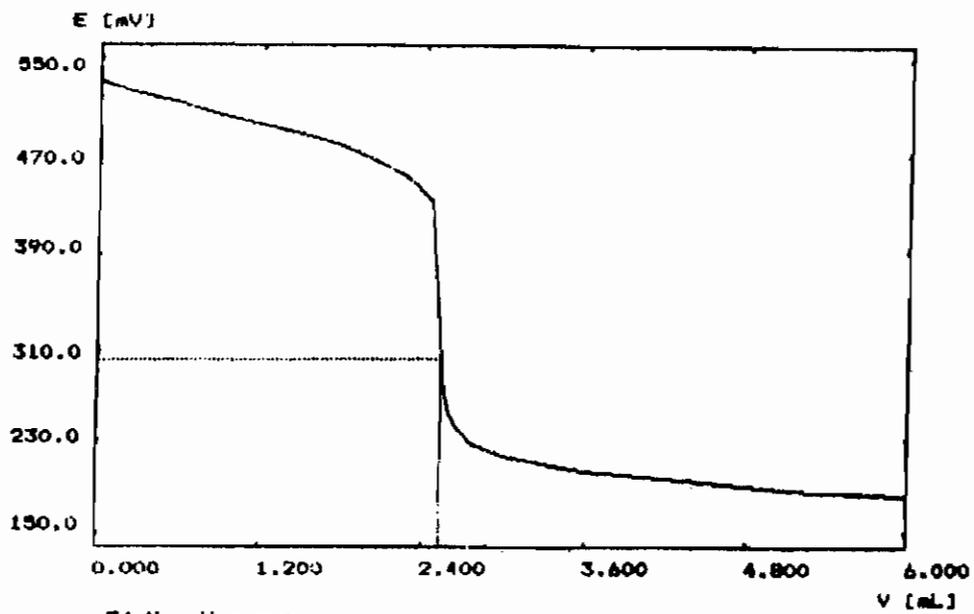
*** ให้คำนวณผลของการไทเทรตสารปฏุมุมิ 2/2 แล้วนำค่า t มาหาค่าเฉลี่ย

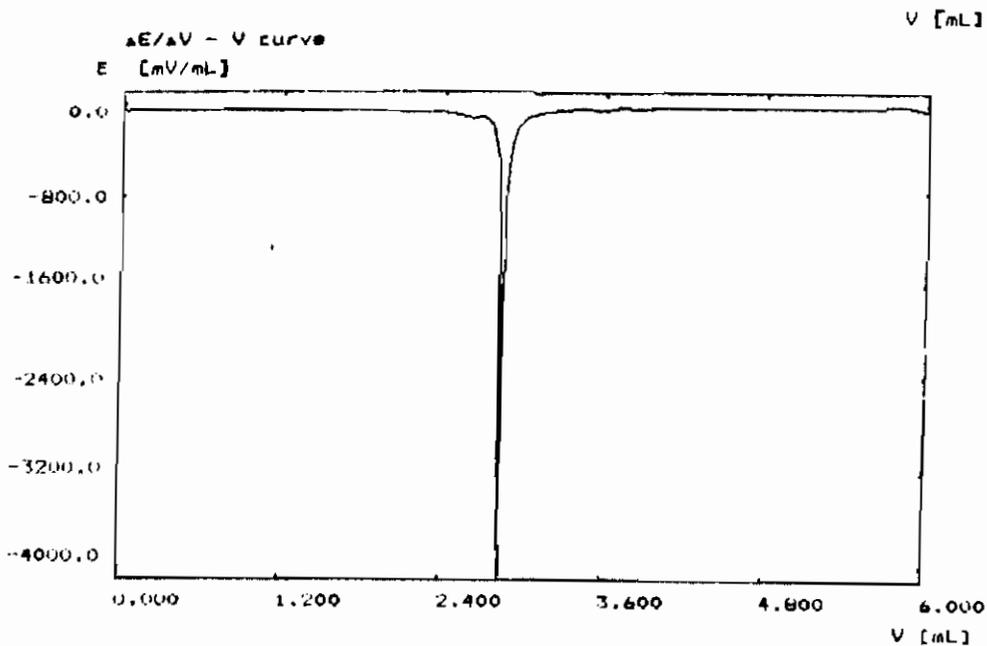
Method	c007 iodine content	10-Mar-1998 11:55																					
User	seq1 gr3 4 5																						
Measured	12-May-1998 11:41																						
RESULTS																							
No	ID1	ID2	Sample amount and results																				
1/1	1a		<table border="0"> <tr> <td>0.8938</td> <td>g</td> <td>Weight</td> <td>m</td> </tr> <tr> <td>R1 = 2.783</td> <td>mL</td> <td>Consumption</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R2 = 18.913</td> <td>mg/g</td> <td>I content</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R3 = 0.074</td> <td>mmol/g</td> <td>I content</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R4 = 1.891</td> <td>%</td> <td>% content</td> <td></td> </tr> </table>	0.8938	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	
0.8938	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	1a		<table border="0"> <tr> <td>0.9468</td> <td>g</td> <td>Weight</td> <td>m</td> </tr> <tr> <td>R1 = 2.842</td> <td>mL</td> <td>Consumption</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R2 = 18.222</td> <td>mg/g</td> <td>I content</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R3 = 0.072</td> <td>mmol/g</td> <td>I content</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R4 = 1.822</td> <td>%</td> <td>% content</td> <td></td> </tr> </table>	0.9468	g	Weight	m	R1 = 2.842	mL	Consumption		R2 = 18.222	mg/g	I content		R3 = 0.072	mmol/g	I content		R4 = 1.822	%	% content	
0.9468	g	Weight	m																				
R1 = 2.842	mL	Consumption																					
R2 = 18.222	mg/g	I content																					
R3 = 0.072	mmol/g	I content																					
R4 = 1.822	%	% content																					
1/3	1a		<table border="0"> <tr> <td>0.8997</td> <td>g</td> <td>Weight</td> <td>m</td> </tr> <tr> <td>R1 = 2.530</td> <td>mL</td> <td>Consumption</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R2 = 17.075</td> <td>mg/g</td> <td>I content</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R3 = 0.067</td> <td>mmol/g</td> <td>I content</td> <td></td> </tr> <tr> <td>R4 = 1.708</td> <td>%</td> <td>% content</td> <td></td> </tr> </table>	0.8997	g	Weight	m	R1 = 2.530	mL	Consumption		R2 = 17.075	mg/g	I content		R3 = 0.067	mmol/g	I content		R4 = 1.708	%	% content	
0.8997	g	Weight	m																				
R1 = 2.530	mL	Consumption																					
R2 = 17.075	mg/g	I content																					
R3 = 0.067	mmol/g	I content																					
R4 = 1.708	%	% content																					
STATISTICS																							
Number results	R2	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	%																				

การวิเคราะห์ข้อมูล

ในการทดลองเครื่องจะรายงานผลการทดลองให้ทันที เพื่อให้นักศึกษาเข้าใจวิธีการคำนวณผลต่างๆ นักศึกษาต้องทำรายงานโดยคำนวณผลเองใหม่ แล้วเปรียบเทียบกับผลที่เครื่องรายงานให้ ข้อมูลที่นักศึกษานำมาใช้ในการคำนวณ คือ

1. ขั้นตอนการ standardize คือ consumption EQP1
2. ขั้นตอนการไทเทรตตัวอย่าง คือ R1 (ml consumption)





METTLER DL70EB Titrator V3.1
Anal. Chem.

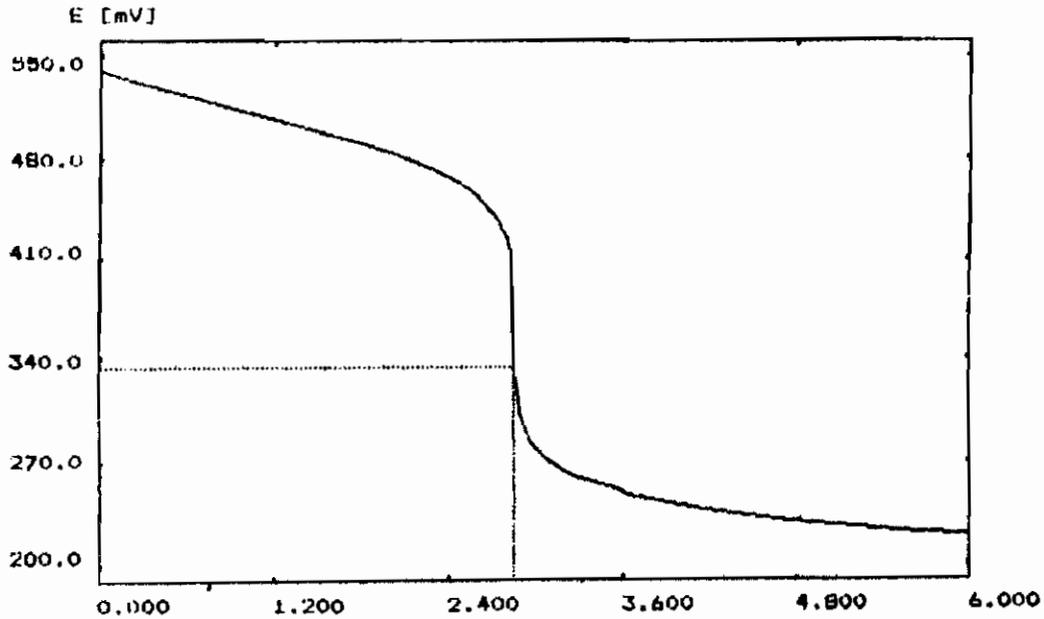
Chemistry Department
Ramkhamhaeng University

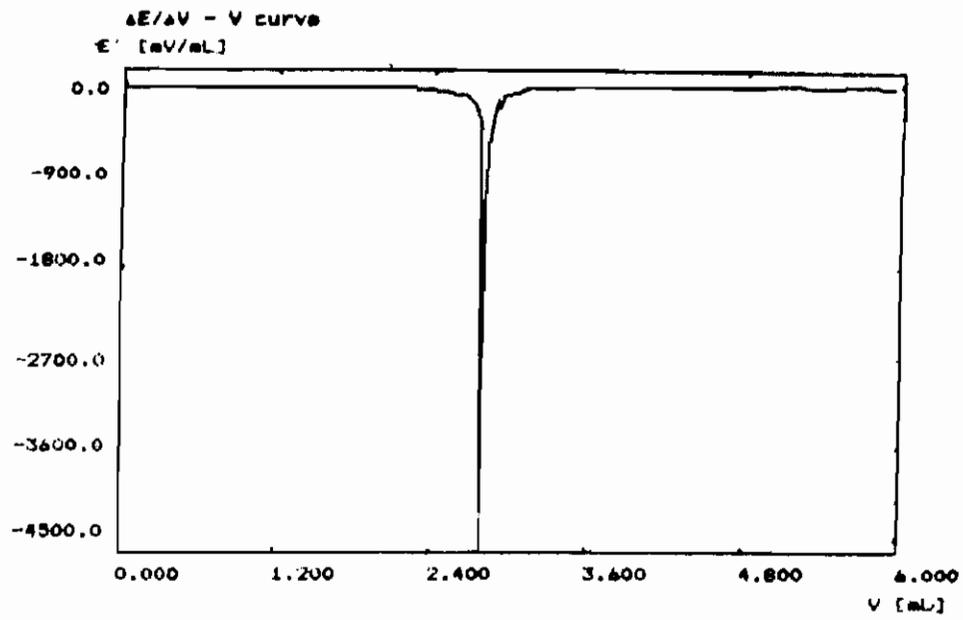
Method	c007 iodine content	10-Mar-1998 11:55	
User	wq1 gr3 4 5		
Measured	12-May-1998 11:41		
RESULTS			
No	ID1	ID2	Sample amount and results
1/1	I ₂		0.8935 g Weight m R1 = 2.783 mL Consumption R2 = 18.913 mg/g I content R3 = 0.074 mmol/g I content R4 = 1.891 % % content
1/2	I ₂		0.9468 g Weight m R1 = 2.842 mL Consumption R2 = 18.222 mg/g I content R3 = 0.072 mmol/g I content R4 = 1.822 % % content
1/3	I ₂		0.8497 g Weight m R1 = 2.530 mL Consumption R2 = 17.075 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 11:31		
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
1/2	Ia		0.9468 g Weight m R1 = 2.842 mL Consumption R2 = 18.222 mg/g I content R3 = 0.072 mmol/g I content R4 = 1.822 % % content

E - V curve





2. ขั้นตอนของการไทเทรตสารตัวอย่าง

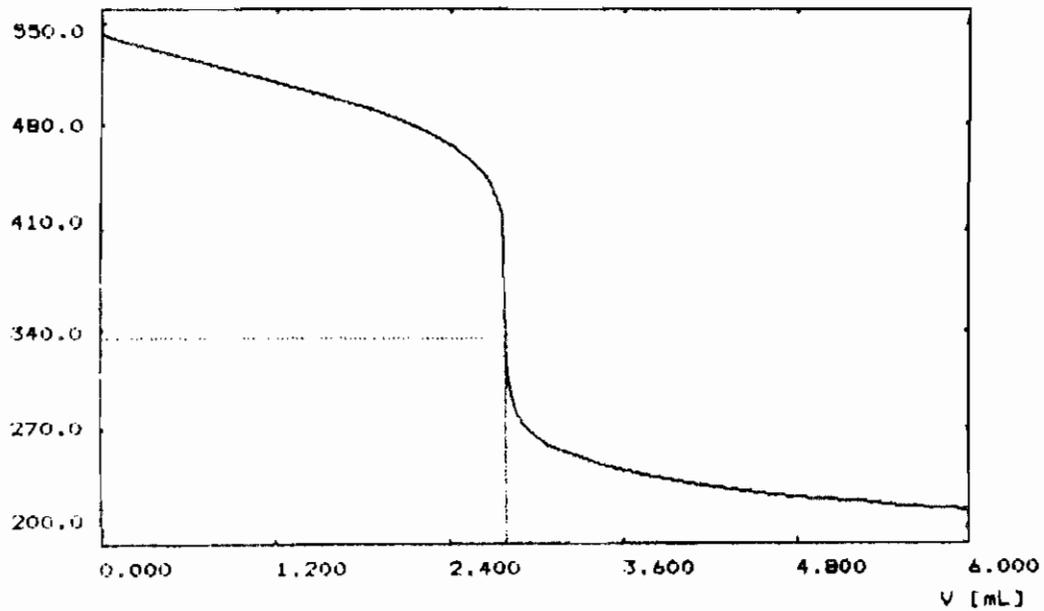
METTLER DL70EB Titrator V3.1
Anal. Chem.

Chemistry Department
Rakhaahaeng University

Method	007 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	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

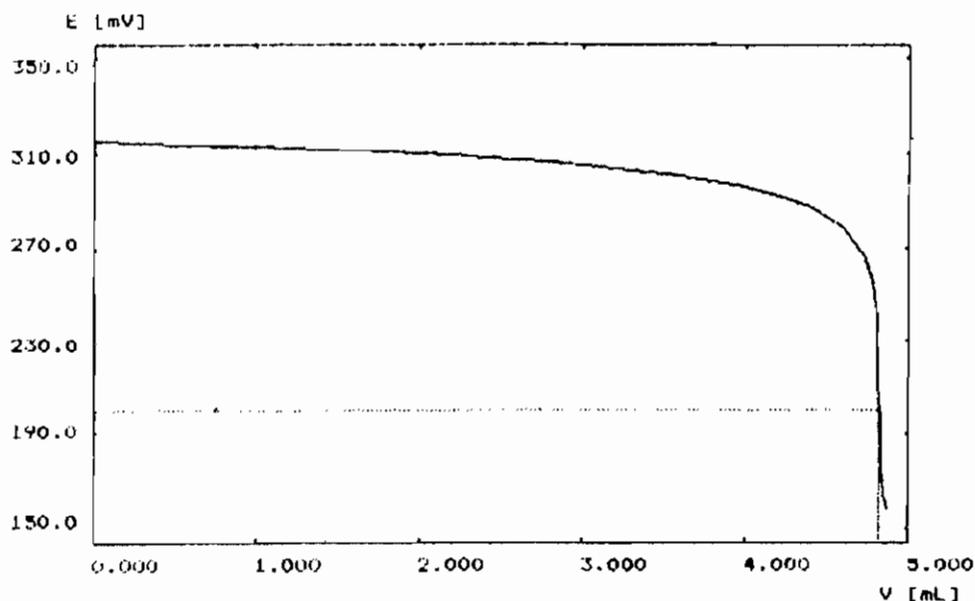
E - V curve

E [mV]



EDP1	4.8260	0.000	180.0	-58.2	-2911.9	3128
	4.8460	0.0200	163.9	-16.0	-801.5	3155
	4.8660	0.0200	157.8	-6.2	-308.0	4110

E - V curve



METTLER DL70ES Titrator V3.1
Anal. Chem.

Chemistry Department
Rakhamhaeng University

Method	c006 Titer Na ₂ S ₂ O ₃ (0.05mol/L)	10-Sep-1997	9:20
User	segl gr.5 4 5		
Measured	12-May-1998	11:01	
RESULTS			
No	ID1	ID2	Sample amount and results
1/1	K10 ₃		0.0088 g Weight m R1 = 0.9577 Titer Na ₂ S ₂ O ₃
1/2	K10 ₃		0.0082 g Weight m R1 = 0.9547 Titer Na ₂ S ₂ O ₃
STATISTICS			
Number results	R1	n = 2	
Mean value		\bar{x} = 0.9562	Titer Na ₂ S ₂ O ₃
Standard deviation		s = 0.002115	Titer Na ₂ S ₂ O ₃
Rel. standard deviation	srrel = 0.221	%	
Outlier test: no outliers!			
TITER			
Titrant	Na ₂ S ₂ O ₃	0.05 mol/L	
New titer		t = 0.956158	

เครื่องรายงานผลการ standardize เป็นค่า Titer (t)

ค่าความเข้มข้นที่ถูกต้องของ Na₂S₂O₃ มีค่า = 0.05 x t (M)

Method	c006 Titr. Na ₂ S ₂ O ₃ (0.05mol/L)	10-Sep-1997	9:20
User	segi gr3 4 5		
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 20 mL
Sensor	DM140-BC
Temperature	Manual 25.0 °C
Consumption	EQP 1 VEQ1 = 4.8167 mL G1 = 0.23869 mmol EIPDT1 = 207.0 mV
Excess	VEX = 0.0493 mL GEX = 0.00241 mmol

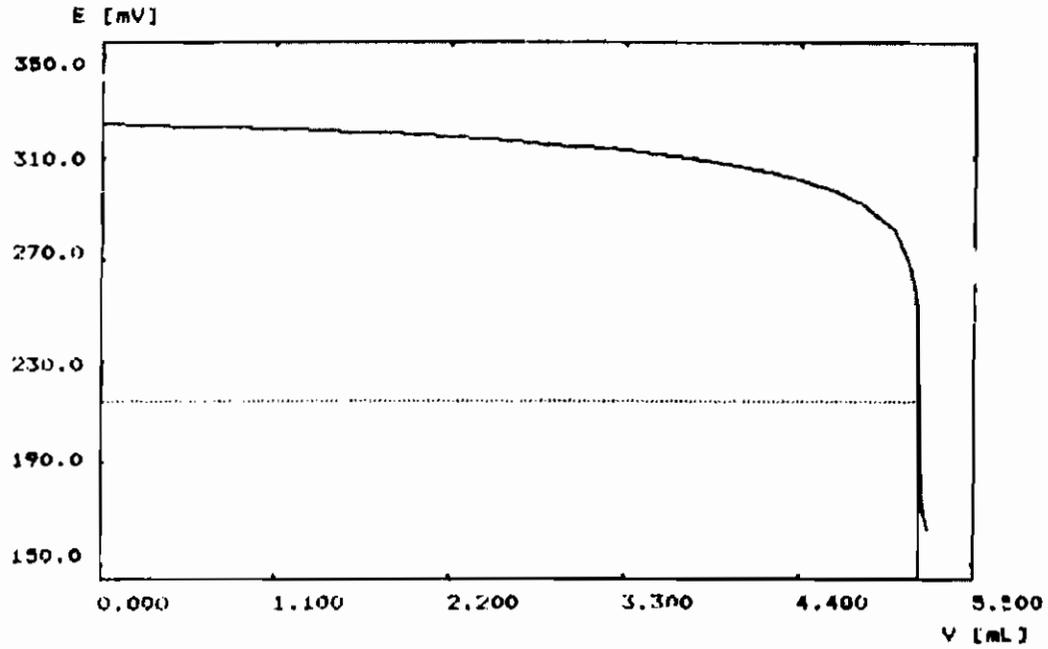
CALCULATION	
Result	R1 = 0.9547 Titr. Na ₂ S ₂ O ₃

MEASURED VALUE# TITRATION[1]	
Titrant	Na ₂ S ₂ O ₃ 0.05 mol/L t = 0.978641
Drive	No. 2 20 mL
Sensor	DM140-BC
Temperature	Manual 25.0 °C

	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv. mV/mL	Time min:s
ET1	0.0000		316.1			0:06
	0.5700	0.5700	314.8	-1.3	-2.3	0:13
	0.8540	0.2840	314.2	-0.6	-2.2	0:20
ET2	1.0000	0.1460	313.7	-0.5	-3.4	0:26
	1.2000	0.2000	313.2	-0.5	-2.5	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	-0.8	-3.9	1:06
	2.4000	0.2000	308.8	-0.9	-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	-5.6	1:34
	3.2000	0.2000	304.1	-1.3	-6.7	1:40
	3.4000	0.2000	302.4	-1.7	-8.4	1:47
	3.6000	0.2000	300.5	-1.9	-9.5	1:55
	3.8000	0.2000	298.4	-2.1	-10.5	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	-5.0	-24.9	2:23
	4.6000	0.2000	278.5	-8.6	-43.0	2:30
	4.7500	0.1500	266.3	-12.2	-93.7	2:38
	4.7840	0.0540	254.3	-12.0	-221.7	2:46
	4.8060	0.0220	238.2	-16.1	-731.6	2:57

EQP1	5.1700	0.0200	177.6	-54.0	-2701.9	3.51
	5.1900	0.0200	168.4	-9.2	-488.5	4.10
	5.2100	0.0200	163.0	-3.4	-269.5	4.28

E - V curve



ตัวอย่างผลการทดลอง

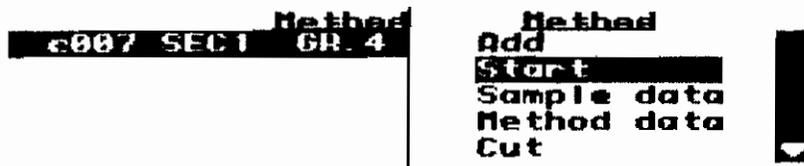
1. ขั้นตอนการ standardize สารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

METTLER DL70EB Titrator V3.1 Chemistry Department
Anal. Chem. Ramkhamhaeng University

Method	c006 Titer $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.05mol/L)		10-Sep-1997	9:20		
User	segl gr3 4 5					
Measured	12-May-1998 10:31					
SAMPLE						
No.	171					
Titration stand	Stand 1					
Identification	KIO ₃					
Weight m	m = 0.0088 g					
Correction factor	f = 1.0					
Mol.mass	M = 213.97 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-BU					
Temperature	Manual	25.0 °C				
Consumption	EQP 1	VEQ1 = 5.1530 mL	Q1 = 0.25215 mmol			
Excess		EPOT1 = 223.4 mV	VEX = 0.0570 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-BC					
Temperature	Manual	25.0 °C				
	Volume mL	Increment mL	Signal mV	Change mV	1st deriv. mV/mL	Time mins
E11	0.0000		323.9			0:06
	0.5700	0.5700	322.6	-1.3	-2.2	0:13
E12	0.8540	0.2840	322.2	-0.4	-0.5	0:20
	1.0000	0.1460	321.9	-0.4	-0.4	0:26
	1.2000	0.2000	321.4	-0.4	-0.5	0:33
	1.4000	0.2000	321.0	-0.4	-0.4	0:39
	1.6000	0.2000	320.5	-0.5	-0.5	0:46
	1.8000	0.2000	319.8	-0.6	-0.7	0:53
	2.0000	0.2000	319.3	-0.5	-0.5	1:00
	2.2000	0.2000	318.4	-0.9	-0.9	1:05
	2.4000	0.2000	317.7	-0.7	-0.8	1:13
	2.6000	0.2000	316.7	-0.9	-1.0	1:20
	2.8000	0.2000	315.8	-0.9	-0.9	1:27
	3.0000	0.2000	314.8	-1.1	-1.1	1:34
	3.2000	0.2000	313.7	-1.1	-1.1	1:41
	3.4000	0.2000	312.3	-1.3	-1.3	1:48
	3.6000	0.2000	310.8	-1.5	-1.5	1:55
	3.8000	0.2000	309.1	-1.7	-1.7	2:02
	4.0000	0.2000	307.1	-2.0	-2.0	2:09
4.2000	0.2000	304.8	-2.3	-2.3	2:16	
4.4000	0.2000	301.8	-3.0	-3.0	2:23	
4.6000	0.2000	297.8	-4.0	-4.0	2:30	
4.8000	0.2000	291.9	-5.9	-5.9	2:38	
5.0000	0.2000	280.7	-11.2	-11.2	2:46	
5.0760	0.0760	267.0	-13.7	-13.7	2:56	
5.1300	0.0540	256.1	-10.9	-10.9	3:05	
5.1300	0.0000	251.6	-24.5	-24.5	3:21	

37. กดปุ่ม **Sel** ที่เครื่องไทเทรตอัตโนมัติจะเกิดการถ่ายน้ำหนักจากเครื่องชั่งไปยังเครื่องไทเทรตอัตโนมัติเพื่อการคำนวณผล กด **run** รอนน้ำหนักขึ้นที่หน้า **sample data** กด **run** หน้าจอจะกลับมาอยู่ที่หน้า **sample data** และ **Sample No.** เป็น 1/2

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



39. นำบีกเกอร์ที่ใส่สารตัวอย่างแต่ละใบ เติมน้ำกลั่น 40 ml. ทันทันที่ชั่งแต่ละใบเสร็จ ถ้านักศึกษาเติมน้ำซ้ำจะทำให้ไอโอดีนในตัวอย่างระเหยไปได้บ้าง ทำให้ผลการทดลองที่ได้ไม่ถูกต้อง

40. นำบีกเกอร์ใบที่ 1 ใส่ที่ stand กด **run** 5 ครั้ง จนขึ้น **Stir function** รอนไทเทรตเสร็จ และพิมพ์ผลเสร็จ แล้วจึงใส่บีกเกอร์ใบที่ 2 กด **run** 2 ครั้ง รอนไทเทรตและพิมพ์ผลเสร็จ จึงใส่บีกเกอร์ใบที่ 3 กด **run** 2 ครั้ง ตามลำดับ ในการเปลี่ยนบีกเกอร์แต่ละครั้งต้องล้างหัว Stirer และ tip ทุกครั้ง

41. เมื่อไทเทรตและพิมพ์ผลเสร็จทั้ง 3 ครั้งให้กด **run** 1 ครั้ง เครื่องจะพิมพ์ค่าเฉลี่ยให้

42. กด **exit** ไปหา **main menu** ปิดจุกที่ปลายหัว และเก็บเช็ไว้ในสารละลายในหลอดเก็บหัว

43. ปิดสวิทซ์เครื่องพิมพ์ เครื่องไทเทรตอัตโนมัติ stabilizer และดึงปลั๊กเสียบออกจากเต้า

===== เสรีงการทดลอง =====

33. พิมพ์ C007 กดลูกศรลง ให้แถบเข้มอยู่ที่ User พิมพ์ Sec.... Gr....

```

Method ID      Method entry
User          c007
SEC1__GR. 4__
    
```

กด run

34. จอขึ้น Method data

```

Method data
Sample function No. 1
ID1                1_2
Number samples     3_
Titration stand   Stand 1
Temperature [°C]   25.0
    
```

กด run

35. จอขึ้น Sample data เตรียมชั่งสารตัวอย่าง

```

Sample data
Sample No.        1/1
ID2
Height [g]       0.0
Minimum [g]      0.5
Maximum [g]      3.0
    
```

36. ชั่งสารตัวอย่างยาทิงเจอร์ไอโอดีนให้มีน้ำหนักในช่วง 0.5-3.00 ตัวอย่าง

(ถ้าตัวอย่างยาไอโอดีนมากกว่า 1% ให้ชั่งไม่เกิน 1.0 กรัม)

- ที่เครื่องชั่ง กด on / off bar รอนจนหน้าจอขึ้น 0000

- กดปุ่ม select ประตูจะเปิดเอง เอาบีกเกอร์ใบที่ 1 ใส่ กดปุ่ม select เพื่อปิดประตู กด Rezero bar ลงเพื่อ tare น้ำหนักให้เป็น 0000

- นำบีกเกอร์ออกจากเครื่องชั่ง หยดสารละลายไอโอดีนใส่ในบีกเกอร์ให้มีน้ำหนักในช่วง 0.5-3.0 กรัม นำบีกเกอร์ใส่เครื่องชั่ง รอนจนน้ำหนักนิ่ง (ห้ามชั่งออกนอกช่วงโดยเด็ดขาด และถ้าตัวอย่างเป็นชนิดที่มีไอโอดีนสูงถึง 2% ให้ชั่งในช่วง 0.5-1.0 กรัม)

25. กดลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มไปอยู่ที่ **Installation** กด **run**
26. แถบเข้มจะอยู่ที่ **Titrant** กด **run** จอจะขึ้นหัวข้อ **Titrant**
27. กดลูกศรลงไปเรื่อยๆ จนแถบเข้มอยู่ที่ **Titrant Na₂S₂O₃ 0.05 M Drive 2** แล้วกด **run**
28. แถบเข้มอยู่ที่ **modify** กด **run**
29. ให้ตรวจสอบดูว่าค่า **titer** ที่แสดงไว้ที่เครื่อง เป็นค่าเดียวกับที่เครื่องพิมพ์พิมพ์ค่าเฉลี่ยไว้ให้หรือไม่ ถ้าไม่ใช่ให้พิมพ์ใหม่โดยกดลูกศรลงให้แถบเข้มไปอยู่ที่หัวข้อ **Titer** แล้วพิมพ์ค่าตัวเลขที่ถูกต้องให้ตรงกันกับที่ทำการทดลองได้
30. กด **exit** 3 ครั้ง ไปหา **main menu**

การหาปริมาณไอโอดีนในตัวอย่าง

31. ขณะนี้จอจะอยู่ที่ **main menu** แถบเข้มอยู่ที่ **Analysis**

```

MAIN MENU
INSTALLATION
EDITOR
ANALYSIS
AUXILIARY FUNCTIONS
  
```

กด **run**

32. กด   ลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มไปอยู่ที่ **Add**

Method	Method
* ๔00๖ SEC1 GR. 4	Add
	Start
	Sample data
	Display
	Records

กด **run**

18. นำบีกเกอร์ที่ชั่งสาร KIO_3 ทั้ง 2 ใบ เติมน้ำกลั่นประมาณ 40 ml KI ประมาณ 2 กรัม และ $2\text{ N H}_2\text{SO}_4$ 5 ml ลงในแต่ละใบเรียงไว้ตามลำดับ (ห้ามสลับกัน)

19. ล้างขั้ว stirer และ tip ของบิวเรตให้สะอาด แล้วนำบีกเกอร์ใบที่ 1 ใส่ที่ Stand กด run 5 ครั้ง จนขึ้น Stir function เครื่องจะทำการไทเทรตให้อย่างอัตโนมัติ หลังจากไทเทรตเสร็จ เครื่องพิมพ์จะพิมพ์ผลการทดลองให้ รอจนเครื่องพิมพ์พิมพ์ผลเสร็จ

```
Stir function
Wait time [s]    10
Speed [%]        30
```

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

21. เมื่อเครื่องพิมพ์ พิมพ์ผลการทดลองครั้งที่ 2 เสร็จ ให้กด run อีก 1 ครั้ง

22. เครื่องพิมพ์จะพิมพ์ค่าเฉลี่ยของการทดลองทั้งสองครั้งให้ ผลการทดลองที่ได้คือค่า titer ของสารละลาย $0.05\text{ M Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (titer หมายถึงค่าที่นำมาคูณกับค่า 0.05 M แล้ว คือความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลาย $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ที่ทำการ standardize ได้) เครื่องจะทำการบันทึกค่าที่ได้ใน Mode Installtion

23. เมื่อเครื่องพิมพ์ พิมพ์ค่าเฉลี่ยของ titer เสร็จให้กด run อีก 1 ครั้ง จอจะขึ้นหน้า method

```
Method
* c006 SEC 1 GR 4

Method
Add
Start
Sample data
Display
Records
```

24. กด exit 2 ครั้ง ไปหา main menu

(ข้อที่ 25-30 ไม่จำเป็นต้องทำก็ได้ ให้ข้ามไปทำข้อที่ 31)

14. จอขึ้น Sample data เตรียมชั่ง KIO₃

Sample data	
Sample No.	1/1
ID2	
Height [g]	0.0
Minimum [g]	0.007
Maximum [g]	0.011

ทำ Standardization ข้อ 15-20

15. ชั่ง KIO₃ ให้มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 0.007-0.01 กรัม โดยใช้เครื่องชั่งที่ต่อเข้ากับเครื่องไทเทรตอัตโนมัติรุ่น AT 200

- กด on / off bar ของเครื่องชั่งลง รอจนหน้าจอขึ้น 0000

- กดปุ่ม select ประดูจะเปิดเอง เอาบีกเกอร์ใบที่ 1 ใส่ กดปุ่ม select เพื่อปิดประตู กด Rezero bar ลงเพื่อ tare น้ำหนักให้เป็น 0000

- ดักสาร KIO₃ ใส่ให้มีน้ำหนักในช่วง 0.007-0.01 กรัม (ห้ามชั่งออกนอกช่วงโดยเด็ดขาด) รอจนน้ำหนักนิ่ง

16. กดปุ่ม Sel ของเครื่องไทเทรตอัตโนมัติ เครื่องจะถ่ายน้ำหนักจากเครื่องชั่งไปยังเครื่องไทเทรตอัตโนมัติเองเพื่อการคำนวณผล รอจนตัวเลขนิ่ง กด run เพื่อให้น้ำหนักเข้าไปที่ sample data กด run อีกครั้ง

17. ทำข้อ 15-16 ซ้ำอีก 1 บีกเกอร์ (รวมทั้งหมดจะได้ 2 ตัวอย่าง) ปิดเครื่องชั่งโดยยก on / off bar ขึ้น ขณะนี้หน้าจอจะขึ้นหน้า method แถบเข็มอยู่ที่ start ให้หยุดกดปุ่มใดๆ ที่เครื่องไทเทรตอัตโนมัติ ให้ทำข้อ 18 ก่อนแล้วจึงกลับมาทำที่เครื่อง

Method	Method
c006 SEC1 GR. 4	Add
	Start
	Sample data
	Method data
	Cut

11. กด  ลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มอยู่ที่ Analysis

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

กด run

จอจะขึ้น method และมีแถบเข้มอยู่ที่ Add หรือเลื่อนแถบเข้มไปที่ Add

```
Method
Method
Add
```

กด run

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

```
Method entry
Method ID
User
```

กด run

13. จอขึ้น Method data

```
Method data
Sample function No. 1
ID1 K10
Number samples 2
Titration stand Stand 1
Temperature [°C] 25.0
```

กด run

หมายเหตุ ถ้าต้องการจำนวนตัวอย่าง (number sample) มากกว่า 2 ค่า ให้พิมพ์ตัวเลขที่ต้องการ
ที่ตัวเลข 2

6. แถบเข็มจะอยู่ที่ 1 Burette

```
Auxiliary functions
1 Burette
2 Stirrer
3 Sensor
6 Auxiliary instrument
8 Offset adjustment sensor inputs
```

กด run

7. แถบเข็มจะอยู่ที่ 1 Rinse burette Drive 2

```
Burette
1 Rinse burette Drive 2
2 Rinse tip Drive 2
3 Dispense Drive 2
4 Dispense cont. Drive 2
5 Man. titration NaOH DG111-SC
```

กด run

(ถ้าไม่อยู่ที่ Drive 2 ต้องเลื่อนแถบเข็มไปที่ modify แล้วเปลี่ยน drive เป็น drive 2 โดยกด Set)

8. แถบเข็มจะอยู่ที่ 2 start

```
Bure | Aux. function
1 Rinse burette | 1 Modify
2 Rinse tip | 2 Start
3 Dispense
4 Dispense cont.
5 Man. titration
```

กด run

9. ในขณะที่เครื่อง rinse burette อยู่ให้สังเกตฟองอากาศตามสายยาง และสังเกตที่ปลายบิวเรตต์ ว่าสารละลายไหลสม่ำเสมอ ถ้ายังมีฟองอากาศอยู่ให้กด run อีก เมื่อเครื่อง rinse ครั้งที่ 1 เสร็จ ทำแบบนี้ 2-3 ครั้ง จนแน่ใจว่าไม่มีฟองอากาศและสิ่งอุดตันอยู่ที่ปลาย tip และต้องรอจนกระทั่งเสียงปั๊มสารละลายเข้าบิวเรตต์หยุด จึงทำงานต่อ

10. กด Exit 3 ครั้ง ให้ขึ้น main menu

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

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

วิธีการทดลอง

1. เตรียมสารละลายมาตรฐาน $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ เข้มข้นประมาณ 0.05 M จำนวน 500 ลบ.ซม. บรรจุในขวดบรรจุสารละลายมาตรฐานที่ต่อเข้ากับบิวเรต ซึ่งอยู่ที่ drive 2 (ถ้าของเดิมมีพื่อไม่ต้องเตรียมใหม่)

2. เลือกขั้ว DM 140-SC เสียบเข้าที่ตัวเสียบที่ต่อเข้าที่ Sensor 2 (อาจารย์ต่อไว้ให้แล้ว) อย่าลืมเปิดจุกที่ปลายขั้ว (เมื่อทำการทดลองเสร็จอย่าลืมปิด) แล้วนำขั้วใส่ในช่องของ stand

3. นำปลาย tip ของบิวเรตเสียบเข้าที่ช่องของ stand โดยหมุนวงแหวนสีเทาเข้มที่ stand ตามเข็มนาฬิกา 2-3 รอบ เสียบบีกเกอร์เข้าที่วงแหวน แล้วหมุนทวนเข็มนาฬิกากลับให้แน่น (อย่าแน่นมากจนปากบีกเกอร์แตก)

4. เสียบปลั๊ก เปิดสวิทซ์ stabilizer เปิดสวิทซ์ที่เครื่องไทเทรต เปิดเครื่อง printer รอจนขึ้น

main menu

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

5. กด   ลูกศรขึ้นลงให้แถบเข้มอยู่ที่ Auxiliary functions

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

กด run

เทคนิคนี้จะทำให้การทดลองทำได้เร็วขึ้นและในช่วง potential jump ของเคอร์ฟมีความชัดเจนดี ใ้กับปฏิกิริยากรด-เบส และปฏิกิริยาการตกตะกอนได้ดี

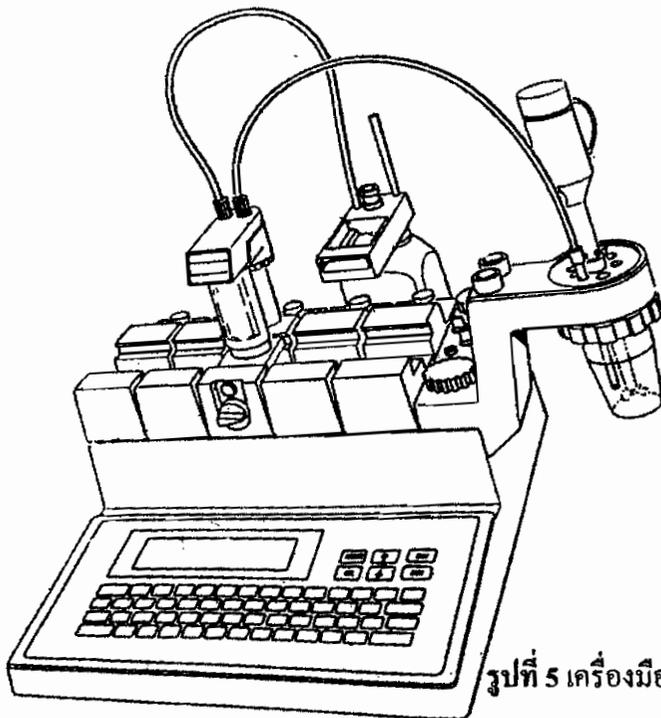
การตัดสินใจว่าควรใช้เทคนิคใดในการไทเทรตให้ดูจาก potential jump ของไทเทรชันเคอร์ฟ ถ้าบริเวณจุดสมมูลมี potential jump มาก สามารถเลือกใช้เทคนิคของ Incremental ได้

จุดประสงค์ของการทดลอง

1. ศึกษาวิธีการใช้เครื่องมือไทเทรตอัตโนมัติ Mettler DL 70 ES
2. วิเคราะห์หาปริมาณไอโอดีนในตัวอย่างยาทิงเจอร์ไอโอดีน

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- เครื่องมือไทเทรตอัตโนมัติ Mettler DL 70ES
- Combined platinum ring electrode (DM 140-SC)
- เครื่องชั่งอย่างละเอียด ซึ่งต่อเข้ากับเครื่อง ไทเทรตอัตโนมัติเพื่อส่งน้ำหนักที่ชั่งได้เข้าเครื่องมือเพื่อการวิเคราะห์ผลอย่างอัตโนมัติ

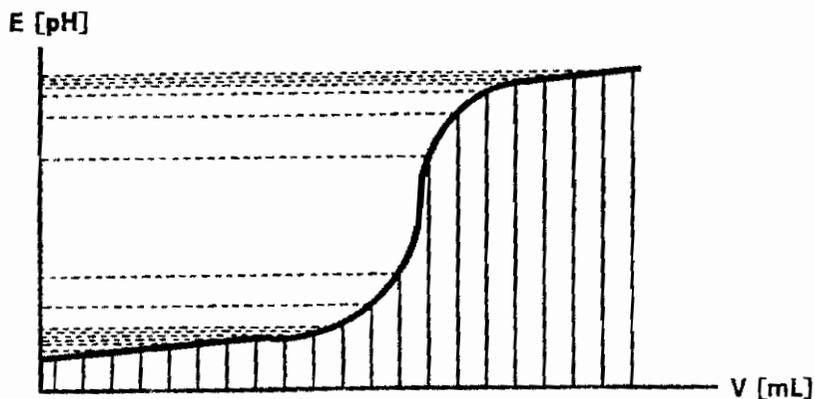


รูปที่ 5 เครื่องมือไทเทรตอัตโนมัติ Mettler DL 70ES

เทคนิคในการไทเทรตเพื่อให้ได้ไทเทรชันเคอร์ฟที่ใช้ในการหาจุดยุติหรือจุดสมมูล สามารถทำได้ 2 วิธี คือ

1. การเติมไทแทนต์โดยให้ปริมาตรที่เติมคงที่หรือเท่ากันตลอดการไทเทรต

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

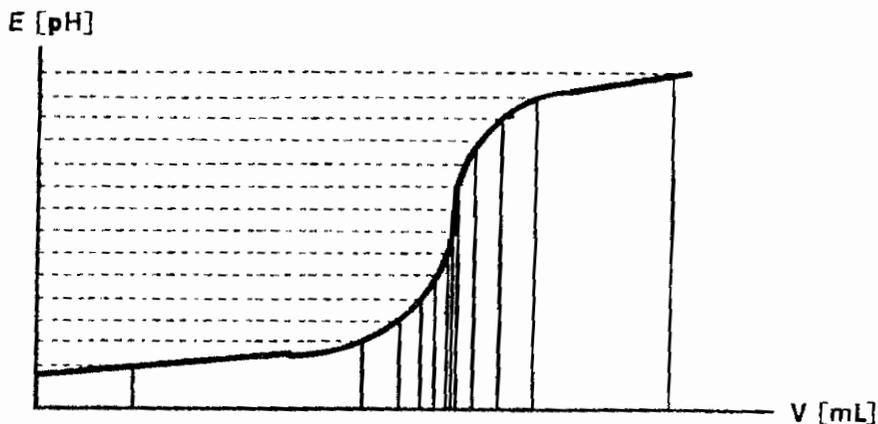


รูปที่ 3

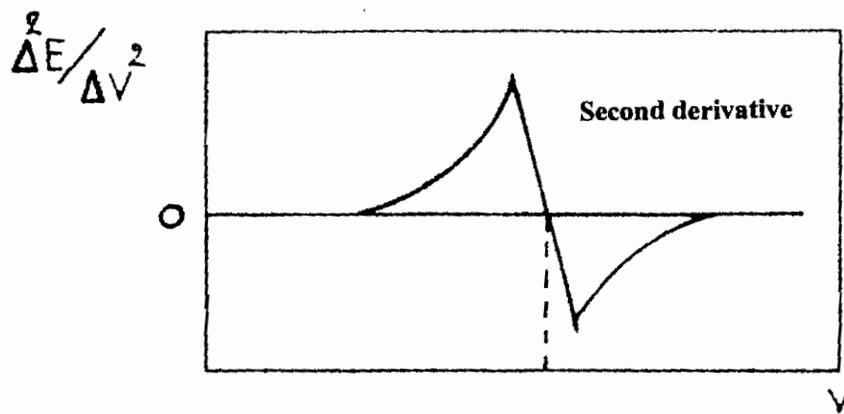
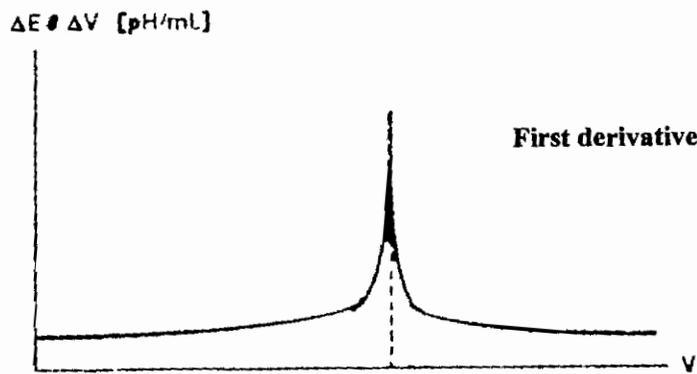
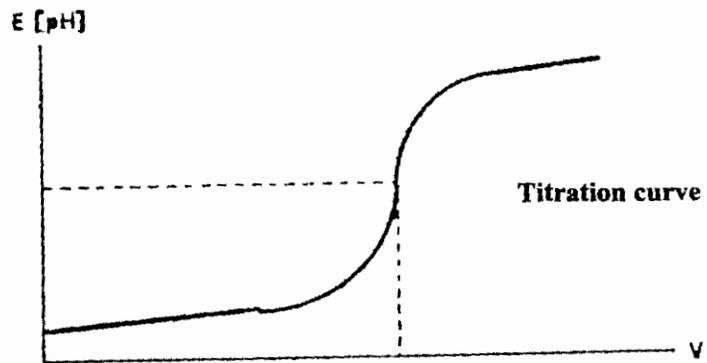
เทคนิคนี้จะให้เคอร์ฟที่มีความชัดเจนเมื่อ V มีค่าน้อยๆ ซึ่งจะทำให้การทดลองซ้ำ การทำ Redox titration สามารถใช้เทคนิคนี้ได้ดี เพราะเคอร์ฟที่ได้จากปฏิกิริยารีดอกซ์มี potential jump ที่บริเวณจุดสมมูลมากกว่าปฏิกิริยากรด-เบส และปฏิกิริยาการตกตะกอน

2. การเติมไทแทนต์โดยให้มีค่า E หรือ pH คงที่ ดังนั้นปริมาตรที่เติมแต่ละครั้งจะ

ไม่เท่ากัน ($E = \text{constant}$) เรียกว่า Dynamic Technique



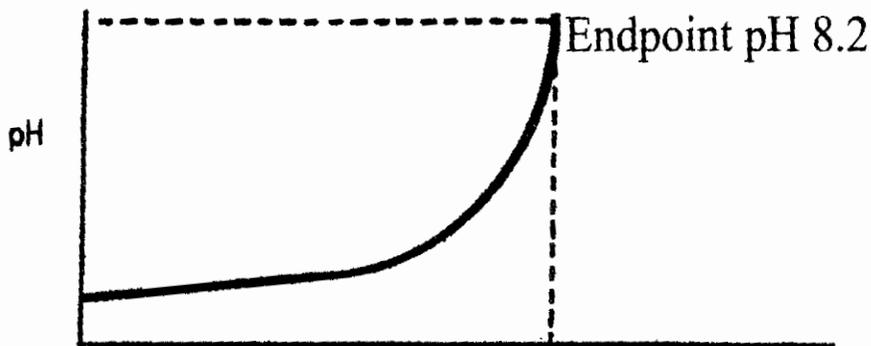
รูปที่ 4



รูปที่ 2 Equivalent Point Titration

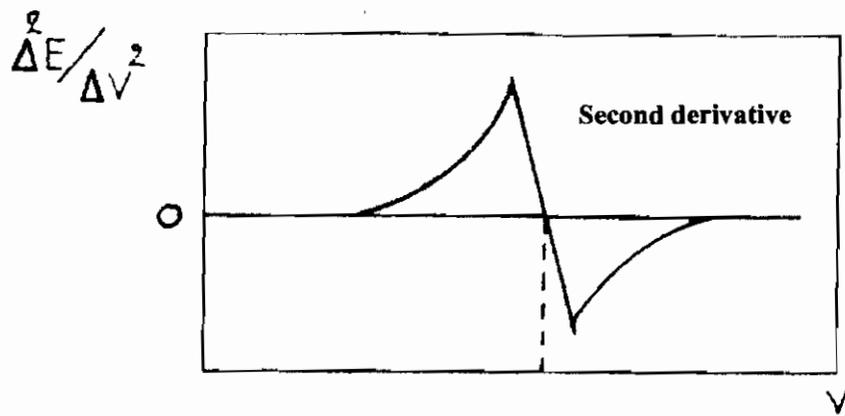
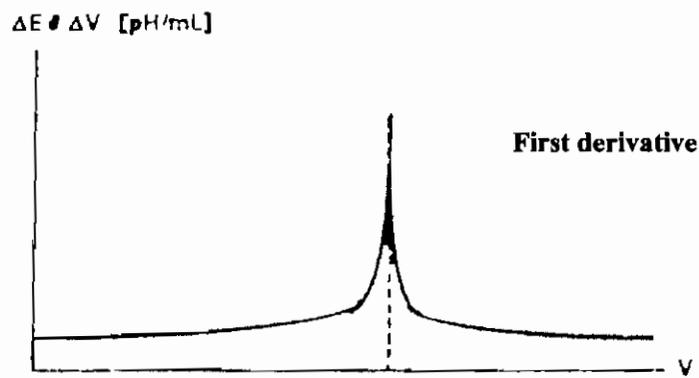
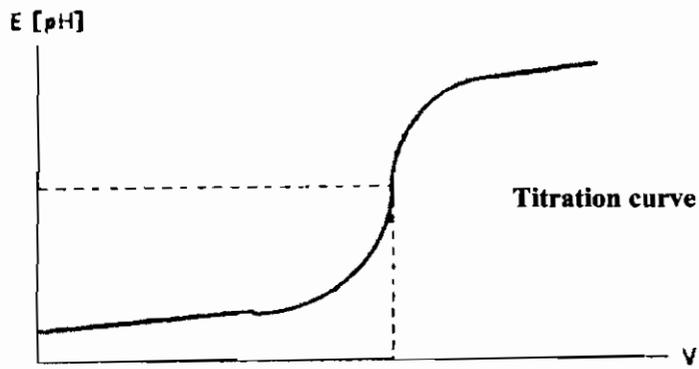
วิธีการไทเทรตโดยใช้เครื่องไทเทรตอัตโนมัติทำได้ 2 แบบ คือ

1. **End point titration** คือกำหนดให้เครื่องไทเทรตจนถึงค่า pH หรือ mV ที่ทราบว่า เป็นจุดยุติของปฏิกิริยา จำนวนปริมาตรที่ใช้ไปจนถึงจุดยุติจะถูกนำไปคำนวณผลด้วยส่วนประมวลผล ของเครื่องมือ



รูปที่ 1 End Point Titration

2. **Equivalence point titration** คือกำหนดให้ใช้ปริมาณไทเทรนต์ในการไทเทรต เกินจุดสมมูลของปฏิกิริยาจากไทเทรชันเคอร์ฟที่ได้ เครื่องสามารถคำนวณหาจุดสมมูลของปฏิกิริยา ได้โดยใช้วิธีการคำนวณจาก E-V curve , $\Delta E / \Delta V$ -V curve (first derivative) และ $\Delta^2 E / \Delta V^2$ -V curve (second derivative curve)



รูปที่ 2 Equivalent Point Titration