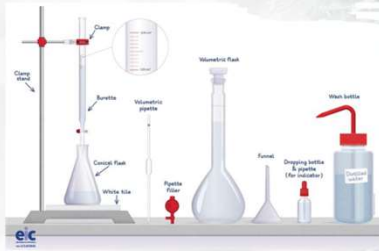


## บทที่ 6 ปริมาตรวิเคราะห์ (Volumetric Analysis)

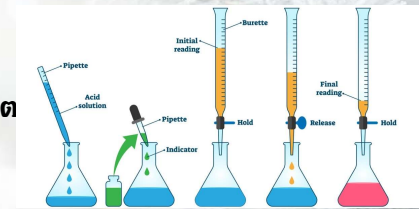


[https://www.facebook.com/story.php?story\\_fbid=457578970126689&id=100076237685306](https://www.facebook.com/story.php?story_fbid=457578970126689&id=100076237685306)

1

## วัตถุประสงค์

1. สารละลายมาตรฐานและการเตรียม
2. ขั้นตอนการไทเทรต
3. การคำนวณผลการไทเทรต



<https://chemistrymadesimple.net/episode/13/>

2

2

### 6.1 สารละลายมาตรฐาน (Standard Solution)

สารละลายมาตรฐาน คือ สารละลายที่ทราบความเข้มข้นที่ถูกต้องและแน่นอน มีวิธีการเตรียม 2 วิธี คือ

1. วิธีตรง (direct Method)
2. วิธีอ้อม (Indirect Method) โดยชั่งมาหยาบ ๆ แล้วนำไปหาความเข้มข้นที่แน่นอน กับ **สารละลายปฐมภูมิ** เรียกวิธีนี้ว่า **standardization**

3

3

### 6.2 สารปฐมภูมิ (Primary standard substance)

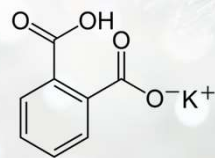
1. ต้องมีความบริสุทธิ์สูง
2. ต้องเป็นสารที่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงขณะชั่ง
3. ต้องมีน้ำหนักโมเลกุลสูง
4. ต้องละลายได้ในสถานะแวดล้อมที่ทำการทดลอง
5. ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต้องเป็นอัตราส่วนของเลขลงตัวที่แน่นอน

4

4

## ตัวอย่างที่ 6.1

จงคำนวณว่าต้องใช้สาร KHP ( $204.23 \text{ g/mol}$ ; %assay = 98.0) ที่กัรับ  
ในการเตรียมสารละลายเข้มข้น  $0.12 \text{ M}$  จำนวน  $250.0 \text{ mL}$ .

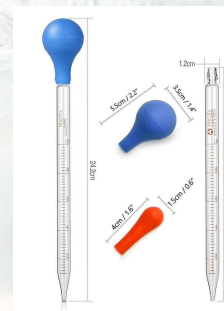
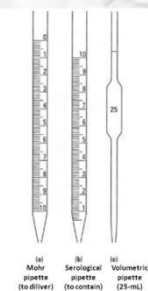


KHP

Potassium Hydrogen Phthalate

5

## อุปกรณ์เครื่องแก้ว



<https://chemistry.stackexchange.com/questions/144159/how-to-identify-a-blow-out-pipette>

6

5

6

Burette

Erlenmeyer

Pipette Farbindikator

<http://www.chim.lu/dch0216.php>

<https://www.911metallurgist.com/blog/how-to-do-a-manual-titration>

<https://www.quora.com/Why-should-the-colour-change-when-we-add-a-base-to-an-acid-in-titration>

<http://www.wiredchemist.com/chemistry/instructional/laboratory-tutorials/volumetric-analysis>

7

7

| pH Indicator Chart |          |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
|--------------------|----------|---------|---------|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|
| Indicator          | pH Range |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Indicator          | 1        | 2       | 3       | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 |
| Thymol Blue        | 1.2-2.8  | 2.8-8.0 | 8.0-9.2 |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Methyl Orange      | 3.0-4.4  |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Bromphenol Blue    | 3.0-4.6  |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Congo Red          | 3.0-5.0  |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Bromcresol Green   | 3.8-5.4  |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Methyl Red         | 4.4-6.2  |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Bromthymol Blue    | 6.0-7.6  |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Phenol Red         | 6.8-8.4  |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Phenolphthalein    | 8.2-10.0 |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |
| Thymolphthalein    | 9.3-10.5 |         |         |   |   |   |   |   |   |    |    |    |    |    |

© 2019 Flinn Scientific, Inc. All Rights Reserved.  
497291

FLINN  
SCIENTIFIC

8

8

**ตัวอย่างที่ 6.2**

จงหาความเข้มข้นของสาร  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ชั่งมา 1.5820 กรัม  
เตรียมในปริมาตร 100.00 mL (105.99 g/mol; %assay 99.8)

**ตัวอย่างที่ 6.3**

ให้นักศึกษาเตรียมสาร  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  เข้มข้น 1.20 mM 250.00 มิลลิตรจาก  
สารละลายข้อ 6.2

9

**Sulphuric acid**

<https://www.mpimpex.co.th/product/sulphuric-acid-98-4/11000339797004545/110003397970038247anslid=AfmB0C0oAUlChC2e1Km4wQV-6L4U2SZa2AoORlJq-0n45fM08lQzZT>

10

**ตัวอย่างที่ 6.4**

จงคำนวณปริมาตรของกรดซัลฟูริกเข้มข้นที่ใช้เตรียมเป็น  
สารละลายความเข้มข้น 0.50 M ปริมาณ 500.00 ลบ.ซม.

จากขบวนการตรวจสอบการเคลื่อนที่เข้มข้น จะบอกค่าต่าง ๆ ดังนี้

น้ำหนักโมเลกุล = 98.08

เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก = 98.00 %

ความหนาแน่น = 1.80 กรัมต่อลบ.ซม.

11

การคำนวณหาปริมาณกรดเกลืออีกแบบหนึ่ง คือ

$$V = \frac{MM' \times 100}{Pd}$$

V = ปริมาตรของกรดเข้มข้นที่ต้องการเตรียม

M = ความเข้มข้น โมลต่อลบ.ดม. 0.20 M

M' = น้ำหนักโมเลกุล

P = เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของ  $\text{HNO}_3$

D = ความหนาแน่นของ HCl เข้มข้น  
1.51 กรัมต่อลบ.ซม.

12

### ข้อกำหนดในการวิเคราะห์แบบปริมาตรวิเคราะห์

1. ปฏิกิริยาต้องเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วและเกิดอย่างสมบูรณ์
2. จุดยุติที่มองเห็นต้องปรากฏนานอย่างน้อย 30 วินาที
3. ปฏิกิริยาต้องสามารถดุลสมการได้และไม่เกิดปฏิกิริยาข้างเคียง
4. จุดยุติต้องได้ใกล้เคียงกับจุดสมมูล

13

13

### 6.3 การหาจุดยุติ (Detection of end point)

#### 1. วิธีสังเกตด้วยตาเปล่า

(Visual method หรือ Chemical indicator method)

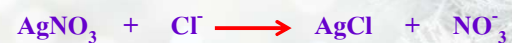
- 1.1 ไตเตรนต์ หน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์ เช่น  $\text{KMnO}_4$
- 1.2 อินดิเคเตอร์ กรด-เบส (acid – base indicators, HIn)
- 1.3 รีดอกซ์อินดิเคเตอร์ (redox indicator)
- 1.4 การเกิดสารประกอบที่ละลายได้และมีสีต่างออกไป

14

14

#### 1.5 สังเกตการหายไปของสารละลายที่ถูกไตเตรต

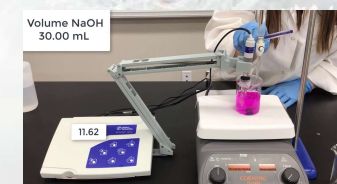
#### 1.6 สังเกตการตกตะกอน เช่น $\text{Ag}^+$



15

15

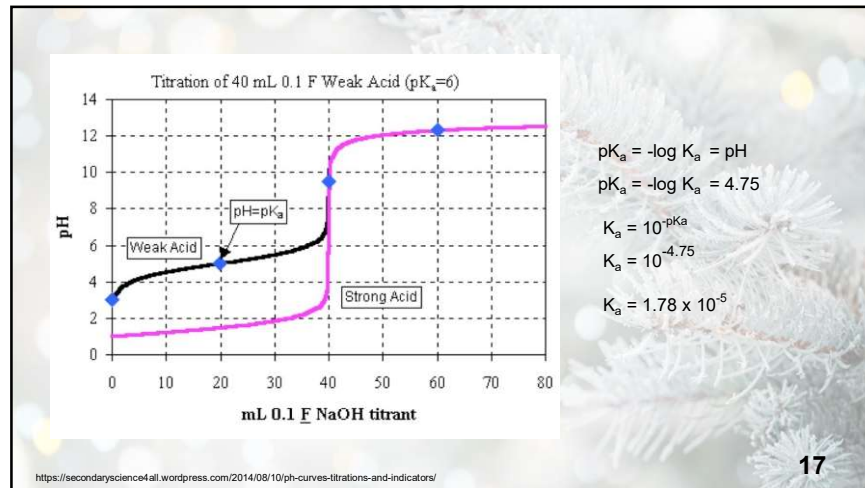
### 2. วิธีเชิงไฟฟ้า



<https://www.youtube.com/watch?v=L1mB4SZ7n6Q>

16

16



17

17

## 6.4 การแบ่งชนิดของปริมาตรวิเคราะห์

1. ปฏิริยาการไทเทรต กรด-เบส  
(Acid-Base titration)
2. ปฏิริยาไทเทรตแบบรีดอกซ์  
(oxidation –reaction หรือ redox titration)
3. ปฏิริยาการไทเทรตแบบเกิดสารประกอบ  
เชิงซ้อน (Complex formation titration)
4. ปฏิริยาการไทเทรตแบบตกตะกอน  
(Precipitation titration)

18

18

## ประเภทของชนิดการไทเทรต

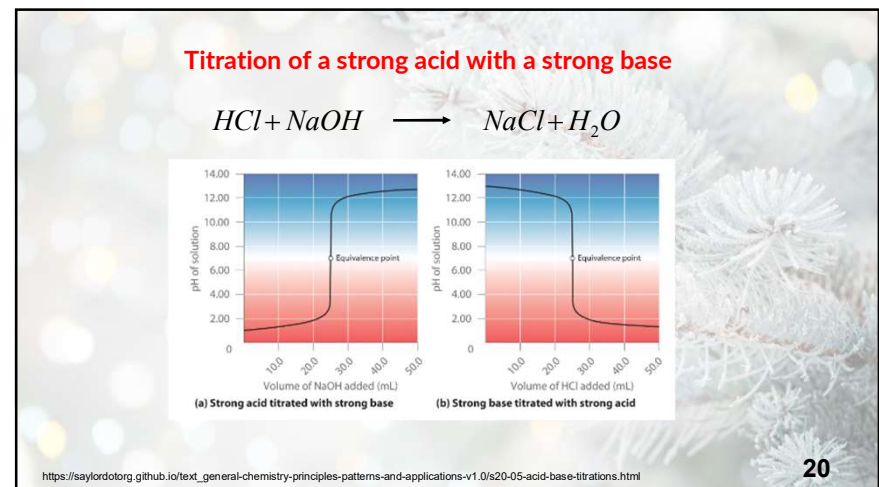
แบ่งตามชนิดของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น

1. การไทเทรตระหว่างกรดและเบส (Acid-base titration)

- Titration of a strong acid with a strong base
- Titration of weak acid and a strong base
- Titration of weak base and a strong acid
- Titration of weak base and a weak acid

19

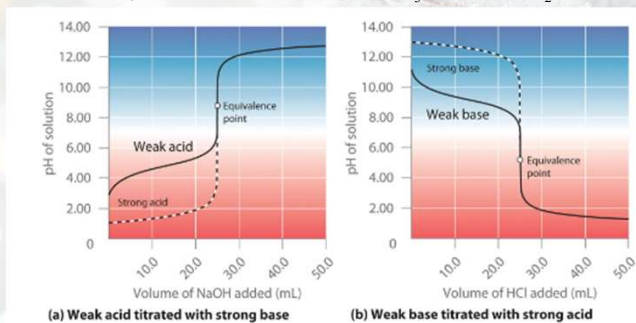
19



20

20

### Titration of weak acid and a strong base

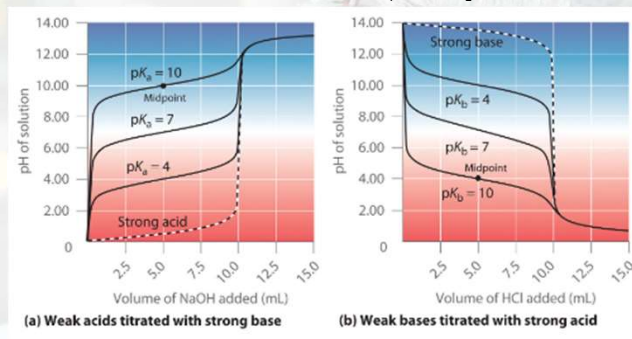


[https://saylordotorg.github.io/text\\_general-chemistry-principles-patterns-and-applications-v1.0/s20-05-acid-base-titrations.html](https://saylordotorg.github.io/text_general-chemistry-principles-patterns-and-applications-v1.0/s20-05-acid-base-titrations.html)

21

21

### Titration of weak base and a strong acid



[https://saylordotorg.github.io/text\\_general-chemistry-principles-patterns-and-applications-v1.0/s20-05-acid-base-titrations.html](https://saylordotorg.github.io/text_general-chemistry-principles-patterns-and-applications-v1.0/s20-05-acid-base-titrations.html)

22

22

### แบบฝึกหัด

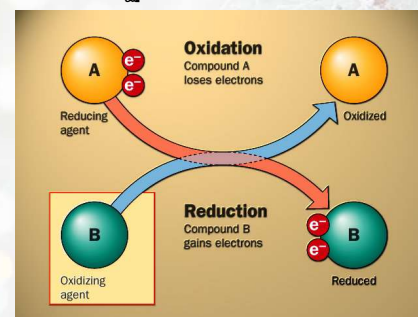
1. If 0.20 M NaOH is added to 50.0 mL of a 0.10 M solution of HCl, we solve for Vb:
2. Calculate the pH of the solution after 24.90 mL of 0.200 M NaOH has been added to 50.00 mL of 0.100 M HCl.

23

23

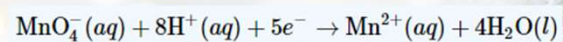
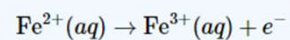
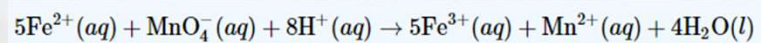
### 2. การไทเทรตแบบออกซิเดชัน – รีดักชัน (Oxidation – reduction titration)

ประกอบด้วย 2 ปฏิกิริยาคือ ออกซิเดชัน – รีดักชัน



27

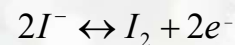
24



25

25

### 1. Direct titration

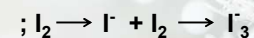


Iodimetry



### 2. Indirect titration or Replacement titration

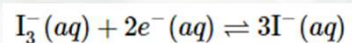
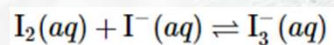
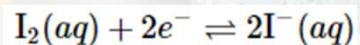
Iodometry



[http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical\\_Chemistry/Analytical\\_Chemistry\\_2.0/09\\_Titrimetric\\_Methods/9D\\_Redox\\_Titrations](http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical_Chemistry/Analytical_Chemistry_2.0/09_Titrimetric_Methods/9D_Redox_Titrations)

26

26

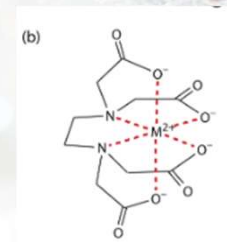
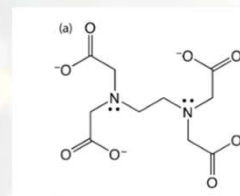


27

27

### 3. การไทเทรตแบบเกิดสารประกอบเชิงซ้อน (Complex metric titration)

EDTA is Ethylene Diamine Tetra Acetic acid.



[https://chem.libretexts.org/Ancillary\\_Materials/Demos\\_Techniques\\_and\\_Experiments/General\\_Lab\\_Techniques/Titration/Complexation\\_Titration](https://chem.libretexts.org/Ancillary_Materials/Demos_Techniques_and_Experiments/General_Lab_Techniques/Titration/Complexation_Titration)

28

28

**Mg<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Sr<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Al<sup>3+</sup>, Y<sup>3+</sup>, La<sup>3+</sup>**

$$\text{Me}^{n+} + \text{H}_4\text{Y} \rightleftharpoons \text{MeY}^{4-n-} + 4\text{H}^+$$

$$\text{Mg}^{2+} + \text{HInd}^{2-} \rightarrow \text{MgInd}^- + \text{H}^+$$

Blue                      Red

$$\text{MgInd}^- + \text{H}_2\text{Y}^{2-} \rightarrow \text{MgY}^{2-} + \text{HInd}^{2-} + \text{H}^+$$

Red                      colorless                      blue



Before                      Near Equivalence point                      After

<https://www.youtube.com/watch?v=YL35QZiamWI>

$$\text{Cd}^{2+}(\text{aq}) + \text{Y}^{4-}(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{CdY}^{2-}(\text{aq})$$

$$K_f = \frac{[\text{CdY}^{2-}]}{[\text{Cd}^{2+}][\text{Y}^{4-}]}$$

<https://www.sciencedirect.com/topics/chemistry/complexometric-titration>  
[https://chem.libretexts.org/Ancillary\\_Materials/Demos\\_Techniques\\_and\\_Experiments/General\\_Lab\\_Techniques/Titration/Complexation\\_Titration](https://chem.libretexts.org/Ancillary_Materials/Demos_Techniques_and_Experiments/General_Lab_Techniques/Titration/Complexation_Titration)

29

29

**4. การไทเทรตแบบเกิดตะกอน (Precipitation titration)**

- 1. Mohr's Method :**  
color precipitate
- 2. Volhard's Method :**  
water soluble complex
- 3. Fajan's Method :**  
Adsorption Indicator Method

30

30

**Mohr's Method**

ปริมาณ chloride  
**chromate ion** เป็นอินดิเคเตอร์  
 จุดยุติจะเกิดตะกอนสีแดงอูฐของ silver chromate  
 pH 7-10

**Titration Reaction :**

$$\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl(s)} ; K_{sp} = 1.0 \times 10^{-5} \text{ M}$$

ตะกอนขาว

**Detection Reaction at End Point :**

$$2\text{Ag}^+ + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4(\text{s})$$

$K_{sp} = 8.4 \times 10^{-5} \text{ M}$

31

31

**Volhard's Method**

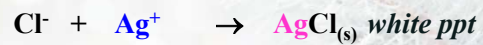
ทางตรงไทเทรต **thiocyanate**  
 ทางอ้อม(indirect titration) :  
**ferric alum** เป็น indicator  
 จุดยุติจะให้ สารละลายสีแดง ของ  
 สารประกอบเชิงซ้อน ferric thiocyanate,  
 $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$

32

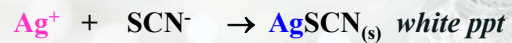
32

### Volhard's Method

#### Titration Reaction :



#### Back Titration :



#### Detection Reaction at End Point :



33

### Fajan's Method

#### or Adsorption Indicator Method

fluorescein : dichlorofluorescein เป็นอินดิเคเตอร์

แตกตัวจะได้ไอออน  $\text{FI}^-$  จะมีสีเขียวเหลือง



$\text{In}^-$  : dichlorofluorescein

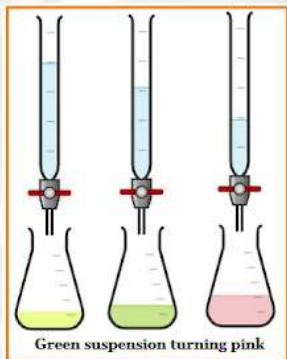
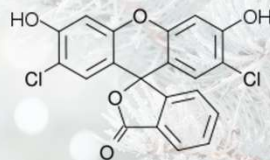


34

33

34

### dichlorofluorescein



Green suspension turning pink

<https://chrominfo.blogspot.com/2022/03/fajans-method-of-precipitation-titration.html>

35

35

### การคำนวณ

$$X = \frac{\text{จำนวนของโมลของไตเตรนที่เติม}}{\text{จำนวน โมลของสารตัวอย่าง}}$$

$$= \frac{C_t V_t}{C_s V_s} \quad (6.1)$$

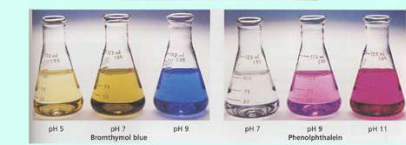
$$C_s = \frac{C_s^0 V_s}{V_s + V_t} \quad (6.2)$$

$$C_t = \frac{C_t^0 V_t}{V_s + V_t} \quad (6.3)$$

36

36

$$X = \frac{C_t}{C_s}$$



ถ้าการไตเตรตยังไม่ถึงจุดสมมูล  $X < 1$

ที่จุดสมมูล  $X = 1$

ถ้าเกินจุดสมมูล  $X > 1$

37

### ตัวอย่างที่ 6.6

จงหาความเข้มข้นของสารละลาย NaOH โดยปิเปตสารละลาย KHP มา 10.00 ลบ.ซม. ความเข้มข้นเข้มข้น  $2.30 \times 10^{-2} \text{ M}$  ไปไทเทรตกับสารละลาย NaOH ได้ค่าเฉลี่ยเท่ากับ 9.50 ลบ.ซม.

จากนั้น นำสารละลาย NaOH ไปทำปฏิกิริยากับสารละลาย HCl 10.00 mL ซึ่งใช้สารละลาย NaOH เฉลี่ยเท่ากับ 9.10 mL จงหาความเข้มข้นของสารละลาย HCl

38

ขั้นตอนในการคำนวณมีดังนี้



ขั้นที่ 1

$$\text{mol } A = \text{mol } B$$

$$V_A M_A = V_B M_B$$



39



$$\frac{M_B V_B}{b} = \frac{M_A V_A}{a}$$

$$aM_B V_B = bM_A V_A$$

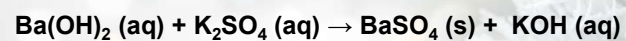
40

37

38

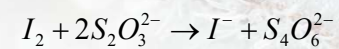
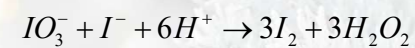
39

40



41

41



$$\frac{(\text{MV})_{\text{A}}}{a} = \frac{(\text{MV})_{\text{B}}}{b}$$

$$\frac{(\text{CV})_{\text{IO}_3^-}}{1} = \frac{(\text{CV})_{\text{S}_2\text{O}_3^{2-}}}{6}$$

42

42

ขั้นที่ 3 คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของสารที่ถูกไทเทรต (B)

$$\text{B (g)} = (\text{no mol}_B) (\text{MW}_B) = V_A M_A R (\text{MW}_B)$$

ขั้นที่ 4 คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของสารที่ถูกไทเทรต (B)

$$\%B = \frac{\text{g B}}{\text{g Sample}} \times 100$$

43

43

สรุป 
$$\text{B(g)} = V_A M_A R (\text{MW}_B) (\text{mol})$$

$$\%B = \frac{V_A M_A R (\text{MW}_B)}{\text{g Sample}} \times 100$$

44

44

**ตัวอย่างที่ 6.4**

- (1) การเตรียมสารมาตรฐาน  $\text{AgNO}_3$  (MW = 169.87 g/mol, %assay = 99.0) โดยชั่ง  $\text{AgNO}_3$  อย่างละเอียดมา 0.5610 กรัม ละลายในขวดปริมาตรขนาด 250.00 ลบ.ซม. จงหาความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน  $\text{AgNO}_3$
- (2) นำสารละลาย  $\text{BaCl}_2$  มา 10.00 มล. ไทเทรตกับ  $\text{AgNO}_3$  ใช้  $\text{AgNO}_3$  เท่ากับ 9.75 มล. จงหาความเข้มข้นของ  $\text{BaCl}_2$

45

การสแตนด์ไดซ์สารละลาย  $\text{KMnO}_4$ 

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

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

46

การหาปริมาณ  $\text{Fe}^{2+}$  ในสารละลายตัวอย่าง

$$\frac{\text{จำนวนโมลของ } \text{Fe}^{2+}}{5} = \frac{\text{จำนวนโมลของ } \text{MnO}_4^-}{1}$$

$$(MV)_{\text{Fe}^{2+}} = 5(MV)_{\text{MnO}_4^-}$$

47

**ตัวอย่างที่ 6.5****จงหาปริมาณเหล็กในน้ำตัวอย่าง**

- เตรียมสารละลาย  $\text{KMnO}_4$  (158.034 g/mol) ต้องการเตรียมที่ความเข้มข้น 0.120 M ต้องชั่งสารมาที่กรัม ในปริมาตร 50.00 mL
- ปิเปตต์น้ำบาดาลมา 25.00 มล. ไทเทรตกับสารละลาย  $\text{KMnO}_4$  ปริมาตรเท่ากับ 24.25 มล. ในน้ำบาดาลมีเหล็ก (26 g/atom) กี่กรัม

48

การหาปริมาณ  $\text{CuSO}_4$  ในสารละลายตัวอย่าง



$$\frac{\text{จำนวนโมล } \text{Cu}^{2+}}{\text{จำนวนโมล } \text{S}_2\text{O}_3^{2-}} = 1$$

$$M_{\text{Cu}^{2+}} = \frac{V(\text{S}_2\text{O}_3^{2-}) \times M(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})}{10.00}$$

49

49

ตัวอย่างที่ 6.6 จงหาปริมาณทองแดงในนมตัวอย่าง

- เตรียมสารละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (158.11 g/mol) %assay = 99.4% ต้องการเตรียมที่ความเข้มข้น 2.50 M ปริมาตร 100.00 mL ต้องชั่งสารมากี่กรัม
- ปิเปตต์นมมา 25.00 มล. ไทเทรตกับสารละลาย  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  24.72 มล. จงหาความเข้มข้นของไอออนคอปเปอร์ในนม

50

50