

การทดลอง

วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีได้แก่

- Glacial acetic acid, CH_3COOH , proanalyse grade, Merck, Darmstadt.
- Acetonitrile, CH_3CN , proanalyse grade, Merck, Darmstadt.
- Acetonitrile, CH_3CN , laboratory grade, Fluka AG., Buchs SG.
- Diethylene dioxide (1,4-dioxane), , analyse grade, BDH chemical Ltd.

-
- Methanol, CH_3OH , proanalyse grade, Merck, Darmstadt.
 - Perchloric acid, HClO_4 , proanalyse grade, Merck, Darmstadt.
 - Potassium chloride, KCl , laboratory grade, May&Baker Ltd.
 - Salicylic acid, $\text{HO.C}_6\text{H}_4.\text{COOH}$, laboratory grade, Merck, Darmstadt.
 - 3,5-dinitrobenzoic acid, $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3.\text{COOH}$, laboratory grade, Hopkin&Williams Ltd.
 - Aniline, $\text{C}_6\text{H}_5.\text{NH}_2$, A.R. grade, Merck, Darmstadt.
 - Pyridine, $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$, A.R. grade, Merck, Darmstadt.

- Tetra-n-butyl-ammonium hydroxide in Propanol-(2)/Methanol (0,1 M), analyse grade, Merck, Darmstadt.

เครื่องมือได้แก่

- Digital pH/mV meter, model PHM62, Radiometer, Copenhagen.
- เครื่องชั่ง, model H35, Mettler, Switzerland.
- Magnetic stirrer, Pyromag-stirr S, Cenco instrumentation N.U N.Y., U.S.A.
- Standard calomel electrode, model K 401, Radiometer, Copenhagen
- Glass electrode, model G 202, Radiometer, Copenhagen.

การเตรียมสารต่างๆที่ใช้ในการทำ Potentiometric Titration

การเลือกตัวทำละลาย ได้เลือกใช้ตัวทำละลาย 3 ชนิดโดยพยายามเลือกตัวทำละลายต่างชนิดกันเพื่อเปรียบเทียบกันว่าตัวทำละลายที่แตกต่างกันจะให้ผลแตกต่างกันอย่างไร ตัวทำละลายที่ใช้ได้แก่

1. Glacial HOAc ซึ่งเป็นตัวทำละลายพวก Amphiprotic ที่สามารถแตกตัวได้ด้วยตนเอง หรือเป็นพวก Protogenic ซึ่งมีสมบัติเป็นกรดเหมาะสำหรับการติเตตรเบสอ่อน

2. Acetonitrile ซึ่งเป็นตัวทำละลายพวก Aprotic หรือ Inert Solvents ซึ่งสามารถใช้ติเตตรได้ทั้งกรดและเบส

3. 1,4-dioxane ซึ่งเป็นตัวทำละลายเบสไม่สามารถแตกตัวได้ มีสมบัติรับโปรตอนอย่างเฉื่อยง่ายไม่ไ้ สามารถใช้ติเตตรพวกกรดอ่อนได้

การเลือกกรดและเบสที่ใช้ในการติเตตร เลือกตามความสามารถในการละลาย กล่าวคือต้องละลายได้ดีและเกลือที่เกิดจะต้องละลายในตัวทำละลายได้ดีด้วย ที่เลือกใช้มี 2 พวกคือ

1. พวกกรดอ่อนได้แก่ Salicylic acid และ 3,5-dinitrobenzoic acid

2. พวกเบสอ่อนได้แก่ Aniline และ Pyridine

การเลือกติเตรนต์ เลือกตามสารละลายกรดเบสที่เป็นติเตรนต์และความสามารถในการละลายในตัวทำละลาย ได้เลือกดังนี้

1. ติเตรนต์ที่เป็นกรดสำหรับติเตตรเบสอ่อนเลือกกรดเปอร์คลอริก

2. ติเตรนต์ที่เป็นเบสสำหรับติเตตรกรดอ่อนเลือก TBAH

การเตรียมสารละลายกรดเบสที่เป็นติเตรนต์

1. เตรียมสารละลาย Pyridine โดยการชั่ง Pyridine 0.0792 กรัมละลายในตัวทำละลาย 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายเข้มข้น 0.01 โมล/ลิตร

2. เตรียมสารละลาย Aniline โดยการชั่ง Aniline 0.0932 กรัมละลายในตัวทำละลาย 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายเข้มข้น 0.01 โมล/ลิตร

3. เตรียมสารละลาย Salicylic acid โดยการชั่ง Salicylic acid 0.0221 กรัมละลายในตัวทำละลาย 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายเข้มข้น 0.002 โมล/ลิตร

4. เตรียมสารละลาย 3,5-dinitrobenzoic acid โดยการชั่งจำนวน 0.0340 กรัมละลายในตัวทำละลาย 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายเข้มข้น 0.002 โมล/ลิตร

การเตรียมดินเตรน

1. เตรียมสารละลายกรดเปอร์คลอริกโดยใช้กรดเปอร์คลอริกเข้มข้น 12 โมล/ลิตรจำนวน 0.35 ลูกบาศก์เซนติเมตรละลายในตัวทำละลายแล้วทำให้สารละลายมีปริมาตร 84 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายเข้มข้น 0.05 โมล/ลิตร

2. เตรียมสารละลาย TBAH โดยใช้ TBAH ละลายใน Isopropanol/Methanol (0.1 M) จำนวน 0.8 ลูกบาศก์เซนติเมตรละลายในตัวทำละลายแล้วทำให้ปริมาตรเป็น 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายเข้มข้น 0.01 โมล/ลิตร

การเตรียมอิเล็กโทรด

1. เตรียม Indicator electrode เลือกใช้ glass electrode ก่อนดินเตรนต้องแช่ให้อิ่มตัวในตัวทำละลายเสียก่อนประมาณ 1-2 วันเพื่อป้องกัน junction potential

2. เตรียม Reference electrode เลือกใช้ Ag|AgCl electrode และ saturated calomel electrode ซึ่งแช่ให้อิ่มตัวในสารละลายอิ่มตัวของโพตัสเซียมคลอไรด์ตลอดเวลาที่ไม่ใช่การใช้ Reference electrode ในการติเตตรไม่ได้จุ่มอิเล็กโทรดลงในสารละลายโดยตรงเพราะ junction potential จะไม่คงที่ตลอดเวลาที่ทำการติเตตร การใช้ต้องจุ่มลงในหลอดแก้วที่บรรจุอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นตัวทำละลายอินทรีย์คือสารละลายโพตัสเซียมคลอไรด์ในเมทานอล ตรงปลายหลอดแก้วจะเป็นแผ่นแก้วพรุนที่สารละลายผ่านไม่ได้แต่ออxygenผ่านได้ แล้วจึงจุ่มหลอดแก้วที่มีอิเล็กโทรดลงในเซลล์ไฟฟ้าที่ทำการติเตตร

การจัดเซลล์ไฟฟ้าเพื่อใช้ในการติเตตร

จัดได้เป็น 2 แบบคือ

1. Indicator electrode ใช้ glass electrode

Reference electrode ใช้ saturated calomel electrode

2. Indicator electrode ใช้ glass electrode

Reference electrode ใช้ Ag|AgCl electrode

เซลล์ไฟฟ้าที่ใช้ติเตตรจึงมีลักษณะดังนี้

แบบที่ 1. Glass Electrode | Titrand || KCl (MeOH Saturated) | Calomel

แบบที่ 2. Glass Electrode | Titrand || KCl (MeOH Saturated) | Ag | AgCl