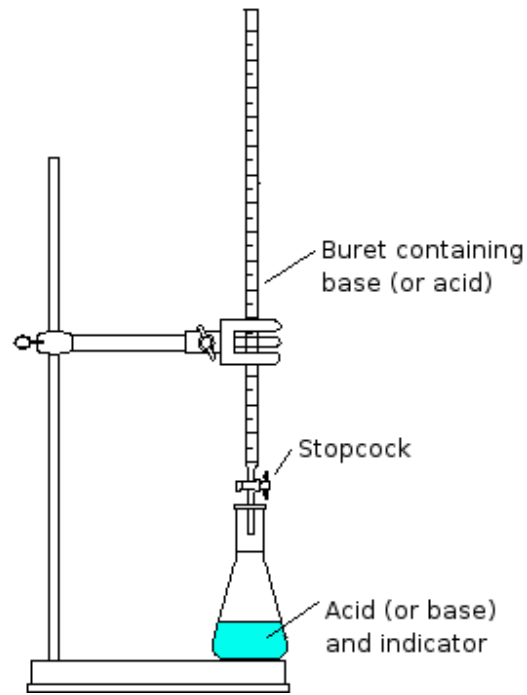




دستور کار آزمایشگاه شیمی تجزیه ۱

دانشکده شیمی



نگارش: اکرم کریمی تبریز

صفحه	فهرست مطالب
۴	مقدمه
۶	اصول کار در آزمایشگاه
۷	مقررات ایمنی در آزمایشگاه
۸	مقابله با حوادث احتمالی
۱۰	مدرج کردن وسایل حجمی
۱۳	۱ روش های وزن سنجی
۱۳	۱-۱ روش های رسوبی
۱۴	۱-۱-۱ اندازه گیری آهن
۱۷	۱-۱-۲ اندازه گیری نیکل
۲۰	۲ روش های حجم سنجی یا تیتراسیون
۲۳	۲-۱ تیتراسیون های اسید و باز
۲۶	۲-۱ تیتراسیون اسید قوی با باز قوی
۲۶	۲-۱-۱ اندازه گیری هیدرو کلریک اسید
۲۸	۲-۱-۲ اندازه گیری فسفریک اسید
۳۰	۲-۲ تیتراسیون اسید ضعیف با باز قوی
۳۰	۲-۲-۱ اندازه گیری استیک اسید
۳۳	۲-۲-۲ اندازه گیری بوریک اسید
۳۵	۲-۳ تیتراسیونهای اکسایش و کاهش

صفحه	فهرست مطالب
۳۵	۲-۳-۱ روشهای ید سنجی،
۳۷	۲-۳-۱ آزمایش اندازه گیری مس با روش یدومتری
۳۹	۲-۳-۲ اندازه گیری آهن با روش منگانوسنجی
۴۲	۲-۳-۳ اندازه گیری مقدار آسکوربیک اسید (ویتامین C)
۴۶	۲-۴ تیتراسیون های کمپلکس سنجی
۴۷	۲-۴-۱ اندازه گیری سختی کل
۴۹	۲-۴-۲ اندازه گیری کلسیم
۵۰	۲-۵ تیتراسیون های تشکیل رسوب
۵۱	۲-۵-۱ اندازه گیری یون کلرید به روش مور
۵۲	۲-۵-۲ اندازه گیری یون کلرید به روش ولهارد
۵۵	منابع

مقدمه:

شیمی تجزیه یکی از شاخه‌های مهم و کاربردی شیمی است که تقریباً در هر پروژه صنعتی و تحقیقاتی از آن استفاده می‌شود. در این علم تشخیص^۱، جداسازی^۲ و تعیین^۳ یک یا چند گونه شیمیایی انجام می‌شود. اگر هدف فقط شناسایی مواد باشد شیمی تجزیه کیفی^۴ نام دارد که در آزمایشگاه شیمی عمومی II با آن آشنا شده‌اید، ولی اگر هدف اندازه‌گیری مقدار دقیق مواد باشد شیمی تجزیه کمی^۵ نامیده می‌شود و در آزمایشگاه شیمی تجزیه با آن آشنا خواهید شد. روشهایی که برای اندازه‌گیری کمی به کار می‌روند عبارتند از:

۱- روشهای وزن سنجی (Gravimetric methods)

الف - روشهای تجزیه الکتریکی

ب - روشهای رسوبی

ج - روشهای استخراج یا تبخیر

د - روشهای فیزیکی متفرقه

۲- روشهای حجم سنجی (Volumetric methods)

الف - تیتراسیونهای خنثی شدنی اسید یا باز

ب - تیتراسیونهای اکسایش و کاهش

ج - تیتراسیونهای رسوبی

¹ - Detection

² - Separation

³ - Determination

⁴ - Qualitative analysis

⁵ - Quantitative analysis

د - تیتراسیونهای کمپلکس سنجی

۳- روشهای الکتروشیمیایی (Electrochemical methods)

الف - اندازه گیری شدت جریان

ب - اندازه گیری تغییرات ولتاژ

ج - اندازه گیری رسانایی الکتریکی

ج - اندازه گیری تغییرات مقاومت

۴- روشهای طیف سنجی (Spectroscopic Methods)

الف - طیف سنجی جذب مولکولی

ب - طیف سنجی جذب اتمی

ج - طیف سنجی نشری

د - طیف سنجی فلوئورسانس مولکولی

شایان ذکر است، روشهای طیف سنجی بسیار گسترده تر از موارد ذکر شده بوده و خارج از مباحث این دوره درسی می باشند.

در آزمایشگاه شیمی تجزیه ۱، با روشهای وزن سنجی (رسوبی) و حجم سنجی آشنا خواهید شد. با سایر روش ها در آزمایشگاههای تجزیه ۲ و آنالیز دستگاهی آشنا خواهید شد.

اصول کار در آزمایشگاه

- ۱- سر ساعت مقرر به آزمایشگاه وارد شوید . برای هر جلسه آزمایش زمان مشخصی در نظر گرفته شده است، لذا سعی کنید از زمان خود استفاده مفید داشته باشید.
- ۲- داشتن روپوش سفید آزمایشگاهی، دستکش و استفاده از عینک در آزمایشگاه الزامی است .
- ۳- تسلط بر اصول کارتجذیه شیمیایی موضوع هر جلسه و استفاده صحیح از ابزار آزمایشگاهی ضروری است. دانشجویان با توجه به برنامه کاری ارائه شده از سوی آزمایشگاه در ابتدای ترم بایستی با آمادگی کامل در آزمایشگاه حضور یابند.
- ۴- در ابتدای هر جلسه یک امتحان کتبی (کوئیز) برگزار می‌گردد که بخشی از نمره پایان ترم را تشکیل می‌دهد.
- ۵- در هر جلسه یک یا دو مجهول در ظروف شماره دار به شما داده خواهد شد که ضمن ثبت شماره با یکی از روش های موجود در دستور کار آزمایش و اندازه گیری شده و در پایان، مقدار دقیق نمونه مجهول در دفترچه مخصوص گزارش به مربی تحویل می‌گردد. نتایج ثبت شده و تحویلی در هر جلسه به نمره بخش عملی آزمایشگاه اختصاص دارد.
- ۶- تمام مسائل و اشکالات مربوط به کار خود را با مسئولان آزمایشگاه در میان گذاشته و هرگز بدون اجازه‌ی ایشان از آزمایشگاه خارج نشوید.
- ۷- از مواد شیمیایی به اندازه مورد احتیاج بردارید و هیچگاه باقیمانده مواد شیمیایی استفاده شده را به ظرف اصلی باز نگردانید.
- ۸- رعایت نظافت و مقررات در آزمایشگاه در حین کار الزامی است. لذا وسایل و مواد را پس از اتمام کار سر جای خود قرار داده و در موقع ترک آزمایشگاه میز خود را کاملاً تمیز کنید.

۹- نمره کل آزمایشگاه مجموعه‌ای از نمرات امتحان پایان ترم، آزمایشها، کوئیزها، چگونگی رفتار در آزمایشگاه است.

۱۰- در آزمایشگاه هیچ پسماندی (اعم از محصول آزمایش یا مواد مازاد) در سینک آزمایشگاه ریخته نمی شود بلکه برای هر پسماندی در هر جلسه ظرفی با برچسب مربوط به هر آزمایش تعیین و در محل مناسبی قرار گرفته شده است که پسماند هر ماده بایستی در آن تخلیه شود. به پسماندهای جامد شامل شیشه آلات شکسته شده و دستکش ها نیز ظروفی اختصاص یافته است.

۱۱- هر گونه خوردن و آشامیدن در آزمایشگاه ممنوع است.

مقررات ایمنی در آزمایشگاه

در تمام طول مدت آزمایش سلامتی شما به طرز کار و رعایت نکات ایمنی در آزمایشگاه بستگی دارد. از انجام کارهای غیر مجاز اکیداً خودداری کنید و به نکات ایمنی توجه نمایید تا از بروز حوادث و خطرات احتمالی جلوگیری شود.

۱- پوشیدن روپوش، دستکش و استفاده از عینک الزامی است.

۲- هر ماده شیمیایی باید سمی تلقی شود، از تماس مستقیم با پوست و از تنفس بخار مواد شیمیایی و پوشیدن آنها خودداری کنید.

۳- قبل از استفاده از مواد شیمیایی، برچسب روی آنها را به دقت بخوانید.

۴- جهت رقیق کردن اسیدهای غلیظ، هیچگاه آب به داخل اسید نریزید. چون گرمایی که از مخلوط آب و اسید ایجاد می‌شود، باعث بیرون پاشیدن اسید به اطراف و شکستن ظرف می‌شود. برای رقیق کردن اسیدها همیشه اسید را به آرامی روی آب سرد اضافه کرده و محلول را به آرامی هم بزنید.

۵- با جدول مشخصات و خطرات مواد شیمیایی که در آزمایشگاه نصب گردیده آشنا شده و در مواقع لزوم از آن استفاده نمایید.

- ۶- در هنگام حرارت دادن محلول ها به گونه ای عمل نمایید که پاشش ناگهانی در صورت جوشیدن یا حرارت موضعی اتفاق نیافتد (استفاده از همزن، سنگ جوش و...). ظروف به گونه ای قرار گیرند که پاشش احتمالی به سمت شخص آزمایشگر یا سایرین نباشد.
- ۷- هرگاه می‌خواهید بوی محلول را تشخیص دهید از تنفس مستقیم بخارات خودداری کنید، بلکه با فاصله مناسب بخارات را با دست به طرف خود هدایت کرده و سپس استشمام کنید
- ۸- کلیه حوادثی که اتفاق می‌افتد (حتی اگر جزئی باشد) را فوراً به مسئول آزمایشگاه اطلاع دهید..

مقابله با حوادث احتمالی

- ۱- مکان نزدیک‌ترین کپسول آتش نشانی و جعبه کمک‌های اولیه آزمایشگاه را به خاطر داشته باشید.
- ۲- برای خاموش کردن آتش، هیچگاه از آب استفاده نکنید، بلکه با استفاده از کپسول مخصوص آتش نشانی آنرا خاموش کنید. قبل از استفاده از کپسول به نوع کپسول و کاربرد آن توجه شود.
- ۳- چنانچه لباس شما در اثر تماس با چراغ مشتعل شد، نباید بدوید، چون رسیدن هوای بیشتر به آتش سبب شعله‌ور شدن بیشتر می‌شود. در چنین مواقعی، با پیچیدن پتوی مخصوص ضد حریق آزمایشگاه یا روپوش به دور خود از رسیدن هوا به شعله و ادامه آتش سوزی جلوگیری کنید.
- ۴- سوختگیها را به هیچوجه با آب نشوید بلکه از پمادهای سوختگی موجود در آزمایشگاه استفاده کنید.
- ۵- در صورت آغشته شدن پوست با مواد شیمیایی از مواد شوینده توصیه شده در جدول مشخصات و خطرات مواد شیمیایی موجود در آزمایشگاه استفاده کنید. به عنوان مثال موضع آغشته شده با اسید را ابتدا با آب زیاد و سپس با محلول سدیم بی کربنات رقیق و موضع

آغشته شده با مواد قلیایی را ابتدا با آب زیاد و سپس با محلول یک درصد استیک اسید و موضع آغشته شده بدن با برم (Br_2) را با گلیسرین بپوشانید تا برم جذب گلیسرین شود، و موضع را پاکسازی کنید.

۶- اگر ماده‌ای داخل چشم شما شد ابتدا با آب سرد شستشو داده، سپس اگر ماده اسیدی باشد از محلول سدیم بی کربنات یک درصد و اگر ماده قلیایی باشد از محلول بوریک اسید یک درصد برای شستشوی چشم استفاده کنید.

۷- اگر دست و یا صورت شما خراشی برداشت یا بریده شد، ابتدا موضع را ضد عفونی کنید (بتادین، الکل و . . .) و سپس با باند استریل آن را پانسمان نمایید.

۸- در تمام موارد فوق بایستی با مسئول آزمایشگاه تماس بگیرید تا ضمن انجام اقدامات اولیه، مقدمات رسانیدن شما به درمانگاه یا پزشک انجام شود.

مدرج کردن وسایل حجمی

برای یک شیمیدان تجزیه ای اکثر اوقات لازم است که ظروف شیشه ای حجمی را که با آن سروکار دارد تصحیح نماید. این عمل با وزن کردن آب خارج شده از ظرف و یا آب موجود به سادگی انجام پذیر است و همچنین ظرف تصحیح شده برای تصحیح ظروف حجمی دیگر میتواند مورد استفاده قرار گیرد بدون آنکه نیاز به وزن کردن مستقیم آب حاوی این ظروف داشته باشیم. قبل از شروع عمل تصحیح، ظرف بایستی کاملاً تمیز باشد و تمام شیرهای آن به خوبی چرب و روان شده باشد. به علت اختلاف برخی از خواص فیزیکی بین آب و حلال های دیگر، چنانچه ظرفی را برای محلول های آبی تصحیح کرده باشیم و از همین ظرف بخواهیم برای محلول های دیگر که حلالشان به جز آب است استفاده کنیم، باید با حلال های مزبور دوباره عمل تصحیح را انجام دهیم.

الف) مدرج کردن پیپت حبابدار

۱- یک ارلن مایر ۵۰ یا ۱۵۰ میلی لیتری که جدار خارجی آن کاملاً خشک است را وزن کنید.

۲- پیپت را تا خط نشانه از آب مقطر پر کنید (پیپت ۱۰ یا ۲۵ میلی لیتر) به طوری که قسمت مقعر سطح آب کاملاً منطبق با خط نشانه‌ی پیپت شود.

۳- آب درون پیپت را وارد ارلن کرده و ارلن را مجدداً وزن کنید. دقت نمایید که هیچگونه قطره آبی در قسمت خارجی پیپت قبل از شروع به خارج کردن آب آن و یا در ضمن این عمل باقی نمانده باشد. زمانی حدود ۳۰ ثانیه را قرار دهید تا در این مدت پیپت خالی شود.

۴- درجه حرارت درون ارلن را به کمک ترمومتر اندازه گیری کنید.

۵- فرآیند فوق را سه بار تکرار کنید.

با توجه به جدول داده شده در دستور کار حجم حقیقی را در دمای آزمایشگاه و درجه حرارت ۲۰ درجه سانتیگراد بدست آورید و درصد خطای آنرا محاسبه کنید.

ب) مدرج کردن بورت

- ۱- یک ارلن مایر ۱۵۰ میلی لیتری که جدار خارجی آن کاملاً خشک است را وزن کنید.
 - ۲- بورت را تا نقطه‌ی صفر از آب پر کنید به طوری که حبابی در آن دیده نشود و سطح مقعر آب روی درجه صفر تنظیم شود. نوک بورت را به لبه بشر بچسبانید تا قطره‌ی اضافی نوک آن گرفته شود.
 - ۳- ۱۰ mL از آب مقطر درون بورت را وارد ارلن کرده و مجدداً وزن کنید. (۱۰ mL را در فاصله یک دقیقه وارد ارلن کنید).
 - ۴- درجه حرارت محلول را توسط ترمومتر بدست آورید.
 - ۵- آزمایش فوق را با خالی کردن آب بورت بین فاصله‌های:
۰ تا ۲۰، ۰ تا ۳۰، ۰ تا ۴۰ و ۰ تا ۵۰ میلی لیتر تکرار نمایید.
- حجم حقیقی آب خارج شده از بورت با ضرب کردن وزن آب در هر آزمایش در حجمی که یک گرم آب در درجه حرارت مورد نظر دارد، حاصل می شود. تصحیح حجمی از اختلاف بین حجم حقیقی بدست آمده و حجم خوانده شده از بورت بدست می آید. با توجه به جدول داده شده در دستور کار حجم حقیقی را در دمای آزمایشگاه و درجه حرارت ۲۰ درجه سانتیگراد بدست آورید و درصد خطای آنرا محاسبه کنید. منحنی تصحیح را بوسیله نتایج بدست آمده در بازه های حجمی مختلف رسم کنید.

جدول ۱. حجم اشغال شده توسط ۱/۰ گرم آب در هوا نسبت به وزنه فولاد ضد زنگ

حجم (ml)		دما ، °C
تصحیح شده در ۲۰ °C	در دمای، t	
۱/۰۰۱۶	۱/۰۰۱۳	۱۰
۱/۰۰۱۶	۱/۰۰۱۴	۱۱
۱/۰۰۱۷	۱/۰۰۱۵	۱۲
۱/۰۰۱۶	۱/۰۰۱۶	۱۳
۱/۰۰۱۹	۱/۰۰۱۸	۱۴
۱/۰۰۲۰	۱/۰۰۱۹	۱۵
۱/۰۰۲۲	۱/۰۰۲۱	۱۶
۱/۰۰۲۳	۱/۰۰۲۲	۱۷
۱/۰۰۲۵	۱/۰۰۲۴	۱۸
۱/۰۰۲۶	۱/۰۰۲۶	۱۹
۱/۰۰۲۸	۱/۰۰۲۸	۲۰
۱/۰۰۳۰	۱/۰۰۳۰	۲۱
۱/۰۰۳۲	۱/۰۰۳۳	۲۲
۱/۰۰۳۴	۱/۰۰۳۵	۲۳
۱/۰۰۳۶	۱/۰۰۳۷	۲۴
۱/۰۰۳۷	۱/۰۰۴۰	۲۵
۱/۰۰۴۱	۱/۰۰۴۳	۲۶
۱/۰۰۴۳	۱/۰۰۴۵	۲۷
۱/۰۰۴۶	۱/۰۰۴۸	۲۸
۱/۰۰۴۸	۱/۰۰۵۱	۲۹
۱/۰۰۵۲	۱/۰۰۵۴	۳۰

۱- روش‌های وزن سنجی:

این روشها بر مبنای اندازه گیری جرم استوارند و به دو دسته مهم تقسیم می شوند:

۱- روشهای رسوبی

۱- روشهای تبخیری (گرمایی)

۱-۱ روش‌های رسوبی:

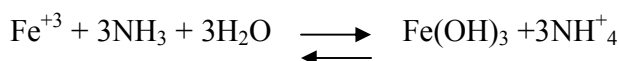
این روشها یکی از دقیقترین روشهای تجزیه کمی ماکرو^۱ هستند. در روشهای رسوبی آنالیت (جسم مورد تجزیه) به صورت انتخابی به رسوبی کم محلول تبدیل شده و پس از صاف کردن و شستشو با حلال مناسب برای خارج کردن ناخالصی ها ، خشک یا سوزانده شده و در کوره به محصولی پایدار و ثابت تبدیل می‌شود و پس از سرد کردن در خشکانه، نمونه توزین شده و مقدار آن تعیین می‌شود. از مزایای این روش می توان به دقت بالای اندازه گیری اشاره کرد اما نیاز به صرف زمان زیاد از معایب روش محسوب می‌شود.

۱-۱-۱ آزمایش اندازه گیری آهن

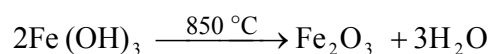
هدف: اندازه گیری آهن به صورت آهن (III) اکسید (Fe_2O_3)

اساس آزمایش

آهن موجود در نمونه باید به طور کامل به صورت آهن (III) در آید. چون آهن (II) به مقدار بسیار جزئی در محیط قلیایی رسوب می‌کند. پس با افزودن کمی نیتریک اسید و حرارت آهن (II) به آهن (III) تبدیل می‌شود و با افزودن محلول آمونیاک آهن به صورت $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot X \text{H}_2\text{O}$ رسوب می‌نماید.



اکسید هیدراته آهن (III) یک رسوب کلوئیدی است. پس در صورتی که دمای محلول بالا ننگه داشته شود به عمل لخته شدن^۱ این رسوب کلوئیدی کمک خواهد شد. پس رسوبگیری در نزدیکی نقطه جوش محلول صورت می‌گیرد. رسوب پس از تشکیل صاف و با محلول آمونیم نیترات شسته می‌شود تا از والختی رسوب جلوگیری شود و پس از اطمینان از عدم حضور یون Cl^- رسوب همراه کاغذ صافی به بوتله چینی منتقل شده و در شعله با دمای کم سوزانده می‌شود و سپس به کوره با دمای 850°C منتقل می‌شود و یک ساعت در این دما می‌ماند تا به Fe_2O_3 تبدیل شود.



رسوب حاصل پس از سرد کردن توزین شده و با داشتن وزن رسوب و بوتله مقدار Fe موجود در نمونه به صورت mg آهن گزارش می‌شود.

^۱ Coagulation

وسایل مورد نیاز : بشر ۴۰۰mL ، میله همزن - پی پت حبابدار ۲۵/۰mL، قیف شیشه‌ای، گیره، مثلث چینی، بوته چینی، کاغذ صافی بدون خاکستر..

مواد مورد نیاز: محلول مجهول Fe(III) ، نیتریک اسید غلیظ، محلول آمونیاک ۴M، محلول آمونیوم نیترات ۲٪، محلول نقره نیترات ۰/۰۱ M

روش کار :

نمونه مجهول را به حجم برسانید و مقدار ۲۵/۰mL از آن را وارد بشر ۴۰۰mL کنید. به محتوی بشر حدود ۸۰mL آب مقطر اضافه کنید، اگر محلول اسیدی بود نیازی به افزودن اسید نیست در غیر این صورت ۱mL نیتریک اسید غلیظ اضافه کرده و محلول را به آرامی حرارت دهید تا تمام Fe^{2+} به Fe^{3+} تبدیل شود، (رنگ محلول زرد می‌شود). مواظب باشید محلول نجوشد. سپس محلول داغ را به زیر هود برده و همراه با همزدن قطره قطره محلول آمونیاک ۴M اضافه کنید تا رسوبگیری کامل شود. در این حالت pH محلول حدود ۹-۱۰ است و با افزایش آمونیاک رسوب تازه‌ای تشکیل نمی‌شود. محلول قهوه ای رنگ حاصل را روی توری نسوز و چراغ بونزن منتقل کرده و حدود ۱۰ دقیقه صبر کنید تا ذرات رسوب هیدروکسید آهن ژله ای مجتمع شده و کاملاً ته نشین شود و محلول شفاف و بی رنگ شود. در این مرحله تشکیل رسوب را با افزایش چند قطره آمونیاک به ظرف واکنش امتحان کنید. بعد از اطمینان از کامل شدن رسوبگیری، رسوب را با کاغذ صافی بدون خاکستر و قیف معمولی صاف کنید. رسوب را چندین مرتبه با محلول داغ ۲٪ NH_4NO_3 شستشو دهید تا از عدم وجود یونهای Cl^- اطمینان حاصل کنید. می‌توانید محلول زیر صافی را با $AgNO_3$ رقیق آزمایش کنید. در صورت وجود یون کلرید رسوب ابری سفید رنگ تشکیل می‌شود، در این صورت شستشو را ادامه دهید. بوته چینی مورد استفاده بایستی پیشاپیش در کوره حرارت داده شده و به وزن ثابت رسیده باشد. پس از توزین یک بوته چینی رسوب را به همراه کاغذ صافی در بوته قرار دهید و با استفاده از مثلث نسوز و

شعله بوته را به آرامی حرارت دهید تا رسوب ابتدا خشک شده و سپس سوزانده شود. دقت کنید کاغذ صافی آتش نگیرد. برای این منظور از حرارت کم استفاده کرده و در صورت لزوم درب بوته را بگذارید تا شعله ور نشود. پس از تمام شدن کاغذ، بوته را به کوره منتقل و یک ساعت در دمای 900°C قرار دهید. پس از خشک کردن در خشکانه آن را وزن کنید. و مقدار Fe^{3+} را برحسب mg موجود در نمونه مجهول گزارش کنید.

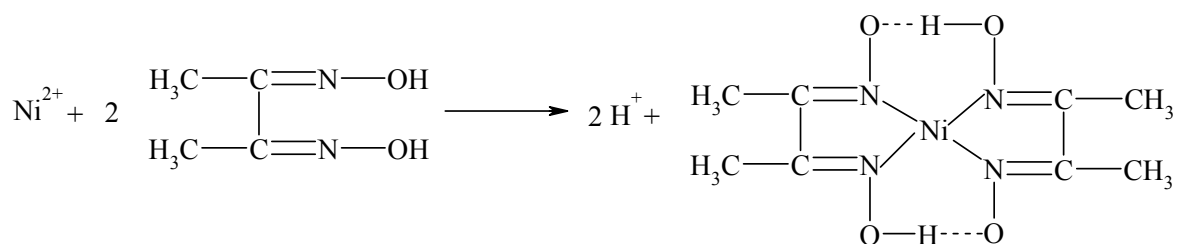
۱-۱-۲ آزمایش اندازه گیری یون نیکل (II)

هدف : اندازه گیری نیکل در محلول با روش وزن سنجی و با استفاده از شناساگر دی متیل گلی

اکسیم (DMG)^۱

اساس آزمایش

اساس این اندازه گیری واکنش نیکل (II) موجود در محلول با محلول دی متیل گلی اکسیم در محلول آمونیاکی ضعیف و تشکیل رسوب قرمز رنگ متبلور نیکل دی متیل گلی اکسیمات است. شناساگر دی متیل گلی اکسیم (DMG) در سال ۱۹۰۵ میلادی کشف شد و در سال ۱۹۰۷ میلادی برای تشخیص نیکل در فولاد استفاده شد. واکنش به صورت زیر است:



رسوب $\text{Ni}(\text{DMG})_2$ در اسیدهای قوی حل می شود. اگر آن را در محیط خنثی یا اسیدهای قوی رسوب دهند، کاملاً رسوب نمی کند و مقداری از رسوب ایجاد شده حل می شود. پس رسوب گیری در محیط آمونیاکی انجام می شود. اگر آمونیاک زیاد به محلول اضافه شود باز هم رسوب $\text{Ni}(\text{DMG})_2$ به طور کامل تشکیل نمی شود و بایستی محلول را حرارت داد تا زیادی آمونیاک خارج شود. پس از تشکیل رسوب، آن را با استفاده از ارلن خلاء و بوتله ی گوچ^۲ صاف می کنند و سپس آن را در دمای $110-120^\circ \text{C}$ خشک کرده و توزین می کنند.

^۱ -Dimethyl glyoxime

^۲ -Gooch Crucible

وسایل مورد نیاز : پی پت حبابدار ۲۵/۰ mL، بشر ۴۰۰ mL، میله همزن، ارلن خلاء، بوته گوجه، پمپ

خلاء

مواد مورد نیاز : محلول مجهول نیکل (II)، محلول هیدرو کلریک اسید ۶ M، محلول دی متیل گلی

اکسیم، محلول آمونیاک ۶ M، محلول استون، محلول نقره نیترات ۰/۰۱ M، پودر تارتاریک اسید

روش کار

نمونه داده شده را به حجم برسانید و مقدار دقیق ۲۵/۰ mL از آن را در یک بشر ۴۰۰ mL وارد کرده و به آن حدود ۱ mL هیدرو کلریک اسید ۶M و حدود ۴۰ mL آب مقطر اضافه کنید. چنانچه لازم باشد به آن ۲ تا ۵ گرم تارتاریک اسید اضافه نمایید. سپس حدود ۱۰ mL محلول دی متیل گلی اکسیم به آن افزوده و تا دمای 90°C - 80°C حرارت دهید و در حالیکه محلول داغ است، به آن قطره قطره محلول آمونیاک ۶ M اضافه کرده و محلول را مرتباً با همزن شیشه ای هم بزنید. بعد از ایجاد اولین رسوب قرمز رنگ ۲ دقیقه محلول را همزده و افزودن آمونیاک را تا رسیدن به $\text{pH} = 9$ ادامه دهید. رسوب را مدت ۳۰ دقیقه روی حمام بخار حرارت دهید. رسوب را با بوته گوجه شماره ۳ یا ۴ (بوته گوجه یک بوته سرامیکی با کف سوراخ دار است که به عنوان صافی شیشه ای یا سرامیکی کار برد دارد.) و با استفاده از خلاء صاف کنید. محلول زیر صافی را دور نریخته و آنرا جداگانه برای تست کامل شدن رسوب نگهداری کنید. رسوب را با آب مقطر سرد تا حذف کامل یون کلرید شستشو دهید. سپس رسوب را با حدود ۱۰ mL استون شستشو دهید. صافی شیشه ای را در اتو با دمای 120°C - 110°C مدت ۱/۵ - ۱ ساعت قرار دهید و پس از سرد شدن آن را توزین نمایید. برای اینکه مطمئن باشید رسوب کاملاً خشک شده است بوته گوجه را مدت ۱۵ دقیقه دیگر در اتو بگذارید و دوباره پس از سرد شدن آن را وزن کنید. در صورتیکه وزن بوته در هر دو مورد یکسان باشد بیانگر آن است که رسوب کاملاً خشک شده است، ولی اگر یکسان نبود این کار را آنقدر تکرار کنید تا وزن دو بار متوالی بوته گوجه یکسان باشد.

محلول زیر صافی را که نگهداشته اید برای کامل شدن رسوبگیری چک کنید. اگر محلول حاوی نیکل باشد بایستی مجدداً مراحل آزمایش را بر روی محلول مذکور تکرار کنید و رسوب حاصل را به رسوب قبلی اضافه کنید. مقدار Ni^{2+} موجود در نمونه را به صورت mg در نمونه داده شده گزارش کنید.

توجه : در مدتی زمانی که رسوب را روی حمام بخار حرارت می دهید، یک عدد بته ی کوچ را برداشته و در صورت کثیف بودن آن را با هیدرو کلریک اسید ۲M به وسیله ی خلاء آبی شستشو دهید. سپس آنرا به اتو با دمای 120°C - 110°C منتقل کرده و پس از تثبیت وزن آن در خشکانه، آن را با ترازوی دقیق توزین کنید.

۲ روشهای حجم سنجی^۱ یا تیتراسیون^۲

روشهای تیتراسیون از جمله روشهای سریع و دقیق کمی اند که کاربرد گسترده ای در شیمی تجزیه دارند. روش های حجمی براساس اندازه گیری مقدار واکنشگری باغلظت معلوم که آنالیت مصرف می کند انجام می شود.

محلول استاندارد (تیتراکننده استاندارد) عبارت است از یک واکنشگر با غلظت معلوم که برای انجام یک تجزیه حجمی به کار می رود.

تیتراسیون افزایش تدریجی یک محلول استاندارد از یک بورت به محلولی از آنالیت تا کامل شدن واکنش است، حجم موردنیاز برای کامل شدن تیتراسیون از تفاضل بین حجم ابتدایی و انتهای بورت تعیین می شود. نقطه هم ارزی^۳ در تیتراسیون هنگامی فرا می رسد که مقدار تیتراکننده افزوده شده به طور شیمیایی هم ارز مقدار آنالیت در نمونه شود.

نقطه اکی والان یا هم ارزی در یک تیتراسیون یک نقطه نظری است و به طریق تجربی نمی توان آن را تعیین کرد. اما می توان با مشاهده بعضی تغییرات فیزیکی که در موقعیت هم ارز ایجاد می شود نقطه هم ارزی را پیش بینی کرد. این تغییر فیزیکی در نقطه پایان^۴ تیتراسیون رخ می دهد.

تفاوت حجم محلول تیتراکننده بین نقطه هم ارزی و نقطه ی پایان را خطای تیتراسیون می نامند.

$$E_t = V_{ep} - V_{eq}$$

روش های تعیین نقطه پایان تیتراسیون: نقطه ی پایان تیتراسیون با ظهور تغییرات شدید یک

خاصیت فیزیکی که در طی تیتراسیون دنبال می شود، تعیین می گردد. برخی از روش های تعیین این

نقطه عبارت اند از:

- استفاده از شناساگرهای رنگی

¹ - Volumetric

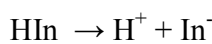
2- Titration

3-Equivalence point'

4-End point

- بررسی تغییرات پتانسیل
- بررسی تغییرات شدت جریان
- بررسی تغییرات رسانایی
- بررسی تغییرات دما و گرمای واکنش
- بررسی تغییرات جذب نور در یک طول موج نوری
- بررسی تغییرات ضریب شکست محلول

برای ایجاد یک تغییر فیزیکی قابل مشاهده (نقطه پایان) در نقطه هم ارزی، اغلب یک شناساگر به محلول آنالیت اضافه می شود. در حدود نقطه هم ارزی و نقطه پایانی تغییرات غلظت موجب تغییر ظاهری شناساگر می شود. شناساگر در تیتراسیونهای مختلف، تعاریف متفاوتی دارد. در تیتراسیون اسید-باز، شناساگر خود یک اسید یا باز ضعیف است. رنگ فرم اسیدی و بازی (آنیونی و کاتیونی) شناساگر متفاوت است. این مشخصه موجب تشخیص نقطه پایانی می شود.



هنگام تیتراسیون یک یا دو قطره از شناساگر محلول یا چند میلی گرم از شناساگر جامد به آنالیت اضافه می شود و با افزایش تیترانت از بورت به آنالیت موجود در ارلن مایر تا ظهور رنگ (نقطه پایانی) تیتراسیون انجام می شود.

آزمایش شاهد^۱: اغلب pH تغییر رنگ شناساگر در نقطه ی پایان منطبق بر pH نقطه هم ارزی نیست و بنابراین خطایی به نام خطای شناساگر به وجود می آید. گاهی از یک محلول شاهد^۱ استفاده می شود، محلولی که از نظر مجموعه گونه های موجود در آن شبیه با محلول نمونه همراه با شناساگر است، ولی بدون آنالیت (تیتراشونده) است. در مورد آزمایش ها با توجه به مکانیسم عملکرد شناساگر انجام آزمایش شاهد ضروری است.

^۱ Blank

برای اینکه واکنشی برای تیتراسیون حجمی مناسب باشد بایستی دارای حداقل شرایط زیر باشد:

۱- واکنش دارای استوکیومتری ثابت و پایدار باشد، یعنی در واکنش نسبت ثابتی بین آنالیت و تیترانت برقرار باشد.

۲- سرعت واکنش تیتراسیون سریع باشد. طوری که بتوان تیتراسیون را به سرعت و دقت مناسب انجام داد.

۳- واکنش باید کمی باشد. برای صحت تجزیه، بایستی پس از افزایش مقدار استوکیومتری تیتراکننده، دست کم ۹۹/۹٪ واکنش کامل شده باشد.

۴- برای تشخیص نقطه پایانی روش مناسبی وجود داشته باشد.

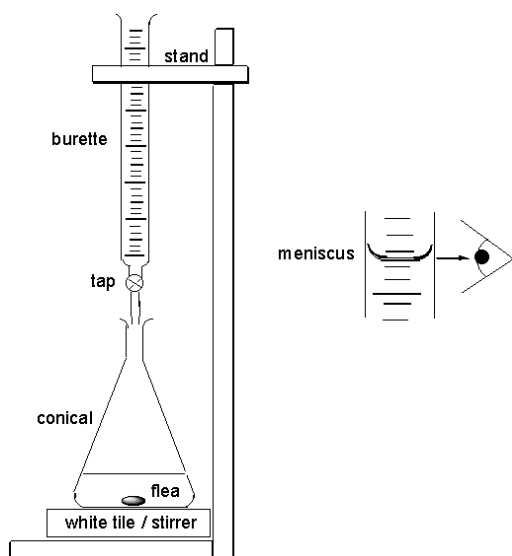
روشهای تیتراسیون به چند دسته مهم تقسیم می‌شوند که عبارت اند از :

۱- تیتراسیونهای خنثی شدنی (اسید- باز)

۲- تیتراسیونهای رسوبی

۳- تیتراسیونهای اکسایش- کاهش

۴- تیتراسیونهای کمپلکس سنجی



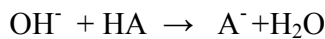
چرا تیتراسیون های اسید و باز؟
 اندازه گیری اسیدیته در صنایع مختلفی از جمله مواد
 غذایی، بهداشتی و آرایشی، دارویی، شوینده، آبکاری و
 فولاد جزء آزمایشهای روزمره محسوب می شود. در زمینه
 فعالیت های حفاظت محیط زیست، تجزیه های خاک و آب،
 بررسیهای باران اسیدی و ظرفیت بازی دریاچه ها و دریاها
 نیز تیتراسیون اسید و باز مورد استفاده قرار می گیرد.
 در صنایع نفت، روغن و چربی نیز از پارامتری به نام عدد

۲-۱ تیتراسیونهای اسید - باز

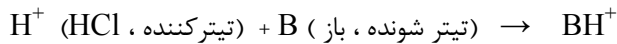
در این تیتراسیونها واکنش بین یک اسید و یک باز اتفاق می افتد. اسیدها در آب به یون H^+ و یک آنیون تفکیک می شوند ولی بازها دارای هیدروکسیل بوده و در آب به یون OH^- و یک کاتیون تفکیک می شوند. قدرت یک اسید یا باز به درجه تفکیک آن بستگی دارد. اسیدها و بازهای قوی را می توان صددرصد تفکیک پذیر دانست. ولی اسیدها و بازهای ضعیف به طور ناقص تفکیک می شوند و بایستی از روابط تعادلی استفاده کرد. مثلاً برای یک اسید ضعیف تک پروتونی داریم:



صدها ترکیب معدنی و آلی می توانند از طریق تیتراسیونی که بر اساس خواص اسیدی یا بازی پایه گذاری شده اند، تعیین مقدار شوند. اسیدها توسط تیتراسیون با یک باز قوی استاندارد (با غلظت معین) مانند سدیم هیدروکسید تعیین مقدار می شوند.



بازها توسط تیتراژ کردن با یک محلول اسید قوی استاندارد (با فاکتور معین) مانند هیدروکلریک اسید تعیین مقدار می‌شوند.



در مورد اسیدها و بازهای آلی نیز اساس کار همین است، فقط به جای کار در محیط آبی، از محیط آلی بایستی استفاده نمود.

آزمایش استاندارد کردن: برای استاندارد کردن محلول اسیدها و بازها از اجسامی به نام **استاندارد اولیه** استفاده می‌شود. مثلاً برای استاندارد کردن محلول سود از پتاسیم هیدروژن فتالات که یک اسید ضعیف است استفاده می‌شود. همچنین برای استاندارد کردن هیدروکلریک اسید از سدیم کربنات و یا بوراکس^۱ به عنوان استاندارد اولیه استفاده می‌شود.

یک ماده شیمیایی برای اینکه بتواند به عنوان استاندارد اولیه عمل کند بایستی دارای شرایطی باشد که عبارتند از:

۱- ماده شیمیایی مورد استفاده بایستی دارای اجزای معینی بوده و از خلوص بالا (۱۰۰٪) برخوردار باشد.

۲- ماده ی مورد نظر بایستی پایدار بوده و در دمای محیط کار، هوا و بدون تغییر باقی بماند.

۳- فاقد آب هیدراته بوده و از محیط آب و کربن دی اکسید جذب نکند.

۴- دارای جرم مولی نسبتاً بالا باشد تا خطای توزین به حداقل برسد.

۵- این ماده باید برای کار مورد نظر دارای واکنش شیمیایی سریع و استوکیومتری معینی باشد.

مثلاً در تیتراسیون اسید - باز، استاندارد اولیه تا حد امکان بایستی اسید یا باز قوی باشد.

^۱ -Na₂B₄O₇ · 10H₂O

۶- ماده مورد نظر بایستی سهل الوصول بوده و با قیمت مناسب در اختیار باشد.

۲-۱ تیتراسیونهای اسید قوی با باز قوی

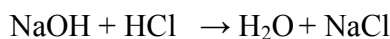
۲-۱-۱ آزمایش اندازه گیری هیدرو کلریک اسید

هدف: تهیه محلول سدیم هیدروکسید (سود) ۰/۱M و استاندارد نمودن آن، تعیین مقدار هیدرو کلریک

اسید مجهول

اساس آزمایش

برای اندازه گیری مقدار هیدرو کلریک اسید در محلول داده شده آن را با یک باز مانند NaOH در حضور شناساگر فنول فتالئین تیترو می کنند. واکنش انجام شده عبارتست از:



فنول فتالئین در محیط اسیدی بی رنگ بوده و در محیط بازی صورتی رنگ است پس خاتمه عمل تیتراسیون ظهور اولین رنگ صورتی پایدار است.

وسایل مورد نیاز: پی پت ۱۰/۰mL، حبابدار، ارلن ۲۵ mL، بورت ۵۰ mL، بالن حجمی ۱۰۰mL، شیشه ساعت و بشر ۴۰۰mL.

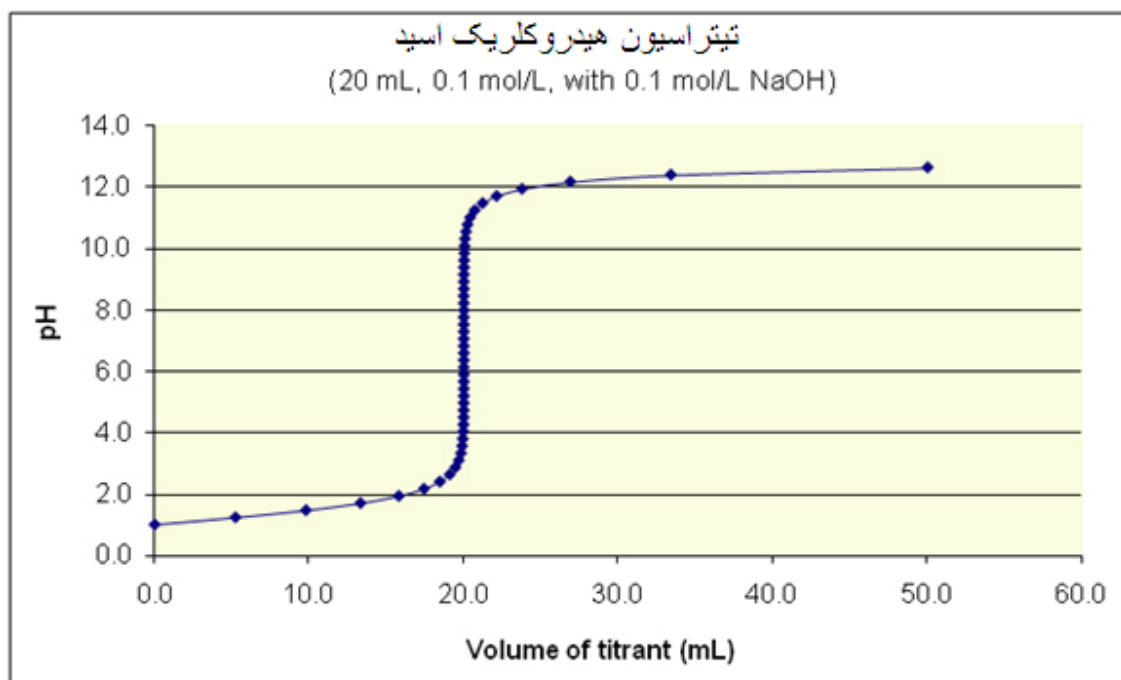
مواد مورد نیاز: محلول هیدرو کلریک اسید مجهول - شناساگر فنول فتالئین، محلول سود ۰/۱M

روش کار:

قسمت اول: ابتدا ۲۵۰ mL سود ۰/۱M بسازید. دقت کنید که چون NaOH استاندارد اولیه نیست و بسیار جاذب رطوبت است، خیلی سریع توزین کنید، به این صورت که حدود ۰/۱g سود در شیشه ساعت توزین نموده آنرا به دقت به بشر منتقل و حل کرده و به بالن ژوژه ۲۵۰ mL منتقل کنید. حال بایستی سود ساخته شده را استاندارد کنید. برای این کار مقدار دقیق ۱۰/۰mL از محلول HCl استاندارد (تیترازول) را در ارلن مایر ریخته و به آن دو قطره فنول فتالئین اضافه کرده و بورت خود را

پس از شستشو دادن با سود پر کنید. حال تیتراسیون را دو تا سه مرتبه تا ظهور رنگ صورتی تکرار کنید. تا غلظت سود ساخته شده را به دست آورید.

قسمت دوم : نمونه HCl مجهول را به حجم برسانید و با پی پت مقدار ۱۰/۰ mL از آن را وارد ارلن کرده و به آن دو قطره شناساگر فنول فتالئین اضافه کنید و با سود موجود در بورت (که غلظت آن معین است) تا به وجود آمدن رنگ صورتی تیترا کنید.. دو تا سه مرتبه تیتراسیون را تکرار کنید. مقدار HCl موجود در نمونه داده شده بر حسب غلظت مولار (M) و mg در نمونه مجهول گزارش کنید.



چرا H_3PO_4 ؟

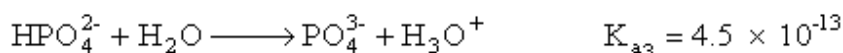
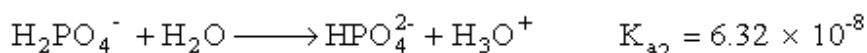
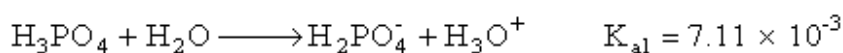
ارتو فسفریک اسید یکی از مهمترین مواد شیمیایی تولید شده در دنیاست. از این اسید در کودها، صابون ها و به عنوان افزودنی در غذاها و نوشابه ها و همچنین

۲-۱-۲ آزمایش اندازه گیری مقدار فسفریک اسید

هدف: اندازه گیری مقدار فسفریک اسید و انتخاب شناساگر مناسب برای تیتراسیون های آن

اساس آزمایش

فسفریک اسید جزء اسیدهای چند عاملی است که در هر مرحله از تیتراسیون فقط یک پروتون از آن جدا میشود.



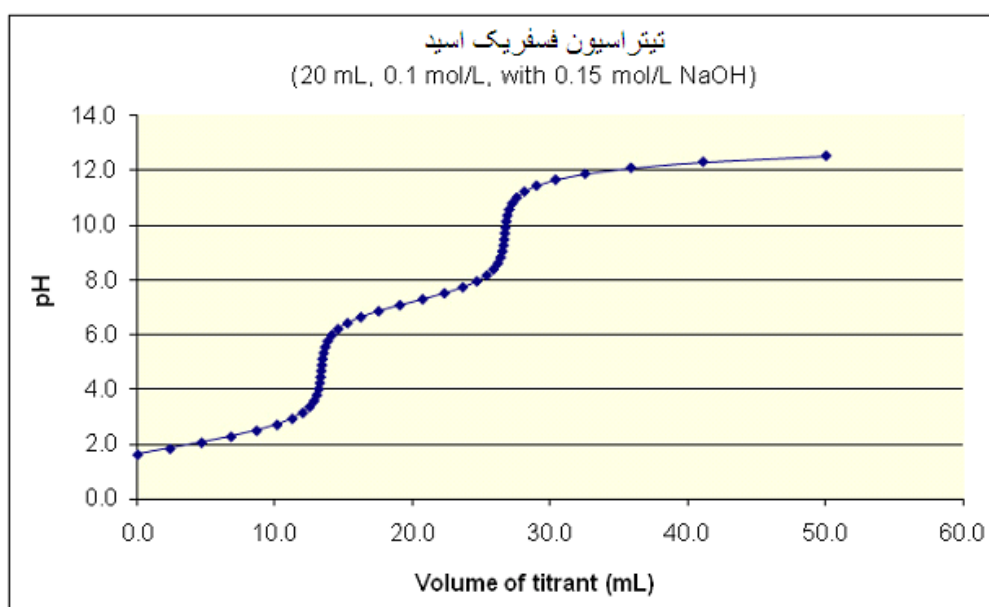
بنابراین برای هر تعادل از یک شناساگر استفاده می شود. نارنجی متیل شناساگری است که تغییر رنگ آن در ناحیه شکست اول است و تیمول فتالین شناساگری است که تغییر رنگ آن در محدوده شکست دوم است. معمولاً مشاهده شکست سوم به صورت تجربی امکان پذیر نیست، زیرا همان طور که مشاهده می کنید ثابت تعادل سوم بسیار کوچک است.

وسایل مورد نیاز: پی پت ۱۰/۰mL حبابدار، ارلن ۲۵ mL، بورت ۵۰ mL، بالن حجم سنجی ۱۰۰mL،

شیشه ساعت و بشر ۴۰۰mL

روش کار :

نمونه داده شده را به حجم برسانید و مقدار ۱۰/۰ mL از آنرا در ارلن ریخته و آنرا در حضور شناساگر نارنجی متیل تا ظهور رنگ نارنجی با سود ۰/۱ M تیترا کنید. بار دیگر مقدار ۱۰/۰mL از محلول فسفریک اسید مجهول را در ارلن مایر ریخته و به آن دو قطره شناساگر تیمول فتالین اضافه کنید و با سود ۰/۱M تا ظهور رنگ آبی کمرنگ تیترا کنید. این کار را دو تا سه بار انجام دهید. مقدار فسفریک اسید را برحسب mg در نمونه داده شده با توجه به حجم مصرفی سود در مقابل هر دو شناساگر گزارش کنید.



چرا استیک اسید؟

سرکه یا استیک اسید در سس مایونز، سس کچاب، صنایع شیمیایی (تولید استات سلولوز و تکپار وینیل استات، استرهای استیک اسید و کلرواستیک اسید)، تولید پلاستیک، رنگها و حشره کش ها کاربرد دارد.

۲-۲ تیتراسیون اسید ضعیف با باز قوی

۲-۲-۱ آزمایش اندازه گیری استیک اسید

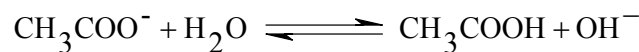
هدف: اندازه گیری مقدار استیک اسید و انتخاب شناساگر صحیح برای تیتراسیون با سود

اساس آزمایش

استیک اسید یک اسید نسبتاً ضعیف با $K_a = 1.8 \times 10^{-5}$ است. آبکافت آن به صورت زیر است:

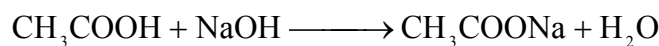


تیتراسیون اسید ضعیف با باز قوی در قبل از نقطه هم ارزی مشابه تیتراسیون اسیدبا باز قوی است، ولی در نقطه هم ارزی تمام اسید به آنیون آن که باز مزدوج اسید ضعیف است و دارای خاصیت بازی است، تبدیل می شود.

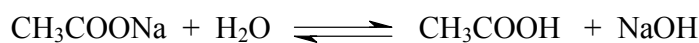


$$K_b = \frac{K_w}{K_a} = \frac{[\text{CH}_3\text{COOH}][\text{OH}^-]}{[\text{CH}_3\text{COO}^-]} = \frac{10^{-14}}{1.8 \times 10^{-5}}$$

اگر واکنش تیتراسیون آن را با سود در نظر بگیریم به این صورت است:



در نقطه هم ارزی یا اکی والان نیز آبکافت نمک CH_3COONa اتفاق می افتد :



به این ترتیب pH محلول در نقطه هم‌ارزی بالاتر از ۷ است، در صورتی که در تیتراسیون اسید - باز قوی pH نقطه هم ارزی ۷ بود. انتخاب شناساگر مناسب در تیتراسیون بسیار مهم است. بنابراین در این آزمایش یکبار تیتراسیون را در حضور شناساگر نارنجی متیل و بار دیگر در حضور شناساگر فنول فتالین انجام دهید و مقدار استیک اسید را با توجه به انتخاب صحیح شناساگر گزارش کنید.

وسایل مورد نیاز: پی پت حبابدار ۱۰/۰mL، ارلن مایر ۲۵/۰ mL، بورت ۵۰ mL، شیشه ساعت.

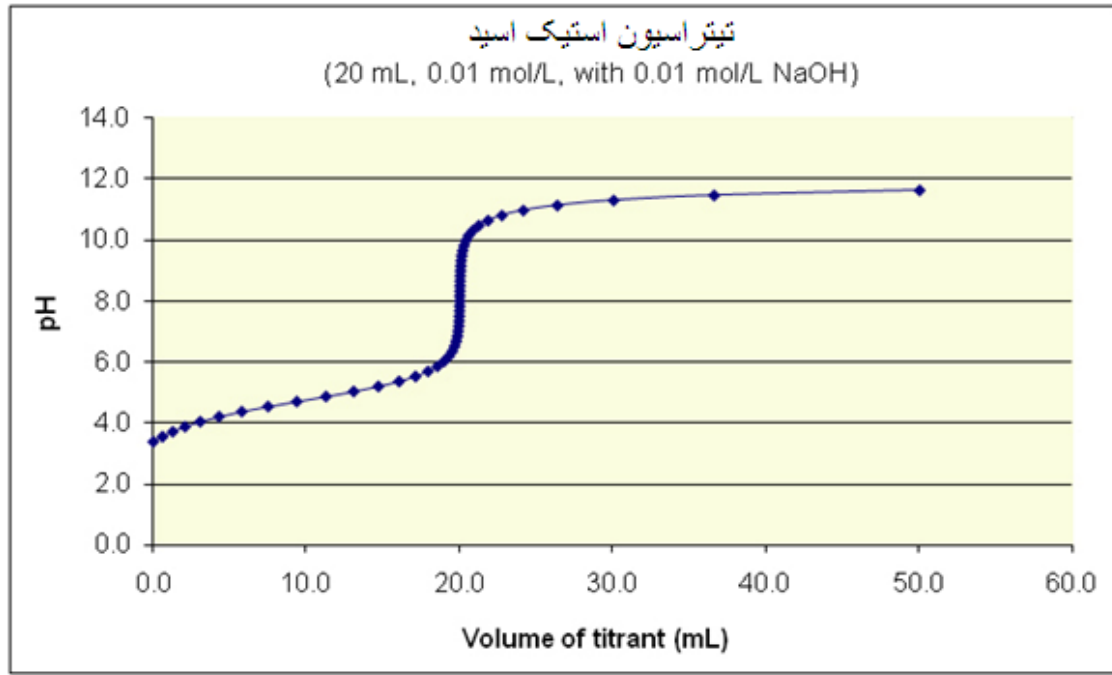
مواد مورد نیاز: استیک اسید مجهول، سود ۰/۰۱ M، شناساگر نارنجی متیل و شناساگر فنول

فتالین

روش کار :

قسمت اول: ابتدا ۲۵۰mL سود ۰/۰۱ M بسازید و آنرا در حضور محلول استاندارد ۰/۰۱ M HCl استاندارد کنید.

قسمت دوم: نمونه استیک اسید مجهول داده شده را به حجم برسانید و مقدار دقیق ۱۰/۰mL از آنرا در ارلن مایریخته و آنرا یکبار در حضور شناساگر متیل اورانژ و بار دیگر در حضور شناساگر فنول فتالین با سود ۰/۰۱ M تیترا کنید و تیتراسیون را در حضور شناساگر مناسبتر ۲ بار تکرار کنید. مقدار استیک اسید را با توجه به انتخاب درست شناساگر بر حسب mg استیک اسید در نمونه داده شده گزارش کنید.



چرا بوریک اسید؟

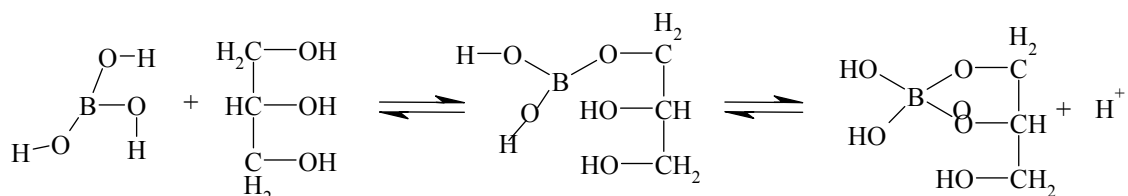
این اسید در ساخت شیشه های مقاوم نسبت به گرما (بوروسیلیکات)، الیاف های شیشه ای، چینی، متالوژی و به عنوان ضدحریق در عایقهای سلولوزی و محصولات کتانای کاربرد دارد. همچنین بوریک اسید برای کنترل قارچ در مرکبات، پمادها و محلولهای شستشوی چشم به کار می رود.

۲-۲-۲ آزمایش اندازه گیری بوریک اسید

هدف: اندازه گیری مقدار بوریک اسید

اساس آزمایش

بوریک اسید یک اسید ضعیف تک پروتونی با $K_a = 6.4 \times 10^{-10}$ است که نمی توان آن را مستقیماً با یک باز قوی تیتر کرد، ولی با افزودن ترکیبات آلی مثل مانیتول، گلوکوز، سوربیتول یا گلیسرول عامل اسیدی آن تقویت شده و پروتون بوریک اسید به راحتی آزاد شده و با باز قوی تیتر می شود. پس در این آزمایش تیتراسیون بوریک اسید با استفاده از گلیسرین با سود انجام و تعیین مقدار می شود. واکنش آن به صورت زیر است:



وسایل مورد نیاز: پی پت حبابدار ۱۰/۰ mL، ارلن مایر ۲۵۰ mL، بورت ۵۰ mL

مواد مورد نیاز : بوریک اسید مجهول، محلول سود 0/01 M ، شناساگر فنول فتالئین، گلیسرین ، هیدرو کلریک اسید 0/01M

روش کار :

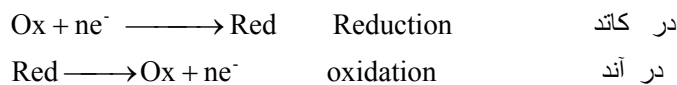
در این آزمایش از سودی که در آزمایش استیک اسید استاندارد کرده اید استفاده کنید. پیش از شروع آزمایش چون گلیسرین خود یک اسید ضعیف است، باید ابتدا خنثی شود.

پس حدود 20 mL گلیسرین در یک ارلن مایر تمیز وارد کرده و به آن حدود 20 mL آب مقطر و دو قطره فنول فتالئین اضافه کنید و از بورت به آن قطره قطره سود 0/01 M اضافه کنید تا رنگ صورتی ظاهر شود. برای دقت بیشتر پس از ایجاد رنگ صورتی بوسیله قطره چکان آنقدر 0/01 M HCl اضافه کنید تا رنگ صورتی از بین برود و مجدداً بوسیله سود با دقت آن را خنثی کنید.

نمونه بوریک اسید را به حجم برسانید و با پی پت مقدار دقیق 10/0 mL از آن را وارد ارلن تمیزی کرده و به آن حدود 10 mL گلیسرین خنثی شده اضافه کنید و در حضور شناساگر فنول فتالئین آن را با سود 0/01 M تیتراسیون را دو تا سه بار تکرار کنید و مقدار بوریک اسید را برحسب mg در نمونه گزارش کنید.

۲-۳ تیتراسیون اکسایش - کاهش

این روشها بر مبنای انتقال الکترون هستند. اگر یک یون، اتم یا مولکول الکترون دریافت کند کاهیده و اگر الکترون از دست بدهد اکسید می شود. هر واکنش اکسایش-کاهش از دو نیمه واکنش تشکیل شده است. نیمه واکنش اکسایش همراه با از دست دادن الکترون و نیمه واکنش کاهش همراه با گرفتن الکترون است.



در یک واکنش اکسایش-کاهش، هر چقدر تفاوت پتانسیل استاندارد (E^0) برای نیمه واکنشهای اکسایش و کاهش بیشتر باشد، واکنش کاملتر است و این نوع واکنش ها در تیتراسیونها اهمیت بیشتری دارند.

$$E_{\text{Reaction}} = E_{\text{Cathode}} - E_{\text{Anode}} = E_{\text{Red}} - E_{\text{Ox}}$$

واکنشهای اکسایش-کاهش به کار رفته در تیتراسیون ها برگشت پذیر^۱ هستند. تقریباً تمام عناصر و تعداد زیادی از اجسام آلی را می توان با این روشها اندازه گیری کرد :

۱- منگانوسنجی : براساس اکسایش با $KMnO_4$

۲- یدسنجی : در واکنش های یدیمتری براساس اکسایش با I_2 آزاد و در واکنش های یدومتری کاهش توسط یونهای I^- صورت می گیرد.

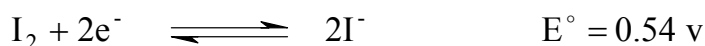
۳- کروماتوسنجی : براساس اکسایش با $Cr_2O_7^{2-}$

۴- بروماتوسنجی : براساس اکسایش با BrO_3^-

۲-۳-۱ روشهای یدسنجی

^۱ - Reversible

ید اکسید کننده نسبتاً ضعیفی است، پتانسیل اکسایش آن نسبت به بسیاری از اکسید کننده ها (مانند پتاسیم پرمنگنات و پتاسیم دی کرومات) که در شیمی تجزیه به کار می روند پایینتر است.



تیتراسیونهای ید سنجی به طور کلی به دو دسته تقسیم می شوند. در دسته اول، موادی که دارای پتانسیل اکسایش پایینتر از سامانه I_2 / I^- هستند، یعنی پتانسیل استاندارد آنها کمتر از 0.54 v است، به سادگی توسط ید اکسید می گردند. این مواد را می توان بوسیله تیتراسیون با محلول استاندارد ید اندازه گیری کرد. این روشها را روش مستقیم یا یدی سنجی^۱ می نامند که برای اندازه گیری عوامل کاهنده مانند سولفیتها، تیوسولفاتها، آرسنیتها و قلع (II) مورد استفاده قرار می گیرند. در دسته دوم، موادی که پتانسیل اکسایش آنها بیشتر از پتانسیل سیستم I_2 / I^- است، یعنی $E^\circ > 0.54 \text{ v}$ است و می توانند یون یدید را به I_2 تبدیل کنند. برای اندازه گیری این مواد، به آنها مقداری از یک نمک یدید (معمولاً پتاسیم یدید) اضافه می شود و مقدار ید آزاد شده را با محلول سدیم سولفات استاندارد تیترو می کنند. این روشها را روش غیر مستقیم یا یدسنجی^۲ می نامند و برای اندازه گیری مقدار اکسید کننده هایی مانند کلر، برم، یدات، مس (II) و آهن (II) و سرب و ... به کار می روند.

¹ Iodimetry

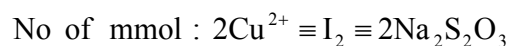
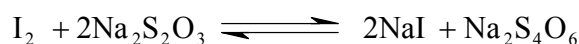
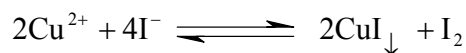
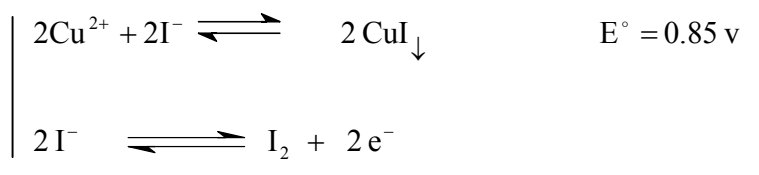
² Iodometry

۱-۳-۲ آزمایش اندازه گیری مس با روش یدسنجی

هدف : اندازه گیری مقدار Cu با روش یدسنجی

اساس آزمایش

یکی از مهمترین کاربردهای روش یدسنجی، اندازه گیری مس در آلیاژها، سنگ معدن و ... است. برای اندازه گیری یون مس(II) در محیط اسیدی به آن مقدار اضافی یون یدید (I^-) اضافه می شود و در نتیجه واکنش، رسوب مس یدید (CuI) و محلول I_2 تشکیل می شوند. مقدار ید آزاد شده معادل مقدار یون مس است. بنا بر این با تیتراسیون محلول ید حاصل در حضور چسب نشاسته می توان مقدار مس را تعیین نمود.



وسایل مورد نیاز: پی پت حبابدار ۱۰/۰mL ، ارلن ۲۵۰ mL ، بورت ۵۰ mL ، شیشه ساعت، بالن ژوژه

۲۵۰ mL

مواد مورد نیاز: پتاسیم یدید (KI ۲۰٪)، محلول استیک اسید ۲M، معرف چسب نشاسته، پودر یا

محلول سدیم تیوسولفات

روش کار

قسمت اول : مقدار ۱۰/۰ mL محلول سدیم تیوسولفات ۰/۰۱ M بسازید و آن را به روش زیر استاندارد کنید. مقدار ۱۰ mL محلول استاندارد ید ($0/005\text{ M I}_2$) را در ارلن ریخته و با محلول سدیم تیوسولفات تهیه شده تیترا کنید . به این صورت که افزایش سدیم تیوسولفات را تا ظهور رنگ زرد کم رنگ محلول ید در ارلن ادامه داده و سپس به آن چند قطره از شناساگر چسب نشاسته افزوده، رنگ محلول آبی رنگ می شود، حال تیتراسیون را تا از بین رفتن رنگ آبی ادامه دهید. چرا در اینجا شناساگر از ابتدای عمل تیتراسیون اضافه نمی شود؟

قسمت دوم : نمونه محلول مجهول مس را به حجم رسانده و مقدار ۱۰/۰ mL از آن را در ارلن ریخته و به آن ۱ mL استیک اسید (۲ M) و مقدار ۱۰ mL محلول پتاسیم یدید (KI % ۲۰) افزوده و با شیشه ساعت روی درب ارلن را پوشانده و مدت ۵ دقیقه در تاریکی (داخل کمد) قرار داده و بعد از زمان ۵ دقیقه با محلول سدیم تیوسولفات استاندارد ۰/۰۱ M تیترا کرده تا به رنگ زرد کاهی برسید. سپس به آن مقدار ۱ mL شناساگر چسب نشاسته افزوده و تیتراسیون را تا ظهور رنگ شیری ادامه دهید. تیتراسیون را به همین ترتیب ۲ تا ۳ بار تکرار کرده و مقدار Cu(II) را در نمونه مجهول داده شده بر حسب mg گزارش کنید.

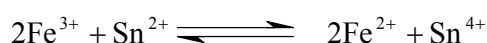
۲-۳-۲ اندازه گیری یون Fe(III) با روش منگانوسنجی

هدف: آزمایش اندازه گیری مقدار یون آهن (III) با روش منگانوسنجی

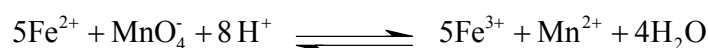
اساس آزمایش

بسیاری از مواد کاهنده در محیط اسیدی یا قلیایی می توانند با پتاسیم پرمنگنات ترکیب شده و یون پرمنگنات را به یون منگنز (VI و IV و III و II) تبدیل کنند. خاتمه عمل بدون به کار بردن هیچ شناساگری قابل تشخیص است، چون رنگ تند و بنفش پرمنگنات در محلولهای بی رنگ به خوبی دیده می شود.

پایدارترین گونه آهن در محلول آبی Fe^{3+} است ولی یون MnO_4^- با Fe^{3+} واکنش نمی دهد پس باید آهن (III) را به آهن (II) تبدیل نمود. برای این کار از کاهنده ای مانند $SnCl_2$ استفاده می شود.



سپس در محلول اسیدی آهن (II) حاصل توسط یون پرمنگنات به آهن (III) تبدیل شده و با به دست آوردن مقدار پرمنگنات لازم، مقدار آهن (III) اندازه گیری می شود.



وسایل مورد نیاز: پی پت حبابدار ۱۰/۰ mL، بالن حجمی ۲۵۰ mL، شیشه ساعت، بورت ۵۰ mL،

بشر ۶۰۰ mL، شعله چراغ، میله همزن، ارلن مایر ۲۵۰ mL

مواد مورد نیاز: محلول مجهول آهن (III)، پودر یا محلول $KMnO_4$ ، محلول استاندارد اگزالیک اسید

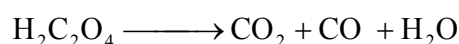
(۰/۰۵ M)، سولفوریک اسید (۶M)، هیدرو کلریک اسید (۶M)، محلول قلع کلرید ۰/۲۵ M، محلول

(۰/۵HgCl₂)، محلول (Zimmermann-Reihardt) Z.R

روش کار:

قسمت اول: ۲۵۰ mL محلول ۰/۰۱ M $KMnO_4$ ساخته و با روش زیر استاندارد کنید.

۱۰/۰ mL محلول اگزالیک اسید (۰/۰۵ M) را وارد ارلن کرده و به آن مقدار ۳-۴ mL سولفوریک اسید ۶ M اضافه کرده و به آرامی تا ۶۰-۵۰ °C حرارت دهید، مواظب باشید محلول نجوشد، در صورتی که محلول بجوشد، در محیط اسیدی اگزالیک اسید مطابق فرمول تجزیه شده و مقدار آن کم می شود.



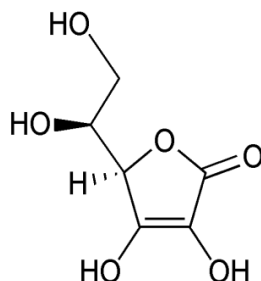
محلول داغ را با محلول پتاسیم پرمنگنات تهیه شده تیترا کنید. پایان تیتراسیون ظهور رنگ صورتی کمرنگ ناشی از اولین قطرات اضافی پرمنگنات است. این رنگ بایستی برای ۳۰ ثانیه ثابت بماند. (هنگام حرارت دادن اگر رنگ محلول کدر شد یا رسوبی تشکیل شد محلول را دور ریخته و مجدداً آزمایش را با دقت بیشتری انجام دهید.)

قسمت دوم : نمونه مجهول آهن (III) را به حجم رسانده و مقدار ۱۰/۰ mL از آن را به بشر ۶۰۰ mL منتقل کنید، ۱۰ mL هیدرو کلریک اسید ۶ M به آن بیفزایید و تا دمای ۹۰-۷۰ °C حرارت دهید، ولی مواظب باشید نجوشد، سپس نمونه گرم را به زیر هود برده و به آن قطره قطره محلول SnCl_2 توأم با هم زدن، اضافه کنید. بعد از افزودن هر قطره چند ثانیه صبر کنید و سپس قطره بعدی را اضافه نمایید. وقتی رنگ محلول زرد روشنتر شد بایستی افزایش SnCl_2 را آرامتر کرد (می توانید محلول SnCl_2 را با حجم مساوی از آب مقطر رقیق کرده و به محلول اضافه کنید.) افزایش SnCl_2 را تا جایی ادامه دهید که با افزایش یک قطره دیگر از آن رنگ زرد محلول به طور کامل ناپدید شود. برای اطمینان از کاهش کامل Fe^{3+} به Fe^{2+} یک تا دو قطره SnCl_2 وارد بشر کنید. (دقت کنید مقدار SnCl_2 زیادی نبایستی به محلول اضافه شود)، به محلول حاصل مقدار ۱۰۰ mL آب مقطر سرد اضافه کنید تا محلول سرد شود و یک مرتبه به آن ۲۰ mL محلول HgCl_2 اضافه کرده و تکان دهید و ۲ دقیقه صبر کنید تا رسوب سفید لاکه Hg_2Cl_2 تشکیل شود، (اگر رسوب تشکیل نشد یا سیاه شد محلول را دور ریخته و آزمایش را از ابتدا با دقت بیشتر تکرار کنید). به محلول حاصل (بدون صاف کردن رسوب) حدود ۲۰۰ mL آب مقطر سرد و ۸-۶ mL محلول (Z. R) اشباع افزوده و محلول حاصل را با

محلول پرمنگنات استاندارد شده، تیترا کنید. پایان تیتراسیون ظهور رنگ صورتی کم رنگ در محلول
است. مقدار Fe^{3+} را بر حسب mg در نمونه داده شده گزارش کنید.

۳-۳-۲ اندازه گیری مقدار آسکوربیک اسید (ویتامین C)

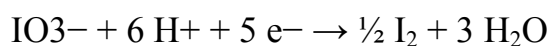
ویتامین C از ویتامینهای محلول در آب بوده که بدن انسان قادر نیست آن را تولید کند، بنابراین دریافت آن از طریق رژیم غذایی و یا مکمل ها ضرورت دارد. این ویتامین یک پاد اکسنده بسیار قوی بوده که در حفاظت از بدن در محیط های آبی بدن مانند ریه و قرنیه در مقابل رادیکالهای آزاد نقش مهمی ایفا می کند. نقش اصلی این ویتامین شرکت در تولید کلاژن جهت استحکام بخشیدن به پوست، استخوان، دندانها و سایر بافتهای بدن است. ویتامین C برای عملکرد بهینه سامانه ایمنی ضروری بوده و در تولید بسیاری از ناقلین عصبی نقش دارد، این ویتامین برای جذب و عملکرد سایر مواد معدنی از جمله آهن و ویتامین E مورد نیاز است. همچنین در جلوگیری از اکسایش LDL و ممانعت از رسوب چربیها در عروق موثر بوده به سلامت قلب و عروق کمک می کند. این ماده به عنوان یک مکمل رژیمی برای کمک به سلامتی قلب و عروق، تقویت سامانه ایمنی، جلوگیری از سرماخوردگی و ... توصیه می شود.



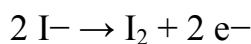
هدف: اندازه گیری مقدار آسکوربیک اسید موجود در قرص ها و مکمل های غذایی با روش یدسنجی

اساس آزمایش:

این روش تعیین غلظت ویتامین C در یک محلول توسط تیتراسیون اکسایش و کاهش (یدسنجی) با پتاسیم یدات در حضور پتاسیم یدید است. در این تیتراسیون یون یدات طبق واکنش زیر به صورت ید کاهیده می شود:



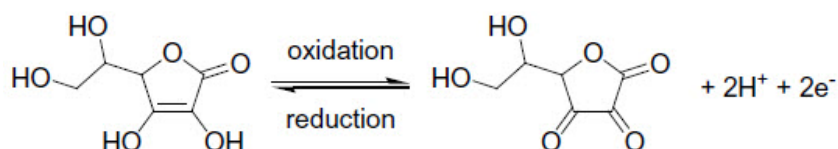
در حالی که یون یدید به شکل ید اکسید شده است:



ترکیب این نیمه معادلات نشان می دهد که واکنش بین یدات و یدید این گونه است:



ید تشکیل شده در این واکنش آسکوربیک اسید را به باز مزدوج آن تبدیل می کند و ید به یون یدید کاهیده می شود:



با توجه به این واکنش تا زمانی که همه آسکوربیک اسید اکسید شود ید تشکیل شده بلافاصله به یدید کاهیده می شود. پس از آن ید اضافی با شناساگر چسب نشاسته واکنش می دهد و کمپلکس آبی سیاه ید و نشاسته به وجود می آید که نمایانگر نقطه پایانی تیتراسیون است.

این روش برای استفاده با قرص های ویتامین C، آب میوه های تازه یا بسته بندی شده و میوه و سبزیجات جامد مناسب است.

وسایل مورد نیاز:

بورت 50 mL، ارلن 250 mL، بالن حجم سنجی 250 mL و 100 mL، استوانه مدرج 10 mL و 100 mL، بشر 100 mL، چراغ بونزن و سه پایه فلزی، ترازو، همزن شیشه ای، پیپت 5mL

مواد مورد نیاز:

محلول پتاسیم یدید 20%، نشاسته، اسید کلریدریک 1M، محلول پتاسیم یدات 0.002 M،

قرص ویتامین ث

روش کار:

قسمت اول : محلول سازی

۱ - معرف چسب نشاسته: مقدار 1.0 g نشاسته را توزین کرده و در ۱۰mL - ۷ آب مقطر حل کنید و پس از آن که محلول شفاف به دست آمد آن را درون ۱۰۰ mL آب در حال جوش بریزید و حرارت دهید تا شفاف شود. قبل از استفاده از چسب نشاسته اجازه دهید تا محلول سرد شود.

۲ - محلول پتاسیم یدات: در صورت امکان، 1g پتاسیم یدات را برای چند ساعت یا یک شب در 100 درجه سانتی گراد خشک کنید. اجازه دهید تا خنک شود و با دقت، مقدار مورد نیاز را توزین کرده و در مقداری آب مقطر حل کنید. سپس در بالن حجمی 250 mL به حجم برسانید.

۳ - تهیه نمونه: قرص ویتامین C را توزین کرده و درون بالن حجم سنجی ۱۰۰ mL در آب مقطر حل نموده و به حجم برسانید. آسکوربیک اسید در اکسایش با اکسیژن اتمسفری در طول زمان حساس است. به همین دلیل، نمونه باید بلافاصله قبل از تیتراسیون آماده گردد، اگر از چند ساعت قبل نمونه آماده شود، ممکن است علاوه بر آسکوربیک اسید، اگزالیک اسید نیز تولید و در اکسیداسیون شرکت کند.

۴ - برای بقیه محلول ها جرم مورد نیاز را وزن نموده و در بالن حجم سنجی 100 mL محلول سازی را انجام دهید.

قسمت دوم : تیتراسیون یدسنجی

مقدار 10 mL محلول حاوی آسکوربیک اسید را درون ارلن ریخته و به آن 100 mL آب مقطر، 5 mL کلریدریک اسید، 10 mL پتاسیم یدید ($20\% \text{ KI}$) و 1 mL شناساگر چسب نشاسته اضافه نمایید. حال این محلول را با پتاسیم یدات 0.002 M تا ایجاد رنگ آبی-مشکی تیره به دلیل ایجاد کمپلکس ید-نشاسته تیترا کنید. تیتراسیون را ۲ بار به همین صورت انجام داده و مقدار KIO_3 مصرفی را یادداشت کنید.

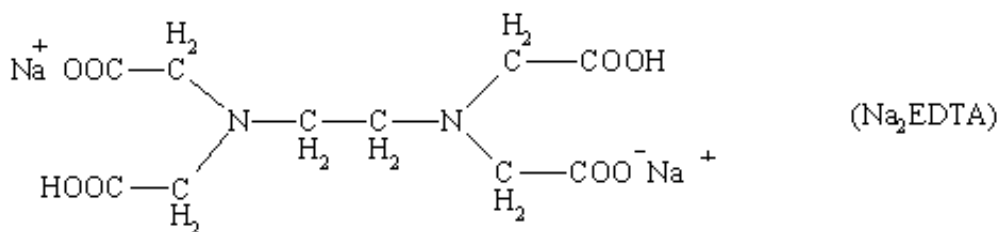
خواسته ها:

- ۱ - محاسبه کنید در هر تیتراسیون چند مول یون یدات در واکنش تشکیل ید مصرف شده است؟
- ۲ - تعیین کنید در هر تیتراسیون چند مول ید تشکیل شده است؟
- ۳ - مولاریته آسکوربیک اسید موجود در نمونه را محاسبه و مقدار آن را بر حسب مول و سپس میلی گرم موجود در واحد گزارش کنید.



۲-۴ تیتراسیون های کمپلکس سنجی

بسیاری از یونهای فلزی با گروههایی که دارای زوج الکترون هستند ترکیبات کوئوردیناسیون یا کمپلکس به وجود می آورند. گروهی را که الکترون خود را به طور یک جانبه در اختیار یون فلز قرار می دهد لیگاند می گویند. لیگاندها بسته به اینکه چند اتم کوئوردینانس شونده دارند، به لیگاندهای یک دندانه، دو دندانه و چند دندانه تقسیم می شوند. مهمترین لیگاند مورد استفاده در تیتراسیون های کمپلکس سنجی یک لیگاند شش دندانه به نام اتیلن دی آمین تترا استیک اسید یا EDTA است که معمولاً نمک دی سدیم آن استفاده می شود.



EDTA با همه کاتیونهای فلزی تولید کمپلکسهای ۱:۱ می کند. یعنی یک مول EDTA با یک مول از کاتیون فلزی واکنش داده و یک مول کمپلکس تولید می کند.

برای تیتراسیون کمپلکس سنجی محلول مورد نظر را در pH مناسب بافری نموده و با انتخاب شناساگر مناسب ، یون فلزی توسط محلول استاندارد EDTA تیتر می شود. تغییر رنگ محسوس نشان دهنده نقطه پایان است.

۱-۴-۲ آزمایش اندازه گیری سختی آب

هدف: اندازه گیری مقدار سختی کل آب با روش تیتراسیون کمپلکس سنجی

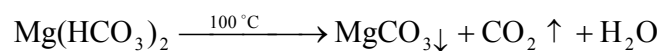
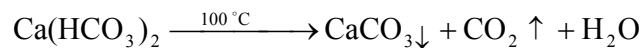
اساس آزمایش

در گذشته، سختی^۱ آب به مجموع کاتیون های موجود در آب که جانشین سدیم و پتاسیم صابون شده و رسوب می کردند، گفته می شد. ولی امروزه سختی آب به غلظتی از کلسیم کربنات که معادل تمام کاتیونهای چند ظرفیتی در آب است، اطلاق می شود. سختی عبارتست از مجموع نمکهای کلسیم و منیزیم موجود در آب و درجه سختی آب برحسب میلی گرم برلیتر یا ppm کلسیم کربنات نشان داده می شود.

برای سختی آب معمولاً از دو اصطلاح سختی ثابت و موقت استفاده می شود.

سختی ثابت: در آب هایی که دارای نمک های کلسیم و منیزیم که همراه آنیون هایی مانند سولفات، کلرید، نیترات و سیلیکات هستند و با جوشاندن نرم نمی شوند.

سختی موقت: عبارت است از مجموع نمک های بی کربنات و کربنات کلسیم و منیزیم موجود در آب که در اثر حرارت و جوشاندن نیمی از CO₂ خود را از دست داده و به صورت کلسیم کربنات و منیزیم کربنات رسوب نموده و از آب جدا می شوند.



مجموع سختی ثابت و موقت، سختی کل نامیده می شود.

برای تعیین سختی آب از تیتراسیون مستقیم با EDTA در حضور شناساگر اریو کروم بلاک تی (EBT) در pH = ۱۰ استفاده می شود.

^۱ - Hardness

وسایل مورد نیاز: پی پت حبابدار ۱۰۰/۰ mL، ارلن ۲۵۰ mL، بورت ۵۰ mL، بشر ۴۰۰ mL

مواد مورد نیاز: نمک دی سدیم تترااستیک اسید Na_2EDTA به صورت جامد یا محلول استاندارد EDTA ۰/۰۱ M، نمونه آب، بافر ۱۰ = pH، شناساگر اریوکروم بلاک T (EBT) به صورت جامد، تیترازول Ni^{2+} ۰/۰۱ M، آمونیاک غلیظ - شناساگر مورکسید به صورت پودر.

روش کار

قسمت اول: ۵۰۰ mL محلول EDTA ۰/۰۱ M تهیه کرده و به روش زیر استاندارد کنید.

مقدار دقیق ۱۰/۰ mL از محلول استاندارد Ni^{2+} ۰/۰۱ M را وارد ارلن کرده و به آن ۱-۲ mL آمونیاک غلیظ اضافه کنید (رنگ محلول آبی کمرنگ می شود). سپس به محلول به اندازه چند میلی گرم (نوک اسپاتول) شناساگر مورکسید اضافه کنید. رنگ قرمز مایل به قهوه ای ایجاد می شود و با محلول EDTA تهیه شده تا رسیدن به رنگ زرشکی تیترا کنید و پس از افزایش چند قطره رنگ زرشکی به رنگ بنفش تبدیل می شود. ظهور رنگ بنفش پایان تیتراسیون است. دو تا سه مرتبه تیتراسیون را تکرار کنید.

قسمت دوم: بشر را از نمونه آب پر کنید و با پی پت حبابدار مقدار دقیق ۱۰۰/۰ mL از نمونه آب را با پی پت حبابدار وارد ارلن کرده و به آن ۳-۴ mL بافر ۱۰ = pH و نوک اسپاتول شناساگر اریوکروم بلاک تی (EBT) افزوده، رنگ محلول قرمز بنفش می شود و با محلول EDTA تهیه شده تا رسیدن به رنگ آبی تیترا کنید. دو تا سه مرتبه تیتراسیون را تکرار کنید. مقدار سختی کل را برحسب mg/L CaCO_3 گزارش کنید.

۲-۴-۲ آزمایش اندازه گیری سختی کلسیم

هدف: اندازه گیری سختی کلسیم و سختی موقت

اساس آزمایش

اساس اندازه گیری کلسیم در حضور منیزیم پایدارتر بودن کمپلکس Ca EDTA نسبت به MgEDTA است. پس EDTA ابتدا با Ca^{2+} و سپس با Mg^{2+} کمپلکس تشکیل می دهد. اما Mg^{2+} در pH های بالاتر از ۱۰ تشکیل $Mg(OH)_2$ می دهد و رسوب کرده و نمی تواند مزاحمتی ایجاد کند. پس تیتراسیون در $pH = 12 - 14$ انجام می شود.

روش کار

با پی پت حبابدار مقدار دقیق ۱۰۰/۰ mL از نمونه ی آب را وارد ارلن کرده و به آن ۳-۴ mL محلول سود ۲M و نوک اسپاتول شناساگر مورکسید افزوده و با محلول EDTA ۰/۰۱ M تیتراسیون کنید. پایان تیتراسیون تغییر رنگ صورتی به بنفش است. تیتراسیون را دو تا سه بار تکرار کنید و مقدار سختی کلسیم را برحسب $CaCO_3$ mg/L گزارش کنید.

$$\text{سختی کلسیم} - \text{سختی کل} = \text{سختی Mg برحسب } CaCO_3 \text{ mg/L}$$

مقادیر سختی کل، سختی منیزیم و سختی کلسیم را جداگانه بر حسب $CaCO_3$ mg/L گزارش کنید.

۲-۵ تیتراسیون های تشکیل رسوب^۱

یکی از کاربردهای واکنش های رسوبی تیتراسیون رسوبی است . در تیتراسیون رسوبی محلول تیتراکننده (رسوب دهنده) را که دارای غلظت استاندارد است به آنالیت (رسوب کننده) افزوده و تغییرات یک خاصیت فیزیکی محلول را برحسب حجم افزوده شده از تیتراکننده رسم می کنند تا هنگامی که رسوب به طور کامل تشکیل ونقطه پایان تیتراسیون مشاهده شود. با استفاده از حجم تیتراکننده مصرف شده وغلظت آن می توان غلظت آنالیت را تعیین کرد. برای اندازه گیری یک نمونه با روش تیتراسیون رسوبی باید شرایط زیر برقرارباشد :

۱-حلالیت رسوب تشکیل شده بسیار کم باشد .این شرط بیانی از کامل بودن یابه عبارتی ثابت تعادل بسیار بالای واکنش تیتراسیون است.

۲- رسوب ایجاد شده خالص باشد .به طوری که ناخالصی موجب تغییر نسبت استوکیومتری آنالیت و تیتراکننده نشود .

۳-رسوب تشکیل شده دارای ذرات درشت باشد تا به خوبی ته نشین شود تا رنگ شناساگر در محلول قابل تشخیص باشد .

۴-واکنش تشکیل رسوب سریع تشکیل شود .

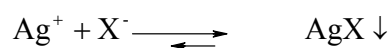
۵- روشی برای تشخیص انجام کامل واکنش یا تشخیص نقطه پایان تیتراسیون موجود باشد.

مهمترین کاربرد تیتراسیونهای رسوبی اندازه گیری یونهای هالیدی (I^- , Br^- , Cl^-) ، CNS^- و ... است.

چون تیتراسیون با یون نقره (Ag^+) انجام می شود این روشها به روشهای نقره سنجی^۱ نیز معروفند. با

افزایش نقره نیترات به عنوان محلول تیترا کننده رسوبهای مثل AgCl , AgBr و ... تشکیل می شود.

^۱ -Precipitation titration

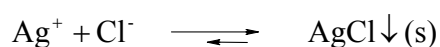


۱-۵-۲ آزمایش اندازه گیری یون کلرید به روش مور^۲

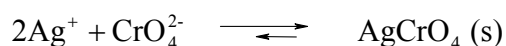
هدف: اندازه گیری یون کلرید به روش مور

اساس آزمایش

این روش بیشتر از صد سال است که برای اندازه گیری یون کلرید (Cl^-) و برمید (Br^-) استفاده می شود. در این روش که یک تیتراسیون رسوبی مستقیم است از نقره نیترات (AgNO_3) استاندارد شده توسط سدیم کلرید (به عنوان استاندارد اولیه) استفاده می شود. برای تعیین نقطه پایان از شناساگر کرومات پتاسیم (K_2CrO_4) استفاده می شود و تیتراسیون در محیط خنثی ($\text{pH} = 7$) تا تشکیل رسوب آجری رنگ (Ag_2CrO_4) انجام می شود.



واکنش تیتراسیون



واکنش نقطه پایانی

وسایل مورد نیاز: بورت ۵۰ mL، پی پت حبابدار ۱۰۰/۰ mL، ارلن ۲۵۰ mL، بشر ۴۰۰ mL، شیشه ساعت.

مواد مورد نیاز: محلول یون کلرید مجهول، محلول نقره نیترات (0.01 M AgNO_3) استاندارد شده، محلول کرومات پتاسیم (K_2CrO_4) به عنوان شناساگر.

¹ -Argentometry

² -Mohr

روش کار

قسمت اول : ۲۵۰ mL محلول نقره نیترات (0.01 M AgNO_3) را تهیه کرده و استاندارد کنید. مقدار ۱۰/۰ mL محلول استاندارد (0.01 M NaCl) را وارد ارلن مایر کرده و به آن یک تا دو قطره محلول شناساگر K_2CrO_4 اضافه کنید کرده و با محلول نقره نیترات (AgNO_3) تهیه شده تا به وجود آمدن رنگ زرد آجری تیترا کنید. تیتراسیون را دو تا سه مرتبه تکرار کنید.

قسمت دوم : نمونه داده شده را به حجم رسانده و مقدار ۱۰/۰ mL از آن را با پی پت وارد ارلن کرده و در حضور معرف K_2CrO_4 با محلول نقره نیترات (AgNO_3) تهیه شده با غلظت معین تیترا کنید. دو تا سه مرتبه تیتراسیون را تکرار کنید. مقدار Cl^- را برحسب mg در نمونه داده شده گزارش کنید.

توجه : هنگام کار سعی کنید از آغشته شدن دستهای خود به محلول AgNO_3 و یا از ریختن آن به روی میز کار جلوگیری کنید. چون دست یا میز قرمز رنگ می شود که قابل شستشو نیست.

۲-۵-۲ آزمایش اندازه گیری یون کلرید با روش ولهارد^۱

هدف : آشنایی با تیتراسیون برگشتی و اندازه گیری یون کلرید با روش ولهارد

اساس آزمایش

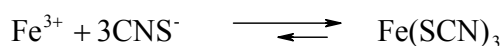
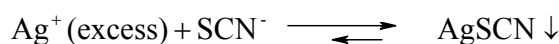
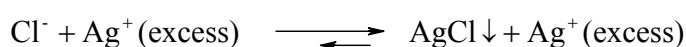
در تیتراسیون برگشتی مقدار اضافی از محلول تیترا کننده به محلول اضافه می شود و مقدار اضافی تیترا کننده با محلول استاندارد دیگری تیترا می شود. روش ولهارد طریقه ای برای تیتراسیون یون نقره با

^۱ -Volhard

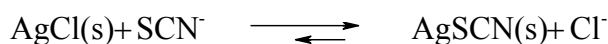
پتاسیم تیوسیانات استاندارد است. با این روش به طور غیر مستقیم می توان مقدار هالیدها یا هر آنیون دیگری که به طور کمی با نقره نیترات رسوب می دهد را تعیین نمود.

مقدار هالید به وسیله تیتراسیون برگشتی در محیط اسیدی توسط تیوسیانات و با شناساگر $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ اندازه گیری می شود. نیاز به یک محیط به شدت اسیدی گویای ارجحیت بارز روش ولهارد نسبت به سایر روشهای تجزیه هالیدهاست، زیرا یونهای نظیر کربنات و اگزالات در محیط خنثی تولید نمک های نقره کم محلول می کنند ولی در محیط اسیدی مزاحمتی نخواهند داشت.

برای آزمایش مقدار اضافی AgNO_3 افزوده می شود و هنگامی که تمامی یون هالید با یون نقره رسوب کرد اضافه یون Ag^+ با تیوسیانات تشکیل رسوب نقره تیوسیانات (AgSCN) سفید رنگ می دهد و اولین مقدار اضافه یون تیتراسیون کننده یعنی تیوسیانات (SCN^-) با شناساگر Fe^{3+} واکنش داده و کمپلکس محلول قرمز خونی رنگ تشکیل می شود.



ولی نقره کلرید از نقره تیوسیانات محلولتر است، در نتیجه در اندازه گیری یون کلرید با روش ولهارد، در نزدیکی انتهای تیتراسیون برگشتی اضافی یون نقره، واکنش زیر پیشرفت می کند.



واکنش بالا موجب محو نقطه پایانی در تجزیه ی یون کلرید میشود. حاصل این پدیده عبارت از مصرف زیاد یون تیوسیانات است که به نتایج پایینتر برای یون کلرید منجر می شود. برای اجتناب از این امر، نقره کلرید پیش از تیتراسیون برگشتی، یا صاف شده و یا به طریقی پوشانده می شود.

مواد مورد نیاز : محلول مجهول یون کلرید ، محلول استاندارد 0.01 M AgNO_3 ، محلول استاندارد 0.01 M NaSCN ، شناساگر $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$.

روش کار

قسمت اول : 250 mL محلول تیوسیانات (0.01 M KSCN) را تهیه و استاندارد کنید. مقدار 10.0 mL از محلول (0.01 M AgNO_3) با فاکتور معلوم را وارد ارلن کرده و به آن 50 mL آب مقطر عاری از یون کلرید و حدود 1 mL شناساگر $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ اضافه کرده و محلول حاصل را در حالی که به خوبی هم می زنید با محلول KSCN تهیه شده تا به وجود آمدن رنگ قرمز کمرنگ پایدار تیترا کنید. دو تا سه مرتبه تیتراسیون را تکرار کنید.

قسمت دوم : نمونه داده شده را به حجم رسانده و مقدار 10.0 mL از آن را با پی پت وارد ارلن مایر کرده و به آن 20.0 mL محلول AgNO_3 با غلظت معین ، 1 mL محلول نیترو بنزن (کلروفرم یا بنزن) و سپس حدود 1 mL معرف $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ اضافه کنید و همراه با هم زدن شدید با محلول KSCN تهیه شده و با غلظت معین تا ایجاد رنگ قرمز کمرنگ تیترا کنید. دو تا سه مرتبه تیتراسیون را تکرار کنید. مقدار Cl^- را برحسب mg در نمونه داده شده گزارش کنید.

منابع

- 1- Skoog, West, Holler and Crouch, "Fundamentals of Analytical chemistry" Thomson learning , 8th Edition, 2004
- 2- Daniel C. Harris, " Quantitive chemical Analysis ", W. H. Freeman & Company, New york, 1998
- 3- Vogel, Arthur, "Text book of Quantitive Inorganic Analysis" , Longman group, 1998
- 4- Richard J. Lewis Sr, "Hawley's Condensed chemical Dictionary", International Thomson Publishing Inc., 13th Edition, 1998
- ۵- دکتر سید مهدی گلابی "مقدمه ای بر الکتروشیمی تجزیه ای، اصول و کاربردها" انتشارات ستوده، تبریز، ۱۳۸۰
- ۶- محمود رضا ارمگان ، فریدون رفیعی، تجزیه شیمیایی سنگها و کانی ها، انتشارات سازمان زمین شناسی و اکتشافات معدنی کشور، ۱۳۷۵
- ۷- دکتر قدرت الله آبسالان "شیمی تجزیه عمومی " انتشارات دانشگاه شیراز، ۱۳۸۵
- ۸- دستور کار آزمایشگاه شیمی تجزیه ، دانشکده شیمی دانشگاه صنعتی شریف، ۱۳۷۶