

اصول:

محلولی استاندارد نامیده می شود که غلظت آن به طور دقیق معلوم باشد.

در کلیه روش های آنالیز به صورتی از محلول های استاندارد استفاده می شود. در بعضی آنالیزها از استاندارد اولیه و در بعضی دیگر از محلول استاندارد شده استفاده می شود. خصوصیات یک استاندارد اولیه مناسب عبارتند از:

- خلوص بالا

- نداشتن آب در فرمول مولکولی (برای پایدار بودن فرمول مولکولی در محاسبات استوکیومتری)

- سمی نبودن، فراوانی و قیمت مناسب

- وزن مولکولی بالا (برای کاهش خطای وزن سنجی)

- انحلال سریع کامل در حلال تیتراسیون

- واکنش کامل و سریع با آنالیت

- پایداری نامحدود در شرایط آزمایش

از استاندارد اولیه معمولاً برای تهیه یا استاندارد کردن محلول استاندارد استفاده می شود.

در تیتراسیون نیز مثل سایر روشهای حجمی محلول استاندارد را به عنوان تیترانته بکار می برند. ترجیح بر این است که در اجرای تیتراسیون محلول تیترانته در بورت و محلول آنالیت در ارلن منظور شود.

در تیتراسیون های اسید و باز اساس اجرا واکنش کامل یک اسید با یک باز می باشد. با استفاده از حجم مصرفی اسید یا باز می توان مقدار باز یا اسید مجهول را تعیین نمود. در تیتراسیون اسید قوی یا باز قوی واکنش کامل بین این دو با بیان خنثی شدن کاملاً قابل توصیف می باشد.

وسایل: بالن حجمی ۱۰۰ mL، ارلن ۲۵۰ mL، استوانه مدرج، پیپت، بورت، قطره چکان

مواد: سدیم هیدروکسید، پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP)، اسید کلریدریک غلیظ، آب مقطر، فنل فتالین به عنوان معرف

روش کار در دو مرحله:

الف- تهیه محلول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۱ نرمال استاندارد - اسیدیمتری

ب- تیتراسیون یا استاندارد سازی محلول اسید کلریدریک ۰/۱ نرمال استاندارد - آلکالیمتری

الف- تهیه محلول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۱ نرمال- اسیدیمتری:

یکی از محلول های پرمصرف در آزمایشگاه سود ۰/۱ نرمال است.

آیا محلول سود که در آزمایشگاه به صورت اولیه تهیه می شود، ویژگی های یک استاندارد اولیه را دارد؟

الف-۱- تهیه محلول سدیم هیدروکسید با غلظت تقریباً ۰/۱ نرمال به عنوان آنالیت در قسمت الف: (جاهای خالی را با نوشتن

روش محاسبه تکمیل بفرمایید.)

۱- برای تهیه ۱۰۰ میلی لیتر سود تقریباً ۰/۱ نرمال، مقدار ... گرم (... مول) سود را وزن کرده، به بالن حجمی ۱۰۰ میلی-لیتری، با رعایت اصول انتقال پودر جامد به ظرف دهانه تنگ، منتقل شود.

پرسش اول: محاسبات انجام شده را بنویسید.

۲- سپس مقدار اولیه ای از آب مقطر به داخل بالن حجمی اضافه کرده، مخلوط به قصد انحلال هم زده شود.

۳- پس از آن محتویات بالن حجمی با آب مقطر به خط نشانه حجم ۱۰۰ میلی لیتر رسانیده شود.

ب- تیتراسیون محلول اسید کلریدریکالف-۲- تهیه محلول تیترانت پتاسیم هیدروژن فتالات (Potassium Hydrogen Phthalate): (جاهای خالی را با نوشتن روش محاسبه تکمیل بفرمایید.)

در این جلسه محلول پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP) به عنوان استاندارد اسیدیتری برای استاندارد کردن محلول سود به کار می رود. جرم مولکولی KHP ... می باشد.

۱- مقدار ۰/۲۰۴ گرم (... مول) از KHP را با دقت وزن کرده، به یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری منتقل نمایید. پرسش دوم: محاسبات انجام شده را بنویسید.

۲- سپس ۱۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از CO₂ اضافه کرده و با تکان دادن ارلن، انحلال را کامل نمایید. حجم دقیق محلول حاصل چیست؟ پرسش سوم: ویژگی آب عاری از CO₂ چیست؟ پرسش چهارم: چرا این محلول در داخل بالن حجمی تهیه نشد؟

الف-۳- اجرای استانداردسازی (تیتراسیون) محلول سدیم هیدروکسید با غلظت تقریباً ۰/۱ نرمال:

۱- به محلول KHP در ارلن ۳ قطره فنل فتالین اضافه شود. رنگ محلول پس از افزودن معرف به محتویات داخل ارلن ... می باشد.

پرسش پنجم: ویژگی های ساختاری و بازه تغییرات رنگی معرف فنل فتالین را بنویسید.

۲- محلول سدیم هیدروکسید تهیه شده توسط گروه (تقریباً ۰/۱ N) جهت تیتراسیون به بورت منتقل می شود.

• مطابق مورد شماره ۱۴ در قسمت مقررات و اصول آزمایشگاه شیمی تجزیه برای پر کردن بورت از محلول سود ابتدا دو بار هر بار ۳ تا ۵ میلی لیتر از محلول سود داخل بورت وارد نموده، پس از تماس دیواره بورت با آن، محلول حتماً از مسیر شیر خروجی بورت تخلیه شود.

سپس بورت به پایه تنظیم شده، حجم مناسبی از محلول سود حاصل تا خط حجم دقیق و مشخص در بورتی که قبلاً با همین محلول سود کر داده شده ریخته شود.

۳- در ادامه اجرای اصلی تیتراسیون شروع می شود: به این منظور محلول سود به تدریج قطره قطره از بورت به ارلن، اضافه شود. در تمام مراحل تیتراسیون ارلن به آرامی بر روی سطح میز کار حرکت دورانی داده شود تا شانس برخورد های موثر برای واکنش کامل بین اجزا حفظ شود.

پرسش ششم: واکنش بین اجزای داخل ارلن (سود و اسید تیترانت و معرف) در نقاط اولیه از تیتراسیون را تفسیر نمایید.

۴- نقطه پایان تیتراسیون (end point) زمانی هست که در حال هم زدن محتویات ارلن تغییر رنگ محلول از به در مدت زمان ۳۰ ثانیه پایدار باقی بماند.

پرسش هفتم: چرا در این تیتراسیون تیترانت در داخل بورت قرار نگیرد؟

پرسش هشتم: حجم و غلظت دقیق محلول سود گروه خود را محاسبه کرده، گزارش کنید.

پرسش نهم: کاربرد تیتراسیون محلول سود تهیه شده در این جلسه چیست؟

ب- تیتراسیون محلول اسید کلریدریکب- تیتراسیون یا استانداردسازی محلول اسید کلریدریک ۰/۱ نرمال استاندارد – آلکالیمتری :

یکی دیگر از محلول های پرمصرف در آزمایشگاه اسید ۰/۱ نرمال است.

پرسش دهم: آیا محلول اسید کلریدریک که در آزمایشگاه به صورت اولیه تهیه می شود، ویژگی های یک استاندارد اولیه را دارد؟

در این مرحله (تیتراسیون) محلول سود استاندارد شده در قسمت الف به عنوان استاندارد آلکالیمتری برای تیتراسیون (تعیین غلظت) یا استاندارد کردن محلول اسید در این قسمت به کار می رود.

ب-۱- تهیه محلول اسیدکلریدریک با غلظت تقریباً ۰/۱ نرمال به عنوان آنالیت در قسمت ب:

۱- برای تهیه ۱۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک تقریباً ۰/۱ نرمال مقدار ... میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ را در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری وارد نمایید.

پرسش یازدهم: محاسبات انجام شده را بنویسید.

۳- سپس به تدریج مقدار اولیه ای از آب مقطر به بالن حجمی اضافه نموده، در ادامه محلول با آب مقطر به خط نشانه حجم ۱۰۰ میلی لیتر رسانیده شود.

ب-۲- اجرای استانداردسازی () محلول اسیدکلریدریک با غلظت تقریباً ۰/۱ نرمال:

۱- مقدار ۱۰ میلی لیتر از محلول اسید تهیه شده را با استفاده از ... از بالن حجمی به یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری منتقل نموده، به آن ۳ قطره فنل فتالئین اضافه کرده، مخلوط حاصل هم زده شود. رنگ محلول پس از افزودن معرف به محتویات داخل ارلن ... می باشد.

۲- سپس محلول سدیم هیدروکسید استاندارد شده در قسمت الف قطره قطره از بورت به محتویات ارلن برای اجرای تیتراسیون اضافه می شود. در تمام مراحل تیتراسیون ارلن به آرامی بر روی سطح میز کار حرکت دورانی داده شود تا شانس برخورد های موثر برای واکنش کامل بین اجزا حفظ شود.

۵- نقطه پایان تیتراسیون (end point) زمانی هست که در حال هم زدن محتویات ارلن تغییر رنگ محلول از به در مدت زمان ۳۰ ثانیه پایدار باقی بماند.

پرسش دوازدهم: غلظت دقیق محلول اسید کلریدریک گروه خود را محاسبه و گزارش نمایید.

پرسش سیزدهم: درباره تفاوت معرف متیل اورانژ و فنل فتالئین در تیتراسیون اسید قوی با باز قوی و برعکس (تیتراسیون باز قوی با اسید قوی) مشابه آزمایشات مراحل الف و ب استدلال نمایید.