

اصول: در تیتراسیون‌های اسید و باز با استفاده از دستگاه pH متر، تیتراسیون آنالیت در داخل بشر با افزودن تیترانت از بورت در شرایطی انجام می‌شود که الکتروود pH متر در تمام مدت تیتراسیون در عمق محلول در بشر قرار دارد. در این نوع تیتراسیون با افزودن هر حجم (هر قطره) محلول تیترانت از بورت به محلول آنالیت در بشر، عدد pH مشاهده شده در صفحه نمایش دستگاه pH متر یادداشت می‌شود. بدیهی است در این روش نیازی به استفاده از معرف‌های رنگی pH برای تعیین نقطه پایانی نمی‌باشد؛ بلکه با رصد کردن اعداد pH و نیز رسم منحنی تیتراسیون (منحنی ارتباط حجم تیترانت افزوده شده در محور افقی به pH ثبت شده برای محلول در محور عمودی در هر نقطه از تیتراسیون) نقطه پایان تیتراسیون برای تعیین مقدار غلظت آنالیت مورد مطالعه مشخص می‌شود. **نقطه اکیوالانت (equivalent point)** در تیتراسیون اسید- باز نقطه ای است که pH برای واکنش کامل بین اسید و باز (pH برابر با ۷ در مورد تیتراسیون اسید قوی با باز قوی یا تیتراسیون باز قوی با اسید قوی) به دست آید.

در این روش تیتراسیون **نقطه پایان** نقطه ای است که تغییر ناگهانی pH در صفحه نمایش دستگاه pH متر دیده شود. به عبارتی دیگر **نقطه پایان** نقطه ای است که شیب صعودی یا نزولی منحنی (منحنی رابطه حجم تیترانت به pH) ماکزیمم (بیشینه) باشد. همچنین می‌توان با استفاده از تهیه جدول داده های تیتراسیون و محاسبه نسبت تغییرات pH (ΔpH) به تغییرات واحد حجم (ΔV) (نسبت $\Delta pH / \Delta V$) می‌توان نقطه پایان را در نقطه ای که تغییرات pH حداکثر (ماکزیمم یا بیشینه) است، معرفی کرد.

• در استفاده از دستگاه pH متر دو نکته باید در نظر گرفته شود:

- ۱- دستگاه pH متر قبل از استفاده کالیبره شود.
- ۲- احتیاط‌های لازم در کار با الکتروود این دستگاه منظور شود (از وارد آمدن ضربه به آن محافظت شود)؛ الکتروود این دستگاه همیشه باید درون یک محلول آبی نگهداری شود: در طولانی‌مدت در محلول آبی پتاسیم کلراید (KCl) و در بین مصارف متوالی در آب مقطر.
- ۳-

وسایل: بشر ۵۰ mL، همزن شیشه ای، بورت، استیرر، مگنت (تحویل از کارشناس)، دستگاه pH متر (از قبل کالیبره شده)، برگ جدول ثبت pH در طول تیتراسیون

مواد: اسید کلریدریک تهیه شده در بالن حجمی از جلسه اول (با غلظت تقریباً ۰/۱ نرمال)، محلول سود استاندارد ثانویه (استاندارد شده با اعلام نرمالینته دقیق تحویل می‌گردد).

روش کار:

- ۱- ابتدا بورت گروه همراه با کنترل نشستی از محلول سود استاندارد تحویلی به عنوان تیترانت گُر داده می‌شود.
- مراحل کار دادن مطابق توضیح جلسه قبلی با استفاده از ۲ تا ۳ میلی‌لیتر از محلول سود، پس از تماس با سرتاسر دیواره بورت، **حتماً** از مسیر شیر خروجی بورت تخلیه شود.
- ۴- استیرر بر روی پایه تنظیم شود.
- ۵- بورت در ارتفاع مناسب نسبت به استیرر به گیره و پایه آزمایشگاهی وصل شود.
- ۶- بشر با قطر و ابعاد مناسب به صورت اولیه بر روی استیرر نسبت به محل قرارگیری مسیر خروجی بورت **تنظیم** شود؛ سپس آنالیت به آن اضافه شود.

- ۷- دستگاه pH متر در زاویه مناسب نسبت به بشر و بورت قرار گرفته، ارتفاع الکتروود pH متر در داخل بشر تخمین شود.
- الکتروود دستگاه pH متر تا قبل از شروع کار تیتراسیون در داخل بشر حاوی آب مقطر محافظت شود.
 - ۸- حجم مناسبی از محلول سود تا خط حجم دقیق و مشخص با استفاده از قیف شیشه ای در بورت گروه ریخته شود.
 - ۹- مقدار ۱۰ میلی لیتر از اسید کلریدریک جلسه اول را با پیپت به عنوان آنالیت در بشر ریخته، بشر در زیر مسیر خروجی بورت تنظیم شود.
 - ۱۰- مگنت تحویلی گروه خود را در داخل بشر وارد کرده، موقعیت هم خوردن محتوای بشر را با استیرر تنظیم نمایید. و سپس استیرر را برای قرار دادن الکتروود دستگاه pH متر در داخل بشر قطع کنید.
 - ۱۱- بلافاصله الکتروود دستگاه pH متر از بشر آب مقطر خارج شده، با کاغذ خشک کن یا کاغذ صافی رطوبت گیری شده و بلافاصله با احتیاط در داخل بشر و در ارتفاع مناسب از سطح پایینی بشر تنظیم می شود: فاصله از ته بشر به صورتی باشد کخ مگنت و هم خوردن آن تماس و آسیب به الکتروود نداشته باشد.
 - ۱۲- استیرر را روشن کرده، زاویه الکتروود و مگنت در حال چرخش در بشر تنظیم شود. موقعیت قرارگیری مسیر خروجی بورت نیز به صورت مناسب بر روی بشر تنظیم شود؛ به صورتی که قطرات تیترانت به محلول بشر وارد شود.
 - ۱۳- بعد از شروع هم خوردن محتوای داخل بشر، عدد قابل مشاهده بر روی نمایشگر دستگاه pH متر، که ثابت شده و نوسان نداشته باشد، خوانش کرده و در برگ جدول ثبت اطلاعات تیتراسیون (جدول ضمیمه) در ردیف حجم صفر از تیترانت (نقطه صفر تیتراسیون) ثبت شود.
 - ۱۴- در ادامه اجرای اصلی تیتراسیون با افزودن تدریجی تیترانت از بورت بر روی محتویات داخل بشر در حال استیر شدن و ثبت عدد pH برای هر مرحله شروع می شود:
- به این منظور در مراحل اولیه در هر مرحله مقدار نیم (۰/۵) میلی لیتر از تیترانت (محلول سود استاندارد شده)، از بورت به داخل بشر افزوده، بعد از استیر محتوای بشر و ثابت شدن عدد pH بر روی نمایشگر دستگاه pH متر حجم و عدد مصرفی در جدول ثبت شود.
- با افزایش سرعت تغییرات pH حجم افزودن تیترانت کاهش داده شود:
- در مراحل بعدی در هر مرحله مقدار ۰/۲ میلی لیتر از تیترانت از بورت به داخل بشر افزوده، بعد از استیر محتوای بشر و ثابت شدن عدد pH بر روی نمایشگر دستگاه pH متر حجم و عدد مصرفی در جدول ثبت شود.
- با افزایش بیشتر در سرعت تغییرات pH حجم افزودن تیترانت بسیار بیشتر کاهش داده شود:
- از این مرحله به بعد در هر مرحله یک قطره از تیترانت از بورت به داخل بشر افزوده، بعد از استیر محتوای بشر و ثابت شدن عدد pH بر روی نمایشگر دستگاه pH متر حجم و عدد مصرفی در جدول ثبت شود.
- در تمام مراحل تیتراسیون احتیاط در جهت مراقبت از آسیب به الکتروود دستگاه pH متر منظور شود.
- ۱۵- تیتراسیون را تا pH در حدود عدد ۱۲ ادامه داده شود.



پرسش اول: بر اساس داده های حجم تیترانت در هر مرحله از اجرای تیتراسیون و عدد pH برای هر مرحله منحنی تیتراسیون (یعنی منحنی ارتباط حجم تیترانت افزوده شده در محور افقی با عدد pH در هر مرحله از تستراسیون در محور عمودی) با استفاده از نرم افزار excel در microspoft office رسم شود.

پرسش دوم: با استفاده از این منحنی منطقه نقطه پایانی تیتراسیون و غلظت دقیق محلول اسید کلریدریک جلسه اول را بر اساس مولاریته و نرمالیتته گزارش نمایید.

پرسش سوم: بر اساس داده های حجم تیترانت و عدد pH از هر نقطه تیتراسیون، نسبت تغییرات pH به تغییرات واحد حجم در نقاط کلیدی از تیتراسیون را محاسبه کرده، با اعداد حاصل منطقه نقطه پایانی را مشخص کنید.

پرسش چهارم: نتیجه محاسبه غلظت دقیق محلول اسید کلریدریک جلسه اول بر اساس تیتراسیون در حضور معرف pH و تیتراسیون با استفاده از دستگاه pH متر مقایسه نمایید.