



اصول: در تیتراسیون های اسید و باز با استفاده از دستگاه pH متر، تیتراسیون **آنالیت در داخل بشر** با افزودن **تیتران**ت از بورت در شرایطی انجام می شود 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 می شود. بدیهی است در این روش نیازی به استفاده از معرف های رنگی pH برای تعیین نقطه پایانی نمی باشد؛ 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 می شود. **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 می توان با استفاده از تهیه جدول داده های تیتراسیون و محاسبه نسبت تغییرات pH (ΔpH) به تغییرات واحد حجم (ΔV) (نسبت $\Delta pH / \Delta V$) می توان 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- احتیاط های 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 طولانی مدت در محلول آبی پتاسیم کلراید (KCl) و در بین مصارف متوالی در آب مقطر.

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 نرمالیت دقیق تحویل می گردد.)

روش کار:

- ۱- ابتدا بورت گروه همراه با کنترل نشستی از محلول سود استاندارد تحویلی به عنوان تیترانت کر داده می شود.
- مراحل کر دادن مطابق توضیح جلسه قبلی با استفاده از ۲ تا ۳ میلی لیتر از محلول سود، پس از تماس با سرتاسر دیواره بورت، **تما** از مسیر شیر خروجی بورت تخلیه شود.
- ۳- استیرر بر روی پایه تنظیم شود.
- ۴- بورت در ارتفاع مناسب نسبت به استیرر به گیره و پایه آزمایشگاهی وصل شود.
- ۵- 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.



- ۶- دستگاه pH متر در زاویه مناسب نسبت به بشر و بورت قرار گرفته، ارتفاع الکترود pH متر در داخل بشر تخمین شود.
 - الکترود دستگاه pH متر تا قبل از شروع کار تیتراسیون در داخل بشر حاوی آب مقطر محافظت شود.
 - ۷- حجم مناسبی از محلول سود تا خط حجم دقیق و مشخص با استفاده از قیف شیشه ای در بورت گروه ریخته شود.
 - ۸- 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.
 - ۹- 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 الکترود دستگاه pH متر در داخل بشر قطع کنید.
 - ۱۰- بلافاصله الکترود 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 که مگنت و هم خوردن آن تماس و آسیب به الکترود نداشته باشد.
 - ۱۱- استیرر را روشن کرده، زاویه الکترود 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 تیرانت به محلول بشر وارد شود.
 - ۱۲- 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 تیرانت (نقطه صفر تیتراسیون) ثبت شود.
 - ۱۳- در ادامه اجرای اصلی تیتراسیون با افزودن تدریجی تیرانت 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 مرحله اولیه در هر مرحله مقدار نیم (۰/۵) میلی لیتر از تیرانت (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، جم افزودن تیرانت کاهش داده □ ود:

در مرحله بعدی در هر مرحله مقدار ۰/۲ میلی لیتر از تیرانت از بورت به داخل بشر افزوده، بعد از استیر محتوای بشر و ثابت شدن عدد pH بر روی نمایشگر دستگاه pH متر □ جم و عدد مصرفی در جدول ثبت شود.
 - با افزایش بیشتر در سرعت تغییرات pH، جم افزودن تیرانت بسیار بیشتر کاهش داده □ ود:

از این مرحله به بعد در هر مرحله یک قطره از تیرانت از بورت به داخل بشر افزوده، بعد از استیر محتوای بشر و ثابت شدن عدد pH بر روی نمایشگر دستگاه pH متر □ جم و عدد مصرفی در جدول ثبت شود.
 - در تمام مراحل تیتراسیون □ تیاط در جهت مراقبت از آسیب به الکترود دستگاه pH متر منظور □ ود.
- ۱۴- تیتراسیون تا pH در حدود عدد ۱۲ ادامه داده شود.