



ویرایش یک

مصطفی جعفری

تابستان ۹۱

دانشگاه شهید بهشتی

به نام خداوند بخشنده ی بخشایشگر

آزمایشگاه شیمی تجزیه ۱

دانشگاه شهید بهشتی

مصطفی جعفری

تابستان ۱۳۹۱

## فهرست

۲	مقدمه
۲	انواع خطا
۳	آمار مقدماتی برای شیمی تجزیه
۴	ارقام با معنا
۵	قاعده جمع و تفریق
۵	قاعده ضرب و تقسیم
۵	آزمایشگاه شیمی تجزیه ۱
۷	کار با ترازوی ۴ رقمی Sartorius
۱۰	شیوه نگارش دستور کار
۱۳	مجموعه آزمایشهای عیارسنجی اسید و باز
۱۴	اندازه‌گیری کربنات و بی‌کربنات (اندازه‌گیری قلیائیت فنل فتالین و متیل ارانژ)
	<b>Error! Bookmark not defined.</b> اندازه‌گیری قلیائیت فنل فتالین
	<b>Error! Bookmark not defined.</b> اندازه‌گیری قلیائیت متیل ارانژ
۱۵	عیارسنجی سود با پتاسیم هیدروژن فتالات
۱۶	عیارسنجی کلریدریک اسید مجهول با سود:
۱۶	عیار سنجی اسید استیک مجهول با سود:
۱۷	مجموعه آزمایشهای کلریدومتری (عیارسنجیهای رسوبی)
۱۷	اندازه‌گیری کلرید به روش مور با تیترانت نیترات نقره
۱۸	اندازه‌گیری کلرید به روش ولهارد
۱۹	مجموعه آزمایشهای کمپلکسومتری
۱۹	اندازه‌گیری سختی کل آب
۲۰	اندازه‌گیری میزان خلوص نمک کلسیم با EDTA
۲۱	مجموعه آزمایشهای تیتراسیون با پرمنگنات
۲۱	تهیه و استاندارد کردن محلول پتاسیم پرمنگنات
۲۲	تیتراسیون با تیوسولفات
۲۳	تیتراسیون Cu(II) با تیوسولفات

## مقدمه

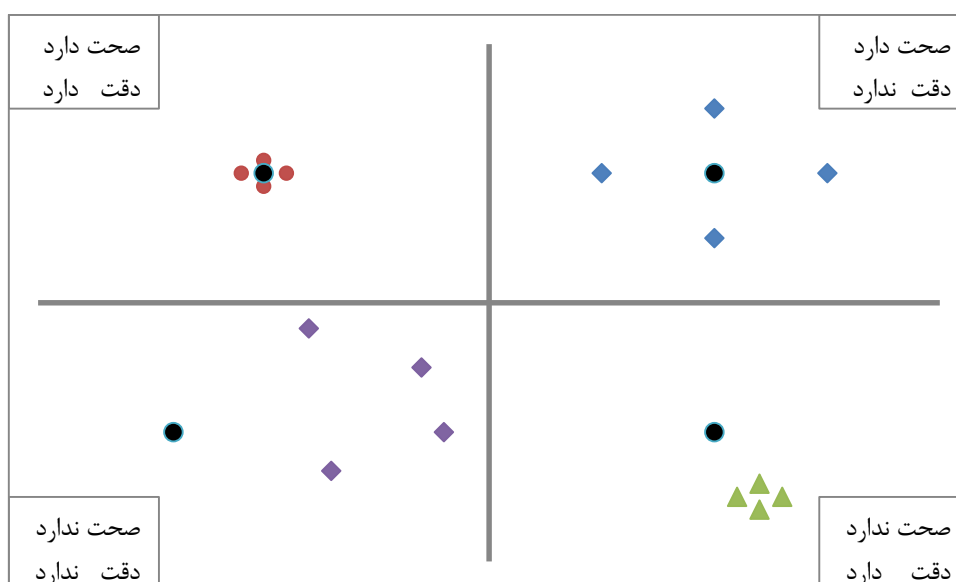
شیمی تجزیه علم و هنر شناسایی و اندازه‌گیری یک یا چند جزء یک نمونه است. اندازه‌گیری، تعیین میزان مطلق یا نسبی یک ماده در یک نمونه به عدد همراه با ذکر میزان دقت است. شناسایی به شیمی تجزیه کیفی و اندازه‌گیری به شیمی تجزیه کمی اشاره دارد.

نمونه آن بخشی از جهان که ما در آن به بررسی می‌پردازیم و در شیمی تجزیه مقداری ماده است، نمونه نام دارد.

آنالیت آن جزئی که ما به دنبال تعیین غلظت یا مقدار آن هستیم، آنالیت نام دارد.

صحت یا درستی میزان نزدیکی مقدار بدست آمده توسط آزمایش با میزان واقعی است. میزان واقعی معمولاً شناخته شده نیست و از میزان ارزیابی (تجربی) استفاده می‌شود.

دقت میزان شباهت فرآیند اجرا شده در تعیین مقدار آنالیت، که با نزدیکی پاسخها ارزیابی می‌شود، دقت نامیده می‌شود. عموماً از انحراف استاندارد برای نشان دادن آن استفاده می‌شود. دقت با صحت لزوماً رابطه‌ای ندارد.



شکل ۱ - دقت و صحت: در هر ربع نتایج مربوط به یک نمونه قرار دارد. دایره مقدار حقیق را نشان می‌دهد.

## انواع خطا

خطای سیستماتیک خطای مربوط به روش انجام کار است. این خطا معین و جهت‌دار است. مثال این خطا دستور کار اشتباه برای تعیین یک ماده است.

خطای غیر سیستماتیک یا نامعین این خطا مربوط به ذات شیمی، ابزار و سایر مواردی است که هرگز صفر نمی‌شود. خطاهای انسانی به جز خطاهای بزرگ نیز در این حیطه قرار دارند. مانند خطای خواندن حجم بورت.

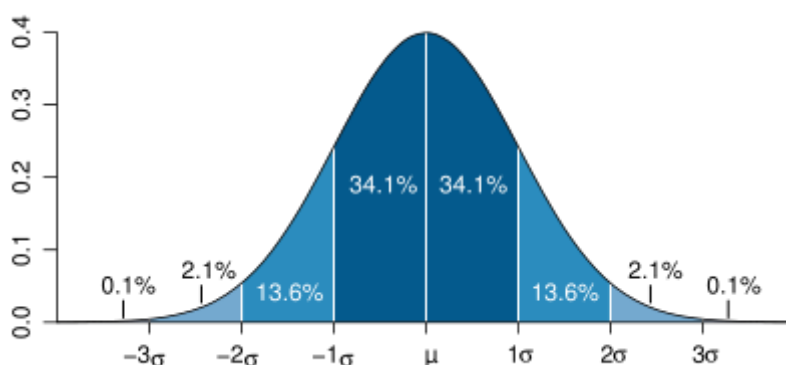
خطای بزرگ این خطا مربوط به یک اشتباه بزرگ است. مانند خطا در خواندن محل ممیز وزن یک ترازو. این خطا بسادگی قابل تشخیص است.

خطای نسبی میزان این خطا به مقدار کل حجمها و وزنهای بستگی دارد و با تغییر آنها تغییر می‌کند، در نتیجه میزان نسبی خطا تغییر چندانی نمی‌کند. مانند خطای غلظت محلول ابتدایی که در همه نمونه‌ها به طور متناسب بروز خواهد کرد.

**خطای مطلق** میزان این خطا ثابت است و به حجم و وزن ارتباطی ندارد در نتیجه با افزایش آنها میزان نسبی آن کم می‌شود. مانند وجود ناخالص در ظرف که با افزایش حجم بیشتر نمی‌شود.

### آمار مقدماتی برای شیمی تجزیه

وقتی آزمایشها منجر به عددی برای یک آنالیت شد، میزان واقعی ممکن است در فاصله‌ای از میزان بدست آمده باشد. اینکه میزان واقعی در چه فاصله‌ای از عدد بدست آمده است و اینکه آیا دو مقدار به یک آنالیت تعلق دارند یا نه؟ موضوعی است که به آمار ارتباط دارد. با توجه به دقت آزمایش و **سطح اطمینان خاصی**، میزان واقعی احتمالاً در یک همسایگی از عدد بدست آمده قرار دارد. سطح اطمینان مرسوم  $98/2\%$  است که برابر با یک  $S$  (انحراف از معیار) با فرض صدق توزیع نرمال داده‌ها است، یعنی پاسخ واقعی آزمایش به احتمال  $68/2\%$ ، یک  $S$  بیشتر یا کمتر از مقدار بدست آمده‌است. برای گزارش یک پاسخ تجزیه‌ای، مقدار عددی آنالیت و مقدار انحراف استاندارد وابسته به آن را بدست می‌آوریم. سپس پاسخ را بصورت مقدار عددی به علاوه و منهای انحراف استاندارد (معیار) گزارش می‌کنیم. طبق شکل ۲ اگر بخواهیم از سطح احتمال  $95/4\%$  استفاده کنیم باید پاسخ را به علاوه و منهای ۲ برابر انحراف معیار گزارش کنیم که مرسوم نیست.



شکل ۲ منحنی توزیع نرمال یا منحنی زنگوله وارونه

**انحراف استاندارد** تعدادی داده بصورت زیر حساب می‌شود، که در آن  $N$  تعداد کل داده‌ها و  $x_i$  مقدار هر داده و  $\bar{x}$  میانگین داده‌است.

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$$

مثال: انحراف استاندارد داده‌های زیر را حساب کنید:

۱۰/۸۸    ۱۰/۸۰    ۱۰/۶۵    ۱۰/۷۰    ۱۰/۶۰    ۱۱/۰۰    ۱۰/۴۰    ۱۰/۲۰    ۱۰/۰۰

گام یک: محاسبه‌ی  $\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2$  برابر با ۰/۸۴۷۶۸۹

گام دو: عدد حاصل از گام دو را بر ۸ (درجه آزادی) تقسیم می‌کنیم. سپس جذر آن را می‌گیریم که انحراف استاندارد است.

روش دوم: استفاده از نرم افزار

با استفاده از نرم‌افزاری مانند Excel بسادگی می‌توان انحراف استاندارد را حساب کرد.

گام نخست: وارد کردن داده‌ها

J	I	H	G	F	E	D	C	B	A
	10.88	10.8	10.65	10.7	10.6	11	10.4	10.2	10

گام دوم: استفاده از دستور STDV

K	J	I
	=STDEV(A1:I1)	10.8
	0.325517	

K	J	I	H
	=st	10.88	10.8
	<ul style="list-style-type: none"> <li>STANDARDIZE</li> <li><b>STDEV</b> (Estimates standard deviation)</li> <li>STDEVA</li> <li>STDEVP</li> <li>STDEVPA</li> <li>STEYX</li> </ul>		

در نهایت اگر این دسته از عددها نتایج یک آنالیز باشند، پاسخ اندازه‌گیری بصورت  $10.58 \pm 0.33$  گزارش می‌شود.

در کارهای آزمایشگاهی معمولاً هر آزمایش ۳ یا ۵ بار تکرار می‌شود تا علاوه بر حذف خطاهای اتفاقی، امکان محاسبه انحراف استاندارد نیز باشد.

### ارقام با معنا

برای تعیین میزان خطای یک عدد که از یک معادله بدست آمده است هنگامیکه خطای اعداد استفاده شده در محاسبات مشخص است از معادلات انتشار خطا استفاده می‌شود. نمونه‌های از این معادلات در درس شیمی تجزیه‌ی ۱ آورده شده است در اینجا پس از تعریف ارقام با معنا و میزان دقت یک عدد تنها چند قاعده عملی توضیح داده می‌شود.

در اعداد معمولی، خود تعداد رقمهای عدد بدون احتساب صفرهای پشت عدد، ارقام با معنا هستند. مثال:

۱۰/۱۲ چهار رقم با معنی \* ۱۰۰۰۰ پنج رقم با معنا \* ۱۰/۰۰۲۲ شش رقم با معنا

$2/0.00 \times 10^7$  چهار رقم با معنا \*  $0.0021$  دو رقم با معنا

معمولاً اعداد را به فرم نمایی گزارش میکنند مثلاً عدد دوم می‌شود  $10^4 \times 1/0.0000$  و عدد آخر  $2/1 \times 10^{-3}$

گاهی در گزارش کردن اعدادی مانند عدد پنجم ارقام با معنا در اصل بیش از چیزی است که دیده می‌شود در اینصورت باید به تعداد ارقام با معنای واقعی جلو عدد رقم گذاشت.

پرسشی که مطرح می‌شود این است که ارقام با معنی از کجا حاصل می‌شوند؟ فرض کنید با ترازویی ۴ رقمی وزن جسمی را خوانده‌ایم این وزن نمی‌تواند ۰/۱۰۲۶۴ گرم باشد یعنی باید با ۴ رقم با معنی گزارش شود. در خواندن بورت هم تا نصف چیزی که درجه‌بندی شده است قابل قبول است یعنی اگر حداقل درجه‌بندی ۰/۱ میلی‌لیتر است میتوان حجم را بصورت CC ۲۱/۱۵ نیز گزارش کرد. در اینصورت خطای عدد CC ۰/۰۵± است. میزان دقت نسبی این عدد نیز ۲۱/۱۵ بخش بر ۰/۰۵ یعنی ۴۲۳ بدون یکا است.

تمرین: ترازویی وزن ۱۰۰g را با دقت ۰/۰۰۱± نشان می‌دهد، دقت این ترازو چقدر است؟

### قاعده جمع و تفریق

در جمع و تفریق ۲ یا چند عدد قاعده‌ی معمول گرد کردن عدد حاصل تا حد عددی است که کمترین رقمهای با معنا را دارد. در عمل عدد که کوچکترین رقم با معنایش از همه بزرگتر است ملاک عمل قرار می‌گیرد. مثال:

				۰	۱				
		۱	۲	/	۱	۲			
-		۱	۲	/	۲	۰	۲		
+	۱	۲	۰	/	۰	۲			
+			۱	/	۰	۰	۸	۶	
	۱	۳	۰	/	۲	۳	۶	۶	

با توجه به اینکه کمترین بیشترین جایگاه ارزش مکانی دو رقم اعشار است:

۶	۱	۳	۰	/	۲	۳	→ ۴	۶	۶
۶	۱	۳	۰	/	۲	۴			پاسخ:

### قاعده ضرب و تقسیم

در ضرب و تقسیم تعداد ارقام با معنای هر عدد شمرده می‌شود، تعداد ارقام با معنای پاسخ باید برابر کمترین تعداد ارقام با معنا باشد. پاسخ گرد نیز می‌شود.

$$\text{مثال: } ۲۲/۱۰ \times ۱/۰۰۰ \times ۱۰^{-۸} \times ۴/۰۳ \times ۱۰^۵ \times ۱۵/۰۰۱ = ۱۴۲۵/۵۴۵ \times ۱۰^{-۳} \cong ۱/۴۳$$

---

**برای افزایش دقت، تا آخرین مرحله از محاسبات از گرد کردن خودداری می‌شود.**

---

### آزمایشگاه شیمی تجزیه ۱

این آزمایشگاه با هدف آشنا نمودن دانشجویان با روشهای تجزیه کلاسیک طراحی شده است. این روشها علی رغم قدمت، از پرکاربردترین روشهای کنونی تجزیه در رشته های مختلفی مانند آب، کشاورزی و آبکاری می‌باشند. با توجه به فرصت زمان محدود این آزمایشگاه، تعدادی آزمایش در این نوشتار آورده شده است که تعدادی از آنها اجرا می‌شود. این آزمایشها شامل انواع روشهای عبارسنجی

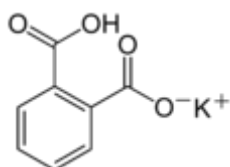
(تیتراسیون) می‌باشند. در عمده این آزمایشها یک رابطه‌ی ساده میان حجم مصرف شده از تیتراکننده (تیترانت) و غلظت تیتراشونده وجود دارد. روش تعیین نقطه‌ی پایانی استفاده از شناساگر است.

**استاندارد** اساس شیمی تجزیه بر مقادیر دقیق است و مهمترین ابزار شیمی تجزیه ترازو. با استفاده از ترازو می‌توان مقدار دقیقی از مواد را اندازه گرفت و از آنها محلولهایی با غلظت دقیق ساخت. با استفاده از برخی محلولهایی که غلظت آنها را می‌دانیم، می‌توانیم غلظت مواد دیگر را تعیین کنیم. به این محلولها، استاندارد می‌گوییم. از تعدادی از مواد می‌توان مستقیماً استانداردهای پایدار تهیه کرد. به این استانداردها، استاندارد اولیه می‌گویند که دارای شرایط زیر است:

- ۱- بالاترین خلوص
- ۲- پایداری در شرایط آزمایشگاهی
- ۳- نداشتن آب تبلور
- ۴- مشخص بودن واکنش موازنه شده آن با آنالیت
- ۵- امکان تعیین نقطه‌ی پایانی

در اینجا چند استاندارد پر کاربرد در شیمی تجزیه را توضیح می‌دهیم:

#### ۱- پتاسیم هیدروژن فتالات KHP:



نمک فتالیک اسید است که برای تیتراسیون محلولهای بازی بکار میرود و دارای یک هیدروژن اسیدی است که می‌تواند توسط بازهای قوی بسادگی کنده شود. وزن مولکولی این نمک ۲۰۴/۲۲ است که سبب افزایش دقت اندازه‌گیری می‌شود.

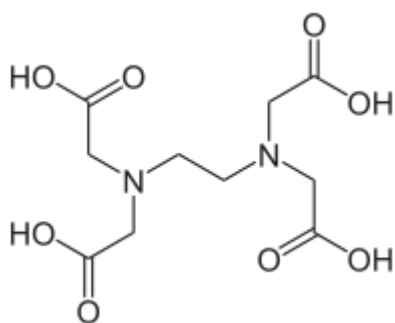
#### ۲- نیترات نقره $AgNO_3$ :

محلول این ماده علی‌رغم ناپایداری در برابر نور، پرکاربردترین استاندارد تیتراسیونهای رسوبی است. این محلول باید در ظروف تیره نگهداری شود.

#### ۳- تیوسولفات سدیم $Na_2S_2O_3$ :

هر چند این ماده دارای آب تبلور است اما در تیتراسیونهای اکسایش - کاهش به عنوان یک اکسنده متوسط در بسیاری از موارد می‌تواند بدون استاندارد کردن بکار ورد. محلولهای این ماده نیز در برابر نور و عوامل باکتری ناپایدار است و باید در ظروف تیره و حداکثر بمدت دو هفته نگهداری شود.

#### ۴- تربی بلکس EDTA:

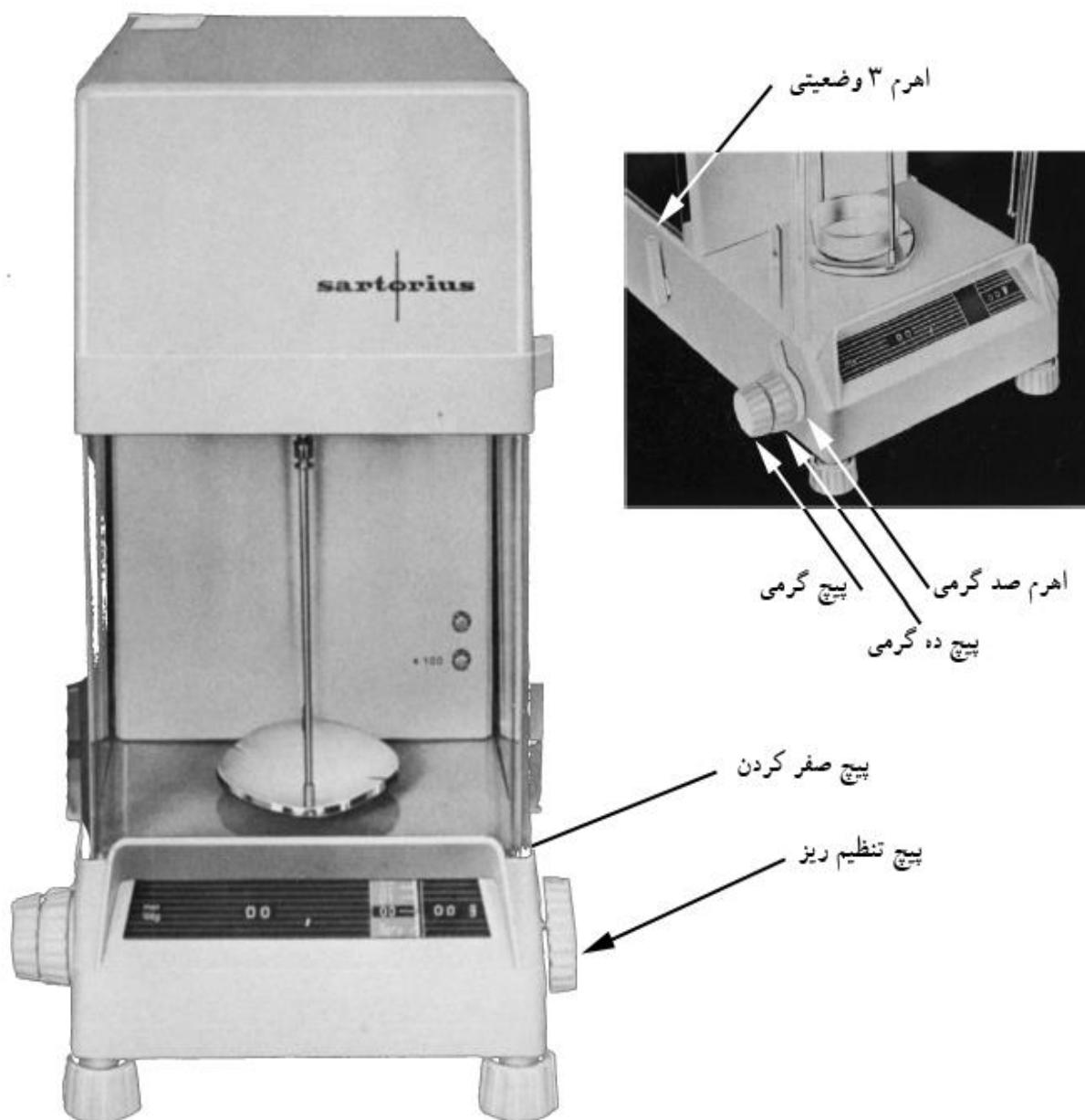


اتیلن دی آمین تری استیک اسید یک عامی کمپلکس دهنده است که با انواع کاتیونهای ۱ تا ۴ ظرفیتی بصورت یک به یک کمپلکس می‌دهد. وزن مولکولی بالای این ماده امکان تهیه محلول دقیق را می‌دهد. علی‌رغم داشتن آب تبلور می‌تواند نیازی به استاندارد کردن ندارد. نکته مهمی در تیتراسیونهای این ماده است و آن حساسیت ثابتهای تشکیل به pH است و بهمین خاطر از بافر استفاده می‌شود.



## کار با ترازوی ۴ رقمی Sartorius

سارتوریوس کارخانه‌ای قدیمی است که سالهاست به امر تولید ترازو می‌پردازد. بیشتر آزمایشگاههای آموزشی مدلهایی از دستگاههای ساخت دهه ۱۳۵۰ این شرکت را دارا می‌باشند. اصول استفاده از این دستگاه مشابه می‌باشد در اینجا استفاده از دستگاه مدل ۲۴۰۰ شرح داده می‌شود.



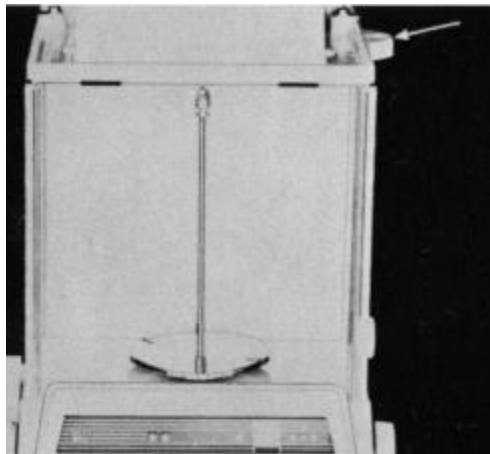
شکل ۳ تصویر ترازوی ۲۴۰۰ ساتریوز از روبرو و از سمت راست بیننده

این ترازو یک کفه‌ای قابلیت اندازه‌گیری جرم<sup>۱</sup> تا ۲۰۰ گرم را با ۴ رقم اعشاری دارا می‌باشد. نمونه‌ی مشابهی از این دستگاه با قابلیت نمایش ۵ رقم اعشار نیز موجود می‌باشد که حداکثر جرم قابل اندازه‌گیری کمتری دارد. اساس کار دستگاه بر اساس قاعده‌ی اهرم و تعادل

<sup>۱</sup> هر جا در این نوشته عبارتی دال بر اندازه‌گیری وزن بکار رفت، مقصود همان اندازه‌گیری جرم است.

میان تعدادی وزنه و وزنه‌ی روی کفه ترازو است. تنها قطعه‌ی الکترونیکی این ترازو، یک لامپ رشته ای است که نور آن توسط تعدادی ابزار نوری به صفحه‌ی جلو ترازو می‌رسد و عدد مورد نظر را نمایش می‌دهد.

وقتی از روبرو به این ترازو نگریسته شود، در سمت چپ بیننده و سمت راست دستگاه دو پیچ دیده می‌شود. پیچ نزدیکتر به دستگاه، تنظیم رقم دهگان و پیچ دورتر یکان گرم را بر عهده دارد. جلوی دستگاه صفحه‌ی قرار دارد که بر روی آن وزن نمایش داده می‌شود. دو رقم اول بعد از اعشار با روشنایی لامپ دستگاه نمایان می‌شود. این دو رقم باید شفاف باشند و عدم شفافیت نشاندهنده تنظیم نبودن لامپ دستگاه است. گاهی با روشن و خاموش کردن این مشکل رفع می‌شود.



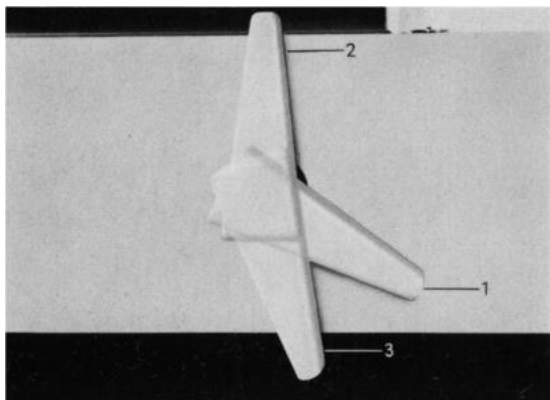
شکل ۴ محل قرارگیری حباب تراز بودن ترازو

ترازو برای اندازه‌گیری درست و دقیق باید بصورت دوره‌ای کالیبره و در صورت نیاز تعمیر شود. معمولاً برای اندازه‌گیری از شیشه ساعت، کاغذ یا ظرف استفاده می‌شود، ابتدا جرم ظرف و سپس جرم ظرف و جسم را بدست می‌آورند و از هم کم می‌کنند. یکی از نکات مهم در کار با هر ترازوی، تراز بودن آن ترازو است. برای بررسی این مطلب معمولاً ترازوها دارای یک یا چند حباب می‌باشند. حباب در درون یک محفظه شیشای یا پلاستیکی قرار دارد. شرط تراز بودن دستگاه قرارگیری حباب در درون دایره رسم شده بر سطح

شیشه/پلاستیک است. اگر ترازو تراز نباشد با تغییر ارتفاع گوشه‌های ترازو با پیچهای زیر دستگاه آن را ترازو می‌کنند.

برای کار با یک ترازوی سالم مدل ۲۴۰۰، مراحل زیر طی می‌شود:

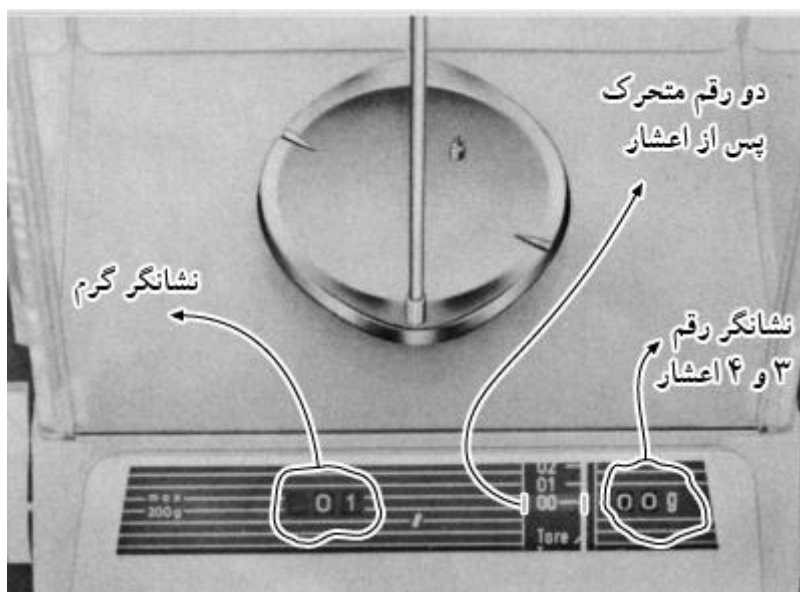
- ۱- ترازو را با کشیدن اهرم به سمت بالا روشن می‌شود و با دست راست خود با پیچ تنظیم صفر می‌کنند.
- ۲- جسم مورد اندازه‌گیری را در کفه ترازوی خاموش قرار می‌دهند و لرزش کفه ترازو را می‌گیرند. سپس برابر شکل ۵ اهرم را به سمت بالا می‌کشند ترازو در حالت پیش توزین روشن می‌شود و جرم جسم را بر حسب گرم بر روی صفحه ترازو نمایان می‌شود.
- ۳- اهرم را به حالت ابتدای (۱) می‌آورند و سپس با پیچ ده گرمی و گرمی (شکل ۳ تصویر ترازوی ۲۴۰۰ ساتریوز از روبرو و از سمت راست بیننده عدد حاصل از مرحله قبل را وارد دستگاه می‌کنند.
- ۴- اهرم را به حالت ۳ می‌آورند و پس از رها شدن کفه ترازو، لرزشش را می‌گیرند.



شکل ۵ اهرم ترازوی ۲۴۰۰- حالت ۱ خاموش- حالت ۲ پیش توزین - حالت ۳ توزین دقیق

- ۵- رقمهای سوم و چهارم بعد از اعشار با پیچ سمت راست (پیچ تنظیم ریز) تغییر میکنند. باید بگونه‌ای آنها را تغییر داد که دو رقم اول بعد از اعشار ( دو رقم متحرک) بر روی یک عدد خاص ثابت شوند. در این حالت از سمت چپ به راست عدد را می‌خوانند.
- ۶- عدد حاصل وزن ظرف است. برای توزین وزن مشخصی در این ظرف، وزن دلخواه را به وزن ظرف می‌افزایند و رقمهای سمت راست دستگاه را بر روی آن تنظیم می‌کنند. سپس ترازو را روشن می‌کنند (اهرم بر حالت ۳) و آنقدر ماده در ظرف می‌ریزند که تقریباً به وزن نهایی برسد در این حالت کفه ترازو را ثابتتر میکنند. در

ترازو را می‌بندند و طبق بند ۵ وزن را اندازه می‌گیرند. تفاضل این وزن نهایی و وزن ابتدایی وزن دقیق ماده را می‌دهد.

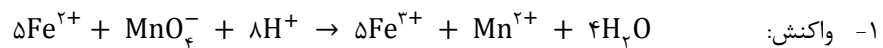


شکل ۶ صفحه جلویی ترازو ۲۴۰۰ و توضیح رقمهای آن

## شیوه نگارش دستورکار

محتوای آزمایشگاه شیمی تجزیه ۱ عیارسنجی بر پایه‌ی حجم سنجی<sup>۱</sup> است. در این روش میزان آنالیت در یک محلول با محلول استاندارد سنجیده می‌شود، یعنی آنقدر از محلول استاندارد به محلول (یا برعکس) مجهول افزوده می‌شود تا به نقطه‌ی پایانی برسند. در اینجا با استفاده از واکنش شیمیایی میان استاندارد و آنالیت و تعیین ضریب فاکتور به محاسبه غلظت مجهول می‌پردازیم. معمولاً غلظت بر حسب گرم در لیتر گزارش می‌شود.

مثال: در تیتراسیون ۵۰ cc محلولی مجهول از  $Fe^{2+}$  با پرمگنات پتاسیم  $M = 0.020$ ، ۱۰ cc تیتراکننده مصرف شده است. غلظت محلول آهن چقدر بوده است؟



۲- تعیین ضریب تبدیل  $Fe^{2+} / MnO_4^-$ : با توجه به معادله واکنش این نسبت به صورت ۵/۱ بدست می‌آید.

۳- محاسبه غلظت  $Fe^{2+}$  بر حسب g/L:

$$0.02 \text{ Mol. L}^{-1} MnO_4^- \times \frac{5 \text{ Mol } Fe^{2+}}{1 \text{ Mol } MnO_4^-} \times \frac{10 \text{ cc } MnO_4^-}{50 \text{ cc } Fe^{2+}} \times \frac{55.847 \text{ g. L}^{-1} Fe^{2+}}{1 \text{ Mol } Fe^{2+}} = 1/1156 \text{ g. L}^{-1}$$

در بسیاری از موارد غلظت به صورت میلی گرم در لیتر گزارش می‌شود.

در این آزمایشگاه برای هر آزمایش واکنشهای لازم همراه با محاسبات به روش ضریب تبدیل و اعلام غلظت مجهول همراه با یکا و ارقام با معنی و میزان خطای آن تشکیل دهنده‌ی گزارش کار هستند. خطای مجهول برابر یک واحد انحراف استاندارد در نظر گرفته می‌شود. روش دیگر محاسبه استفاده از فرمولهای آماده‌ای است که در دستور آزمایش ارائه می‌شود.

نام	فرمول	خلوص وزنی %	مولاریته	میلیم <sup>۲</sup>
اسید استیک بی آب	CH <sub>3</sub> COOH	۹۹/۸	۱۷/۴	۵۷/۵
هیدروکسید آمونیوم	NH <sub>4</sub> OH	۵۶/۶	۱۴/۵	۶۹/۰
آمونیاک	NH <sub>3</sub>	۲۸/۸	۱۴/۵	۶۹/۰
اسید سولفوریک	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	۹۶/۰	۱۸/۰	۵۵/۵
اسید نیتریک	HNO <sub>3</sub>	۷۰/۴	۱۵/۹	۶۳/۰

گیدلم <sup>۳</sup>	فرمول	جرم مولکولی g	نام
۵۱/۰۵۵	C <sub>8</sub> H <sub>5</sub> KO <sub>4</sub>	۲۰۴/۲۲	KHP
۹۶/۰۶	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O <sub>8</sub> · 2H <sub>2</sub> O	۳۷۲/۲۴	EDTA, Disodium Salt, Dihydrate

## تعدادی از دادها

### Volumetric Titration<sup>۱</sup>

<sup>۲</sup> تعداد میلی لیتر لازم برای تهیه یک لیتر محلول یک مولار. در مورد جامدات وزن بر حسب گرم ذکر شده است.

<sup>۳</sup> گرم لازم برای تهیه ۲۵۰ cc محلول یک مولار

arsenic	As metal	74.922	
	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	197.84	toxic
barium	BaCO <sub>3</sub>	197.84	dry at 200 °C for 4 h
bismuth	Bi metal	208.98	
boron	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	61.83	do not dry
bromine	KBr	119.01	
cadmium	Cd metal	112.411	
	CdO	128.40	
calcium	CaCO <sub>3</sub>	100.09	
cerium	Ce metal	140.116	
	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> Ce(NO <sub>3</sub> ) <sub>4</sub>	548.23	
cesium	Cs <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	325.82	
	Cs <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	361.87	
chlorine	NaCl	58.44	
chromium	Cr metal	51.996	
	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	294.19	
cobalt	Co metal	58.933	
copper	Cu metal	63.546	
	CuO	79.54	
fluorine	NaF	41.99	do not store solutions in glass containers
iodine	KI	166.00	
	KIO <sub>3</sub>	214.00	
iron	Fe metal	55.845	
lead	Pb metal	207.2	
lithium	Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	73.89	
magnesium	Mg metal	24.305	
manganese	Mn metal	54.938	

Element	Compound	FW (g/mol)	Comments
mercury	Hg metal	200.59	
molybdenum	Mo metal	95.94	
nickel	Ni metal	58.693	
phosphorous	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	136.09	
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	141.94	
potassium	KCl	74.56	
	K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	
	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	294.19	
	KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	204.23	
silicon	Si metal	28.085	
	SiO <sub>2</sub>	60.08	
silver	Ag metal	107.868	
	AgNO <sub>3</sub>	169.87	
sodium	NaCl	58.44	
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	106.00	
	Na <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	134.00	
strontium	SrCO <sub>3</sub>	147.63	
sulfur	elemental S	32.066	
	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	174.27	
	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	142.04	
tin	Sn metal	118.710	
titanium	Ti metal	47.867	
tungsten	W metal	183.84	
uranium	U metal	238.029	
	U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	842.09	
vanadium	V metal	50.942	
zinc	Zn metal	81.37	

Sources: (a) Smith, B. W.; Parsons, M. L. *J. Chem. Educ.* **1973**, *50*, 679–681; (b) Moody, J. R.; Greenburg, P. R.; Pratt, K. W.; Rains, T. C. *Anal. Chem.* **1988**, *60*, 1203A–1218A.

۳ → ۴

### مجموعه آزمایشهای عیارسنجی اسید و باز (خنثی شدن و سیستمهای پیچیده)

در این دسته از تیتراسیونها اسید با باز یا برعکس تیتراسیون می‌شود. بسته به pH نقطه پایانی از شناساگرهای مختلفی استفاده می‌شود. در تیتراسیون اسید قوی با باز قوی، pH هم ارزی در حدود ۷ می‌باشد. برای این گونه از تیتراسیونها شناساگر مناسب فنول فتالین است. این شناساگر در pH های بازی سرخ رنگ و pH های اسیدی بی رنگ است یعنی اگر تیتراست باز قوی باشد، نقطه هم ارزی تغییر رنگ از بی رنگ به صورتی کمرنگ و اگر تیتراست اسید قوی باشد تغییر رنگ از صورتی به بی رنگ است.

در تیتراسیون اسید ضعیف با باز قوی مانند اسید استیک با سود، pH هم ارزی بالای ۷ مثلا ۹ است. معادله تغییرات pH در این موارد طبق رابطه هندرسون-هاسل باخ است. در این موارد هم فنل فتالین شناساگر مناسبی است.

اسیدها و بازهای چند ظرفیتی با تیترانتهای تک عاملی طی چند مرحله تیتراسیون میشوند مثلا اسید فسفریک یک اسید ۳ ظرفیتی است که در تیتراسیون با سود طی سه مرحله ۳ عامل اسیدی آن خنثی میشود. با استفاده از شناساگر مناسب میتوان نقاط هم ارزی مختلف مربوط به هر کدام از این عوامل را مشاهده کرد.<sup>۱</sup> برای نمونه کربنات سدیم یک باز است (چرا؟). تیتراسیون آن با اسید کلریدریک ۲ نقطه هم ارزی دارد که اولی با فنل فتالین و دومی با متیل ارانژ دیده میشود. حالت پیچیده وقتی پیش می‌آید که مخلوط دو اسید یا دو باز باشد مثلا مقداری کربنات و بی کربنات همراه باشند. در این صورت حجم هم ارزی اول مربوط به کربنات خالص و حجم هم ارزی دوم مربوط به مجموع کربنات و بی کربنات است. فرض کنید برای نقطه هم ارزی اول V1 و برای هم ارزی دوم V2 مصرف شده باشد حجم هم ارزی کربنات V1 و حجم هم ارزی بیکربنات V2-V1 است. دقت کنید در خواندن V2 حجم مصرفی میان نقطه هم ارزی اول و دوم استفاده شود.

هیچ کدام از اسیدهای و باز قوی معمول استاندارد اولیه نیستند مثلا سود آگیر است و تهیه محلول استاندارد از آن ممکن نیست، پس سود را با ترازوی ۲ رقمی وزن میکنند. طبق مقدمه این نوشتار (مطالعه شود) استاندارد اولیه برای بازها KHP است. با این ماده سود استاندارد می‌شود و با سود اسیدها.

محلولهای سود بر روی شیشه اثر می‌گذارد پس باید بلافاصله پس از پایان عملیات تیتراسیون بورت را از سود تخلیه کرد و بورت را شست تا انسداد شیر بورت نشود.

---

<sup>۱</sup> در این مثال خاص برای مشاهده نقطه هم ارزی سوم تدابیر خاصی لازم است

## اندازه‌گیری کربنات و بی‌کربنات (اندازه‌گیری قلیائیت فنل فتالتین و متیل ارانژ)

وسایل لازم: بورت، بالن ۱۰۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: اسید کلریدریک، معرف ۱ (متیل ارانژ) و معرف فنل فتالتین

بالن مجهول را تحویل بگیرید و به حجم برسانید.

۱. در بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ CC محلول آبی از ۱/۰ M HCl تهیه کنید.
۲. در بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ CC محلول آبی از مجهول داده شده را با دقت به حجم برسانید.
۳. یک بورت را بشویید و با آب مقطر حداقل دو بار کر دهید بگونه‌ای که تمام دیواره‌ی داخلی بورت تمیز گردد. بورت را با محلول HCl نیز کر دهید.
۴. بورت را از محلول HCl پر کنید. بورت با گیره به پایه وصل کنید بگونه‌ای که حدود ۲۰ cm بالاتر از سطح میز باشد. دقت نمایید سطح محلول در بورت بالاتر از محل قرارگیری چشم شما نباشد.
۵. در ارلن مایر ۲۵۰ CC تمیزی ۱۰ CC از محلول مجهول را بریزید و با حداقل مقدار آب مقطر دیواره ارلن را بشویید سپس این محلول را پس از اضافه کردن فنل فتالتین با محلول استاندارد HCl تیتیر کنید را محلول به حالت بی رنگ درآید. حجم مصرف شده در این مرحله را یادداشت کنید. (ممکن است مخلوط اصلا صورتی نشود)
۶. پس از پایان تیتراسیون مرحله قبل به محلول حاصل ۱-۲ قطره متیل اورانژ اضافه کنید.
۷. یک بار با سرعت متوسط تیتیر کنید. محلول در نقطه‌ی پایانی از و رنگ زرد محلول به نارنجی تغییر می‌کند
۸. بار دیگر هم تیتیر کنید. ابتدا با سرعت زیاد تا ۱ CC کمتر از نقطه پایانی بدست آمده بریزید سپس دیواره ارلن را با آب مقطر بشویید و سپس به آرامی تا نقطه‌ی پایانی اول تیتیر کنید. همین روش را برای نقطه پایانی دوم هم بکار گیرید.
۹. اگر نتیجه تیتراسیون اول در هر مرحله با دو تیتراسیون بعدی فرق زیادی داشت برای بار سوم تیتیر کنید و نتیجه اول را حذف کنید در غیر اینصورت با ۳ نتیجه‌ی که دارید میزان غلظت کربنات و بی‌کربنات را بر حسب مولار و با ذکر میزان خطا گزارش کنید. محاسبات باید ذکر شود.



## عیارسنجی سود با پتاسیم هیدروژن فتالات

وسایل لازم: بورت ، بالن ۲۵۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، بشر ۱۰۰ CC یا ۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، همزن شیشه‌ای (اختیاری)، قیف (اختیاری)، شیشه ساعت (اختیاری)، پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه مواد لازم: سود سوز آور، پتاسیم هیدروژن فتالات و معرف فنل فتالئین

۱. با استفاده از ترازوی ۲ رقمی مقدار مناسبی از سود سوز آور را برای تهیه محلول تقریبی  $M/10$  وزن و در بشر کوچکی در آب حل کنید. محلول را پس از سرد شدن به داخل یک بالن ۲۵۰ CC منتقل نمایید و تقریباً به حجم برسانید. در ظرف را ببندید.
۲. ۱۰۰ CC محلول آبی از پتاسیم هیدروژن فتالات در بالن حجم سنجی بسازید.
۳. چند بار بورت را با مقدار کمی از محلول سود شستشو دهید و بعد بورت را از محلول سود پر کنید. برای شستشوی مناسب بورت را کج کنید بگونه‌ای که کل فضای داخلی بورت با سود در تماس قرار گیرد. بورت را در محل مناسب با گیره به پایه وصل کنید.
۴. ۱۰ میلی لیتر از محلول پتاسیم هیدروژن فتالات را توسط پیپت ژوژه به ارلن ۲۵۰ میلی لیتری منتقل نمایید. با میزان کمی آب مقطر دیواره ارلن را شستشو دهید و ۱-۲ قطره شناساگر فنل فتالئین به آن اضافه کنید.
۵. یک کاغذ سفید در زیر ارلن قرار دهید تا تغییر رنگ بهتر مشخص شود. ای کار بخصوص در هنگامیکه میز کار سرخ رنگ باشد موثر است.
۶. با سرعت متوسط تیترو کنید. به محض تشکیل یک رنگ صورتی کم رنگ که دست کم ۳۰ ثانیه پایدار بماند تیتراسیون خاتمه یافته است.
۷. تیتراسیون را ۲-۳ بار دیگر تکرار کنید. سود را یکجا تا حجمی تقریباً ۱-۲ CC کمتر از حجم تقریبی هم ارزی بریزید. با اندکی آب مقطر دیواره ارلن را بشویید. سپس همزمان با حرکت دورانی ارلن قطره قطره تیترو کنید تا تغییر رنگ را ببینید.
۸. چنانچه حجم تیتراسیون نخست فاصله زیادی با حجم بقیه تیتراسیونها داشت باید حذف شود. در نهایت باید حداقل ۳ عدد برای حجم داشته باشید. غلظت سود خود را بر حسب مولار و محاسبات را با ذکر میزان خطا گزارش کنید.

### عیارسنجی کلریدریک اسید مجهول با سود:

وسایل لازم: بورت، ارلن مایر ۲۵۰ CC، پیپت حسابدار ۱۰ CC، پیپت پرکن با پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: سود سوز آور (با غلظت معلوم) و معرف فنل فتالئین

- ۱- بالن محتوی محلول مجهول را بگیریید و به حجم برسانید.
- ۲- ۱۰ CC از مجلول را به درون ارلن ۲۵۰ CC منتقل کنید و مشابه تیتراسیون سود با KHP، تیترا کنید.
- ۳- چنانچه حجم تیتراسیون نخست فاصله زیادی با حجم بقیه تیتراسیونها داشت باید حذف شود. در نهایت باید حداقل ۳ عدد برای حجم داشته باشید. غلظت سود خود و محاسبات را با ذکر میزان خطا گزارش کنید.

### عیارسنجی اسید استیک مجهول با سود:

استیک اسید یک اسید آلی و ضعیف است. هیدروژن اسیدی آن با باز خنثی می شود.

مشابه عیارسنجی کلریدریک اسید مجهول با سود اجرا نمایید.

## مجموعه آزمایشهای کلریدومتری (عیارسنجیهای رسوبی)

اندازه گیری کلر به روش مور یک تیتراسیون رسوبی با تیتراکننده نیترات نقره است. نیترات نقره استاندارد اولیه است و نیاز به استاندارد کردن ندارد. محلول نقره باید در تاریکی نگاه داری شود تا استاندارد باقی بماند. نقره با کلرید تشکیل رسوب سفید رنگ نامحلول میدهد.

### اندازه گیری کلرید به روش مور<sup>۱</sup> با تیترا نیترات نقره

برای تعیین نقطه پایانی در این تیتراسیون از معرف کرومات پتاسیم استفاده می شود که با اضافه ی یون نقره رسوب نارنجی می دهد. این رنگ بدلیل حضور رسوب سفید رنگ کلرید نقره به صورت تیرگی در محلول شیری رنگ دیده می شود.

وسایل لازم: بورت، بالن ۱۰۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، بشر ۱۰۰ CC یا ۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، همزن شیشه ای (اختیاری)، قیف (اختیاری) پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: نیترات نقره، کرومات پتاسیم ۵٪

- ۱- بالن مجهول را تحویل بگیرید و به حجم برسانید.
- ۲- در بالن حجم سنجی ۱۰۰ CC محلول آبی از نیترات نقره ۰/۱ M تهیه کنید.
- ۳- یک بورت را بشوید و با آب مقطر حداقل دو بار کر دهید بگونه ای که تمام دیواره ی داخلی بورت تمیز گردد. بورت را با محلول نیترات نقره نیز کر دهید.
- ۴- بورت را از محلول نیترات نقره پر کنید. بورت با گیره به پایه وصل کنید بگونه ای که حدود ۲۰ cm بالاتر از سطح میز باشد. دقت نمایید سطح محلول در بورت بالاتر از محل قرارگیری چشم شما نباشد
- ۵- در ارلن مایر ۲۵۰ CC تمیزی ۱۰ CC از مجهول را بریزید و به آن ۱ CC محلول کرومات ۵٪ بیفزاید. با حداقل مقدار آب مقطر دیواره ارلن را بشوید
- ۶- یکبار با سرعت متوسط تیترا کنید تا یک تیرگی در محلول شیری ایجاد شود. حجم مصرفی را یادداشت کنید. برای بهتر دیدن نقطه پایانی یک کاغذ سفید زیر ارلن بگذارید.
- ۷- ۲ بار دیگر هم تیترا کنید. ابتدا با سرعت زیاد تا ۱ CC کمتر از نقطه پایانی بدست آمده بریزید سپس دیواره ارلن را با آب مقطر بشوید و سپس به آرامی تا نقطه پایانی تیترا کنید.
- ۸- اگر نتیجه تیتراسیون اول با دو تیتراسیون بعدی فرق زیادی داشت برای بار سوم تیترا کنید و نتیجه اول را حذف کنید در غیر اینصورت با ۳ نتیجه که دارید میزان کلرید را بر حسب g/L با ذکر میزان خطا گزارش کنید. محاسبات باید ذکر شود.

## اندازه گیری کلرید به روش ولهارد<sup>۱</sup>

اندازه گیری کلر به روش ولهارد یک عیارسنجی برگشتی است که در آن از میزان اضافی نیترات نقره استفاده میکنیم سپس این مقدار اضافه با آمونیوم تیوسانیید تیترو می شود. تفاضل میزان (نه حجم) مصرفی تیترانت نشان دهندهی حجم مصرفی برای کلرید است.

وسایل لازم: بورت ، بالن ۱۰۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، بشر ۱۰۰ CC یا ۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، همزن شیشه‌ای (اختیاری)، قیف (اختیاری) پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: نیترات نقره، شناساگر فریک آلوم، محلول تیوسانیید M ۰/۱،

- ۱- بالن مجهول را تحویل بگیرید و به حجم برسانید.
- ۲- در یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ CC محلول آبی از نیترات نقره M ۰/۱ تهیه کنید. در بالن مشابهی محلول M ۰/۱ تیوسانیید بسازید
- ۳- یک بورت را بشوید و با آب مقطر حداقل دو بار کر دهید بگونه‌ای که تمام دیواره‌ی داخلی بورت تمیز گردد. بورت را با محلول نیترات نقره نیز کر دهید. مشابه این اقدام را با بورت دیگری برای تیوسانیید انجام دهید.
- ۴- بورتها را از محلولهای متناظر پر و سپس نصب کنید.
- ۵- در ارلن مایر ۲۵۰ CC تمیزی ۱۰ CC از مجهول را بریزید و به آن ۱ CC محلول شناساگر فریک آلوم بیفزاید. محلول سبز - آبی می‌شود.
- ۶- حجمی حدودا ۱۵-۱۷ از نیترات نقره به ارلن بیفزاید. با حداقل مقدار آب مقطر دیواره ارلن را بشوید. در صورت صلاحدید صاف کنید.
- ۷- با سرعت کم با محلول تیوسانیید تیترو کنید. دقت کنید تیتراسیون شما پیوسته باشد در این حالت با افزایش هر قطره شاهد پدیدار شدن آبی و سپس محو یک رنگ قرمز می‌شوید. هر گاه این رنگ محو نشد پایان تیتراسیون شما است.
- ۸- مراحل ۶ و ۷ را حداقل ۲ بار دیگر نیز تکرار کنید.
- ۹- میزان مصرفی نیترات نقره با تفاضل میزان تیوسانیید از نیترات نقره کل بدست آورید. اگر یک نتیجه با نتایج دیگر زیاد فرق داشت آنرا حذف کنید تا حداقل ۳ نتیجه بماند میزان کلرید را بر حسب g/L با ذکر میزان خطا گزارش کنید. محاسبات باید ذکر شود.

## مجموعه آزمایشهای کمپلکسومتری

همانگونه که در مقدمه توضیح داده شد EDTA بعنوان یک استاندارد بصورت یک به یک با انواع کاتیونهای یک تا چهار ظرفیتی کمپلکس تشکیل می‌دهد. ثابت تشکیل این کمپلکسها وابسته به pH است پس در تیتراسیون با دی‌آمین تترااستیک اسید (EDTA)، باید دقیقاً در pH ذکر شده صورت پذیرد. مجموعه‌ای از روشهای مانند تیتراسیون مستقیم و برگشتی ابداع شده است.

### اندازه‌گیری سختی کل آب

سختی کل مجموع کربناتهای کلسیم و منیزیم است. در این آزمایش با توجه به حجم EDTA مصرفی غلظت آنها را تعیین میکنیم. براین تعیین نقطه‌ی پایانی در pH ۱۰ از اریوکرم سیاه تی استفاده میکنیم که با میزان اضافی تیرانت تشکیل کمپلکس می‌دهد.

وسایل لازم: بورت، بالن ۱۰۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، بشر ۱۰۰ CC یا ۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، همزن شیشه‌ای (اختیاری)، قیف (اختیاری) پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: EDTA، بافر ۱۰، معرف اریوکرم سیاه تی (EBT)

- ۱- بالن مجهول را تحویل بگیرید و به حجم برسانید.
- ۲- در بالن حجم‌سنجی، ۱۰۰ CC محلول آبی از ۰/۱ M EDTA که شامل ۰/۰۱ g کلرید منیزیم ۶ آبه باشد تهیه کنید.
- ۳- یک بورت را بشوید و با آب مقطر حداقل دو بار کر دهید بگونه‌ای که تمام دیواره‌ی داخلی بورت تمیز گردد. بورت را با محلول EDTA نیز کر دهید.
- ۴- بورت را از محلول EDTA پر کنید. بورت با گیره به پایه وصل کنید بگونه‌ای که حدود ۲۰ cm بالاتر از سطح میز باشد. دقت نمایید سطح محلول در بورت بالاتر از محل قرارگیری چشم شما نباشد
- ۵- در ارلن مایر ۲۵۰ CC تمیزی ۱۰ CC از مجهول را بریزید و به آن ۱ CC محلول بافر ۱۰ و دو قطر شناساگر EBT بیفزاید. با حداقل مقدار آب مقطر دیواره ارلن را بشوید
- ۶- یکبار با سرعت متوسط تیترا کنید. محلول در نقطه‌ی پایانی از بنفش به آبی تغییر رنگ می‌دهد. برای بهتر دیدن نقطه‌ی پایانی یک کاغذ سفید زیر ارلن بگذارید.
- ۷- ۲ بار دیگر هم تیترا کنید. ابتدا با سرعت زیاد تا ۱ CC کمتر از نقطه پایانی بدست آمده بریزید سپس دیواره ارلن را با آب مقطر بشوید و سپس به آرامی تا نقطه‌ی پایانی تیترا کنید.
- ۸- اگر نتیجه تیتراسیون اول با دو تیتراسیون بعدی فرق زیادی داشت برای بار سوم تیترا کنید و نتیجه اول را حذف کنید در غیر اینصورت با ۳ نتیجه‌ی که دارید میزان سختی کل را بر حسب g/L با ذکر میزان خطا گزارش کنید. محاسبات باید ذکر شود.

## اندازه‌گیری میزان خلوص نمک کلسیم با EDTA

. در این آزمایش نمونه‌ی جامدی حاوی یک نمک از کلسیم تحویل داده می‌شود که پس از انحلال با EDTA تیترومی شود.

وسایل لازم: بورت، بالن ۲۵۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، بشر ۱۰۰ CC یا ۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، همزن شیشه‌ای (اختیاری)، قیف (اختیاری) پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: EDTA، بافر ۱۰، معرف اریوکرم سیاه تی (EBT)

۹- حدود ۱ g از جامد مجهول را دقیقاً وزن و در بالن حجم سنجی ۱۰۰ CC با آب مقطر به حجم برسانید.

۱۰- مشابه آزمایش قبل محلول EDTA ۰/۱ M تهیه و مجهول را طبق همان دستورکار تیترو کنید.

۱۱- با توجه به غلظت کربنات کلسیم تعیین شده درصد خلوص نمک را همراه با میزان خطا گزارش نمایید. برای محاسبه میزان خلوص یکبار غلظت محلول ساخته شده از نمک را با فرض خلوص ۱۰۰٪ حساب کنید و سپس غلظت حاصل از تیتراسیون را بر آن بخش نمایید. در نهایت پاسخ را به درصد تبدیل کنید.

## مجموعه آزمایش‌های تیتراسیون با پرمنگنات

پتاسیم پرمنگنات یک اکسنده با رنگ بنفش شدید است. در محلول‌های شدیداً اسیدی ( $\text{pH} < 1$ ) به  $\text{Mn}^{2+}$  بی‌رنگ کاهیده می‌شود. برای انجام تیتراسیون در محلول‌های شدیداً اسیدی، پرمنگنات خود به عنوان شناساگر عمل می‌کند و محصول واکنش  $\text{Mn}^{2+}$  بی‌رنگ است.

## تهیه و استاندارد کردن محلول پتاسیم پرمنگنات

پتاسیم پرمنگنات به اندازه کافی خلوص ندارد که استاندارد اولیه باشد، زیرا که مقادیر کم  $\text{MnO}_2$  همواره حضور دارند. به علاوه آب مقطر معمولاً به اندازه کافی حاوی ناخالصی‌های آلی است که بتواند قدری از  $\text{MnO}_4^-$  تازه حل شده را به  $\text{MnO}_2$  کاهش دهد. پس باید محلول‌های تازه تهیه شده پتاسیم پرمنگنات را قبل از کاربرد در تیتراسیون استاندارد کرد.

وسایل لازم: بورت، بالن ۱۰۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، بشر ۱۰۰ CC یا ۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، همزن شیشه‌ای (اختیاری)، قیف (اختیاری) پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: محلول پتاسیم پرمنگنات با غلظت ۰/۰۲ مولار، سدیم اگزالات با خلوص استاندارد اولیه، اسید سولفوریک با غلظت ۲ مولار

۱. بالن مجهول را تحویل بگیرید و به حجم برسانید.
۲. ۲۵۰ CC محلول آبی و تقریبی از ۰/۰۲ M  $\text{KMnO}_4$  تهیه کنید و درون بالن حجم‌سنجی بریزید.
۳. در بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ CC محلول آبی از ۰/۰۲ M  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  که نسبت به اسید سولفوریک ۲ مولار است، تهیه کنید.
۴. یک بورت را بشویید و با آب مقطر حداقل دو بار کر دهید بگونه‌ای که تمام دیواره‌ی داخلی بورت تمیز گردد. بورت را با محلول  $\text{KMnO}_4$  نیز کر دهید.
۵. بورت را از محلول  $\text{KMnO}_4$  پر کنید. بورت با گیره به پایه وصل کنید بگونه‌ای که حدود ۲۰ cm بالاتر از سطح میز باشد. دقت نمایید سطح محلول در بورت بالاتر از محل قرارگیری چشم شما نباشد.
۶. در ارلن مایر ۲۵۰ CC تمیزی ۱۰۰ CC از محلول سدیم اگزالات را بریزید و با حداقل مقدار آب مقطر دیواره ارلن را بشویید سپس ای محلول را تا حدود ۸۰-۹۰ درجه سانتیگراد حرارت دهید و ضمن بهم زدن آن را با  $\text{KMnO}_4$  تیترا کنید.
۷. یک بار با سرعت متوسط تیترا کنید. محلول در نقطه‌ی پایانی از حالت بی رنگ به بنفش تغییر رنگ می‌دهد. برای بهتر دیدن نقطه‌ی پایانی یک کاغذ سفید زیر ارلن بگذارید.
۸. بار دیگر هم تیترا کنید. ابتدا با سرعت زیاد تا ۱ CC کمتر از نقطه پایانی بدست آمده بریزید سپس دیواره ارلن را با آب مقطر بشویید و سپس به آرامی تا نقطه‌ی پایانی تیترا کنید.
۹. اگر نتیجه تیتراسیون اول با دو تیتراسیون بعدی فرق زیادی داشت برای بار سوم تیترا کنید و نتیجه اول را حذف کنید در غیر اینصورت با ۳ نتیجه‌ی که دارید میزان غلظت پتاسیم پرمنگنات را بر حسب مولار و با ذکر میزان خطا گزارش کنید. محاسبات باید ذکر شود.
۱۰. توجه کنید که در حین تیتراسیون نباید دما کمتر از ۶۰ درجه سانتیگراد پایین تر آید. نقطه ختم عمل با افزایش آخرین قطره ای که منجر به ایجاد رنگ صورتی پایدار در تمام محلول به مدت حداقل ۳۰ ثانیه می‌گردد، مشخص خواهد شد.

## تیتراسیون با تیوسولفات

با تیوسولفات سدیم در مقدمه آشنا شدید، این استاندارد در تعدادی از تیتراسیونهای اکسایش – کاهش بکار میرود. بسیاری از روشهای تیتراسیون با این ماده بر اساس واکنش مقدماتی آنالیت با یون یدید و آزاد سازی ید و سپس تیتراسیون ید آزاد شده با تیوسولفات است. اخیرا روشی برای سنجش فلودیتین با این تیترانت ارائه شده است که نشانه اهمیت این تیترانت است. محلول تیوسولفات بتدریج تجزیه میگردد. باید در ظرفهای تیره نگهداری گردد و زود (حداکثر دو هفته) مصرف گردد.

وسایل لازم: بورت ، بالن ۲۵۰ CC، ارلن مایر ۲۵۰ CC، بشر ۱۰۰ CC یا ۵۰ CC، پیپت حبابدار ۱۰ CC، همزن شیشه‌ای (اختیاری)، قیف (اختیاری)، شیشه ساعت (اختیاری)، پیپت پرکن یا پوآر و گیره و پایه

مواد لازم: تیوسولفات سدیم، دی کرومات پتاسیم، پتاسیم یدید و چسب نشاسته

۱. ۱۰۰ CC محلول ۰/۰۲ M از دی کرومات در بالن حجم سنجی بسازید.
۲. ۲۵۰ CC محلول ۰/۱ M از تیوسولفات سدیم در بالن حجم سنجی بسازید. از ترازوی دو رقمی استفاده کنید.
۳. چند بار بورت را با مقدار کمی از محلول تیوسولفات سدیم شستشو دهید و بعد بورت را با آن پر کنید. برای شستشوی مناسب بورت را کج کنید بگونه‌ای که کل فضای داخلی بورت با محلول در تماس قرار گیرد. بورت را در محل مناسب با گیره به پایه وصل کنید.
۴. ۱۰ میلی لیتر از محلول دی کرومات را توسط پیپت ژوژه به ارلن ۲۵۰ میلی لیتری منتقل نمائید و به آن مقدار کمی آب مقطر و یک گرم (کاملا تقریبی) پتاسیم یدید بیفزایید. با میزان کمی آب مقطر دیواره ارلن را شستشو دهید.
۵. یک کاغذ سفید در زیر ارلن قرار دهید تا تغییر رنگ بهتر مشخص شود.
۶. با سرعت متوسط تیترا کنید. وقتی رنگ قهوه‌ای (ید) به رنگ زرد کمرنگ تبدیل شد، چند قطره چسب نشاسته بیفزایید بصورتی که محلول آبی تیره شود. تا ناپدید شدن رنگ آبی تیترا کنید.
۷. تیتراسیون را ۲-۳ بار دیگر تکرار کنید. تیترانت را یکجا تا حجمی تقریباً ۱-۲ CC کمتر از حجم تقریبی هم ارزی بریزید. با اندکی آب مقطر دیواره ارلن را بشویید. سپس همزمان با حرکت دورانی ارلن قطره قطره تیترا کنید و دستور قسمت قبل را اجرا نمایید.
۸. چنانچه حجم تیتراسیون نخست فاصله زیادی با حجم بقیه تیتراسیونها داشت باید حذف شود. در نهایت باید حداقل ۳ عدد برای حجم داشته باشید. غلظت تیوسولفات خود را بر حسب مولار و محاسبات را با ذکر میزان خطا گزارش کنید.



## تیتراسیون $\text{Cu(II)}$ با تیوسولفات

۱. مجهول را تحویل بگیرید و به حجم برسانید.
۲. مانند آزمایش قبل تیتر نمایید یعنی تمام مراحل آزمایش قبل از بند ۴ به بعد را اجرا کنید و به جای محلول دی کرومات از محلول مس مجهول استفاده کنید.
۳. در نهایت باید حداقل ۳ عدد برای حجم داشته باشید. غلظت مس خود را بر حسب گرم بر لیتر و محاسبات را با ذکر میزان خطا گزارش کنید.