

آزمایشگاه شیمی تجزیہ ۱

گزارش کار آزمایش شماره ۴

« تیتراسیون خنثی شدن »

(تعیین غلظت محلول کلریدریک اسید و درصد خلوص استیک اسید)

(ضا پائیچی مسنعلی ده و محمد رضا مہدیہ)

تاریخ آزمایش : ۱۳۹۱/۸/۷

تاریخ تحویل گزارش کار : ۱۳۹۱/۸/۲۱

استاد: جناب آقای دکتر پوراعتدال

جواب نہایی: $C_{HCl} = 0.0369M$

$$\rightarrow \% \frac{W}{V} CH_3COOH = 0.052 \times 100 = 5.2$$

هدف آزمایش:

محاسبه غلظت HCl و هم چنین محاسبه درصد وزنی-حجمی استیک اسید.

تئوری آزمایش :

کاربرد تیتراسیونهای خنثی شدن

دید کلی



تیتراسیونهای خنثی شدن به طور گسترده در تعیین غلظت آنالیت‌هایی کاربرد دارند که یا اسید یا بازند و یا با استفاده از روشهای مناسب به چنین گونه‌هایی تبدیل می‌شوند. آب، حلال معمول برای تیتراسیونهای خنثی شدن است، زیرا به سادگی در دسترس و ارزان و غیرسمی است.

پایین بودن ضریب انبساط دمایی آن، یک خاصیت اضافی دیگر است، ولی بعضی از آنالیت‌ها در محیط آبی قابل تیتراژ نیستند، زیرا انحلال پذیری آنها بسیار پایین است یا چون قدرتهای اسیدی یا بازی آنها آن چنان زیاد نیست که نقاط پایان رضایت بخشی را فراهم کنند. غلظت چنین موادی را اغلب می‌توان با تیتراژ کردن آنها در حلال دیگری به غیر از آب تعیین کرد.

تهیه محلولهای استاندارد اسید

محلولهای استاندارد برای تیتراسیونهای خنثی شدن همواره از اسیدها یا بازهای قوی تهیه می‌شوند، زیرا این نوع واکنشگرها تیزترین نقطه پایانی را ارائه می‌کنند. هیدروکلریک اسید به طرز گسترده ای برای تیتراسیونهای بازها بکار برده می‌شود. محلولهای رقیق واکنشگر، پایداری نامحدود دارند و با اکثر کاتیونها باعث واکنشهای رسوبی مشکل ساز نمی‌شوند.

گزارش شده است که محلولهای ۰.۱M از HCl را می‌توان بدون هیچ گونه اتلاف اسید تا مدت ۱ ساعت جوشاند، مشروط بر اینکه آب از دست رفته بر اثر تبخیر به مرور جایگزین شود. محلولهای ۰.۵M را می‌توان بدون اتلاف قابل توجه به مدت ۱۰ دقیقه جوشاند. محلولهای پرکلریک اسید و سولفوریک اسید نیز پایداری و هنگامی که یون کلریک با رسوب کردن باعث اخلاخ شود، برای انجام تیتراسیون مناسبند.

محلولهای استاندارد نیتریک اسید به دلیل خاصیت اکسندگی آنها به ندرت استفاده می‌شوند. محلولهای استاندارد اسید معمولاً از رقیق کردن یک حجم تقریبی از واکنشگر غلیظ و سپس استاندارد کردن محلول حاصل با یک باز استاندارد اولیه تهیه می‌شوند. گاهی نیز ترکیب اسید غلیظ را با اندازه گیری دقیق چگالی، تعیین و سپس یک وزن معین از آن را

تا یک حجم قطعی رقیق می کنند. (جدولهای حاوی ارتباط بین چگالی و ترکیب در اکثر کتاب سیستمهای شیمی و مهندسی شیمی یافت می شوند).

همچنین می توان یک محلول مادر با غلظت دقیقا معلوم از هیدروکلریک اسید را از رقیق کردن مقدار معینی از واکنشگر غلیظ با حجم برابر از آب و سپس تقطیر آن تهیه کرد. در شرایط کنترل شده ، یک چهارم پایانی فراورده تقطیر که به عنوان HCl با جوش ثابت شناخته می شود، غلظت ثابت و معینی دارد و مقدار اسید موجود در آن ، تنها به فشار اتمسفری وابسته است. برای یک فشار P بین ۶۷۰ و ۷۸۰ torr وزن فراورده تقطیر در هوا که محتوی دقیقا یک مول از H_2O است، از رابطه زیر بدست می آید:

$$WHCl(g) / mol H_2O + = ۱۶۴,۶۷۳ + ۰,۰۲۰۳۹ P$$

با رقیق کردن وزن معینی از این اسید تا حجمهای دقیقا معلوم ، می توان محلولهای استاندارد گوناگون را تهیه کرد .

استاندارد کردن اسیدها

غالبا اسیدها توسط تیتراسیون با وزن معینی از سدیم کربنات استاندارد می شوند. سدیم کربنات با خلوص استاندارد اولیه به صورت تجارتي موجود است. همچنین می توان از گرم کردن سدیم هیدروژن کربنات تخلیص شده در ۲۷۰ تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت تهیه کرد.

تریس - (هیدروکسی متیل) آمینومتان که TRIS یا THAM نیز گفته می شود، با خلوص استاندارد اولیه به طور تجارتي در دسترس است . مزیت این جسم نسبت به سدیم کربنات وزن هم ارز نسبتا بزرگتر است. سدیم تترابورات ده آبه و جیوه II اکسید نیز به عنوان استاندارد اولیه پیشنهاد شده اند .

تهیه محلولهای استاندارد بازها

سدیم هیدروکسید متداولترین باز برای تهیه محلولهای استاندارد است، هر چند که پتاسیم هیدروکسید و باریم هیدروکسید نیز بکار برده می شوند. هیچ یک از این مواد را نمی توان با خلوص استاندارد اولیه تهیه کرد و پس از تهیه محلول ، اقدام به استاندارد کردن می شود .

کاربردهای نوعی تیتراسیونهای خنثی شدن

تیتراسیونهای خنثی شدن در اندازه گیری آن دسته از گونه های بی شمار معدنی ، آلی و زیستی که خواص اسیدی یا بازی ذاتی دارند، بکار برده می شوند. ولی ، کاربردهای بسیاری به همان اندازه اهمیت وجود دارند که در آنها ترکیب مورد تجزیه یا یک واکنشگر مناسب به یک اسید یا باز تبدیل و سپس با یک باز یا اسید قوی استاندارد تیترا می شود.

دو نوع عمده از نقاط پایانی به طور گسترده در تیتراسیونهای خنثی شدن بکار برده می شود. نوع اول ، یک نقطه پایانی بصری است و بر پایه تغییر رنگ شناساگرهایی قرار دارد. نوع دوم یک نقطه پایانی پتانسیومتری است که در آن پتانسیل یک سیستم الکتروود شیشه / کامومل با یک وسیله اندازه گیری ولتاژ تهیه می شود. پتانسیل اندازه گیری شده مستقیما متناسب با PH است .

تعدادی از عناصر مهم را که در سیستمهای آلی و زیستی دخالت می‌کنند، می‌توان به‌سهولت با روشهایی که در مرحله پایانی به یک تیتراسیون اسید / باز ختم می‌شوند، اندازه‌گیری کرد. عموماً عناصری که قابلیت این نوع تجزیه را دارند، نافلزند و شامل کربن، نیتروژن، گوگرد، کلر، برم، فلوئور و چند گونه نامتداول دیگرند. در هر مورد، عنصر به یک اسید یا باز معدنی تبدیل و متعاقباً تیتراً می‌شود.

اندازه‌گیری مواد معدنی

تعدادی زیادی از گونه‌های معدنی را می‌توان توسط تیتراسیون با اسیدها یا بازهای قوی اندازه‌گیری کرد.

تعیین گروههای عاملی

تیتراسیونهای خنثی شدن برای سنجش مستقیم یا غیرمستقیم انواع گروههای عاملی آلی، روشهای ساده‌ای را فراهم می‌کنند.

اندازه‌گیری نمکها

با یک تیتراسیون اسید - باز می‌توان بدقت و به‌سادگی مقدار کلی نمک یک محلول را تعیین کرد. نمک با عبور از یک ستون پر شده از یک رزین تبادل یونی به یک مقدار هم‌ارز از اسید یا باز تبدیل می‌شود. محلولهای استاندارد اسید یا باز را نیز می‌توان با رزین‌های تبادل یونی تهیه کرد. در اینجا محلولی که محتوی وزن معلومی از یک ترکیب خالص مانند سدیم کلرید است، در ستون رزین شسته می‌شود و تا حجم مشخصی رقیق می‌گردد. نمک مقدار هم‌ارزی از اسید یا باز از رزین آزاد می‌کند، بدین ترتیب می‌توان مولاریته واکنشگر را به‌طور مستقیم محاسبه کرد.



مقدار هم‌ارزی از اسید یا باز از رزین آزاد می‌کند، بدین ترتیب می‌توان مولاریته واکنشگر را به‌طور مستقیم محاسبه کرد.

وسایل مورد نیاز

محلول سود ۰.۱ M، آب مقطر، ۰.۲gr پتاسیم فتالات، اسید کلرید، فنول فتالئین، محلول استیک اسید، بورت، پایه، گیره.

روش انجام آزمایش

ابتدا محلول استاندارد ثانویه سدیم هیدروکسید استاندارد گردید و غلظت آن ثبت گردید. سپس در بورت ریخته شد و محلول HCl در ارلن ریخته شد و دو قطره از فنول فتالین به عنوان شناساگر به ارلن اضافه گردید. سپس عمل تیتراسیون انجام گردید و در نقطه هم ارزی مقدار حجم مصرفی سدیم هیدروکسید ثبت گردید.

این آزمایش سه مرتبه انجام گردید و داده ها نیز ثبت گردید. مجدداً این آزمایش با استیک اسید نیز انجام گردید.

محاسبات

۱ KHP: ۱۲۸.۱۷۵۵ gr با ظرف

۲ KHP: ۱۲۷.۹۵۱۵ gr با ظرف

$KHP = ۰.۲۲۴۰ \text{ gr}$ مقدار

$$v = ۱۲ \times ۱۰^{-۳} \rightarrow N = \left(\frac{۰.۲۲۴}{۱۲ \times ۱۰^{-۳} \times ۲۰۴.۲۲} \right) = ۰.۰۰۰۰۹۱۴ \times ۱۰^۳ = ۰.۰۹۱۴ M$$

تیتراسیون HCl با NaOH استاندارد شده:

آزمایش ۱	آزمایش ۲	آزمایش ۳
حجم سود مصرفی	۱۰.۲ ml	۱۰.۲ ml
		۱۰ ml

$$C_1 V_1 = C_2 V_2 \Rightarrow ۱۰.۲ \text{ ml} \times ۰.۰۹۱۴ = C_2 ۲۵ \text{ ml} \rightarrow C_2 = ۰.۰۳۷۲ M$$

$$C_1 V_1 = C_3 V_3 \Rightarrow ۱۰.۲ \text{ ml} \times ۰.۰۹۱۴ = C_3 ۲۵ \text{ ml} \rightarrow C_3 = ۰.۰۳۷۲ M$$

$$C_1 V_1 = C_4 V_4 \Rightarrow ۱۰ \text{ ml} \times ۰.۰۹۱۴ = C_4 ۲۵ \text{ ml} \rightarrow C_4 = ۰.۰۳۶۵ M$$

$$\bar{C} = 0.0369M$$

تیتراسیون استیک اسید با NaOH استاندارد شده:

آزمایش ۳	آزمایش ۲	آزمایش ۱	حجم سود مصرفی
۱۰ ml	۹.۵ ml	۹.۱ ml	

$$C_1 V_1 = C_2 V_2 \Rightarrow 9.1 \text{ ml} \times 0.0914 = C_2 25 \text{ ml} \rightarrow C_2 = 0.0332M$$

$$C_1 V_1 = C_3 V_3 \Rightarrow 9.5 \text{ ml} \times 0.0914 = C_3 25 \text{ ml} \rightarrow C_3 = 0.0347M$$

$$C_1 V_1 = C_4 V_4 \Rightarrow 10 \text{ ml} \times 0.0914 = C_4 25 \text{ ml} \rightarrow C_4 = 0.0365M$$

$$\bar{C} = 0.0348M$$

$$\left(\frac{0.0348 \text{ mol}}{1 \text{ l}} \right) \left(\frac{60 \text{ gr}}{1 \text{ mol}} \right) \times 25 \text{ ml} = 0.0522 \text{ gr}$$

$$\rightarrow \% \frac{W}{V} CH_3COOH = 0.052 \times 100 = 5.2$$

عوامل خطا

(۱) دقت اندازه گیری دستگاه ها.

(۲) نشتی داشتن بورت.

مراجع

(۱) مبانی شیمی تجزیه، داگلاس.ای. اسکوک-دونالد.ام. وست-اف. جمز.هالر-استانلی.آر. کروج، دکتر

عبدالرضا سلاجقه-ویدا توسلی-دکتر هوشنگ خلیلی، جلد اول، انتشارات مرکز نشر

دانشگاهی.