

جزوه آزمایشگاه شیمی تجزیه کمی

(دانشگاه بین المللی ارس)

مدرس: دکتر احمد باویلی تبریزی

کارشناس: آقای محمد شهریور

شماره صفحه	عنوان آزمایش	جلسه
۳	آشنائی با وسایل حجم سنجی و تهیه عملی محلول ها	۱
۸	تهیه محلول سود و استاندارد کردن آن با بنزوئیک اسید یا HCl تیتریزول	۲
۱۱	اندازه گیری اسیدهای قوی (HCl و H_2SO_4) با سود، بررسی تفاوت عملکرد شناساگرها	۳
۱۷	اندازه گیری اسید ضعیف سالیسیلیک (SA) با باز قوی، در حضور شناساگر و نیز بروش pH متری	۴
۲۰	اصول تیتراسیون معکوس و اندازه گیری آسپرین (ASA) بدین روش	۵
۲۲	کاربرد تیتراسیون های اسید - باز در اندازه گیری کربنات و بیکربنات در حضور شناساگر و نیز بروش pH متری	۶
۲۵	کاربرد تیتراسیون های اسید - باز در اندازه گیری کربنات و بیکربنات در مخلوط آنها	۷
۲۷	اندازه گیری ANC آنتی اسیدها بروش pH متری	۸
۲۹	تهیه محلول پرمنگنات و استاندارد کردن آن، کاربرد در اندازه گیری آهن در سولفات فرو	۹
۳۳	تهیه محلول ید و استاندارد کردن آن، کاربرد در اندازه گیری مس و آسکوربیک اسید	۱۰
۳۷	تهیه و استاندارد کردن محلول نیترات نقره، کاربرد در اندازه گیری کلورورسدیم بروش موهر در انواع آبهای و نرمال سالین	۱۱
۴۰	اندازه گیری کلرید بروش ولهارد	۱۲
۴۳	تهیه محلول EDTA و استاندارد کردن آن، کاربرد در اندازه گیری کلسیم و منیزیم در مخلوط آنها	۱۳
۴۷	اندازه گیری آنتی اسیدهای کربنات کلسیم و شیر منیزی بروش تیتراسیون کمپلکسومتری	۱۴
۵۰	تعیین مقدار کلرید بروش گراویمتری	۱۵
۵۳	تعیین مقدار سولفات بروش گراویمتری	۱۶
	امتحان عملی	۱۷

جلسه اول

آشنائی با وسایل حجم سنجی و تهیه عملی محلول ها

روش های تجزیه کمی شامل: کلاسیک ، دستگاهی

تجزیه کلاسیک: شامل روش های حجم سنجی و وزن سنجی

• مراحل یک تجزیه کمی:

- determination of analyte
- assessing of data
- Sampling
- Sample dissolution
- Separation

• مشخصه های یک روش تجزیه کمی:

- Linear dynamic range
- Reproducibility
- Limit of detection and limit of quantification
- Selectivity
- Precision
- Accuracy

تهیه محلول

• دلیل تهیه محلول

• روابط بیان غلظت یک محلول

$$N = \frac{\text{numbers of eq}}{\text{volume}} \quad \text{واحد (eq/L or meq/ml)} \quad 1. \text{ نرمالیته (N)}$$

$$M = \frac{\text{numbers of moles}}{\text{volume}} \quad \text{واحد (mol/L or mmole/ml)} \quad 2. \text{ مولاریته (C}_M\text{ or M)}$$

$$m = \frac{\text{numbers of moles}}{\text{Kg(solvent)}} \quad \text{واحد mol/Kg} \quad 3. \text{ مولالیته (m)}$$

$$ppm = \frac{\text{the mg of the solute}}{\text{volume}} \quad \text{واحد (mg/L or } \mu\text{g/ml)} \quad 4. \text{ ppm}$$

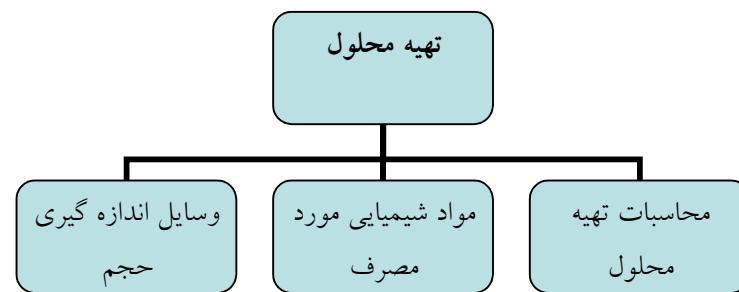
۵. غلطت های درصدی شامل:

$$\%w/w = \frac{\text{the weight of solute}}{\text{the weight of solution}} \times 100 \quad .i \quad \text{درصد وزنی-وزنی:}$$

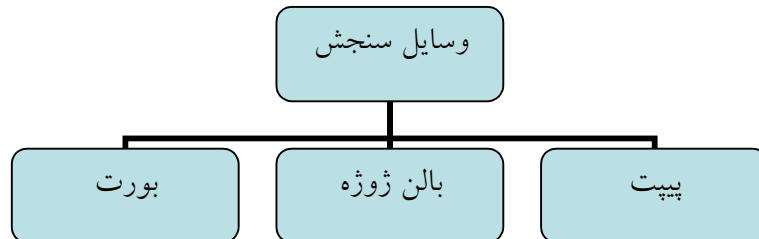
$$\%w/v = \frac{\text{the weight of solute}}{\text{the volume of solution}} \times 100 \quad .ii \quad \text{درصد وزنی-حجمی:}$$

$$\%v/v = \frac{\text{the volume of solute}}{\text{the volume of solution}} \times 100 \quad .iii \quad \text{درصد حجمی-حجمی:}$$

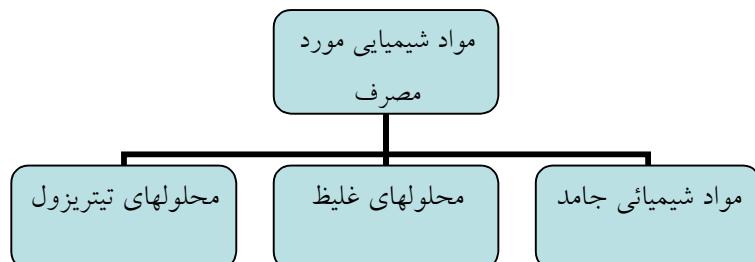
نکات مهم در تهیه یک محلول:



وسایل اندازه گیری دقیق مهم:



مواد شیمیایی مورد مصرف در تهیه محلولها:



الف) روش تهیه محلول از مواد شیمیائی جامد:

تمرین ۱. روش تهیه 500 ml محلول سود $M/12$ را از ماده جامد آن با محاسبات لازم شرح دهید.

$$\text{M NaOH} = 40 \text{ g/mol}, R = 98\%$$

$$C_M = \frac{\text{numbers of moles}}{\text{volume}} = \frac{m/M}{V} \rightarrow 0.12 = \frac{m}{40 \times 0.5} \rightarrow m_{\text{NaOH}} = 2.4 \text{ g}$$

$$m_{\text{NaOH}} = 2.4 \text{ g} \times \frac{100}{98} = 2.449 \text{ g}$$

این مقدار سود دقیقاً وزن شده و بکمک قیف به بالن ژوژه 500 ml (که تا حدود یک سوم حجم آن دارای آب مقطر است) منتقل شده و پس از انحلال در آب، بالن به حجم رسانده می‌شود.

تمرین ۲. روش تهیه 250 ml محلول مس $M/1$ را از ماده جامد آن با محاسبات لازم شرح دهید.

$$\text{M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 249.68 \text{ g/mol}, R = 99.5-100.5\%$$

$$C_M = \frac{m}{M \times V} \rightarrow 0.1 = \frac{m}{249.68 \times 0.25} \rightarrow m_{\text{CuSO}_4} = 6.242 \text{ g}$$

تمرین ۳. روش تهیه 200 ml محلول مس 500 ppm نسبت به مس را از ماده جامد آن با محاسبات لازم شرح دهید.

$$\text{M CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 249.68 \text{ g/mol}, \text{M Cu} = 63.55 \text{ g}, R = 99.5-100.5\%$$

$$\text{ppm} = \frac{mg}{V} \rightarrow 500 = \frac{mg}{0.2} \rightarrow M_{\text{Cu}} = 100 \text{ میلی گرم مس خالص لازم}$$

$$\begin{array}{lll} 249.68 \text{ g} & \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} & 63.55 \text{ g} \quad \text{Cu} \\ x & & 0.1 \quad \rightarrow x = 0.393 \text{ g} \end{array}$$

ب) روش تهیه محلول از محلولهای غلیظ:

تمرین ۴. روش تهیه 200 ml محلول $\text{HCl} 0.1\text{ M}$ را از محلول غلیظ آن با مشخصات زیر شرح دهید.

$\text{HCl P}=37\%$, $M=36.46\text{ g/mol}$, $d=1.09\text{ Kg/L}$

$$C_M = \frac{10Pd}{M} \rightarrow C_M = \frac{10 \times 37 \times 1.09}{36.46} \rightarrow C_M = 12.076\text{ M}$$

مولاریته محلول غلیظ:

$$C_{M1} \times V_1 = C_{M2} \times V_2 \rightarrow 0.1 \times 200 = 12.076 \times V \rightarrow V = 1.66\text{ ml لازم HCl}$$

ج) روش تهیه بافر

تمرین ۵. روش تهیه 200 ml محلول بافر با $\text{pH}=8.9$ و غلظت $M=0.1$ را از مواد موجود آن با محاسبات

لازم شرح دهید.

NH_3 : $P=25\%$, $M=17.03\text{ g/mol}$, $d=0.91\text{ Kg/L}$;

NH_4Cl $M=53.45\text{ g/mol}$; $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3 \text{ pK}_a=9.2$

$$\begin{cases} pH = pK_a + \log \frac{C_b}{C_a} \rightarrow 8.9 = 9.2 + \log \frac{C_b}{C_a} \rightarrow \frac{C_b}{C_a} = 0.5 \\ C_b + C_a = 0.1\text{ M} \rightarrow 0.5C_a + C_a = 0.1 \end{cases} \rightarrow \begin{cases} C_a = 0.067\text{ M} \\ C_b = 0.033\text{ M} \end{cases}$$

آمونیوم کلرید لازم $C_a(\text{NH}_4\text{Cl}) = \frac{m}{M \times V} \rightarrow 0.067 = \frac{m}{53.45 \times 0.2} \rightarrow m_{\text{NH}_4\text{Cl}} = 0.716\text{ g لازم NH}_4\text{Cl}$

NH_3 $P=25\%$, $M=17.03\text{ g/mol}$, $d=0.91\text{ Kg/L}$

$$C_M = \frac{10Pd}{M} \rightarrow C_M = \frac{10 \times 25 \times 0.91}{17.03} \rightarrow C_M = 13.36\text{ M}$$

مولاریته محلول غلیظ:

$$C_{M1} \times V_1 = C_{M2} \times V_2 \rightarrow 0.067 \times 200 = 13.36 \times V \rightarrow V = 0.49\text{ ml لازم NH}_3$$

سوالات:



۱. مواد شیمیائی مورد مصرف برای تهیه محلول از موادی موسوم به استاندارد اولیه می باشند.

خصوصیات یک استاندارد اولیه را بنویسید.

۲. روش تهیه 250 ml محلول کادمیم $M_{11/0}$ را از ماده جامد آن با محاسبات لازم شرح دهید.

$$M \text{ Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O} = 308.487 \text{ g/mol}, R=99\%$$

۳. روش تهیه 200 ml محلول ppm_{250} نسبت به کادمیم را از ماده جامد آن با محاسبات لازم شرح

دهید.

۴. روش تهیه 500 ml محلول $\text{H}_2\text{SO}_4 0.1 M$ را از محلول غلیظ آن با مشخصات زیر شرح دهید.

$$\text{H}_2\text{SO}_4 P=95-97\%, M=98.08 \text{ g/mol}, d=1.84 \text{ Kg/L}$$

۵. روش تهیه 250 ml محلول بافر با $pH=5.1$ و غلظت $M_{1/0}$ را از مواد موجود آن با محاسبات

لازم شرح دهید.

$$\text{CH}_3\text{COOH} P=100\%, M=60.05 \text{ g/mol}, d=1.05 \text{ Kg/L};$$

$$\text{CH}_3\text{COONa} M=136.08 \text{ g/mol}; \text{CH}_3\text{COOH} / \text{CH}_3\text{COONa} pK_a=4.8$$

۶. خطاهای وارد در تهیه یک محلول در آزمایشگاه را برشمارید.

جلسه ۲۹

تهیه محلول سود و استاندارد کردن آن با بنزوئیک اسید یا HCl تیتریزول

تهیه محلولها بایستی از موادی بنام استاندارد اولیه صورت پذیرد که از جمله خواص آنها خلوص بالا، نگهداری آسان، انحلال سریع و ... می باشد.

استاندارد اولیه برای واکنشهای اسید-باز شامل Na_2CO_3 , HCl با نقطه جوش ثابت و ... می باشد.

در صورت تهیه اسید و بازها از مواد دیگر، محلولهای تهیه شده دارای غلظت تقریبی بوده و بایستی با استانداردهای اولیه موجود تعیین عیار گردند که این فرایند به استاندارد کردن موسوم است.

تهیه بازهای استاندارد:

تهیه بازها از هیدروکسیدهای Na , K یا Ba صورت می گیرد که باز قوی اند. NaOH (سود) متداولترین باز مصرفی است چون ارزان است. هیچیک از این مواد بطور خالص تهیه نمی شوند لذا تهیه محلول استاندارد از آنها مقدور نیست. هیدروکسید Na , K فوق العاده نم گیرند و نیز همواره مقداری کربنات و آب همراه آنهاست. وجود کربنات موجب می شود که با برخی از شناساگرها نتایج دقیق به دست نیاید.

روشهای تهیه محلول NaOH عاری از کربنات:

(۱) شستشوی پولک های NaOH با آب \rightarrow رفع کربنات سطحی آنها

(۲) تهیه محلول غلیظ NaOH و نگهداری سریع در ظروف سربسته \rightarrow ته نشین شدن کربنات

نامحلول، سرریز کردن مایع زلال فوکانی و رقیق کردن مناسب آن.

(۳) الکترولیز محلول سیر شده NaCl با خلوص تجزیه ای \rightarrow محصول کاملاً "عاری از کربنات"

(۴) روش تبادل آنیونی: جداسازی کربنات توسط ستون تبادل آنیونی باز قوی

نیز می توان از محلولهای تیتریزول سود (از شرکت های شیمیایی و عاری از کربنات) استفاده نمود.

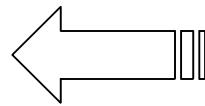
خود محلولهای قلیائی تهیه شده بایستی در مقابل هوا محافظت شوند تا CO_2 هوا را جذب ننمایند که نتیجه آن تغییر غلظت باز قوی ($\text{CO}_2 + \text{OH}^- \rightarrow \text{HCO}_3^-$) و واکنش مشکل تر در نقطه پایان تیتراسیون اسیدهای ضعیف می باشد.

بنابراین محلولها در بطری های پلی استیلنی که درب آنها محکم بسته شده، نگهداری می شوند که به مدت حدود یک هفته پایدارند. برای مدت‌های طولانی تر، نگهداری در دستگاه حاوی آسکاریت (NaOH) پوشش داده شده بر روی آزبست) که جاذب قوی CO_2 است، صورت می گیرد.

همچنین آبهای مورد استفاده بایستی عاری از CO_2 باشد. برای این منظور از آب یون زدوده استفاده می شود. در مورد آب مقطر معمولی می توان CO_2 حل شده را با دمیدن جریانی از هوا (که از لوله حاوی پنبه نسوز سود دار یا آهک سود دار عبور می کند)، بدرون آب به مدت ۵-۶ ساعت براحتی جدا کرد یا حداقل آب مقطر را برای مدت زمان معینی جوشاند.

بعد از تهیه محلول سود به صورت فوق بایستی استاندارد کردن آن صورت گیرد. بسته به اینکه محلول سود برای تیتراسیون اسیدهای قوی یا در حضور CO_2 استفاده می گردد، یا برای تیتراسیون اسیدهای ضعیف بکار می رود بایستی برای استاندارد کردن آن از مواد مختلفی همچون HCl، بنزوئیک اسید یا ... استفاده نمود.

در این آزمایش تهیه محلول سود و استاندارد کردن آن با واکنشگرهای مختلف (بر اساس انجام واکنش تیتراسیون اسید-باز) مورد بررسی قرار می گیرد.

(روش کار):

۱- تهیه محلول سود: ۲۵۰ ml محلول سود به غلظت تقریبی N/۱ تهیه نمایید.

۲- استاندارد کردن محلول سود تهیه شده با HCl تیتریزول: دقیقاً ۱۰ ml از محلول (0.1N) HCl

(که از تیتریزول آن تهیه شده) را به اrlen مناسب منتقل کنید. ۱-۲ قطره شناساگر فنل فتالئین به محلول

افزوده و محلول را با سود تهیه شده از بورت تا ظهر رنگ پوست پیازی تیتر کنید.

۳- استاندارد کردن محلول سود با بنزوئیک اسید: دقیقاً "حدود ۱۲ g" بنسوئیک اسید جامد را وزن

کرده و در حدود ۱۰ ml اتانول حل کنید و حدود ۱۰ ml آب مقطر اضافه کنید. پس از افزودن ۱-۲

قطره شناساگر فنل فتالئین تا ظهر رنگ پوست پیازی توسط سود تیتر کنید.

بنزوئیک اسید با خلوص بالا (۹۹.۹٪) در دسترس است. در کارهای با صحت بالا خشک کردن اسید پیش از مصرف

لازم است که شامل ذوب کردن آن در بوته Pt، خشک کردن در آون (در دمای ۱۳۰°C) و سپس پودر کردن در یک

هاون عقیق می باشد. بنزوئیک اسید نامحلول در آبست لذا بایستی در اتانول در ۹۵٪ حل شود.

سوالات:

۱. در آزمایش دوم غلظت نرمال و مolar محلول سود تهیه شده را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید.

$$(N_1 V_1)_{acid} = (N_2 V_2)_{base}$$

۲. در آزمایش سوم غلظت دقیق سود را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید (بنزوئیک اسید g = 122.12) (M_w = 122.12)

$$meq_{acid} = meq_{base} \rightarrow \frac{m}{1E_g} \times 1000 = (N.V)_{base}$$

$$\Rightarrow \frac{m}{M_w/n} \times 1000 = (N.V)_{base}$$

۳. استانداردهای اولیه برای اسیدها و نیز برای بازها را ذکر کنید.

جلسه سوچ

اندازه گیری اسیدهای قوی (H_2SO_4 و HCl) با سود، بررسی تفاوت عملکرد

شناساگرها

تیتراسیون های اسید- باز

شرایط لازم برای اجرای یک تیتراسیون

واکنش سریع، کمی، با معادله شیمیایی موازن شده قابل بیان باشد و روش تشخیص نقطه پایان موجود باشد.

هدف تیتراسیون: افزایش محلول استاندارد به میزانی که مقدار آن برابر مقدار آنالیت شود که در نقطه تعادل

یا هم ارزی حاصل می گردد و در آن نقطه: (meq analyte = meq titrant)

تشخیص آن در عمل از روی تغییر رنگ یک شناساگر (روش چشمی) یا دنبال کردن یکی از خواص فیزیکی

محلول واکنش (روش دستگاهی) ممکن می باشد که در اینصورت به نقطه پایان موسوم است.

روش های آشکارسازی نقطه پایان شامل:

روش چشمی: استفاده از شناساگر مناسب **روش دستگاهی:** همچون pH متری

در جلسه قبل استفاده از شناساگرها در تشخیص نقطه پایان تیتراسیون اسید- باز بررسی گردید. در این جلسه

استفاده از روشهای دستگاهی (از آنجمله pH متری) در تشخیص نقطه پایان تیتراسیون بررسی می گردد.

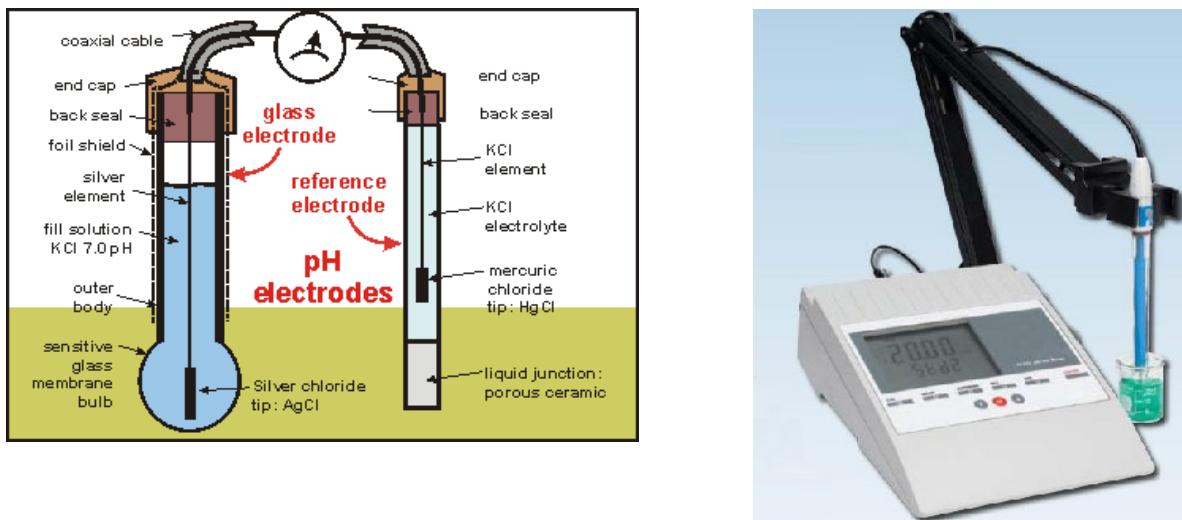
برای این منظور دستگاه pH متر، اجزا و اساس قرائت pH توسط آن بطور خلاصه توضیح داده می شود.

اساس دستگاه pH متر

pH متر: در اصل دستگاه پتانسیومتر می باشد.

پتانسیومتر: از یک پیل برای اندازه گیری پتانسیل محلول استفاده می کند و هر پیل شامل دو نیم پیل (یعنی

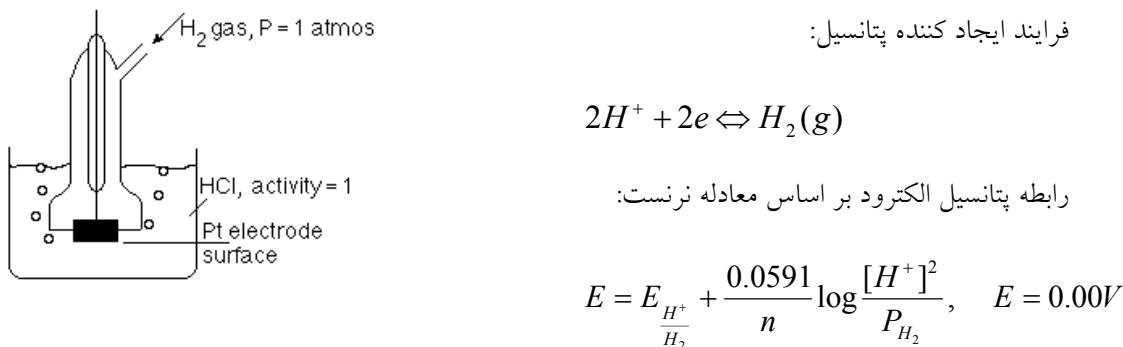
یک نیم پیل یا الکترود شاهد و یک نیم پیل یا الکترود شناساگر) می باشد. (شکل صفحه بعد)



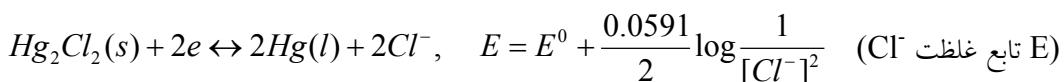
سنجدیدن پتانسیل الکترودها نسبت به نیم پیلی با پتانسیل ثابت صورت می‌گیرد که در دما و فشار ثابت دارای پتانسیل ثابت بوده و به الکترود شاهد (فرانس یا مرجع) موسوم است.

انواع الکترودهای شاهد:

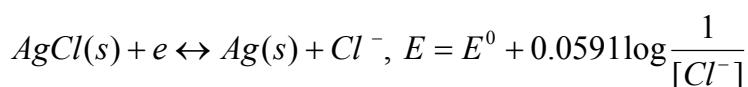
۱) الکترود شاهد هیدروژن: نمایش شمائی الکترود:



۲) الکترود کالومل اشباع:



۳) الکترود نقره - نقره کلراید:

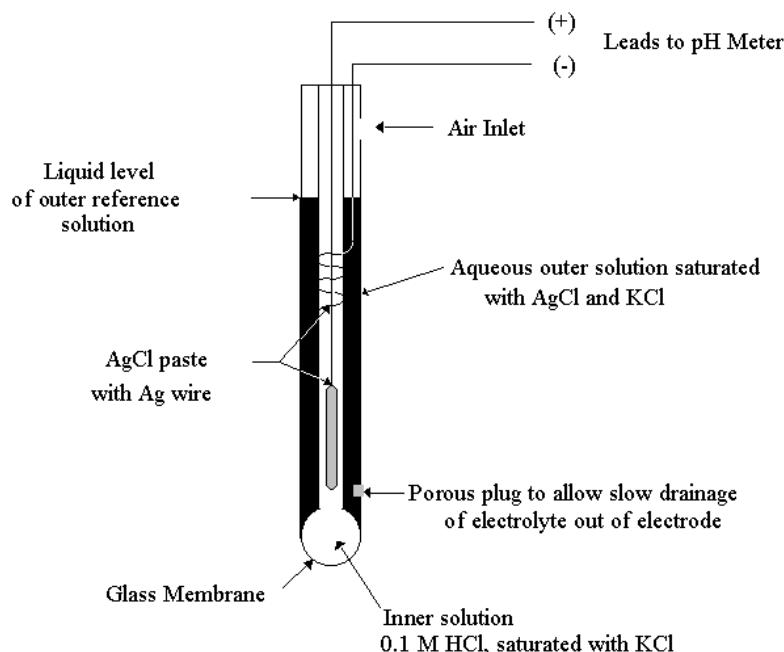


انواع الکترودهای شناساگر:

i فلزی: تابع تعادل مبادله e در سطح مشترک الکترود- محلول می باشد.

ii غشائی: E تابع تعادل مبادله یون بین لایه آبدار غشاء و محلول می باشد.

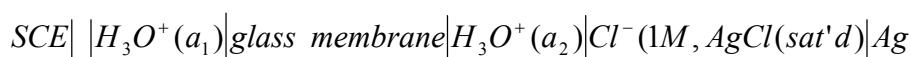
الکترود شناساگر برای اندازه گیری pH، الکترود با غشاء شیشه است. طرح دستگاه برای اندازه گیری pH که شامل این الکترود نیز می باشد در زیر آورده شده است:



پیل حاوی دو الکترود مرجع با E ثابت می باشد که یکی کالومل بیرونی و دیگری Ag/AgCl درونی است.

غشاء نازک در نوک الکترود حساس به H^+ (pH) می باشد.

دیاگرام شماتی پیل فوق چنین است:



پتانسیل چنین پیلی از رابطه زیر بدست می آید:

$$E = E_{Ag/AgCl} - E_{SCE} + E_j + E_{asy} + E_b = Q + E_b$$

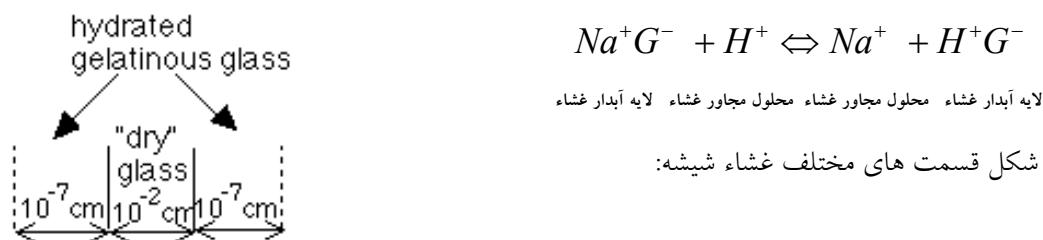
که در آن E_j پتانسیل اتصال، E_{easy} پتانسیل عدم تقارن و E_b پتانسیل مرزی می‌باشد. در مورد الکترود خاص E_j و E_{easy} مقادیر ثابتی اند که ترکیب آنها با پتانسیل الکترودهای شاهد منجر به مقدار ثابت Q می‌گردد. E_b پتانسیل مرزی و تابع اختلاف پتانسیل بین دو سمت غشاء شیشه (که در تماس با محلولهای با ترکیب مختلف است) می‌باشد. a_1 و a_2 بترتیب فعالت H^+ در محلول بیرونی و درونی غشاء می‌باشند.

$$E_b = V_1 - V_2 \quad , \quad V_1 = \frac{RT}{F} \ln a_1 = 0.0591 \log a_1 \quad , \quad V_2 = 0.0591 \log a_2 \\ \Rightarrow E_b = 0.0591 \log a_1 - 0.0591 \log a_2$$

$$E_{cell} = Q + (0.0591 \log a_1 - 0.0591 \log a_2) \rightarrow E_{cell} = K + 0.0591 \log a_{H+(ext.)}$$

در نهایت رابطه پتانسیل پیل با pH محلول بدین صورت خواهد بود:

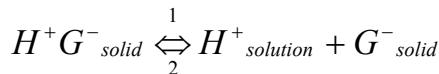
ترکیب غشاء شیشه: شامل شبکه ثابت و بی تحرک سیلیکات و گروه متحرک شامل کاتیونهای تک ظرفیتی (و نیز دو و سه ظرفیتی) می‌باشد. برای آن که سطوح غشاء به pH فعالیت نشان دهد، بایستی غشاء آبپوشی گردد. فرایند آبپوشی شامل مبادله کاتیونهای تک با غشاء همچون Na^+ با H^+ های محلول است:



هدایت در ناحیه خشک غشاء ناشی از تحرک Na^+ ها و در سطح مشترک محلول با غشاء (هیدراته شده)

شامل مبادله H^+ و Na^+ است.

منشاء E_b : چون فعالت H^+ در محلول بیرونی و درونی غشاء متفاوت است، لذا خواهیم داشت:



(۱) لایه مجاور با محلول رقیق H^+

(۲) لایه مجاور با محلول غلیظ H^+

پس سطحی که در آن تفکیک بیشتر است نسبت به دیگری دارای بار منفی خواهد بود در نتیجه پتانسیلی بین دو سطح غشاء ایجاد خواهد گردید که همان E_b می باشد.

وجود دو خطاب برای الکترود:

۱) فطای اسیدی: غشاء شیشه pH محلولهای با $pH < 0.5$ را بیشتر از مقدار واقعی نشان می دهد. علّل:

جذب سطحی اسیدها بر شیشه یا تقلیل فعالیت آب.

۲) فطای قلیائی: غشاء شیشه pH محلولهای بسیار قلیائی ($pH > 12$) را کمتر از مقدار حقیقی نشان می دهد. چون غشاء هم به H^+ و هم به کاتیون قلیائی M^+ جواب می دهد.

$$E_{cell} = L + 0.0591 \log(a_1 + K_{H,M} \cdot a_M)$$

ثابت گرینش پذیری الکترود می باشد. با توجه به رابطه فوق اگر غشاهاei ساخته شود که $K_{H,M}$ or K_{sel} آنها بزرگ باشد ($\approx 10^5$)، الکترود حساس به سایر کاتیونها (M^+) به وجود می آید.

کالیبره کردن pH متر:

جهت حذف K (ثابت الکترود غشائی) در جریان عملیات صورت می پذیرد.

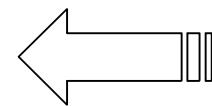
برای کالیبره کردن از دو محلول بافر با pH مشخص (pH بافر اول ۷ و دومی ۴) استفاده می شود. (در حالت

بهتر استفاده از بافرهایی که pH نزدیک به pH های قرائت شده داشته باشند)

مثالهایی از بافرهای بلار رفته:

solution	ماده	وزن(g/L)	pH (25°C)
Tartarate	$KHC_4H_4O_6$	اشبع	3.557
Citrate	$KH_2C_6H_5O_7$	11.41	3.776
Phthalate	$KHC_8H_4O_4$	10.12	4.008
Phosphate	KH_2PO_4 - Na_2HPO_4	3.39:3.35	6.865
Borax	$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$	3.8	9.18
Carbonate	$NaHCO_3$ - Na_2CO_3	2.092:2.64	10.012

(وش کا:



۱. اندازه گیری HCl مجهول العیار: دقیقاً "۱۰ ml" از محلول HCl مجهول را با پیپت به ارلن مناسب

بریزید. ۲. قطره شناساگر فنل فتالین افزوده و محلول را تا ظهرور رنگ ارغوانی روشن (پوست پیازی) با

NaOH ۰/۱ N تیتر نماید.

۲. تیتراسیون فوق را در حضور شناساگر سرخ متیل انجام دهید. بدین ترتیب که پس از افزودن ۲ قطره

سرخ متیل محلول را تا تبدیل رنگ سرخ به زرد با N ۰/۱ NaOH تیتر نماید.

۳. اندازه گیری اسید سولفوریک مجهول العیار بروش pH متری: دقیقاً "۱۰ ml" از مجهول H₂SO₄ را به

بشر ۲۵۰ ml مناسب منتقل کرده و آن را تا حجم حدود ۵۰ ml رقیق نمایید. بشر را بروی یک همزن

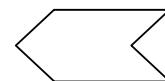
مغناطیسی و زیر بورت قرار داده و یک مگنت کوچک در داخل آن بیندازید. الکترود pH متر را بآرامی در

محلول شناور نموده و محلول را با سود معلوم العیار تیتر کرده و نقطه پایان را به روش pH متری بدست آورید.

(تصحیح حجم مصرفی تیتران: دقیقاً "۱۰ ml" آب مقطر را در ارلن ریخته و پس از افزودن ۲ قطره شناساگر با سود

تیتر نماید. اگر برای تغییر رنگ محلول بیش از ۱ قطره تیتران مصرف شود، حجم مصرفی را بازی آن تصحیح نماید)

سوالات:



۱. در آزمایش اول از روی حجم سود مصرفی، غلظت دقیق HCl را به دست آورید.

۲. در آزمایش دوم از روی حجم سود مصرفی، غلظت دقیق HCl را به دست آورید.

۳. خطای نظری تیتراسیون ۱ و ۲ را در حضور دو شناساگر محاسبه نمایید و بیان کنید که آیا استفاده از دو

شناساگر مختلف منجر به حصول خطای قابل توجه در اندازه گیری HCl شده است؟

۴. در مورد تیتراسیون سوم، منحنی تیتراسیون pH متری را رسم نمایید.

۵. از روی حجم مصرفی سود، غلظت اسید را بر حسب نرمالیته و مولاریته گزارش نماید.

۶. با مراجعه به منابع علمی حداقل ۵ مورد از کاربرد تیتراسیونهای اسید- باز را در اندازه گیری مواد داروئی یافته و گزارش نمایید.

جلسه چهارم

(کاربرد تیتراسیونهای اسید- باز در اندازه گیری اسیدهای ضعیف)

تیتراسیون اسید ضعیف سالیسیلیک (Salicylic acid=SA) با باز قوی، در حضور

شناساگر و نیز بروش pH متری

کاربرد تیتراسیونهای اسید - باز شامل:

- ۱- اندازه گیری گونه های معدنی، آلی و زیستی با خصلت اسیدی یا بازی می باشد.
- ۲- تبدیل ترکیب مورد نظر توسط یک واکنشگر مناسب به اسید یا باز و سپس اندازه گیری اسید یا باز حاصله با یک باز یا اسید استاندارد می باشد. مثالهای نمونه در زیر آورده شده است.

۱- تجزیه عنصری: تعدادی از عناصر مهم که در سیستم های آلی یا زیستی حضور دارند را می توان به صورتی در آورد که در نهایت با یک واکنش اسید - باز اندازه گیری شوند. همچون: کربن، نیتروژن، کلر، برم، گوگرد، فسفر و فلوئور.

"مثلا" برای اندازه گیری S: سوزاندن نمونه در جریان O_2 و تبدیل آن به SO_2 . جمع آوری SO_2 در محلول H_2O_2 و در نهایت تیتراسیون آن با محلول استاندارد باز صورت می گیرد.



۲- اندازه گیری مواد معدنی:

- i. نمک های آمونیوم (NH_4^+): از طریق آزاد کردن NH_3 توسط واکنش با باز قوی و تقطیر در دستگاه کجلاال، که پس از تقطیر آمونیاک را جمع آوری و تیتر می کنند.
- ii. نیترات ها و نیتریت ها: بعد از احیاء آنها به یون NH_4^+ مثلا توسط آلیاژ دواردا و سپس عمل بصورت فوق
- iii. کربنات و مخلوط کربنات ها

۳- سنجش گروههای عاملی آلی:

i. همچون گروههای کربوکسیلیک ($K_a \approx 10^{-6}$) و سولفونیک اسید: که در ترکیبات آلی متداول‌ترند. بدلیل حلالیت کم کربوکسیلیک اسیدها از دو روش استفاده می‌شود: انحلال اسید در اتانول

و تیتر نمودن آن با باز، یا انحلال اسید در مقدار اضافی باز و تیتر مازاد باز (مازاد سنجی).

در این مورد هدف: الف) تعیین درصد خلوص اسید آلی، ب) تعیین وزن هم ارز (اکی والان گرم)

اسید آلی تخلیص شده و شناسائی آن می‌باشد.

ii. گروههای آمین: شامل آمین‌های آلفاتیک ($K_b \approx 10^{-5}$) می‌باشد که مستقیماً با اسیدها تیتر

می‌شوند. آمین‌های آروماتیک مثل آنیلین ($K_b \approx 10^{-10}$) و مشتقان آن و یا پیریدین و مشتقان آن نیز

جزء این دسته اند اما مستقیماً قابل تیتراسیون نمی‌باشند. در مورد این آمین‌های ضعیف تیتراسیون

آنها در حالهای غیر آبی جهت افزایش خصلت بازی آنها صورت می‌پذیرد.

iii. گروههای استر، گروههای هیدروکسیل و گروههای کربونیل



۱. اندازه گیری سالسیلیک اسید (SA) در حضور شناساگر: دقیقاً حدود ۰/۱۴ g از SA را توزین

نموده و در اrlen مناسب ابتدا در حدود ۵ ml اتانول حل کرده و سپس حدود ۱۰ ml آب مقطر اضافه

کنید. ۲-۳ قطره شناساگر فنل فتالئین افزوده و با سود N/۱۰ تا ظهرور رنگ ارغوانی روشن تیتر کنید.

۲. تعیین اسیدیته کل (تام) سرکه: ۲۵ ml از محلول سرکه را به دقت برداشته و در بالان ژوژه ۲۵۰ ml

به حجم برسانید (تهیه یک محلول ۱۰٪). ۱۰ ml از آن را برداشته و بدان تا حدود ۲۰ ml آب مقطر

اضافه کنید. حال ۲-۳ قطره فنل فتالئین افزوده و با سود N/۱۰ تا ظهرور رنگ صورتی تیتر نمائید.

(سرکه محلول آبی اسید استیک و سایر مواد حاصل از تخمیر میوه است که ۴-۵٪ اسید استیک دارد. محلول غلیظ آن (۱۰٪) اسید استیک گلاسیال (یخی) گفته می شود. در فرمولا سیونهای داروئی از اسید استیک ۳٪ استفاده می شود. قابلیت انحلال چربیها و روغنها را دارد لذا در تهیه لوسيونها و کرمها به کار می رود.)

۳. اندازه گیری سالسیلیک اسید (SA) برروش pH متری: دقیقاً حدود ۱۴ g از SA را توزین نموده

آن را به بشر ۲۵۰ ml منتقل کرده و در حدود ۵ ml اتانول حل کنید. محلول را تا حجم حدود ۵۰ ml رقیق نمایید. بشر را بر روی یک همزن مغناطیسی و زیر بورت قرار داده و یک مگنت کوچک در داخل آن بیندازید. الکترود pH متر را بآرامی در محلول شناور نموده و محلول را با سود N/۰ تیتر نموده و نقطه پایان را به روش pH متری به دست آورید

سؤالات:



۱. در آزمایش اول درصد خلوص اسید را از رابطه زیر حساب نمایید.

$$\frac{m}{M_w / n} \times 1000 = (N.V)_{base} \rightarrow m_{acid} = ?, \quad (SA \ M_w = 138.12 \ g)$$

۲. در آزمایش دوم درصد وزنی اسید استیک را در سرکه با استفاده از روابط زیر حساب کنید.

$$\frac{m}{M_w / n} \times 1000 = (N.V)_{base} \rightarrow m_{acid} = ? \text{ g} / 10ml, \quad (CH_3COOH \ M_w = 60 \ g)$$

$$m_{acid} \times 25 = m' \text{ g acid} / 250ml$$

$$m' \text{ g } CH_3COOH \quad 25 \text{ ml } \text{ سرکه}$$

$$m'' \quad 100 \quad \rightarrow m'' = (\%w/v) \text{ سرکه}$$

۳. در آزمایش سوم منحنی تیتراسیون pH متری را رسم نموده و از روی حجم مصرفی سود، درصد

خلوص SA را حساب نمایید.

۴. با مراجعه به منابع علمی حداقل ۳ مورد از کاربرد تیتراسیونهای اسید- باز را در اندازه گیری مواد آلی

یافته و گزارش نمایید.

جلسه پنجم

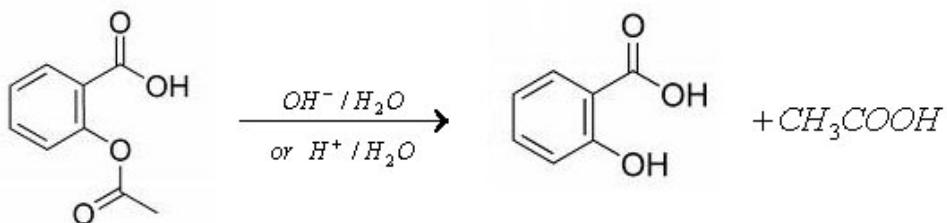
اندازه گیری آسپرین (Acetyl Salicylic acid=ASA) بر اساس pH متری

آسپرین (استیل سالیسیلیک اسید)، اسیدی ضعیف با $pK_a \approx 3.5$ می باشد. با توجه به وجود گروه کربوکسیلیک در ساختمان آن از روش تیتراسیون اسید - باز می توان برای اندازه گیری آن استفاده کرد.

$$eq : A^- : pH_{eq} = 7 + \frac{1}{2}(3.5) + \frac{1}{2} \log c = 8.25$$

آشکارسازی نقطه پایان در حضور فنل فتالئین

از طرفی هیدرولیز آن در محیط اسیدی یا بازی به سالیسیلیک اسید و استیک اسید می تواند منجر گردد:



در اینصورت اندازه گیری ASA بعنوان یک اسید دو ظرفیتی انجام خواهد گرفت.

در اینکار اندازه گیری آسپرین به روش تیتراسیون مازاد سنجی (تیتراسیون معکوس، اندازه گیری در بازگشت=Back Titration) انجام می گیرد. در تیتراسیون مازادسنجی، تیتران بمقدار مازاد بر روی آنالیت اضافه می شود و اضافی آن با واکنشگر مناسب دیگری اندازه گیری می شود. موارد استفاده آن عبارتند از:

i. وقتی واکنش اندازه گیری اصلی کامل (کمی) نباشد. در اینصورت در حضور مازاد تیتراسیون واکنش

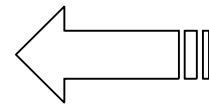
بستم کامل شدن پیش می رود.

ii. وقتی روش تشخیص نقطه پایان تیتراسیون مستقیم موجود نباشد.

iii. وقتی نمونه ناپایدار یا فرار باشد.

دلیل تیتراسیون مازادسنجی آسپرین هیدرولیز کند و آهسته آن است که منجر به حصول خطأ در تشخیص دقیق نقطه تعادل می گردد نیز بدلیل جامد بودن و انحلال کم آن می توان روش مازاد سنجی را بکار برد.

(روش کار:



اندازه گیری ASA بر روی مازاد سنجی: ابتدا ۱۰ قرص آسپرین را به طور جداگانه توزین نموده و وزن متوسط آنها را به دست آورید. قرص ها را در هاون چینی بخوبی پودر کنید (این عمل برای حذف خطای مربوط به اختلاف وزن قرص ها و خطای ناهمگن توزیع ماده موثره در آنها میباشد) و معادل وزنی نصف قرص را به دقت وزن کنید. آن را به بشر ۲۵۰ ml متنقل و در ۸۰ ml آب مقطر حل کنید. ۲۰ ml سود (0.1N) بطور مازاد افزوده و حدود ۵ min در حد جوش حرارت دهید. سپس سود مازاد را با (0.1N) H₂SO₄ تیتر کنید و نقطه پایان را به روش pH متری به دست آورید.

سوالات:



(۱) منحنی تیتراسیون pH متری را رسم نمایید.

(۲) درصد ماده موثره آسپرین را بازای هر قرص حساب کنید.

$$meq \ A.S.A = meq \ NaOH_{consumed} = meq \ NaOH_{total} - meq \ H_2SO_{4consumed}$$

$$meq \ A.S.A = (N \times V)_{OH^-} - (V_{acid} \times 0.1) = a$$

$$meq \ A.S.A = \frac{m}{1E_g} \times 1000 = a \rightarrow m = ?$$

$$E_g = \frac{M_w}{n} = \frac{180}{n}$$

(۳) با مراجعه به منابع علمی روش استاندارد اندازه گیری آسپرین را ذکر کنید.

(۴) با مراجعه به منابع علمی ذکر کنید که آیا اشکال داروئی مختلف یک دارو می توانند دارای روش‌های

اندازه گیری مختلف باشند؟ چرا چنین است؟

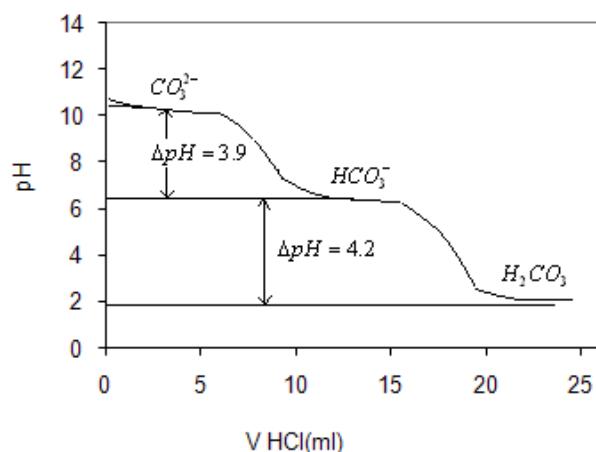
جلسه ششم

کاربرد تیتراسیون های اسید - باز در اندازه گیری HCO_3^- , CO_3^{2-} در حضور

شناسأگر و نیز بروش pH متری

اندازه گیری کربنات: کربنات (CO_3^{2-}) باز دو ظرفیتی با $pK_{A_1} = 6.4$, $pK_{A_2} = 10.3$ بوده و

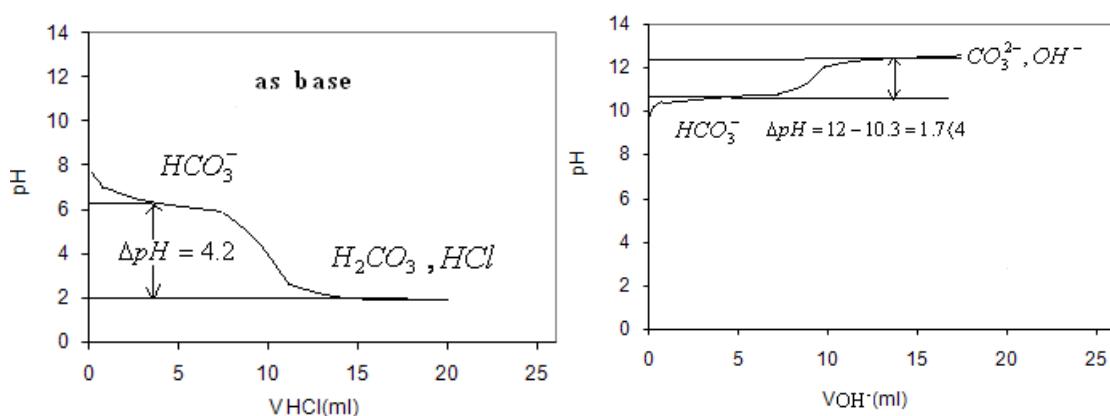
منحنی تیتراسیون pOH متری نظری آن بصورت زیر می باشد که دو جهش مناسب نشان می دهد:



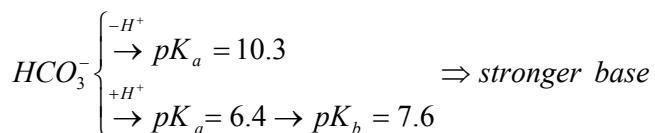
$$eq_1 : HCO_3^- \quad pH_{eq_1} = \frac{1}{2}(6.4 + 10.3) = 8.35 \quad \text{آشکارسازی نقطه تعادل اول، مضرور شناساگر فنل فتاشین}$$

$$eq_2 : H_2CO_3 \quad pH_{eq_2} = \frac{1}{2}(6.4) - \frac{1}{2}\log C (= 0.1M) = 3.7 \quad \text{آشکارسازی نقطه دوم، مضرور سرخ متیل}$$

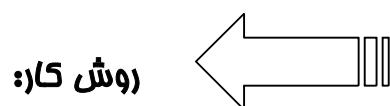
اندازه گیری بیکربنات: بیکربنات یک آمفولیت است و منحنی pH متری نظری آن بصورت زیر می باشد:



همانگونه که از منحنی های فوق بر می آید بیکربنات می تواند به عنوان یک باز قویتر عمل کند:



پس اسیدیمتری بیکربنات بهتر از آلکالیمتری آنست چون باز قویتر است و خطای پیدا کردن نقطه تعادل کمتر است.



۱. اندازه گیری pH متری کربنات: دقیقا حدود ۰/۰۵ g از کربنات سدیم را توزین کرده و در

مقداری آب مقطار در بشر مناسب حل کرده و به حجم حدود ۵۰ ml رقیق نمایید. محلول را با HCl (0.1N) تیتر کرده و بروش pH متری نقطه پایان را به دست آورید.

۲. اندازه گیری کربنات در حضور شناساگر: دقیقا حدود ۰/۰۵ g از کربنات سدیم را توزین کرده و

در مقداری آب مقطار در بشر مناسب حل کرده و به حجم حدود ۲۰ ml رقیق نمایید. سپس ۲ قطره

از شناساگر فنل فتالین افزوده و محلول را با (0.1N) HCl تا از بین رفن رنگ ارغوانی تیتر کنید.

در این لحظه ۲ قطره از شناساگر سرخ متیل اضافه کنید. محلول برنگ زرد در می آید و تیتراسیون

را با (0.1N) HCl تا تغییر رنگ از زرد به سرخ ادامه دهید.

۳. اندازه گیری بیکربنات: دقیقا حدود ۰/۰۸ g از بیکربنات سدیم را توزین کرده و به بشر ۲۵۰ ml

متقل کرده و در حدود ۲۰ ml آب مقطار حل کنید. سپس ۲ قطره از شناساگر سرخ متیل افزوده و

محلول را با (0.1N) HCl تا تغییر رنگ از زرد به سرخ تیتر نمایید.

سوالات:

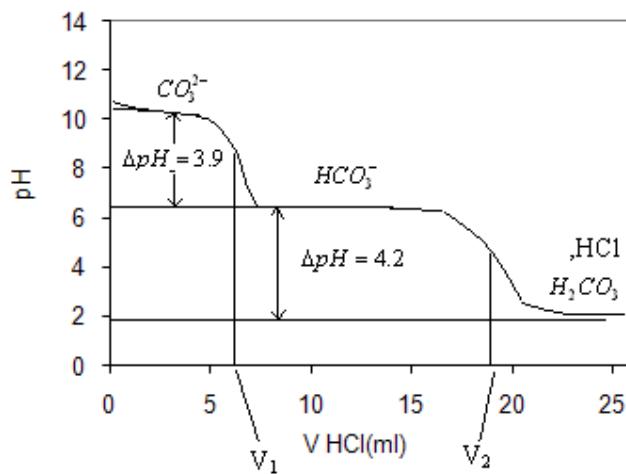
۱. منحنی تیتراسیون pH متری کربنات را رسم نمایید.
 ۲. با استفاده از داده های این منحنی و فرمول زیر درصد خلوص نمونه کربنات را محاسبه نمایید.
- $$(N.V)_{HCl} = \frac{m.n}{M_w} \times 1000, \quad M \ Na_2CO_3 = 106 \ g$$
۳. در آزمایش دوم درصد خلوص نمونه کربنات را از روی حجم مصرفی نقطه تعادل اول و دوم محاسبه نمایید.
 ۴. درصد خلوص نمونه بیکربنات را در آزمایش سوم محاسبه نمایید. $M \ NaHCO_3 = 84 \ g$
 ۵. بنظر شما آیا می توان اسید کربنیک را بروش تیتراسیون اسید-باز اندازه گرفت؟ چرا؟
 ۶. آیا جوابهای بدست آمده برای درصد خلوص کربنات در آزمایشات اول و دوم با همدیگر همخوانی دارند؟ چرا؟

جلسه هفتم

کاربرد تیتراسیون های اسید - باز در اندازه گیری HCO_3^- , CO_3^{2-} در مخلوط

آنها

منحنی تیتراسیون pH متری نظری مخلوطی شامل HCO_3^- , CO_3^{2-} بصورت زیر می باشد:



همانگونه که ملاحظه می شود، طول سکوی دوم بیشتر از سکول اول می باشد ($V_2 > 2V_1$). دلیل آن اینست

که بیکربنات از دو منبع ناشی می شود بنابراین HCl بیشتری را مصرف خواهد نمود. سهم HCl مصرفی

برای هر کدام از بیکربنات و کربنات از روابط زیر بدست می آید:

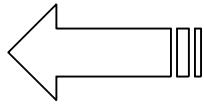
اندازه گیری مخلوط $: HCO_3^-$, CO_3^{2-}

$$CO_3^{2-} (n=1) \text{ جهت اندازه گیری } H^+ = V_1$$

$$CO_3^{2-} (n=2) \text{ جهت اندازه گیری } H^+ \text{ و } HCO_3^- (n=1) = V_2$$

$$CO_3^{2-} (n=2) \text{ جهت اندازه گیری } H^+ = 2V_1$$

$$(n=1) \text{ جهت اندازه گیری } HCO_3^- \text{ اولیه } = V_2 - 2V_1$$


(روش کار):

اندازه گیری مخلوط کربنات و بیکربنات: دقیقاً حدود ۰/۰۷ g کربنات و ۰/۰۸ g بیکربنات را

توزین کرده و در اrlen مناسب در حدود ۵۰ ml آب مقطر حل کنید. ۲ قطره شناساگر فنل فتالئین افزود و

محلول را با (0.1N) HCl تا تغییر رنگ از ارغوانی به بیرنگ (حجم مصرفی $V_1=HCl$) تیتر نمایید. در این

لحظه ۲ قطره شناساگر سرخ متیل افزووده (رنگ محلول زرد) و تیتراسیون را تا تغییر رنگ محلول از زرد به

قرمز ادامه دهید (حجم مصرفی $V_2=HCl$).


سوالات:

۱. از روی حجم های مصرفی درصد بیکربنات و کربنات را در نمونه محاسبه نمایید.

۲. برای اندازه گیری دقیق تر مخلوط های کربنات و بیکربنات تیتراسیونهای اسید-باز دیگری مورد استفاده قرار می گیرند. آنها را توضیح دهید.

۳. روش تیتراسیون اسید- باز برای اندازه گیری مخلوط (PO_4^{3-} , $H_2PO_4^-$) با رسم منحنی تیتراسیون

pH متری نظری، محاسبه pH نقاط تعادل و ذکر شناساگر مناسب برای آنها، و بدست آوردن حجم

H_3PO_4 : $pK_{a1} = 2.1$, $pK_{a2} = 7.2$, $pK_{a3} = 12.3$ مصرفی هر یک از مواد پیشنهاد نمایید.

۴. روش تیتراسیون اسید- باز برای اندازه گیری مخلوطی شامل BO_2^- و HBO_2 با رسم منحنی تیتراسیون pH متری نظری، محاسبه pH نقطه تعادل، ذکر شناساگر مناسب برای نقطه تعادل و بدست آوردن حجم مصرفی هر یک از مواد پیشنهاد نمایید.

توجه: در صورت نیاز امکان تقویت بوریک اسید توسط گلیسرول را مورد توجه قرار دهید.

$$pK'_a = 5 \quad \text{و} \quad HBO_2 / BO_2^- \quad pK_a = 9.2$$

جلسه هشتم

اندازه گیری ظرفیت خنثی سازی اسید توسط آنتی اسیدها

ANC=Antacid Neutralizing Capacity

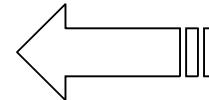
این آزمایش برای تعیین کارائی آنتی اسیدها در خنثی کردن اسید معده انجام می گیرد. آنتی اسیدها ترکیباتی اند که می توانند HCl دستگاه گوارش را خنثی کنند که در نتیجه آن نمک و آب تولید می شود و pH دستگاه گوارش افزایش می یابد.

آنتی اسیدهای متداول عبارتند از: کربنات سدیم، بی کربنات سدیم، هیدرکسید منیزیم، هیدرکسید آلومینیم یا مخلوطی از آنها که خصلت قلیائی داشته و قادر به خنثی نمودن HCl دستگاه گوارش می باشند. این ترکیبات در مواردی همچون گاستریت، زخمهای پپتیک، رفلاکس غذا بسوی مری و خونریزهای دستگاه گوارش تجویز می شوند.

آنتی اسید مناسب ترکیبی است که pH را بین ۳-۵ نگهدارد. در مورد آنتی اسیدهای جدید با مصرف ۱۵-۳۰ml و ۱-۳ ساعت پس از صرف غذا به این pH می رسیم. کارائی آنتی اسید در خنثی سازی اسید معده توسط تست ANC معلوم می شود که به صورت تعداد میلی اکی والنهای HCl مورد نیاز برای آنکه ۱ml از سوسپانسیون آنتی اسید را به مدت دو ساعت در $\text{pH} \approx 3$ در *in-vitro* نگهدارد، تعریف می شود. سرعت خنثی سازی آنتی اسیدها با توجه به عواملی از جمله میزان خرد شدن اشکال داروئی، شکل کریستالی، عوامل تعلیق کننده و حضور عوامل سوسپانسه کننده تغییر می کند. بعنوان مثال ۵ml از سوسپانسیون Al(OH)_3 می تواند $6/5$ meq اسید را در 60 min خنثی کند در حالی که همان مقدار سوسپانسیون هیدروکسید Al و Mg 42 meq، اسید را در همان زمان خنثی می کند. لذا در بیشتر موارد آنتی اسیدها را به صورت مخلوط به کار می روند.

در این آزمایش ANC آنتی اسید بروش تیتراسیون معکوس تعیین می گردد. یعنی میزان دقیقی از HCl بر روی آنتی اسید اضافه شده و اسید مازاد با سود معلوم العیار تا حدود $pH \approx 3.5$ بروش pH متری تیتر میشود.

(روش کا:



Mg(OH)₂, Al(OH)₃ از گرانول های آنتی اسید را که شامل مخلوط 400 mg می باشد، بدقت وزن کرده و در هاون چینی پودر کنید و به بشر 250 ml آب مقطر اضافه کرده و با همزن مغناطیسی به مدت 1 min بهم بزنید تا آنتی اسید حل شود (کاملا حل نشده و شفاف نمی شود چون کم محلول است و سوسپانسیون شیری می دهد). دقیقا " 20 ml (1N) HCl بداخل بشر افزوده و به مدت 15 min روی همزن مغناطیسی بهم بزنید. HCl مازاد را با محلول (0.5N) NaOH بروش pH متری تا وقتی که pH به حوالی $3/5$ برسد تیتر کنید و چند ثانیه صبر کنید تا از ثبات pH اطمینان حاصل آید (توجه کنید که زمان تیتراسیون بیش از 5 min نباشد).

سئوالات:



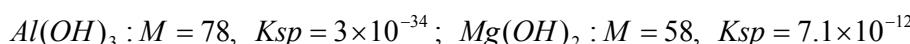
۱) میلی اکی والان گرمهای HCl مصرف شده بتوسط آنتی اسید را از فرمول زیر حساب کنید.

$$meq\ HCl = (N \times V)_{HCl} - (N \times V)_{NaOH}$$

۲) مقدار ANC را بازای هر گرم آنتی اسید به صورت $ANC = \frac{meq\ HCl}{m(g)}$ محاسبه کنید.

۳) مقدار ANC نظری را برای این آنتی اسید با فرض آنکه در 400 mg به نسبت مساوی Mg(OH)₂

وجود داشته باشد حساب کنید و با ANC تجربی مقایسه کید.



۴) دلیل اندازه گیری آنتی اسید بروش تیتراسیون معکوس را ذکر کنید.

۵) غلظت H^+ در معده فوق اسیدی $M = 0.03\text{ M}$ می باشد. حجم مایع در معده نیز 300 ml است. چند گرم از آنتی اسید فوق بایستی بکار رود تا غلظت اسید را در معده به حد نرمال $M = 0.0003\text{ M}$ برساند؟

جلسه نهم

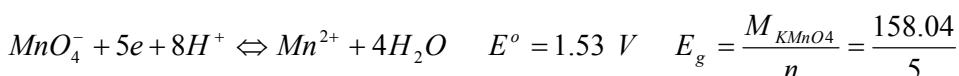
تهیه محلول پرمنگنات و استاندارد کردن آن، کاربرد در اندازه گیری آهن در

سولفات فرو

پرمنگنات یک اکسید کننده قوی است که برای اندازه گیری آهن (بصورت Fe^{2+}) در انواع ترکیبات

آن و آلیاژها و نیز اندازه گیری آب اکسیژنه (در رنگ ها یا بعنوان ضد عفونی کننده) بکار می رود.

نیم واکنش احیا پرمنگنات در محیط اسیدی بصورت زیر است:

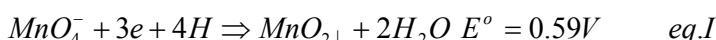


E° این سیستم تابع pH محلول است و در محیط های اسیدی قوی قدرت اکسید کنندگی MnO_4^- افزایش

$$E = E^\circ + \frac{0.0591}{5} \log \frac{[\text{MnO}_4^-][\text{H}^+]^8}{[\text{Mn}^{2+}]} \rightarrow E' = E^\circ + \frac{0.0591}{5} \log [\text{H}^+]^8$$

محلولهای پرمنگنات تهیه شده بعلت واکنش با ناخالصی ها و عوامل احیا کننده ناپایدارند و به MnO_2

تبدیل می شوند که رسوب قهوه ای است:



بنابراین تیتراسیونهای پرمنگنات در محیط اسیدی قوی انجام می گیرد تا MnO_4^- به Mn^{2+} تبدیل شود اما در

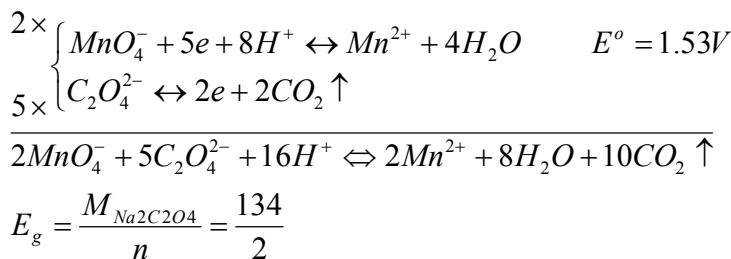
محیط خشی یا قلیانی می تواند به MnO_2 تبدیل شود (در محیط اسیدی اکسید کننده تر است).

برای تهیه محلولهای پرمنگنات مقدار مشخصی از آن را در آب حل کرده و به حجم می رسانند.

سپس محلول را می جوشانند و رسوب قهوه ای MnO_2 را صاف کرده و سپس عیار دقیق آن را به دست

می آورند. محلولهای پرمنگنات تهیه شده را می توان با اگزالات سدیم استاندارد نمود. نیز از اسید اگزالیک و

محلول سنجیده Fe^{2+} نیز استفاده می شود. در واکنش با اگزالات، نیم واکنشها بصورت زیر می باشد:



محلول $KMnO_4$ به نور نیز حساس است و مطابق معادله (I) می‌تواند به MnO_2 تجزیه شود بنابراین

محلول را در شیشه قهوه‌ای و دور از نور نگهداری می‌کنند. وجود Cl^- در آب می‌تواند با پرمنگنات اکسید شود و موجب خطای مثبت (افزونی) در نقطه پایان شود که با افزایش Mn^{2+} جبران می‌شود.

چندین نکته در مورد واکنش استاندارد کردن:

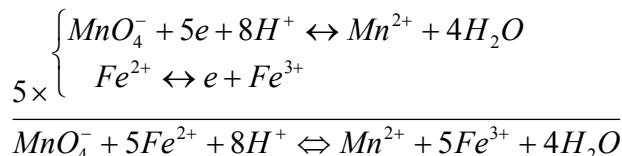
(H₂SO₄) انجام واکنش در محیط اسیدی قوی (i)

گرم کردن محلول واکنش تا دمای 70–80°C برای شروع واکنش (ii)

عدم نیاز به شناساگر چون MnO_4^- شناساگر واکنشهای خودش نیز است. (iii)

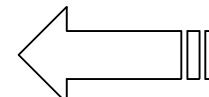
عمل نمودن Mn^{2+} به عنوان کاتالیزور واکنش بنابراین عدم نیاز به حرارت بعد از شروع واکنش. (iv)

از اثر واکنش اگزالات و روش منگانیمتری می‌توان برای اندازه گیری یونهای فلزی ... Pb²⁺, Mg²⁺, Ca²⁺ استفاده کرد. بدین ترتیب که با افزودن اگزالات، یونهای مزبور بصورت اگزالتها فلزی نامحلول رسوب می‌کند. رسوب حاصل صاف شده و در اسید سولفوریک حل می‌شود و اسید اگزالیک حاصله با MnO_4^- اندازه گیری می‌شود. اما بیشتر کاربرد پرمنگنات در اندازه گیری یونهای Fe²⁺ (و نیز H₂O₂) می‌باشد:



نقطه پایان با ظهور رنگ صورتی پرمنگنات مازاد در محلول مشخص می شود (بدون استفاده از شناساگر). در برخی موارد برای حساستر کردن روش از شناساگرهای ردوکس (که رنگ آنها بفرم Red و Ox مختلف است) می توان استفاده کرد همچون ارتوفنانترولین فروز (Ferroin) که در نقطه تعادل رنگ آن از صورتی به آبی تغییر می یابد. در منگانیمتری، Fe^{3+} زرد رنگ حاصل می شود که ممکن است در تشخیص نقطه تعادل ایجاد خطا نماید (ترکیب زرد و صورتی بصورت نارنجی). این عیب را می توان با افزودن مقداری فسفریک اسید که با یونهای Fe^{3+} کمپلکس بیرنگ تشکیل می دهد رفع نمود.

(روش کار):



۱. تهیه محلول پرمنگنات $\text{N} / ۱$: ۲۵۰ ml محلول پرمنگنات به غلظت تقریبی $\text{N} / ۱$ تهیه نمایید.
۲. استاندارد کردن محلول پرمنگنات تهیه شده: دقیقاً حدود ۷۰ mg از اگزالیک اسید جامد را سولفوریک ۵٪ حل نمائید. بر روی چراغ الکلی تا حدود $۷۰-۸۰^{\circ}\text{C}$ حرار دهید. و با پرمنگنات پتاسیم تا ظهور رنگ ارغوانی خفیف تیتر کنید.
۳. تجزیه پودر سولفات فرو: مقدار ۲۰۰ mg از سولفات فروی خشک ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) را دقیقاً وزن کنید. روی آن حدود ۲۰ ml اسید سولفوریک ۵٪ اضافه کرده و محلول با پرمنگنات پتاسیم تا ظهور رنگ ارغوانی خفیف تیتر نمایید.
۴. تجزیه قرص سولفات فرو: ۱۰ قرص سولفات فرو (حاوی ۵۰ mg آهن) را جداگانه توزیں نموده و وزن میانگین آنها را بدست آورید. سپس آنها را در هاون پینی بخوبی پودر کنید و دقیقاً "حدود $۰/۱۶ \text{ g}$ از پودر را به دقت وزن کرده و در داخل ارلن مناسب در حدود ۲۰ ml اسید سولفوریک ۵٪ حل کنید. محلول را با MnO_4^- تا ظهور رنگ صورتی تیتر نمایید.

سوالات:

۱. محاسبات مربوط به تهیه 250 ml محلول پرمنگنات N/O_4 را بنویسید.

$$(N.V)_{MnO_4^-} = \frac{m.n}{M_w} \times 1000$$

۲. نرمالیته دقیق پرمنگنات را در آزمایش دوم با استفاده از فرمول

محاسبه نمائید.

۳. درصد خلوص سولفات فرو را در آزمایش سوم به دست آورید.

۴. در آزمایش چهارم مقدار ماده موثره (آهن) را بازای هر قرص حساب کنید. درصد آهن و

را در هر قرص حساب کنید.

۵. آیا نتایج بدست آمده در آزمایش چهارم با میزان واقعی آهن در قرص همخوانی دارد؟ چرا؟

۶. روش استاندارد اندازه گیری قرص سولفات فرو را گزارش نمایید.

۷. با مراجعه به منابع حداقل ۳ مورد از کاربردهای تیتراسیونهای منگانیمتری را یافته و گزارش کنید.

جلسه دهم

تهیه محلول ید و استاندارد کردن آن، کاربرد در اندازه گیری مس و آسکوربیک اسید

تیتراسیونهاي مربوط به ید:

زوج I_2^- / I^- با $V = 0.56 E^\circ$ حدوداً در وسط جدول پتانسیل الکترودها قرار دارد لذا در برخی از

واکنشها ید به عنوان اکسنده (از زوج های پایین تر از خود الکترون می گیرد) و در برخی واکنشهای دیگر I^-

عنوان کاہنده می تواند بکار رود پس هر دوی I_3^- و I^- در تیتراسیونها قابل استفاده اند.

وجود دو نوع تیتراسیون بر اساس ید:

i. یدیمتری: ید (I_3^-) مستقیماً عنوان اکسیدان بکار می رود.

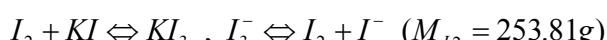
ii. یدومتری: افزودن KI مازاد بر روی یک اکسنده جهت ایجاد ید (عنوان محصول) که با تیوسولفات

علوم العیار اندازه گیری می شود.

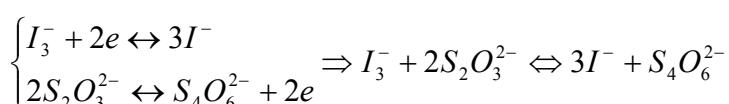
نکات مربوط به تیتراسیونهاي ید

۱. تهیه محلولهای ید: انحلال ید در آب کم است بنابراین محلولهای آن در KI تهیه می شود. هم

انحلال افزایش یافته و هم از فراریت ید کاسته می شود.



۲. استاندارد کردن محلولهای ید: با تیوسولفات سدیم علوم العیار انجام می گیرد.



۳. تنظیم pH: در pH های قلیائی ید دیسموته می شود: $I_2 + 2OH^- \Leftrightarrow I^- + IO^- + H_2O$

در pH های اسیدی یدید بتوسط هوا اکسیده می شود: $4I^- + 4H^+ + O_2 \Leftrightarrow 2I_2 + 2H_2O$ (که

واکنش حساس به نور می باشد).

لذا تنظیم pH بین ۶-۴ با افزودن اسید استیک ۶ N صورت می گیرد.

۴. ساکن قرار دادن محلول در تاریکی بمدت حدود ۱۵-۳۰ min جهت پیشرفت واکنش یدومتری.

۵. در صورت امکان اجرای تیتراسیون در ظرف یخ جهت جلوگیری از فراریت ید.

۶. شناساگر بکار رفته: چسب نشاسته می باشد.

روش تهیه پس ب نشاسته: از ۱ g نشاسته و مقدار کمی آب خمیری تهیه شده که به ۱۰۰ ml آب در حال

جوش افزوده شده و ۱ min بهم زده می شود. محلول سرد شده و حدود ۲-۳ g KI جهت پایداری آن

افزوده می شود. شناساگر باستی بهنگام استفاده تهیه شده و در ظروف دربسته و در یخچال نگهداری گردد.

حساسیت آن کم بوده و به میزان ۱-۲ ml بکار می رود. در دمای بالا، حساسیت پاسخ آن کاهش می یابد.

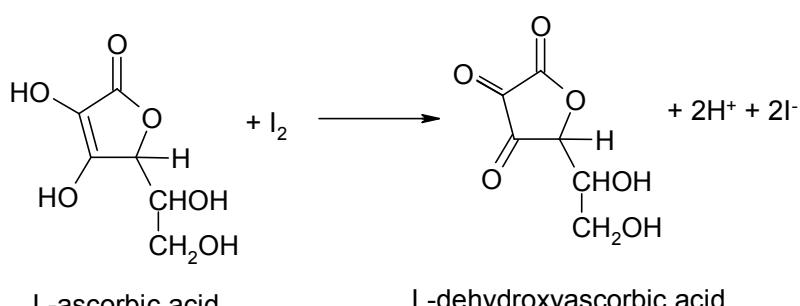
ید یک کمپلکس آبی تیره با نشاسته تشکیل می دهد و نقطه پایان با از بین رفتن این رنگ مشخص می شود.

لحظه افزودن چسب نشاسته در یدومتری در حوالی نقطه تعادل است و در یدیمتری از ابتدا اشکال ندارد.

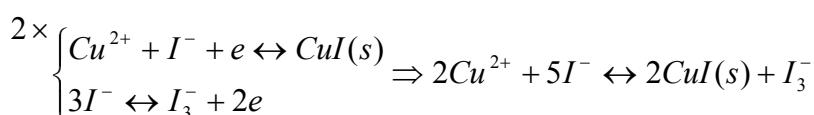
در این آزمایش اندازه گیری آسکوربیک اسید (vit. C) بروش مازادسنگی مورد بررسی قرار

می گیرد. آسکوربیک اسید یک احیا کننده نسبتاً "خوب" است که واکنش اکسیداسیون آن با ید در محیط

اسیدی براحتی انجام می شود:

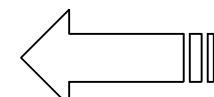


در آزمایش دوم اندازه گیری یون مس بروش یدومتری بررسی می شود. در این آزمایش از افزودن پتاسیم یدید مازاد بر روی Cu^{2+} , ید تولید می شود که با تیوسولفات اندازه گیری می گردد. اما در حضور یدید مازاد واکنش بصورت زیر می تواند انجام گردد:



بعارت دیگر داریم: $(meq)Cu^{2+} = (meq)I_3^- = (meq)S_2O_3^{2-} \rightarrow (N.V) Cu^{2+} = (N.V) S_2O_3^{2-}$

روش کار:



۱. تهیه محلول ید $N/10$: 250 ml محلول به غلظت تقریبی $N/10$ از ید ($M_w I_2 = 253.81 \text{ g}$) تهیه

نمایید.

۲. استاندارد کردن محلول ید: دقیقاً 10 ml از محلول ید تهیه شده را به اrlen مناسب منتقل کنید و

آن را توسط محلول تیوسولفات $N/10$ تا حصول رنگ زرد تیتر کنید. در این لحظه حدود 20 قطره

از شناساگر چسب نشاسته اضافه کنید که محلول آبی تند می گردد. تیتراسیون تا بیرونگ شدن

رنگ سرمه ای ادامه دهد.

۳. اندازه گیری مازادسنجبی آسکوربیک اسید: دقیقاً 100 mg از آسکوربیک اسید

5 ml را توزین کرده و در اrlen مناسب در حدود 20 ml آب مقطر حل کنید. حدود 176 g ($m=176$)

اسیدسولفوریک 10% و دقیقاً 20 ml از محلول ید (استاندارد شده) بیفزایید. محلول را با تیوسولفات

$N/10$ تا ظهور رنگ زرد روشن تیتر کنید. حدود 20 قطره شناساگر چسب نشاسته افزوده و

تیتراسیون را تا از بین رفتن رنگ سرمه ای ادامه دهد.

۴. یدومتری Cu^{2+} : دقیقاً ۱۰ ml محلول Cu^{2+} مجھول را به اrlen منتقل کنید (در صورت لزوم)

تنظیم pH بین ۶-۴ با افزودن اسید استیک N۶. حدود ۲-۳ g از KI جامد افروده و بمدت حدود

۱۵ min در تاریکی قرار دهید. ید حاصل را با تیوسولفات N ۰/۰ تا ظهرور رنگ زرد روشن تیتر

کنید. حدود ۲۰ قطره شناساگر چسب نشاسته افروده و تیتراسیون را تا از بین رفتن رنگ سرمه ای

ادامه دهید

سوالات:



۱. میزان ید و پتسیم یدید لازم جهت تهیه محلول ید N ۰/۰ را محاسبه نمایید. (KI M=166 g)

۲. نرمالیته دقیق محلول ید را در آزمایش دوم حساب کنید.

۳. در صد خلوص آسکوربیک اسید را در آزمایش سوم حساب کنید.

۴. نرمالیته و مولاریته محلول مس را در آزمایش چهارم حساب کنید.

۵. روش استاندارد اندازه گیری آسکوربیک اسید را گزارش نمایید.

۶. در منابع علمی روشی اصلاح یافته برای اندازه گیری آسکوربیک اسید بکار می رود. آن را توضیح دهید.

۷. نقش یدید را در واکنش یدومتری مس با توجه به معلومات زیر با محاسبه نشان دهید:

$$E^\circ_{Cu^{2+}/Cu^+} = 0.15 \text{ V}, \quad E^\circ_{I_3^-/I^-} = 0.56 \text{ V}, \quad Ksp CuI = 10^{-12}$$

۸. بنظر شما واکنش یدومتری را برای اندازه گیری کدام یون مهم دیگر می توان بکار برد؟ توضیح

دهید.

۹. با مراجعه به منابع ۴ مورد از کاربرد تیتراسیونهای مربوط به ید را در اندازه گیری مواد (حداقل دو

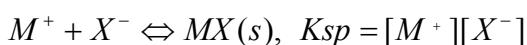
موردنها مواد داروئی باشد) یافته و گزارش کنید.

جلسه یازدهم

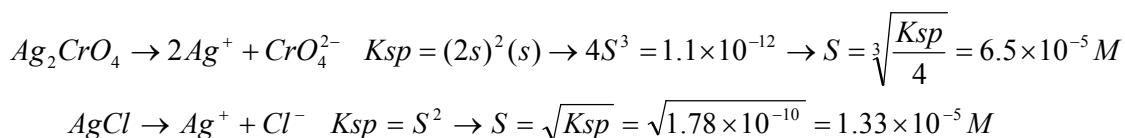
تیتراسیونهای رسوبی: تهیه و استاندارد کردن محلول نیترات نقره، کاربرد در

اندازه گیری کلرورسدیم بروش موهر در انواع آبها و نرمال سالین

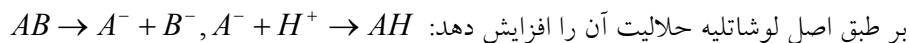
در تیتراسیونهای رسوبی از یک معرف برای ایجاد رسوب (ترکیب کم محلول) با آنالیت استفاده می شود:



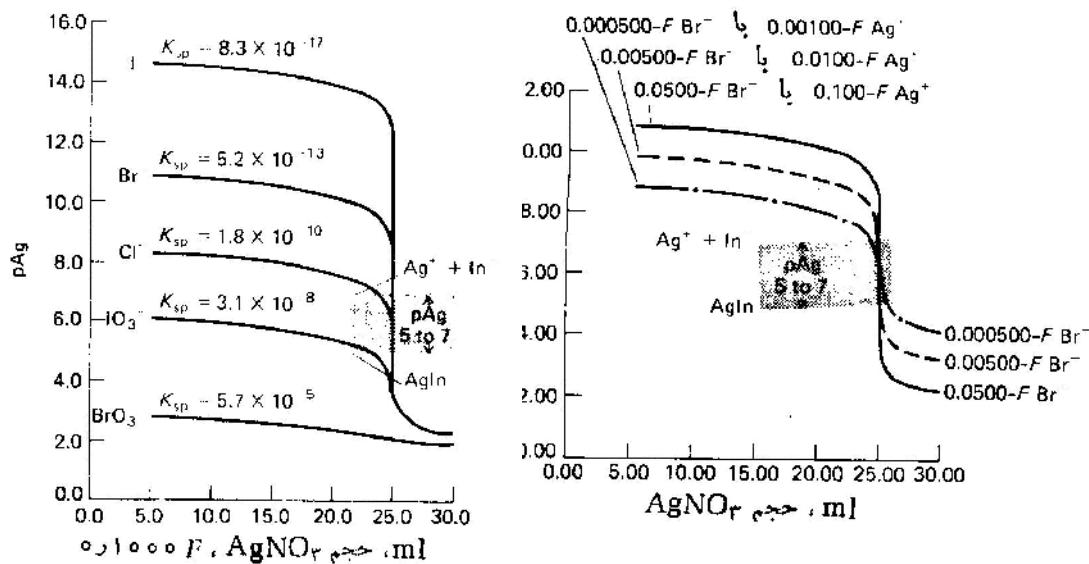
برای مقایسه قابلیت انحلال رسوباتی که از نوع یکسان هستند (مثل هالیدهای نقره) می توان از K_{sp} آنها استفاده کرد. هر چه K_{sp} کوچکتر باشد رسوب کم محلولتر است. اما اگر نوع آنها مختلف باشد، بایستی S (حالت مولار) رسوبها را حساب کرده و از طریق آن مقایسه نمود.



نیروی یونی از طریق اثر بر یونهای رسوب می تواند بر حالت رسوب اثر گذارد. یون مشترک با رسوب نیز بر حالت آن اثر گذاشته و حالت آن را کاهش می دهد. اثر H^+ بر بنیان بازی رسوب می تواند بر طبق اصل لوشاتلیه حالت آن را افزایش دهد:



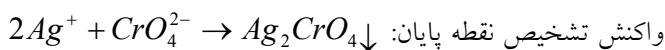
تیتراسیونهای رسوبی بر اساس تشکیل یک ترکیب کم محلول استوارند. عواملی که بر میزان جهش در نقطه تعادل موثرند شامل غلظت واکنشگرها و کمی بودن واکنش تیتراسیون می باشند. هر چه غلظت واکنشگرها بیشتر باشد و هر چه حالت رسوب حاصله کمتر باشد (S کوچکتر) واکنش تیتراسیون کاملاً تر بوده و تغییرات pM در نقطه هم ارزی بیشتر است. اثر ایندو عامل عبارتست از:



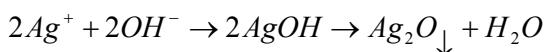
تشخیص نقطه پایانی به یکی از روش‌های زیر مقدور است:

۱. روش موهر ۲. روش ولهارد ۳. روش فاجانز

۱. روش موهر: اساس آن بر تشکیل رسوب ثانوی با رنگ مشخص استوار است و برای تعیین Cl^- , Br^- با Ag^+ بکار می‌رود. مقدار کمی از CrO_4^{2-} به عنوان شناساگر اضافه می‌شود و نقطه پایانی با ظهور رنگ قرمز آجری Ag_2CrO_4 مشخص می‌شود.



نکته مهم در این تیتراسیون تنظیم pH محلول است. چون در pH های بالا نقره هیدرولیز می‌شود:



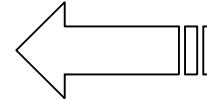
در محیط اسیدی نیز CrO_4^{2-} به $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ تبدیل می‌شود. نتیجه آن کاهش غلظت CrO_4^{2-} در محلول است

بنابراین به غلظت Ag^+ بیشتری برای واکنش با شناساگر نیاز است (ایجاد خطای افزونی).



لذا تیتراسیون در محیط خنثی یا تقریباً خنثی ($\text{pH}=7-10$) انجام می‌پذیرد. افزایش NaHCO_3 , بوراکس یا کلسیم کربنات این pH را تامین می‌کند.

(ووش کار):



۱. تهیه 250 ml محلول سدیم کلرید $\text{M}/10$.
۲. استاندارد کردن محلول نیترات نقره (بروش موهر): دقیقاً 10 ml از محلول NaCl تهیه شده $(\text{M}/10)$ را به اrlen مناسب منتقل کنید. با افزودن بیکربنات سدیم جامد pH را در حدود ۸ ثابت کنید. $3-4$ قطره شناساگر کرومات افزوده و محلول را با $\text{AgNO}_3 (\approx 0.1 \text{ M})$ تا ظهور رنگ قرمز آجری تیتر کنید.
۳. اندازه گیری کلرید در نمونه مجھول (بروش موهر): دقیقاً 10 ml از محلول NaCl مجھول را به اrlen مناسب منتقل کنید. بعد از ثبیت pH و افزودن شناساگر محلول را با AgNO_3 تا ظهور رنگ قرمز آجری تیتر کنید.
۴. اندازه گیری درصد کلرید در نرمال سالین: دقیقاً 5 ml از محلول نرمال سالین را به اrlen مناسب منتقل کنید و تا حدود 20 ml رقیق کنید. بعد از ثبیت pH و افزودن شناساگر محلول را با AgNO_3 تا ظهور رنگ قرمز آجری تیتر کنید.

سوالات:



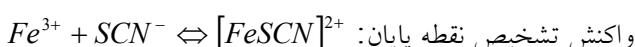
۱. محاسبات مربوط به تهیه محلول سدیم کلرید $\text{M}/10$ را انجام دهید.
۲. غلظت مولار محلول نیترات نقره را در آزمایش دوم حساب نمایید.
۳. غلظت محلول کلرید را بحسب مولار و ppm در آزمایش سوم حساب نمایید.
۴. غلظت و درصد NaCl را در محلول نرمال سالین در آزمایش چهارم حساب نمایید.

جلسه یازدهم

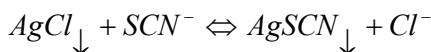
کاربرد تیتراسیونهای رسوبی در اندازه گیری کلرورسدیم بروش ولهارد

(روش ولهارد)

بر اساس تشکیل کمپلکس رنگی استوار بوده و برای اندازه گیری Ag^+ ، Cl^- ، Br^- و I^- با AgNO_3 به محلول هالید اضافه شده و مازاد Ag^+ بروش تیتراسیون معکوس با محلول استاندارد SCN^- اندازه گیری می شود. بعنوان شناساگر از Fe^{3+} استفاده می شود.



عیب روش جایگزینی SCN^- با Cl^- رسوب و ایجاد خطای افزونی است:



برای رفع این عیب می توان:

(i) استفاده از حداقل غلظت مجاز شناساگر.

(ii) صاف کردن رسوب و تیتر حجم معینی از محلول زیر صافی، که زمان تجزیه را افزایش می دهد.

(iii) استفاده از روش تکامل یافته کالدول و مویر که شامل پوشش سطح رسوب با نیتروبنزن است که رسوب از محلول دور نگهداشته می شود.

تیتراسیون باستی در محیط اسیدی قوی جهت جلوگیری از هیدرولیز Fe^{3+} انجام گیرد. در ضمن یونهای نظیر کربنات، اگزالات و آرسنات مزاحم نیستند زیرا رسوب آنها با Ag^+ در محیط اسیدی پایدار نیست.

(ووش فابا)ز یا شناساگرهاي جذب سطحي

شناساگر های جذب سطحی ترکیبات آلی اند که در طی یک تیتراسیون بر روی سطح رسوب تشکیل شده جذب یا واجذب می شوند. در حالت ایده ال این عمل در نزدیکی نقطه تعادل رخ می دهد. این مواد شامل رنگ های اسیدی مثل فلوئورسین یا رنگ های بازی مثل سری ردامین می باشند. لازمه کاربرد موفقیت آمیز یک شناساگر جذب سطحی بقرار زیر است:

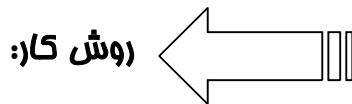
a. رسوب کلوئیدی باشد.

b. رسوب یونهای خود را بشدت جذب سطحی کند.

c. رسوب دارای بار سطحی، شناساگر را جذب کند.

d. تنظیم pH محلول برای ثابت شکل فعال شناساگر ضروری است.

"مثلا" در تیتراسیون Ag^+ با Cl^- آنیون فلوئورسینات (f) که بعنوان شناساگر بکار می رود، جذب سطح رسوب نمی شود چون رسوب AgCl بعلت جذب سطحی کلرید دارای بار منفی است. اما پس از گذشتن از نقطه هم ارزی ذرات رسوب در اثر جذب شدید یونهای اضافی نقره دارای بار مثبت می شوند. تحت چنین شرایطی یونهای f جذب سطح رسوب شده و نتیجه نهائی ظهور رنگ قرمز رسوب فلوئورسینات نقره می باشد و این یک فرایند جذب سطحی است نه رسوب دادن. جذب سطحی یک فرایند برگشت پذیر است و در اثر تیتراسیون معکوس بايون Cl^- رنگ از بین می برد (بعلت دفع سطحی).



۱. اندازه گیری کلرید در نمونه مجھول بروش ولهارد: دقیقاً ۵ ml از محلول کلرید مجھول را به

ارلن مناسب منتقل کنید. حدود ۵ ml اسید نیتریک N ۶ و ۱۵ ml نیترات نقره M ۰/۱ اضافه کنید.

خوب هم بزنید تا رسوب لخته شود. رسوب را به کمک کاغذ صافی و قیف صاف کنید. رسوب

موجود بر روی کاغذ صافی را با ۱۰ ml اسید نیتریک ۱:۱۰۰ شستشو دهید. بر روی محلول زیر

صافی حدود ۱ ml محلول شناساگر آهن (III) بریزید و نقره مازاد را با تیوسیانات M ۰/۱ تا ظهرور

رنگ سرخ مایل به قهوه ای تیتر کنید.

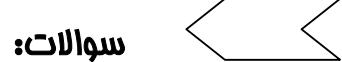
۲. اندازه گیری کلرید در نرمال سالین بروش ولهارد: دقیقاً ۵ ml از نرمال سالین را به اrlen

مناسب منتقل کنید. حدود ۵ ml اسید نیتریک N ۶ و ۱۵ ml نیترات نقره M ۰/۱ اضافه کنید. پس

از ایجاد رسوب، صاف کردن و شستشوی آن بروش فوق، بر روی محلول زیر صافی حدود ۱ ml

محلول شناساگر آهن (III) بریزید و نقره مازاد را با تیوسیانات M ۰/۱ تا ظهرور رنگ سرخ مایل به

قهوه ای تیتر کنید.



۱. غلظت کلرید را در نمونه مجھول بر حسب مولار محاسبه نمایید.

۲. غلظت و درصد NaCl را در محلول نرمال سالین در آزمایش دوم حساب نمایید.

جلسه سیزدهم

(تیتراسیونهای تشکیل کمپلکس)

تهیه محلول EDTA و استاندارد کردن آن، کاربرد در اندازه گیری کلسیم و

منیزیم در مخلوط آنها

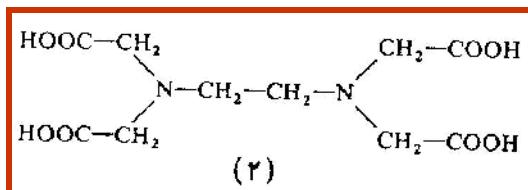
واکنش کمپلکس سازی با یون فلزی شامل جایگزینی یک یا چند مولکول حلال کثوردینه شده به یون فلز با سایر گروههای هسته دوست است. گروههای متصل به یون مرکزی به لیگند (L) موسوم است.

واکنش در محلول آبی: $M(H_2O)_n + L \rightleftharpoons M(H_2O)_{n-1}L + H_2O$

$L =$ لیگند (مولکول خنثی یا یون باردار)، $n =$ عدد کثوردیناسیون یون فلزی

روشهای تیتراسیونی که بر مبنای تشکیل کمپلکس قرار دارند بنام روش‌های کمپلکسومتری (شلاتومتری یا پیچیده سنجی) موسومند و همانگونه که از واکنش فوق بر می‌آید این روش‌ها بیشتر برای اندازه گیری کاتیونهای فلزی (در نمونه‌های مختلف آب، آلیاژ، خاک) اهمیت دارند گرچه می‌توانند برای تجزیه برخی از لیگندها و بطور غیر مستقیم برخی از آنیونها نیز سودمند باشند.

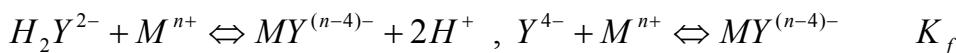
در تیتراسیونهای تشکیل کمپلکس لیگاندهای چند دندانه (کی لیت ساز) که با یون فلزی به نسبت پایین تری ترکیب می‌شوند ارجحیت دارند چون واکنش تک مرحله‌ای بوده و K_f بالاست. یکی از مشهورترین این لیگندها EDTA است که لیگند ۶ دندانه بوده و حداقل با ۶۰ کاتیون واکنش می‌دهد. EDTA در آب نامحلول است و اغلب از نمک دی سدیک ($Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$) آن برای تهیه محلول استفاده می‌شود.



$=$ اتیلن دی آمین تترا استیک اسید

اسید چهار ظرفیتی: H_4Y

واکنش اصلی در تیتراسیون کمپلکومتری با EDTA:



نکات مهم در استفاده از EDTA بعنوان تیتران:

(۱) ایجاد کمپلکس ۱: با یونهای فلزی صرفنظر از بارشان

(۲) پایداری زیاد کمپلکس حاصله

(۳) واکنش با تعداد زیادی از کاتیونهای فلزی

در تیتراسیون یک کاتیون با EDTA و بطور کلی در کمپلکومتری بایستی شرایط زیر فراهم گردد:

(۱) شرط ترمودینامیکی $K_f' \geq 10^7$: با مراجعه به جداول انتخاب لیگندی که این شرط برقرار باشد.

(۲) شرط سی نتیکی: واکنش سریع و آنی باشد.

(۳) روش تشخیص نقطه پایان موجود باشد.

بعد از بررسی کیفی و تامین این سه شرط، pH محلول نیز بتوسط تامپون بایستی تنظیم شود.

در متداولترین روش کار از شناساگرهای یون فلز (که به شناساگرهای pM موسومند) استفاده

می شود که خود قادرند با یون فلز کمپلکس رنگی تشکیل دهند. این شناساگرها تقریباً "حالت اختصاصی

دارند. کمپلکس فلز- شناساگر بایستی دارای پایداری کافی (اما کمتر از فلز- لیگند) باشد و رنگ آن متفاوت

از رنگ شناساگر آزاد می باشد. شناساگر بایستی به یون فلزی حساس باشد و همه مقتضیات فوق در گستره

ای از pH که تیتراسیون انجام می شود، تحقق یابند.

در این آزمایش تیتراسیون کمپلکسومتری با EDTA برای اندازه گیری Ca و Mg به تنهائی و نیز

اندازه گیری Ca و Mg در مخلوط آنها بکار می رود. اندازه گیری Mg با بایستی در pH برابر ۱۰

(بدلیل پایداری کمپلکس حاصله) و در حضور شناساگر سیاه اریوکروم T صورت گیرد. برای اندازه گیری

Ca نمی توان از شناساگر فوق استفاده نمود چون کمپلکس زیاد پایداری با آن تشکیل نمی دهد لذا

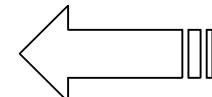
تیتراسیون باستی در محیط قلیائی شده با سود (N³⁻) و در حضور شناساگر کالکون انجام گیرد گرچه تشخیص نقطه پایان در این روش نیز تا حدی مشکل است.

اما برای اندازه گیری Ca و Mg در مخلوط آنها با توجه به اینکه EDTA کمپلکس پایدارتری با کلسیم می دهد (pK_c_{MgY²⁻}=8.79, pK_c_{CaY²⁻}=10.69)، بنابراین ابتدا کلسیم و سپس منیزیم تیتر خواهد شد. بنابراین با انتخاب شناساگری که با منیزیم واکنش دهد (سیاه اریو کروم T) که کمپلکس پایدارتری با منیزیم تشکیل می دهد تا کلسیم، می توان مجموع دو کاتیون را با EDTA اندازه گرفت و حجم مصرفی برای مجموع آنها بدست می آید (V₁). برای اندازه گیری کلسیم به تنهایی ابتدا با افزودن سود (N³⁻) منیزیم در محلول استثار شده و سپس کلسیم در حضور شناساگر اختصاصی (کالکون) اندازه گیری می گردد (V₂). حال با توجه به روابط زیر می توان غلطت هر کدام از کلسیم و منیزیم را در مخلوط بدست آورد:

$$(M.V)_{EDTA} = (M.V)_{Ca} \leftarrow V_2 = \text{حجم مصرفی برای تیتراسیون کلسیم}$$

$$(M.V)_{EDTA} = (M.V)_{Mg} \leftarrow V_1 - V_2 = \text{حجم مصرفی برای تیتراسیون منیزیم}$$

(وش کار):



۱. استاندارد کردن EDTA با محلول استاندارد Zn²⁺ سولفات: دقیقاً ۱۰ ml محلول سنجیده

Zn²⁺ (۰/۰۱ M) را به اrlen مناسب انتقال داده و حدود ۱۰ ml تامپون آمونیاکال (pH=10) و نیز با نوک اسپاتول از شناساگر سیاه اریو کروم به محلول اضافه کنید. محلول را با EDTA از بورت تا تغییر رنگ از بنشش به آبی تیتر کنید.

۲. اندازه گیری Ca²⁺ با محلول استاندارد EDTA: دقیقاً ۱۰ ml از محلول مجھول را به

ارلن مناسب انتقال داده و حدود ۳ ml محلول سود (N³⁻) اضافه کنید. مدتی صبر کنید تا رسوب

ایجاد گردد. حال با نوک اسپاتول از شناساگر کالکون به محلول اضافه کنید. محلول را با EDTA از

بورت تا شکستن رنگ بنفش به آبی تیتر کنید.

۳. اندازه گیری Mg^{2+} با محلول استاندارد EDTA: دقیقاً ۱۰ ml از محلول مجھول Mg^{2+} را به

ارلن مناسب انتقال داده و حدود ۱۰ ml تامپون آمونیاکال (pH=10) و نیز با نوک اسپاتول از

شناساگر سیاه اریو کروم به محلول اضافه کنید. محلول را با EDTA از بورت تا تغییر رنگ از بنفش

به آبی تیتر کنید.

۴. اندازه گیری Ca و Mg در مخلوط آنها:

۴-الف. دقیقاً ۱۰ ml از مخلوط را به اrlen مناسب انتقال داده و حدود ۳ ml محلول سود (۳ N)

و نیز با نوک اسپاتول از شناساگر کالکون به محلول اضافه کنید. محلول را با EDTA از بورت تا

شکستن رنگ بنفش به آبی تیتر کنید.

۴-ب. دقیقاً ۱۰ ml از مخلوط را به اrlen مناسب انتقال داده و حدود ۱۰ ml تامپون آمونیاکال

(pH=10) و نیز با نوک اسپاتول از شناساگر سیاه اریو کروم به محلول اضافه کنید. محلول را با

EDTA از بورت تا تغییر رنگ از بنفش به آبی تیتر کنید.

سوالات:



۱. مولاریته EDTA را در آزمایش اول بدست آورید.

۲. مولاریته Ca^{2+} را در آزمایش دوم بدست آورید.

۳. مولاریته Mg^{2+} را در آزمایش سوم بدست آورید.

۴. مولاریته Ca^{2+} و Mg^{2+} را در آزمایش چهارم بدست آورید.

۵. اندازه گیری Ca با روش اشاره شده در این آزمایش می‌تواند تا حدی دارای خطأ باشد. با مراجعه

به منابع علمی روشن اشاره شده در این آزمایش کمپلکسومتری Ca را پیدا کرده و گزارش نمایید.

جلسه چهاردهم

اندازه گیری آنتی اسیدهای کربنات کلسیم و شیر منیزی بروش تیتراسیون

کمپلکسومتری

آنتی اسیدها

کلسیم کربنات: کلسیم کربنات بعنوان آنتی اسید بمدت بیش از ۲۰۰۰ سال بکار برده شده است. کربنات

کلسیم سریع عمل کرده و اسیدها را بمدت زمان نسبتاً "طولانی خشی می کند. در ضمن منبع ارزانی برای

کلسیم می باشد بطوریکه میزان آن از حدود ۵۰۰ mg تا ۱۰۰۰ بازای دوز/قرص متغیر است. بعلت فشارات

اخیر بر افزایش کلسیم به غذای روزانه، کلسیم کربنات به فرمولاسیون بسیاری از آنتی اسیدها اضافه شده

است بطوریکه می توان ادعا نمود که آنها منبع کلسیم تغذیه ای می باشند.

هیدروکسیدهای منیزیم و آلومینیم: اعتقاد بر این استکه آنتی اسید هائی که حاوی هیدروکسیدهای

منیزیم و آلومینیم اند، ایده ال می باشند. آلومینیم هیدروکسید به آهستگی در معده حل شده و تدریجی عمل

می کند اما تسکین طولانی مدتی فراهم می نماید. یونهای سه ظرفیتی مثل آلومینیم به ایجاد بیوست تمایل

دارند. منیزیم هیدروکسید (و یا منیزیم کربنات) بسرعت حل شده و اسیدها را بطور موثری خشی می نماید.

یونهای دو ظرفیتی تمایل به اثر ملین دارند. بعضی از آنتی اسیدها حاوی آلومینیم هیدروکسید و برخی دیگر

حاوی منیزیم هیدروکسید می باشند. آنتی اسیدهایی که حاوی هر دوی هیدروکسید منیزیم و آلومینیم اند،

بایستی تسکین سریع، طولانی مدت با خطر کمتر اسهال و بیوست فراهم نمایند. اخیراً "بدین نکته توجه شده

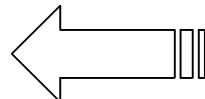
که استفاده مزمن آنتی اسیدهای حاوی آلومینیم ممکن است استخوانها را بر اثر تهی کردن فسفر و کلسیم بدن

پوک و ضعیف نماید.

در این آزمایش اندازه گیری دو آنتی اسید یعنی کربنات کلسیم در قرص آن و هیدروکسید منیزیم در سوسپانسیون خوراکی آن (Milk of magnesia) بروش کمپلکسومتری مورد بررسی قرار می گیرد.

برای اندازه گیری کربنات کلسیم در قرص آن ابتدا میزان مشخصی از قرص پودر شده در اسید (HCl) حل می گردد و بصورت ملایم حرارت داده می شود تا CO_2 خارج گردد. سپس بر روی آن سود اضافه شده و مدتی صبر می شود تا رسوب تشکیل گردد. شناساگر هیدروکسی نفتول بلو به محلول اضافه شده و تا تغییر رنگ از زرشکی به آبی تیره با EDTA تیتر می گردد. برای اندازه گیری هیدروکسید منیزیم در سوسپانسیون خوراکی آن میزان مشخصی از سوسپانسیون در HCl حل می گردد. بعد از خشی کردن اسید محلول تا حد خشی، تامپون آمونیاکال (pH=10) و شناساگر سیاه اریو کروم اضافه شده و تا تغییر رنگ از بنفش به آبی تیره با EDTA تیتر می گردد.

روش کار:



۱. اندازه گیری منیزیم در 250 ml Milk of Magenesia: دقیقا 2 ml از سوسپانسیون را به بالن 250 ml منتقل کرده و با افروden حدود 30 ml HCl حل کنید و به حجم برسانید. اگر لازم باشد محلول را صاف کنید. 25 ml از محلول صاف شده را به اrlen مناسب منتقل کرده و حدود 75 ml آب مقطر اضافه کنید و با افزودن سود N₁، محلول را تا pH حدود ۷ خشی کنید. حدود 5 ml تامپون آمونیم کلراید- آمونیاک اضافه کرده و با نوک اسپاتول شناساگر سیاه اریوکروم T اضافه کنید. محلول را با EDTA ای (0.05 M) تا تغییر رنگ از بنفش به آبی تیره نمایید.

۲. اندازه گیری Ca در قرص های Colcium Carbonate: 10 ml قرص کربنات کلسیم را به دقیقا حدود 13 g وزن کرده و وزن معادل یک قرص را به دست آورید. آنها را بخوبی پودر کرده دقیقا حدود 10 ml از پودر را وزن کرده و به ظرف مناسب منتقل کنید. حدود 10 ml آب مقطر اضافه کرده و

با افزودن قطره HCl (3 N) نمونه را حل کنید و آن را بصورت ملایم تا حدود ۵ دقیقه حرارت دهید. محلول را خنک کرده و تا حجم حدود ۱۰۰ ml رقیق نمایید. حال حدود ۱۵ ml از (1N) NaOH اضافه کرده و با نوک اسپاتول شناساگر هیدروکسی نفتول بلو اضافه کنید. محلول را با EDTA ای (M ۰/۰۵) تا حصول رنگ آبی تیره تیتر نمایید.

سوالات:



۱. واکنش کربنات کلسیم و هیدروکسید منیزیم را با HCl بنویسید.
۲. دلیل خشی کردن pH محلول تا حدود ۷ در آزمایش اول قبل از افزودن بافر چیست؟
۳. در آزمایش اول غلظت Mg^{2+} را در محلول رقیق شده و نیز میلی گرم $Mg(OH)_2$ را بازای ۱ ml سوسپانسیون محاسبه و گزارش کنید.

$$Mg(OH)_2 \quad M = 58.3g$$

۴. در آزمایش دوم دلیل افزودن سود قبل از اندازه گیری نهائی نمونه چیست؟
۵. مقدار ماده موثره (میلی گرم کربنات کلسیم) را بازای هر قرص محاسبه و گزارش نمایید.

$$CaCO_3 \quad M = 100g$$

۶. با مراجعه به منابع علمی و به نظر شما چند نوع روش تجزیه ای برای اندازه گیری کربنات کلسیم می توان ارائه کرد؟ هر کدام را بطور خلاصه توضیح دهید.

جلسه پانزدهم

تعیین مقدار کلراید بروش گراویمتری (Gravimetry)

تجزیه گراویمتری (وزن سنجی) عبارتست از جداسازی کامل جزء مورد نظر (آنالیت) از نمونه بوسیله عمل رسوبگیری (بشكل بسیار خالص یا بشکل یک ترکیب) و توزین رسوب (precipitate) حاصله.

معمولًا "آنالیز گراویمتری شامل مراحل زیر است:

۱. خشک کردن و سپس توزین دقیق نمونه هائی که ماده مورد نظر آن بایستی آنالیز شود.
۲. انحلال نمونه.
۳. ترسیب (precipitating) جزء مورد نظر بتوسط یک معرف مناسب بشکل ماده ای با ترکیب معلوم.
۴. جداسازی رسوب بوسیله صاف کردن.
۵. شستشوی رسوب تا آلودگی های آن را رفع نماید.
۶. خشک کردن رسوب تا یک وزن ثابت (برای بدست آوردن شکلی با ترکیب معلوم که بلحاظ تجزیه ای قابل توزین باشد).
۷. محاسبه درصد جزء مورد نظر از روی جرم نمونه و رسوب.

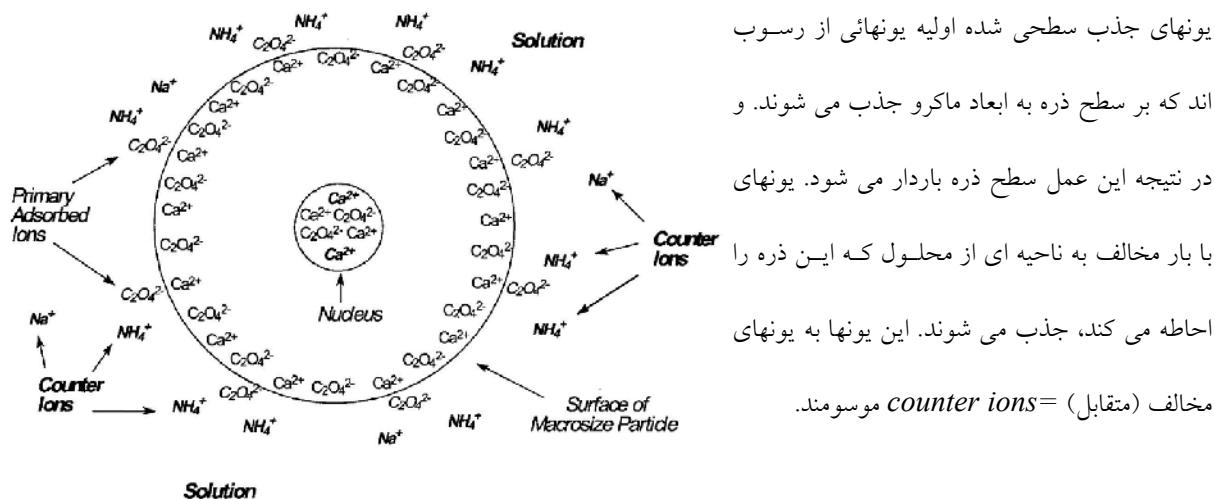
منظور یک تجزیه وزن سنجی موفق:

۱. بایستی ماده بطور کامل از باقی محلول جدا شود و برای این منظور بایستی رسوباتی با انحلال خیلی کم انتخاب گردند و مقدار مازادی از معرف رسوب دهنده اضافه گردد.
۲. ماده توزین شده بایستی یک ماده خالص با ترکیب شیمیائی معلوم باشد.
۳. رسوب به آسانی صاف گردد.

مکانیسم ترسیب شامل:

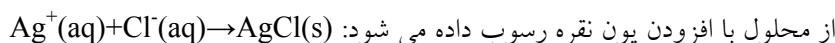
۱. هسته زائی (*Nucleation*): چندین یون رسوب گرد هم می‌آیند تا ذارتی به ابعاد میکرو موسوم به هسته را تشکیل دهند.

۲. رشد (*Growth*): ذره با اضافه شدن یونهای رسوب رشد می‌کند تا سیستم به حالت تعادل برسد.



در شکل فوق مکانیسم تشکیل رسوب برای رسوب اگزالات کلسیم نشان داده شده است.

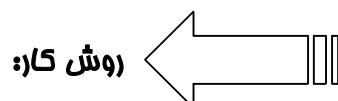
در این آزمایش آنالیز یون کلراید بروش گراویمتری مورد بررسی قرار می‌گیرد. کلراید بطور کامل



نفره کلراید بسیار نا محلول است (تقریباً حدود ۰/۰۰۰۱ گرم در ۱۰۰ ml آب در ۲۰ °C) بنابراین

افزودن نفره نیترات به محلول آبی کلراید بطور کامل AgCl را رسوب می‌دهد. رسوب بر روی فیلتر

کاغذی صاف شده و خشک می‌شود. از توزین AgCl وزن کلراید در نمونه اولیه بدست می‌آید.



۱. خشک کردن نمونه: نمونه مورد آنالیز را بمدت حدود ۱ ساعت در ۱۱۰ °C خشک نمایید.

۲. توزین و انحلال نمونه: حدود ۰/۱۵ g از نمونه را بدقت توزین نموده و به بشر ۴۰۰ ml متنقل نمایید.

آن را با افزودن حدود ۱۰۰ ml آب مقطر و ۱ ml از HNO_3 غلیظ حل نمایید.

۳. گراویمتری نمونه: بوسیله بورت حدود ۱۵ ml از AgNO_3 افزوده و محلول را با میله شیشه ای بهم بزنید. محلول را به آرامی تا حد جوش حرارت دهید و برای مدت حدود ۱۵ min ساکن قرار دهید تا AgCl رسوب و لخته شود. برای اطمینان از کامل شدن ترسیب، قطره قطره از AgNO_3 بر روی محلول شفاف روی رسوب اضافه کنید. اگر محلول کار شد (ایجاد رسوب جدید) به ریختن AgNO_3 محلول شفاف روی رسوب اضافه کنید. اگر محلول کار شد (ایجاد رسوب جدید) به ریختن AgNO_3 ادامه دهید و اگر محلول شفاف باقی ماند حدود ۲ ml از AgNO_3 بطور مازاد اضافه کنید. سر بشر را با پارا فیلم بسته و حدود ۱۵ min دقیقه در تاریکی قرار دهید. یک عدد کاغذ صافی را بمدت حدود ۱ ساعت در اون خشک نموده، سپس در دسیکاتور سرد کرده و توزین نمایید. رسوب را بواسطه قیف و کاغذ صافی فوق فیلتر نمایید. رسوب را ۳-۴ بار با حدود ۱۰ ml از محلول شستشوی HNO_3 (۱ ml از HNO_3 غلیظ در ۵۰۰ ml آب مقطر) شستشو دهید (توجه: در این مرحله می‌توانید جهت اطمینان از ترسیب کامل کلراید، محلول خروجی از زیر صافی را در لوله آزمایش جمع نموده و بدان چند قطره از AgNO_3 اضافه نمایید. اگر محلول شفاف باقی ماند، همه کلراید رسوب داده شده است). باقی مانده رسوب در بشر را بواسطه میله شیشه ای و محلول شستشو به روی قیف متقل و صاف نمایید. جهت اطمینان از شستشوی Ag^+ می‌توانید آخرین قطرات زیر صافی را در لوله آزمایش جمع نموده و بدان چند قطره از HCl اضافه نمایید. اگر محلول شفاف باقی ماند، همه نقره شسته شده است. در نهایت کاغذ صافی را بمدت حدود ۱-۲ ساعت در $120-140^\circ\text{C}$ خشک نمایید. آن را در دسیکاتور سرد نموده و توزین نمایید.

سوالات:

۱. با توجه به معادله واکنش شیمیائی انجام شده، درصد کلراید و نیز درصد NaCl را در نمونه بدست آورید. ($M_{\text{AgCl}}=143.32\text{g}$, $\text{NaCl}=58.44$, $\text{Cl}^-=35.45\text{g}$)
۲. چرا رسوب AgCl را نمی‌توان با آب مقطر تنها شستشو داد؟
۳. چرا رسوب AgCl بایستی از نور محافظت گردد؟
۴. با مراجعه به منابع علمی روش دقیق‌تر آزمایش فوق را بدست آورده و فرق آن را با کار حاضر برشمارید.

جلسه شانزدهم

تعیین مقدار سولفات بروش گراویمتری

"معمولًا" دو روش برای اندازه گیری یک ماده در یک نمونه بروش گراویمتری وجود دارد:

۱. ماده موجود در نمونه (شامل عنصر، یون یا ترکیب) بطور شیمیائی و در مقدار استوکیومتری معلوم

با ماده دیگر وارد واکنش می شود. میزان محصول برای تعیین مقدار ماده مورد اندازه گیری بکار می رود.

۲. ماده موجود در نمونه به ترکیب دیگری با فرمول مشخص تبدیل می شود. میزان ترکیب بدست آمده برای تعیین مقدار ماده مورد تجزیه بکار می رود.

مثالی از این متدها اندازه گیری ساخارین در یک نمونه می باشد که از طریق اندازه گیری گوگرد آن صورت می پذیرد:

$C_7H_5NO_3S$ (s) + Compound to convert sulfur to sulfate $\rightarrow Na_2SO_4$ (aq) + other products (method 1)

سپس یون سولفات بتوسط $BaCl_2$ ، بصورت باریم سولفات رسوب داده می شود:

Na_2SO_4 (aq) + $BaCl_2$ (aq) $\rightarrow BaSO_4$ (s) + 2 $NaCl$ (aq) (method 2)

روابط زیر بین ماده نهایی توزین شده و ماده اولیه می تواند برقرار گردد:

mass $BaSO_4$ \rightarrow moles $BaSO_4$ \rightarrow moles SO_4^{2-} \rightarrow moles S \rightarrow moles Saccharin \rightarrow mass Saccharin

در این آزمایش تنها متدهم دوم برای اندازه گیری سولفات در یک نمونه مورد استفاده قرار می گیرد.

محلول حاوی میزان نامشخصی از نمک سولفات محلول با محلول حاوی میزان معلومی از $BaCl_2$ مخلوط

می گردد که منجر به تشکیل باریم سولفات نامحلول می گردد. باریم سولفات بتوسط صافی کاغذی فیلتر شده و سپس کاغذ صافی بر روی کروزه مناسب می سوزد. وزن باریم سولفات تعیین شده و از آنجا درصد سولفات در نمونه تعیین می شود.

روش کار:

۱. شستن و خشک کردن کروزه: کروزه مناسب با آب مقطر شسته شده و بر روی یک مثلث نسوز

قرار گرفته و تحت شعله ملایم خشک می‌گردد. بعد از اینکه کروزه داغ شد، آن را بر روی شعله

DAG به مدت ۱۰ گرم کنید تا ته آن سرخ شود بدین ترتیب آب جذب شده به کروزه حذف می‌گردد.

اجازه دهید تا کروزه بطور کامل تا دمای اطاق خنک شود. با استفاده از پنس یا گیره مناسب آن را به

محل ترازو انتقال داده و بدقت توزین نمایید.

۲. توزین و انحلال نمونه: حدود $g/4$ از نمونه را بدقت توزین نموده و به بشر ml ۴۰۰ متقل

نمایید. آن را با افزودن حدود ml ۱۰۰ آب مقطر و ml ۱ از (۶ M) HCl حل نمایید.

۳. گراویمتری نمونه: با استفاده از بورت حدود ml ۱۷ از (۰/۲ M) BaCl₂ به محلول افزوده و آن را

با میله شیشه ای بهم بزنید. محلول را به آرامی تا حد جوش بمدت حدود min ۱۵ حرارت دهید و

اجازه ندهید تا محلول بشدت بجوشد. سپس اجازه دهید تا جامد بطور کامل در ته بشر ته نشین

شود. محلول را بتوسط کاغذ صافی بدون خاکستر صاف نمایید و بشر را چندین بار با بخش های

کوچک آب مقطر داغ شسته و صاف نمایید (توجه: می‌توانید خروجی زیر کاغذ صافی را در لوله

آزمایش جمع نموده و حذف کلراید را در آن با افزودن محلول نقره نیترات بررسی نمایید). بدقت

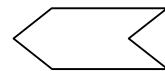
کاغذ صافی حاوی رسوب را بر روی کروزه منتقل نمایید و بر روی شعله ابتدا به آرامی حرارت

دهید تا کروزه خشک شود و کاغذ صافی شروع بسوختن نماید. سپس حرارت را بتدریج زیاد

نمایید تا تمامی کاغذ بسوزد و باریم سولفات را بر جای گذارد و چند دقیقه به حرارت ادامه دهید.

حال اجازه دهید تا کروزه تا دمای اطاق سرد شده و آن را با استفاده از پنس یا گیره مناسب به محل

ترازو انتقال داده و دوباره بدقت توزین نمایید.

سوالات:

۱. با توجه به معادله واکنش شیمیائی انجام شده، درصد سولفات و نیز درصد سدیم سولفات را در نمونه بدست آورید. ($M_{Na_2SO_4}=142.02$, $Ba=137.33$, $SO_4^{2-}=96.06$, $BaSO_4=233.4g$)
۲. اگر بجای Na_2SO_4 محلول اولیه حاوی K_2SO_4 و یا $(NH_4)_2SO_4$ باشد درصد آنها را در نمونه بدست آورید.
۳. چرا برای توزین کروزه بایستی از پنس یا گیره مناسب برای انتقال آن به محل ترازو استفاده نمود و با دست کروزه را لمس نباشی کرد؟
۴. چرا برای شستشوی رسوب $BaSO_4$ بایستی از آب مقطر داغ استفاده نمود؟
۵. با مراجعه به منابع علمی حداقل دو مورد از کاربردهای روش گراویمتری در اندازه گیری مواد داروئی را بدست آورده و روش کار آنها را بطور خلاصه شرح دهید.