۴

استانداردکردن محلول‌ها و سنجش حجمی[۱] اسید ــ باز

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش‌های این فصل بتواند :

۱ــ محلولی با غلظت مشخص تهیه کند.

۲ــ غلظت محلول تهیه شده را با استفاده از محلول استاندارد مورد سنجش قرار دهد.

۳ــ واکنش خنثی‌شدن را تعریف کند.

۴ــ با انتخاب شناساگر مناسب عیارسنجی اسید و باز را انجام دهد.

۱ــ۴ــ تهیه‌ی محلول با غلظت معین و سنجش آن با یک محلول استاندارد

استانداردکردن به‌معنای سنجش غلظت دقیق محلول‌هاست. در بسیاری از آزمایش‌ها داشتن محلولی که غلظت دقیق آن را بدانیم لازم و ضروری است و احتمالاً کلیه‌ی محاسبات ما براساس غلظت همین محلول‌ها خواهد بود. بنابراین، داشتن یک محلول با غلظت معلوم شرط لازم و اساسی است. برای این منظور، از محلول‌هایی به نام استاندارد استفاده می‌کنیم که خود این محلول‌های استاندارد به‌وسیله‌ی محلول‌های استاندارد اولیه استاندارد شده‌اند.

مطالعه‌ی آزاد

مواد‌ی که به‌عنوان استاندارد اولیّه مورد استفاده قرار می‌گیرند باید دارای ویژگی‌های زیر باشند :

الف ــ دارای درجه‌ی خلوص بالا باشند.

ب ــ در حلّال به عنوان مثال در آب تولید محلول حقیقی نمایند.

ج ــ در مقابل عوامل جوّی پایدار باشند.

د ــ واکنش ماده‌ای که به‌عنوان استاندارد اولیّه به‌کار می‌رود، باید نسبت به محلول مورد سنجش کامل بوده (قوانین برتوله) و تعادلی نباشد.

هـ ــ تا سرحدّ ممکن جاذب‌الرّطوبه نباشد.

و ــ ارزان‌قیمت باشد.

ز ــ در محیط تیتراسیون (عیارسنجی)، حل شود.

ح ــ دارای وزن مولکولی بالا باشد تا خطاهای ناشی از وزن‌کردن به حدّاقل برسد.

تعداد مواد‌ی که به‌عنوان استاندارد اولیه به‌کار می‌روند غالباً محدود است و معمولاً برای استانداردکردن بازها از بنزوئیک اسید[۲] و پتاسیم هیدروژن فتالات[۳]، برای اسیدها از سدیم کربنات و برای پتاسیم پرمنگنات از پتاسیم اگسالات[۴] یا اگسالیک اسید[۵] استفاده می‌شود.

۱ــ Titration ۲ــ Benzoic acid, C_6H_5COOH ۳ــ $KHC_8H_4O_4$ ۴ــ $K_2C_2O_4$ ۵ــ $H_2C_2O_4.2H_2O$

۲ــ۴ــ آزمایش تهیه‌ی محلول هیدروکلریک‌اسید و استاندارد کردن آن با محلول سدیم کربنات

مواد لازم

۱ــ هیدروکلریک‌اسید غلیظ

۲ــ سدیم کربنات

۳ــ فنل‌فتالئین

۴ــ متیل‌اورانژ (هلیانتین)

ابزار لازم

۱ــ پی‌پت مدرج 5mL

۲ــ بورت ۵۰mL

۳ــ اسپاتول

۴ــ ترازوی دقیق با دقّت ۰/۰۱g

هدف: آشنایی با تهیه‌ی محلول‌ها و استاندارد کردن آن‌ها.

روش کار: با توجّه به مشخّصات روی ظرف هیدروکلریک اسید تجارتی غلیظ، از آن در یک بالن حجمی (بالن ژوژه)، ۱۰۰mL یا ۲۵۰mL محلول $\frac{N}{10}$ به‌شرح زیر تهیّه نمایید :

به‌عنوان مثال، اگر این اسید تجارتی با غلظت ٪۳۷ وزنی خالص باشد و با وزن حجمی ۱/۱۹g / mL باشد. به این ترتیب، وزن یک میلی‌لیتر (۱mL) از این اسید ناخالص برابر ۱/۱۹g است، که وزن اسید خالص در آن را که با x نشان می‌دهیم برابر است با :

ناخالص	خالص	
۱۰۰g	۳۷g	$\rightarrow x = ۰/۴۴۰۳g$
۱/۱۹	x	

و در یک لیتر این اسید ۴۴۰/۳g اسید خالص وجود دارد. اکنون کوشش می‌کنیم تا نرمالیته اسید را پیدا کنیم، می‌دانید که وزن ۱ مول اسید خالص ۳۶/۵g است. بنابراین در یک لیتر از این اسید تقریباً ۱۲ مول اسید خالص وجود دارد.

مول ۱۲ = ۳۶/۵ ۴۴۰/۳

یعنی مولاریته‌ی آن برابر ۱۲ است که به‌صورت 12M نشان داده می‌شود. رابطه‌ی بین مولاریته و نرمالیته عبارت است از : $M = \frac{N}{n}$ که در آن M مولاریته، N نرمالیته و n ظرفیت اسید است و چون اسید یک‌ظرفیّتی می‌باشد، نرمالیته با مولاریته‌ی آن برابر است. یعنی این اسید 12N می‌باشد. حال از آن ۲۵۰ میلی‌لیتر محلول $\frac{N}{10}$ به شرح زیر تهیه کنید :

$N_1 = ۱۲ \ , \ V_1 = ? \quad N_2 = ۰/۱ \ , \ V_2 = ۲۵۰mL$

با استفاده از رابطه‌ی $N_1V_1 = N_2V_2$

$۱۲ \times V_1 = ۰/۱ \times ۲۵۰ \ , \ V_1 = ۲/۰۸ \ . \ ۲/۱mL$

بدین ترتیب ۲/۱mL هیدروکلریک اسید غلیظ ٪۳۷ وزنی با $d = ۱/۱۹g/mL$ را به‌وسیله‌ی یک پی‌پت مدرّج به یک بالن حجمی ۲۵۰mL که قبلاً تمیز شده است و در آن در حدود ۲۰mL آب مقطّر ریخته‌اید منتقل نمایید. سپس با به‌هم‌زدن آنقدر آب مقطّر اضافه نمایید تا حجم محلول به خط نشانه برسد. قسمت هلالی محلول در گردن بالن حجمی باید مماس با خط نشانه باشد. به این ترتیب محلول هیدروکلریک اسید با نرمالیته‌ی تقریبی ۰/۱ تهیه کرده‌اید.

برای استانداردکردن محلول اسید تهیه شده، از محلول سدیم کربنات استاندارد که از مسئول آزمایشگاه تحویل می‌گیرید استفاده کنید.

برای ادامه‌ی این آزمایش ۱۰mL محلول استاندارد را به‌کمک پی‌پت ۱۰ میلی‌لیتری به داخل یک ارلن منتقل کنید و دو قطره فنل‌فتالئین به آن بیفزایید، سپس یک بورت ۵۰ میلی‌لیتری را از محلول اسید تهیه شده پر کنید و آن‌را روی صفر تنظیم نمایید. سپس به‌تدریج با دقت از محلول اسید داخل بورت به‌محلول داخل ارلن اضافه کنید و مخلوط حاصل را به‌آرامی به هم بزنید و این کار را تا از بین‌رفتن رنگ ارغوانی محلول داخل ارلن ادامه دهید. پس از آن حجم محلول اسید به‌کار رفته را به‌دقت یادداشت کنید.

اگر نرمالیته سدیم کربنات استاندارد به کار رفته N باشد و حجم اسید مصرفی V_1 باشد، آنگاه از معادله‌ی زیر برای محاسبه نرمالیته‌ی اسید (N.) استفاده کنید.

$$N \times ۱۰ = V. \times N. \quad N. = \frac{۱۰ \times N}{V.}$$

بورت را با گیره‌ی دوشاخه‌ی مخصوص بورت به میله‌ی پایه نصب کنید. مقداری آب مقطّر با قیف درون آن بریزید و قبل از انجام آزمایش چند بار با آن کار کنید.

به خاطر بسپارید که شیر بورت باید با گریس چرب شده

باشد و همیشه قبل از خواندن عدد بورت پر باشد. اگر حباب‌های هوا وجود دارد، شیر بورت را باز کنید که هوا به‌آرامی و با فشار محلول خارج شود[1]. وقتی که عدد بورت خوانده می‌شود، چشم شما باید در امتداد سطح زیرین محلول موجود در بورت قرار گیرد.

شکل ۱ــ۴ یک نمونه سنجش حجمی را نشان می‌دهد.

شکل ۱ــ۴

۳ــ۴ــ آزمایش خنثی‌شدن یک محلول اسید با یک محلول باز و برعکس با توجه به انتخاب شناساگر مناسب اسیدسنجی[2] و قلیاسنجی[3]

مواد لازم

۱ــ ۳۰۰mL آب مقطّر

۲ــ ۲۵mL محلول H_2SO_4 به غلظت معین(۰/۰۵M)

۳ــ ۲۵mL محلول ۱M NaOH

۴ــ ۱mL محلول فنل‌فتالئین

۵ــ ۷۵mL محلول H_2SO_4 به غلظت مجهول

ابزار لازم

۱ــ بورت ۵۰mL

۲ــ پی‌پت ۵mL

۳ــ ارلن ۲۵۰mL یا ۵۰۰mL

۴ــ بشر ۲۵۰mL

۵ــ پایه و میله و گیره‌ی بورت

۶ــ قطره‌چکان

در تیتراسیون اسید ــ باز، تعداد اکی‌والان‌اسید که وارد واکنش می‌شود، درست برابر با تعداد اکی‌والان‌های باز است از این‌رو

(۱) تعداد اکی‌والان اسید = تعداد اکی‌والان باز

رابطه‌ی (۱) را می‌توان به‌صورت زیر نوشت :

$$V_{\text{اسید}} \times N_{\text{اسید}} = V_{\text{باز}} \times N_{\text{باز}} \qquad (۲)$$

هدف: تعیین غلظت یک محلول باز به وسیله‌ی یک محلول اسیداستاندارد و برعکس، با روش تیتراسیون از طریق واکنش خنثی شدن.

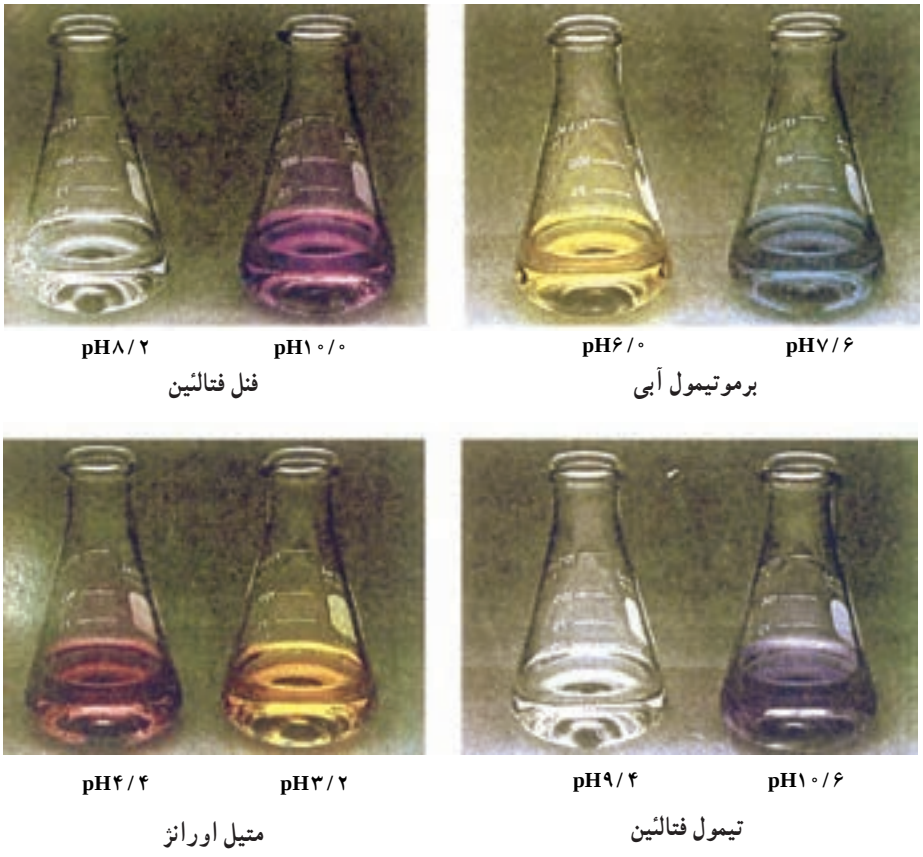
آزمایش ۱ــ استاندارد کردن محلول سود: ۱۰mL محلول استاندارد سولفوریک اسید یا هیدروکلریک اسید را با استوانه‌ی مدرّج ۱۰mL بردارید و درون یک ارلن مایر ۱۲۵mL یا ۲۵۰mL بریزید[4]. نرمالیته‌ی این محلول اسیدی را یادداشت کنید. دو قطره محلول فنل‌فتالئین به این محلول افزوده و به آرامی محلول بازی به آن بیفزایید پیوسته و به آرامی ارلن مایر را هم زده و محلول بازی را از بورت آنقدر بیفزایید تا رنگ صورتی کمرنگ (ارغوانی) ظاهر شود. حجم بورت را خوانده و یادداشت نمایید. این آزمایش را ۳ بار دیگر تکرار کرده و نرمالیته‌ی محلول بازی را محاسبه نمایید.

آزمایش ۲ــ تعیین نرمالیته‌ی یک محلول اسید مجهول به‌وسیله‌ی محلول استاندارد سود: ۱۰mL از یک محلول اسیدی با نرمالیته‌ی مجهول بردارید. حجم این محلول را با آب مقطر به ۱۰۰mL(چرا؟) رسانده و خوب هم بزنید. سپس ۲۵mL از این محلول را در یک ارلن مایر بریزید و دو قطره

۱ــ Jet ۲ــ Acidimetry ۳ــ Alkalimetry

۴ــ در سنجش‌های حجمی دقیق باید محلول اسید را به‌کمک پی‌پت حبابدار ۱۰mL برداشت.

نام معرّف	رنگ	pH ناحیه‌ی تغییر رنگ
متیل‌اورانژ (نارنجی متیل یا هلیانتین)	از قرمز به زرد	از ۳/۲ـ۴/۴
قرمز متیل	از قرمز به زرد	از ۴/۲ـ۶/۳
فنل‌فتالئین	از بی‌رنگ به ارغوانی	از ۸/۲ـ۱۰/۱
تورنسل	از گلی به آبی	از ۵/۵ـ۸/۵
برموتیمول آبی	از زرد به آبی فیروزه‌ای	از ۶ـ۷/۶
تیمول فتالئین	از بی رنگ به آبی	از ۹/۴ـ۱۰/۶



شکل ۲ــ۴ــ رنگ‌های برخی از شناساگرهای معمولی اسید ــ باز در pH های مختلف (محیط‌های اسیدی و قلیایی)

محلول فنل فتالئین به آن اضافه کنید و مانند آزمایش ۱ عمل نمایید. این آزمایش را ۲ بار دیگر تکرار کرده و نرمالیته‌ی محلول اسید مجهول را با استفاده از نرمالیته‌ی باز معلوم محاسبه نمایید.

رابطه‌ای که برای محاسبه مورد استفاده قرار می‌گیرد، رابطه‌ی :

$$N_{\text{اسید}} \times V_{\text{اسید}} = N_{\text{باز}} \times V_{\text{باز}}$$

می‌باشد.

پاسخ‌نامه

۱ــ محلول استاندارد H_2SO_4 ..... N

۲ــ محلول استاندارد HCl ..... N

۱ــ۳ــ استاندارد کردن محلول NaOH

	اسید استاندارد	باز
عدد نهایی بورت	..... mL	..... mL
عدد اولیّه‌ی بورت	..... mL	..... mL
حجم محلول	..... mL	..... mL
۲ــ۳ــ عدد نهایی بورت	..... mL	..... mL
عدد اولیّه‌ی بورت	..... mL	..... mL
حجم محلول	..... mL	..... mL

۴ــ نرمالیته‌ی محلول NaOH

مرحله‌ی۱# ..... N مرحله‌ی۲# ..... N

میانگین N .....

۱ــ۵ــ استاندارد نمودن محلول اسید مجهول

	محلول اسید	باز استاندارد
عدد نهایی بورت	..... mL	..... mL
عدد اولیّه‌ی بورت	..... mL	..... mL
حجم محلول	..... mL	..... mL
۲ــ ۵ــ عدد نهایی بورت	..... mL	..... mL
عدد اولیّه‌ی بورت	..... mL	..... mL
حجم محلول	..... mL	..... mL

۶ــ نرمالیته‌ی محلول اسید

مرحله‌ی۱# ..... N مرحله‌ی۲# ..... N

میانگین N .....

۴ــ۴ــ تعیین مقدار اسید در سرکه

مقدار کل اسید سرکه را می‌توان به‌وسیله‌ی سنجش حجمی با محلول استاندارد باز تعیین کرد. با اینکه اسیدهای دیگری نیز وجود دارند، امّا نتایج سنجش حجمی را معمولاً برحسب استیک‌اسید که اسید اصلی سرکه است، گزارش می‌کنند.

مواد لازم

۱ــ سرکه

۲ــ NaOH، ۰/۱N استاندارد شده

۳ــ فنل‌فتالئین

ابزار لازم

۱ــ بورت، پایه و گیره

۲ــ پی‌پت

۳ــ بالون حجمی ۲۵۰mL

۴ــ ارلن

۵ــ قطره‌چکان

روش کار: ۲۵mL سرکه را با پی‌پت به داخل بالون حجمی ۲۵۰mL منتقل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید. خوب مخلوط کنید و ۵۰mL از آن‌را به یک ارلن منتقل کنید. ۲ قطره فنل‌فتالئین بیفزایید تا ظاهرشدن رنگ صورتی ثابت، از بورت سود به آن اضافه کنید و از روی حجم سود مصرف شده و با توجه به واکنش زیر مقدار اسید را معلوم کنید.

$$CH_3COOH + NaOH \rightarrow CH_3COONa + H_2O$$

مقدار کل اسید را به صورت گرم‌های CH_3COOH در ۱۰۰mL نمونه (W/V) محاسبه کنید.

پرسش و تمرین

۱ــ فرض کنید یک هنرجوی رشته‌ی صنایع شیمیایی بعد از سنجش حجمی نرمالیته‌ی یک محلول بازی را به جای ۰/۱۳N مقدار ۰/۱۵N گزارش کرده است. این خطا چه اثری در نرمالیته‌ی محلول اسیدی با نرمالیته‌ی مجهول خواهد داشت؟

۲ــ چند میلی‌لیتر محلول سود ۰/۱۷N برای خنثی‌کردن ۲۵/۵mL محلول هیدروکلریک اسید ۰/۱۲N لازم است؟

۳ــ چند میلی‌لیتر محلول ۰/۱۲N NaOH برای سنجش ۹۰mg از یک اسید یک عاملی (منوپروتیک) با جرم مولکولی ۴۰ لازم است؟

۴ــ نرمالیته‌ی محلولی را که با افزودن ۱/۶۰ گرم اسید پرسش شماره‌ی ۳ در تهیه‌ی محلولی به حجم ۴۰۰mL به‌کار رفته است، به‌دست آورید.

۵ــ جرم ۲/۶meq از اسید سؤال شماره‌ی ۳ را تعیین کنید.