

## تئوری

### روشهای تشخیص نقطه اکی والان

اصولا " نقطه اکی والان زمانی بدست می آید که آنالیت با تیترانت با نسب استکیومتری مربوطه به طور کامل واکنش دهند.

اگر تیتراسیون را به عنوان " شمارش یونها یا مولکولها " بدانیم، بدست آوردن نقطه اکی والان باید خیلی مهم باشد.

انجام این کار می تواند با استفاده از خواص بعضی محلولها به عنوان شناساگر رنگی که در بهترین حالت در نقطه اکی والان تغییر رنگ می دهند، انجام شود. اما این تغییر رنگ در نقطه پایان اتفاق می افتد نه در نقطه اکی والان با اینکه نقطه پایان بسیار نزدیک به نقطه اکی والان است. اما همواره در این روش انتشار خطا خواهیم داشت از آن گذشته تشخیص افراد مختلف در تشخیص رنگ بسیار متفاوت است.

اصولا " تشخیص نقطه اکی والان به سه روش مرسوم انجام می پذیرد :

- روش چشمی یا فتومتری

- روش پتانسیومتری

- روش بی ولتامتری/بی آمپرومتری

در این مبحث به روش بی آمپرومتری که روش مرسوم و متداول در اغلب استانداردها می باشد می پردازیم .

بی آمپرومتری

در این روش دو عدد میکروالکتروود ثابت و یکسان (معمولا پلاتین ) به کار میروند که بین آنها پتانسیل  $0.1$  تا  $1.0$  ولت اعمال میشود . این دو الکتروود میتوانند میکروالکتروودهای چرخان پلاتینی باشند . نقطه هم ارزی توسط یک افزایش سریع و ناگهانی شدت جریان از صفر ، کاهش ناگهانی شدت جریان به  $0$  و یا یک مقدار محدود صفر مشخص میشود . شکل منحنی به میزان برگشت پذیری واکنش های اکسایش کاهش شرکت کننده بستگی دارد . دو الکتروود پلاتینی نقش آند و کاتد

پیل را ایفا میکنند. اگر تنها غلظت قابل ملاحظه ای از دو شکل اکسیدی و احیایی یک از واکنشگرها در محلول موجود باشد شدت جریان از پیل عبور میکند.

به طور کلی دو نوع سیستم میتواند در بی آمپرومتری مطرح باشد.

۱- واکنشگرها به طور برگشت پذیر رفتار میکنند.

۲- فقط یکی از واکنشگرها به طور برگشت پذیر رفتار کند.

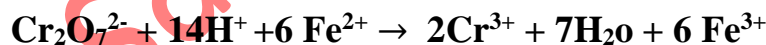
تفاوتهای روش آمپرومتری و بی آمپرو متری :

۱- در آمپرومتری از یک الکتروود مرجع و یک الکتروود شناساگر استفاده میکنیم. که الکتروود شناساگر یک الکتروود پلاریزه شده با سطح مقطع کوچک می باشد. حال آنکه در بی آمپرو متری از دو الکتروود شناساگر پلاریزه شده یکسان استفاده میشود.

۲- در آمپرومتری پتانسیل ثابت و مشخصی به الکتروود شناساگر نسبت به الکتروود مرجع اعمال میشود ولی در روش بی آمپرومتری، اختلاف پتانسیل ثابتی بین دو الکتروود اعمال میشود.

۳- در آمپرومتری وقتی جریان حاصل میشود که حداقل یک گونه فعال در سطح الکتروود شناساگر در پتانسیل اعمال شده وجود داشته باشد. حال آنکه در بی آمپرومتری زمانی جریان داریم که حداقل یک زوج ردوکس فعال در سطح الکتروود در محلول و در اختلاف پتانسیل اعمال شده وجود داشته باشد.

در این آزمایش ما از بی آمپرومتری جهت تعیین مقدار نمونه آهن (II) مجهول استفاده میکنیم واکنش به صورت زیر است:



## روش کار

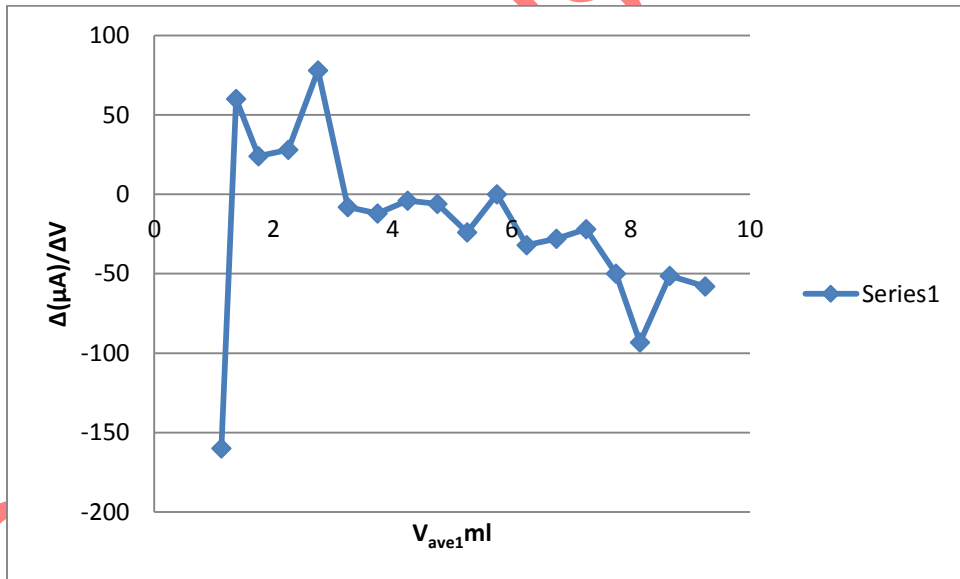
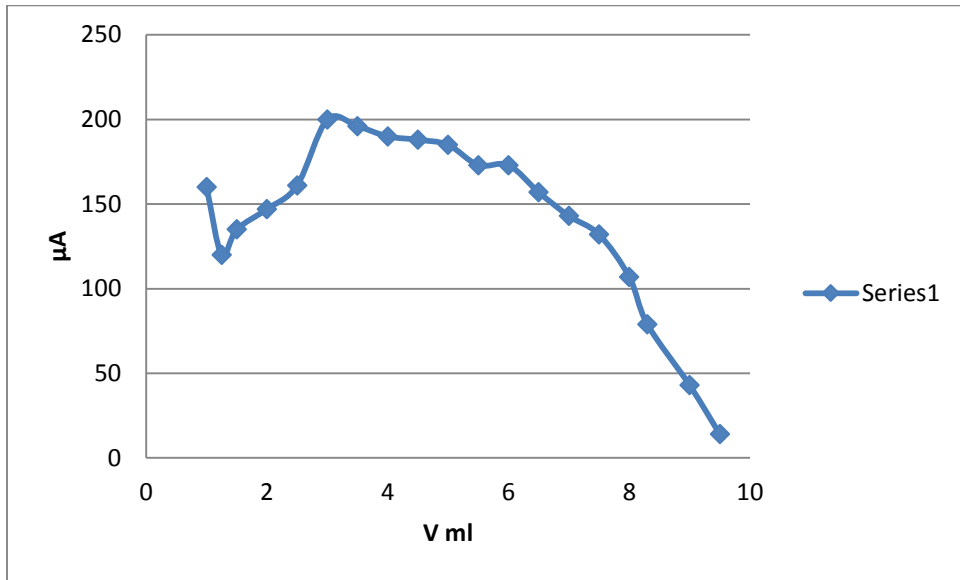
### وسایل و مواد مورد نیاز

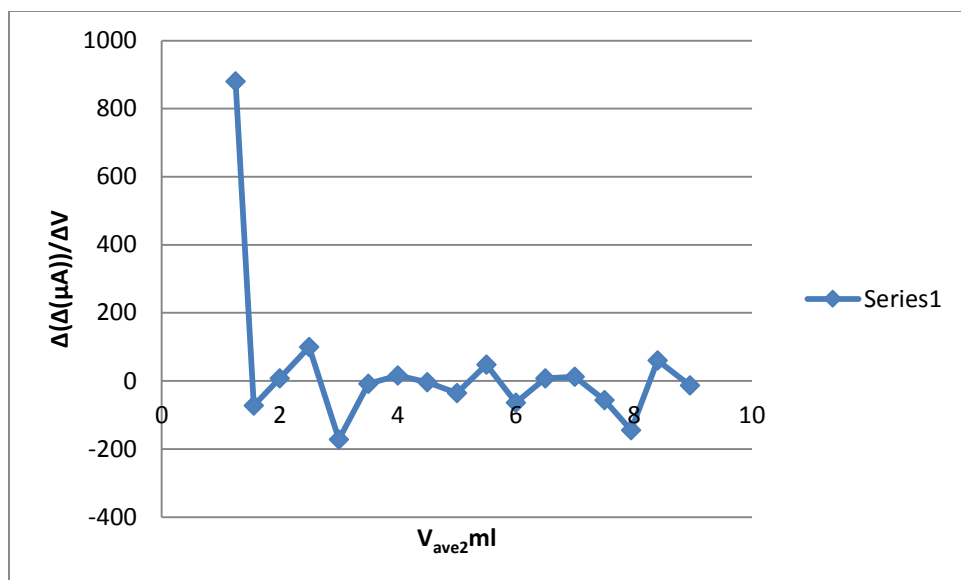
بالن ۱۰۰ میلی لیتری - بشر - استوانه مدرج - اسید سولفوریک ۶ مولار - دو عدد الکتروود پلاتینی - محلول پتاسیم دی کرومات ۰,۱ نرمال - پیپت ۱۰ میلی لیتری

نمونه آزمایشی را در بالن ۱۰۰ میلی لیتری به حجم رسانده و سپس با استفاده از پی پت حباب دار ۱۰ میلی لیتر آن را در یک بشر می ریزیم. سپس حدود ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۶ مولار همراه ۴۰ میلی لیتر ابقطر به آن می افزاییم. پتانسیل ۵۰۰ میلی ولتی را اعمال کرده و تیتراسیون را شروع می کنیم. شدت جریان را پس از افزایش نیم میلی لیتر از پتاسیم دی کرومات میخوانیم. زمانی که شدت جریان پس از یک مسیرافزایشی کاهش نشان داد و به صفر رسید به نقطه پایانی رسیده ایم. تا مقداری بعد از این، به تیتراسیون ادامه می دهیم.

### نمودار و نتایج محاسباتی

$V_{ave2} ml$	$\Delta(\Delta(\mu A))/\Delta V$	$V_{ave1} ml$	$\Delta(\mu A)/\Delta V$	$V ml$	$\mu A$
-	-	-	-	1	160
-	-	1.125	-160	1.25	120
1.25	880	1.375	60	1.5	135
1.5625	-72	1.75	24	2	147
2	8	2.25	28	2.5	161
2.5	100	2.75	78	3	200
3	-172	3.25	-8	3.5	196
3.5	-8	3.75	-12	4	190
4	16	4.25	-4	4.5	188
4.5	-4	4.75	-6	5	185
5	-36	5.25	-24	5.5	173
5.5	48	5.75	0	6	173
6	-64	6.25	-32	6.5	157
6.5	8	6.75	-28	7	143
7	12	7.25	-22	7.5	132
7.5	-56	7.75	-50	8	107
7.95	-144.444	8.15	-93.3333	8.3	79
8.4	59.86395	8.65	-51.4286	9	43
8.95	-13.1429	9.25	-58	9.5	14





حجم نصف نقطه هم ارزی : ۳ میلی لیتر

$$6\text{ml}_{Cr_2O_7^{2-}} \times \frac{0.017\text{mol}_{Cr_2O_7^{2-}}}{1000\text{ml}_{Cr_2O_7^{2-}}} \times \frac{6\text{mol}_{Fe^{2+}}}{1\text{mol}_{Cr_2O_7^{2-}}} \times \frac{1}{0.010\text{L}} = 0.0612 \frac{\text{mol}}{\text{L}} Fe^{2+}$$

خطاها:

خطا در رسم نمودار به دلیل متغییر بودن عدد آمپر است .

نتیجه گیری :

بی آمپرومتری یکی از روش های که در تعیین نقطه پایانی تیتراسیون می توان از آن استفاده کرد که در این روش پتانسیل ثابت است .

منابع :

• دستور کار آزمایشگاه شیمی تجزیه

• [www.azshimi.ir](http://www.azshimi.ir)

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

بی آمپرومتری

استاد:

اعضای گروه ۱

تاریخ:

زمان:

پاییز ۹۱

Saeedchemist.blog.ir