

بِسْمِ اللّٰهِ الرَّحْمٰنِ الرَّحِیْمِ

آزمایشگاه شیمی تجزیه (۱)

رشته صنایع شیمیایی

زمینه صنعت

شاخه آموزش فنی و حرفه ای

شماره درس ۲۴۱۱

۵۴۳	امیری، محمد
/۰۰۲۸	آزمایشگاه شیمی تجزیه (۱) / مؤلفان: محمد امیری، شهرام تنگستانی نژاد، احمدرضا
آ ۸۳۵ الف /	اسماعیل بیگ. - [ویرایش دوم] / بازسازی و تجدید نظر: اعظم صفاری آشتیانی. - تهران: شرکت
۱۳۹۴	چاپ و نشر کتاب های درسی ایران، ۱۳۹۴.
	۶۸ص. : مصور. - (آموزش فنی و حرفه ای؛ شماره درس ۲۴۱۱)
	متون درسی رشته صنایع شیمیایی، زمینه صنعت.
	۱. شیمی تجزیه - آزمایش ها. الف. تنگستانی نژاد، شهرام. ب. اسماعیل بیگ، احمدرضا.
	ج. ایران. وزارت آموزش و پرورش. کمیسیون برنامه ریزی و تألیف رشته صنایع شیمیایی.
	د. عنوان. ه. فروست.

همکاران محترم و دانش آموزان عزیز:

پیشنهادات و نظرات خود را درباره محتوای این کتاب به نشانی
تهران- صندوق پستی شماره ۴۸۷۴/۱۵ دفتر تألیف کتاب‌های درسی فنی و
حرفه‌ای و کاردانش، ارسال فرمایند.

info@tvoccd.sch.ir

پیام‌نگار (ایمیل)

www.tvoccd.sch.ir

وب‌گاه (وب‌سایت)

یک‌های اندازه‌گیری، علائم اختصاری و نقشه‌های موجود در این کتاب توسط کارشناسان تخصصی
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران بررسی و به تأیید رسیده است.

این کتاب در سال تحصیلی ۸۹-۱۳۸۸ براساس نظرها و پیشنهادهای هنرآموزان سراسر کشور
پس از تأیید در کمیسیون تخصصی رشته صنایع شیمیایی بازنگری و اصلاح شده است.

وزارت آموزش و پرورش

سازمان پژوهش و برنامه‌ریزی آموزشی

برنامه‌ریزی محتوا و نظارت بر تألیف: دفتر تألیف کتاب‌های درسی فنی و حرفه‌ای و کاردانش

نام کتاب: آزمایشگاه شیمی تجزیه (۱) - ۴۵۹/۴

مؤلفان: محمد امیری، شهرام تنگستانی‌نژاد و احمد رضا اسماعیل‌بیگ

بازسازی‌کننده: اعظم صفاری‌آشتیانی

اعضای کمیسیون تخصصی: محمد رضا ارشدی، ساسان صدرائی نوری، اعظم صفاری‌آشتیانی، طیبه کنشلو و مرضیه گرد

آماده‌سازی و نظارت بر چاپ و توزیع: اداره کل نظارت بر نشر و توزیع مواد آموزشی

تهران: خیابان ایرانشهر شمالی - ساختمان شماره ۴ آموزش و پرورش (شهید موسوی)

تلفن: ۹-۸۸۸۳۱۱۶۱، دورنگار: ۰۹۲۶۶۰۸۸۳، کد پستی: ۱۵۸۴۷۴۷۳۵۹.

وب‌سایت: www.chap.sch.ir

صفحه‌آرا: شهرزاد قنبری

طراح جلد: محمد حسن معماری

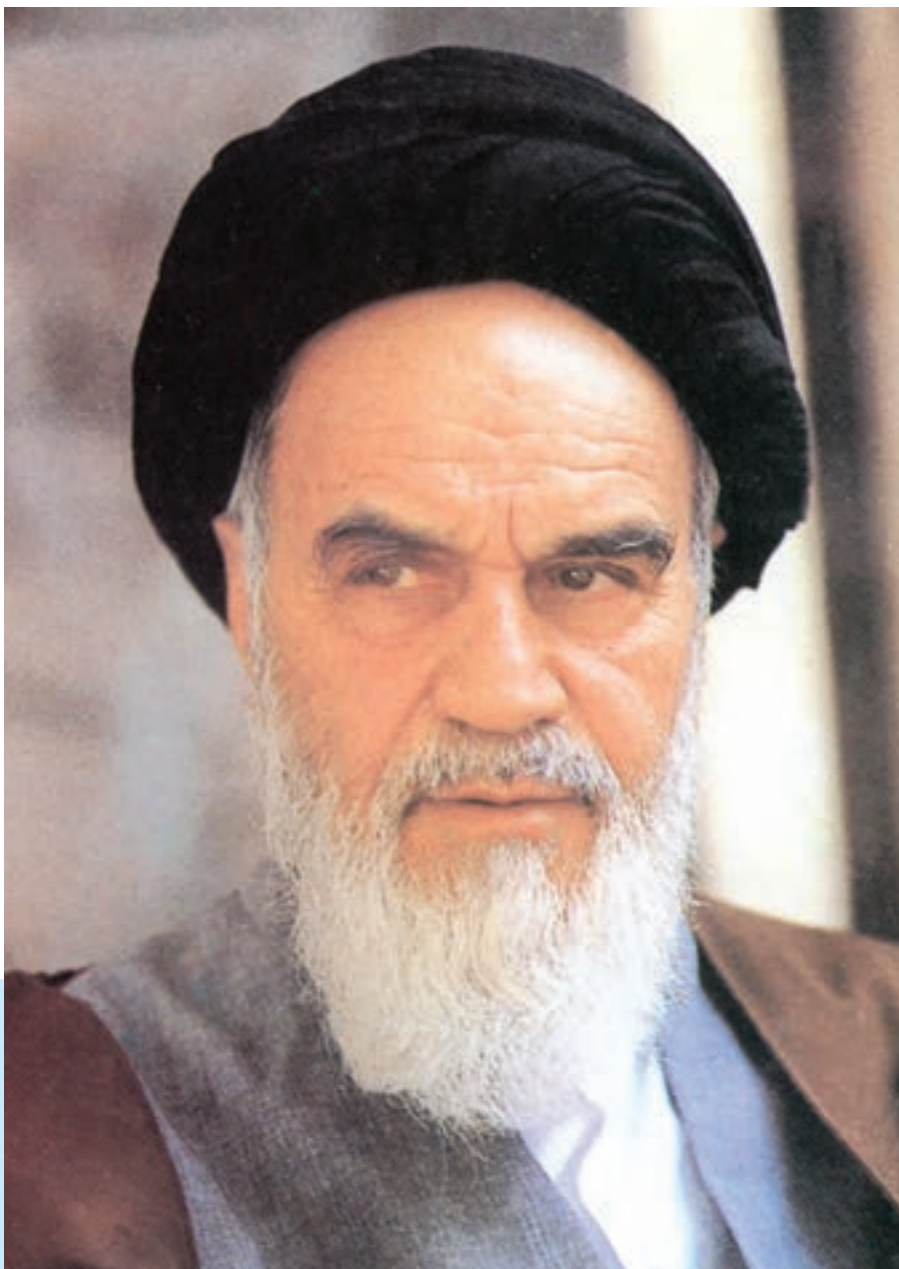
ناشر: شرکت چاپ و نشر کتاب‌های درسی ایران: تهران - کیلومتر ۱۷ جاده مخصوص کرج - خیابان ۶۱ (دارو پخش)

تلفن: ۵-۴۴۹۸۵۱۶۱، دورنگار: ۰۴۴۹۸۵۱۶، صندوق پستی: ۱۳۹-۳۷۵۱۵

چاپخانه: شرکت چاپ و نشر کتاب‌های درسی ایران «سهامی خاص»

سال انتشار و نوبت چاپ: چاپ سیزدهم ۱۳۹۴

حق چاپ محفوظ است.



شما عزیزان کوشش کنید که از این وابستگی بیرون آید و احتیاجات کشور خودتان را برآورده سازید، از نیروی انسانی ایمانی خودتان غافل نباشید و از اتکای به اجانب پرهیزید.

امام خمینی «قدس سرّه الشّریف»

فهرست

- ۲ فصل اول : نمونه برداری، محاسبه و خطا
- ۷ فصل دوم : تشخیص نوع فلزها (گروه اول و دوم جدول تناوبی) در شعله
- ۱۰ فصل سوم : شناسایی برخی از کاتیون ها و آنیون های مشهور به کمک شناساگر مناسب
- ۱۵ فصل چهارم : استاندارد کردن محلول ها و سنجش حجمی اسید - باز
- ۲۱ فصل پنجم : تعیین pH محلول چند ترکیب که هیدرولیز می شوند و تهیه محلول های تامپون و کاربرد آن
- ۲۵ فصل ششم : قابلیت حل شدن و رسوب گیری
- ۲۷ فصل هفتم : سنجش های حجمی رسوبی (آزمایش مور)
- ۲۸ فصل هشتم : تعیین سختی کل و موقت آب
- ۳۴ فصل نهم : جذب برخی مواد حل شده و بعضی از گازها به وسیله زغال فعال
- ۳۶ فصل دهم : سنجش های حجمی اکسایش - کاهش (۱- روش یرمنگنات ۲- روش دی کرومات)
- ۴۰ فصل یازدهم : سنجش های حجمی اکسایش - کاهش ۳- یدی سنجی و یدوسنجی (روش های ید)
- ۴۴ فصل دوازدهم : تشکیل یک پیل و اندازه گیری نیروی محرکه آن و اثر غلظت بر نیروی محرکه پیل، بررسی باتری اتومبیل و باتری معمولی
- ۵۲ فصل سیزدهم : الکترولیز از نظر کمی و کیفی
- ۵۵ فصل چهاردهم : آبکاری با توجه به ساختار الکترولیت
- ۵۷ فصل پانزدهم : pH سنجی
- ۶۱ فصل شانزدهم : رسانایی سنجی
- ۶۴ فصل هفدهم : اسپکتروفتومتری
- ۶۷ تهیه محلول شناساگرها
- ۶۸ منابع و مأخذ

مقدمه

گسترش تکنولوژی در کلیه‌ی زمینه‌ها از یک سو و تغییرات بی‌دری در شیوه‌های زندگی و روابط انسانی از سوی دیگر، مسایل فراوانی را به بار آورده است. در چنین شرایطی، برنامه‌ها و روش‌های آموزش سنتی یارای پاسخگویی به نیازها را نداشته و از همگامی با تحولات شگرف زندگی امروز باز می‌ماند. در نیم قرن گذشته، رشد عظیم دانستنی‌ها (پدیده‌ای که به انفجار دانش معروف است)، موجب افزایش روزافزون حجم برنامه‌ها و کتاب‌های درسی شد. دانشمندان، محققان، روانشناسان و معلمان به این نتیجه رسیدند که راه حل این مسایل، باز شناختن نیازها، هدف‌ها، روش‌ها و کاربرد مفاهیم جدید یادگیری است.

دیران و هنرآموزان عزیز ما درحین آموزش دروس مختلف شیمی در رشته‌ی صنایع شیمیایی، باید این نکته را در نظر داشته باشند، که آموزش بر پرورش تقدّم عملی دارد، یعنی پرورش بدون آموزش مطلوب، امکان‌پذیر نیست، لکن هدف نهایی، پرورش افراد با کیفیت‌های مطلوب و مطابق با معیارهای اسلامی و انسانی است. امروزه در مقاطع تحصیلی پایین‌تر از دانشگاه، (به‌جز در موارد جزئی) آموزش خود هدف نیست، بلکه وسیله است و هر یک از دروس شیمی در رشته‌ی صنایع شیمیایی یکی از این ابزارهاست. یعنی هدف از آموزش شیمی در این رشته تربیت یک شیمیدان ماهر نیست، بلکه هر یک از دروس شیمی وسیله‌ای برای تبیین هدف‌های آموزشی است. با توجه به این موضوع از معلم انتظار می‌رود که به جای تأکید بر انتقال محتوا، با روش تدریس مناسب، هدف‌های تربیتی مورد نظر را تحقق بخشد.

هدف‌های آموزش شیمی تجزیه نیز با توجه به اصول برنامه‌ریزی و با در نظر گرفتن همین معیارها تنظیم شده و معلم ضمن تدریس باید همواره آن‌را مورد توجه قرار دهد.

هدف کلی

درک صحیح مفاهیم شیمی تجزیه‌ی کیفی و کمی و مبانی تجربی آن در راستای صنایع شیمیایی و برخی از تکنولوژی‌های وابسته و کسب مهارت‌های لازم اولیه برای کار در آزمایشگاه‌های کارخانه‌های صنایع شیمیایی.



نمونه برداری، محاسبه و خطا

هدف های رفتاری: از فراگیر انتظار می رود، بعد از انجام آزمایش های این فصل بتواند:

- ۱- نمونه برداری را انجام دهد.
- ۲- خطای شخصی و دستگاهی را در آزمایش تعیین کند.
- ۳- اجزای تشکیل دهنده ی یک نمونه ی حقیقی ناخالص را جدا کند.
- ۴- محاسبات وزنی را در آزمایش انجام دهد.

اطمینان حاصل شود که ترکیب نمونه ثابت مانده و همچنان نماینده ی ماده ی اصلی است (به عبارت ساده تر، مشت نمونه ی خروار است).

مواد لازم

کات کبود (مس (II) سولفات پنتا هیدرات یا زاج آبی^۱). به شکل ۱-۱ توجه کنید (ممکن است آب تبلور این ترکیب کم تر از ۵ باشد. زیرا ممکن است بر اثر گرمای موجود در آزمایشگاه، مقداری از آب تبلور خود را از دست داده باشد).

ابزار لازم

- ۱- شیشه ی ساعت
 - ۲- قاشقک (اسپاتول^۳)
 - ۳- ترازوی دقیق
 - ۴- هاون چینی یا آسیاب برقی
- روش کار^۴: مقدار ۱۰g کات کبود (زاج آبی) را وزن کرده آن گاه به وسیله ی هاون چینی یا آسیاب برقی، آن را نرم نمایید. از این نمونه ی بزرگ، روی شیشه ی ساعت توده ی مخروطی شکلی ایجاد نمایید. سپس رأس مخروط را مسطح نموده تا توده ی مخروطی به شکل لایه ی مدوری درآید. این دایره را با دو قطر عمود بر هم به چهار قسمت تقسیم نمایید. دو قسمت ربعی را کنار گذاشته و با دو قسمت ربعی باقیمانده دوباره مخروطی ایجاد نمایید. این عمل را تکرار نمایید تا نمونه ای به وزن حدود

آزمایش ۱-۱- نمونه برداری^۱

هدف: آشنایی با نمونه برداری در شیمی تجزیه

به طور کلی، تجزیه ی شیمیایی بر روی قسمتی از ماده که ترکیب نسبی آن مورد توجه است، انجام می شود. برای اینکه یک تجزیه ی شیمیایی دارای ارزش علمی باشد، باید ترکیب این قسمت از ماده حتی المقدور با ترکیب کلی توده ی بزرگ نمونه ی مورد آزمایش یکی باشد. برداشتن قسمتی از نمونه، که خواص کل ماده را داشته باشد، نمونه برداری نامیده می شود.

در اغلب موارد، نمونه برداری مشکل ترین مرحله ی کل فرایند تجزیه است. این ادعا بویژه وقتی صدق می کند که ماده ی مورد نمونه برداری یک کالای تجاری، چند تن وزن داشته باشد. برای مواد ناهمگن، نمونه ی بزرگ می تواند چند صد کیلوگرم یا بیش تر باشد. قبل از اینکه نمونه به آزمایشگاه منتقل شود، وزن آن را به میزان قابل توجهی کاهش می دهند. چرا که در آزمایشگاه بالاترین وزن مناسب برای جابه جایی و کار کردن، بندرت چند کیلوگرم می باشد.

فرایند کاستن مقدار نمونه معمولاً در چند مرحله انجام می شود و نمونه ۱۰۰ مرتبه یا حتی بیشتر، کوچک می شود؛ این کار، نیاز به تکرار اعمال آسیاب کردن، اختلاط و تقسیم دارد. با کم تر شدن وزن نمونه، اندازه ی ذرات آن نیز کوچک تر می شود تا

۵/۰ گرم به دست آید. نمونه‌ی حاصل را به‌طور دقیق وزن کنید. این آزمایش را یک‌بار با ۱۰g نمک طعام و بار دیگر با ۱۰g پودر لباسشویی انجام دهید.



(الف)



(ب)

شکل ۱-۱ الف- بلورهای آبی مس (II) سولفات، $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
ب- این بلورها وقتی گرم شوند آب تبلور خود را از دست می‌دهند تا جایی که تقریباً جامد خالص سفیدرنگ CuSO_4 باقی بماند.

آزمایش ۲-۱- شناسایی یک محلول حقیقی ناخالص
هدف: نشان دادن یک نمونه محلول شیمیایی

ناخالص

مواد لازم

۱- سدیم هیدروکسید

- ۲- آب مقطر
- ۳- محلول آب آهک
- ابزار لازم
- ۱- ارلن ۲۵۰mL
- ۲- بشر ۲۵۰mL
- ۳- همزن شیشه‌ای
- ۴- کاغذ صافی
- ۵- قیف شیشه‌ای

روش کار: مقدار ۲g سود را در ۹۸g آب مقطر، که در دمای آزمایشگاه تقریباً برابر با ۹۸mL است، در یک بشر ۲۵۰mL حل نمایید (با چه تدبیری می‌توان به گرماگیر بودن یا گرماده بودن انحلال سود در آب پی برد؟) اگر در این محلول بدمید یا بگذارید مدتی با در باز بماند، گاز کربن‌دی‌اکسید موجود در هوای بازدم شما یا هوا با محلول سود واکنش نشان داده و مقداری از آن را به سدیم کربنات، Na_2CO_3 ، تبدیل می‌کند. سرانجام اگر عمل ادامه یابد، بعد از مدتی احتمالاً سدیم تییدروژن کربنات هم، NaHCO_3 (جوش شیرین)، به دست خواهد آمد. بنابراین، این محلول سود در آب که یک محلول حقیقی می‌باشد، نسبت به سدیم هیدروکسید ناخالص است.

برای تشخیص اینکه این محلول حقیقی سود خالص می‌باشد، حدود ۱۰mL از آن را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. قبلاً یک چوب پنبه را که در آن یک لوله‌ی رابط قرار داده‌اید آماده کنید. سپس چند قطره محلول غلیظ هیدروکلریک اسید به لوله‌ی آزمایش اضافه کنید و فوری در آن را با چوب پنبه‌ای که لوله‌ی رابط در آن قرار دارد، ببندید و لوله‌ی رابط را درون لوله‌ی آزمایشی که آب آهک Ca(OH)_2 ، در آن وجود دارد، فرو برید. در این صورت، گاز CO_2 تولید شده موجب کدر شدن آب آهک می‌شود. به دلیل تشکیل رسوب سفید کلسیم کربنات، CaCO_3 ، این محلول کدر می‌شود.

پرسش و تمرین

- ۱- غلظت درصد محلول اولیه‌ی سود را تعیین کنید.
- ۲- پس از واکنش گاز CO_2 با محلول سود، آیا غلظت محلول سود تغییر خواهد کرد یا نه؟ چگونه؟
- ۳- انحلال سود در آب گرماده می‌باشد یا گرماگیر؟ با دماسنج آزمایش و نتیجه را گزارش نمایید.
- ۴- اگر انحلال سود در آب گرماده باشد، برای تسریع انحلال سود در آب، چه باید کرد؟ با ذکر دلیل و توجه به اصل لوشاتلیه، توضیح دهید.
- ۵- معادلات واکنش‌های انجام شده را بنویسید.

۳-۱- تعیین درصد اجزای یک نمونه‌ی حقیقی

هدف: آزمایش تعیین درصد اجزای یک نمونه

مواد لازم

- ۱- آلیاژ برنج یا مخلوطی از براده‌ی مس و روی
- ۲- آب مقطر
- ۳- محلول هیدروکلریک اسید ۳M
- ۴- استون

ابزار لازم

۱- ارلن مایر ۲۵۰ mL

۲- شیشه‌ی ساعت

۳- ترازوی دقیق تجزیه‌ای

۴- اسپاتول

۵- کاغذ صافی

۶- قیف شیشه‌ای

۷- همزن شیشه‌ای

روش کار: برنج آلیاژی است که از سرد کردن مخلوط دو فلز مذاب مس و روی به دست می‌آید. این آلیاژ یک محلول جامد در جامد است. برای جدا کردن مس و روی و تعیین درصد مس در این آلیاژ به شرح زیر عمل نمایید.

۱/۳ گرم از براده‌ی آلیاژ برنج یا ۱/۳ گرم مخلوطی از براده‌ی روی و براده‌ی مس را که مسئول آزمایشگاه در اختیار شما قرار می‌دهد، به وسیله‌ی ظرف توزین در روی ترازوی دقیق تجزیه‌ای وزن کنید و از آن نمونه‌ای به وزن ۴/۰ گرم تهیه نمایید.

حال این نمونه را در یک ارلن مایر ۲۵۰ mL بریزید. با یک استوانه‌ی مدرج ۲۵ mL مقدار ۲۰ mL محلول هیدروکلریک اسید ۳M به آن بیفزایید و در صورت لزوم حرارت دهید. چنانچه حجم محلول بر اثر گرم کردن کم شد، ۱۰ الی ۲۰ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید و در صورت نیاز چند mL محلول HCl ۳M به آن بیفزایید. در این صورت به دلیل اینکه فقط فلز روی در هیدروکلریک اسید حل شده است فلز مس پس از پایان واکنش، به حالت جامد، در مخلوط باقی می‌ماند. بعد از پایان واکنش، حجم مخلوط را با آب مقطر به ۱۰۰ mL برسانید.

مخلوط واکنش را بعد از سرد کردن مطابق شکل ۱-۲ صاف نمایید. بعد از صاف کردن، فلز مس روی کاغذ صافی را دوبار و هر بار با ۵ mL آب مقطر بشوید. برای اینکه فلز مس زودتر خشک شود، ۵ mL استون روی کاغذ صافی اضافه نمایید (چرا؟ فکر کنید و پاسخ دهید). سپس به مدت ۵ دقیقه آن را در خشک کن^۱، که دمای آن تا ۵۰ C تنظیم شده است، قرار دهید تا خشک شود. اگر فلز مس مدت زیادی در خشک کن بماند یا اگر دمای آن بالا باشد، امکان دارد فلز مس قرمز رنگ به مس (I) اکسید قرمز رنگ، Cu_2O ، تبدیل شود. در این صورت، فلز مس به دست آمده ناخالص خواهد بود. بعد از خشک شدن، فلز مس را وزن کرده و از آنجا درصد فلز مس را در آلیاژ به دست آورید. روش محاسبه به شرح زیر است:

$$\% \text{ مس} = \frac{\text{وزن مس}}{\text{وزن کل آلیاژ}} \times 100$$

۱-Oven.

این گونه خطای معین می‌شود.

۱-۴-۱- آزمایش مربوط به خطای شخصی در

تجزیه

مواد لازم

۱- نمک طعام

۲- گوگرد

۳- سدیم کربنات

ابزار لازم

۱- ترازوی دقیق

۲- اسپاتول

۳- شیشه‌ی ساعت یا کاغذ

هدف: پی بردن به خطای شخصی

روش کار: ۲ گرم از یک ترکیب جامد را به وسیله‌ی ترازوی دقیق آزمایشگاه وزن کنید. برای انجام آن یک ورقه‌ی کاغذ روی ترازو قرار داده، آن گاه به کمک اسپاتول ماده‌ی جامد را روی ورقه‌ی کاغذ روی ترازو قرار داده و ۲ گرم از آن را وزن کنید. به علت عدم دقت شما امکان دارد وزن کاغذ نیز در وزن ترکیب جامد مورد نظر منظور شده باشد. اگر وزن کاغذ ۰/۲۵ گرم باشد، شما ۱/۷۵ گرم ترکیب را به جای ۲ گرم وزن کرده‌اید. در این صورت خطای شخصی ۰/۲۵- گرم خواهد بود که خطای مطلق است.

$$۱/۷۵ - ۲ = -۰/۲۵$$

$$-۱۲/۵ = \frac{-۰/۲۵}{۲} \times ۱۰۰ = \frac{\text{خطای مطلق}}{\text{مقدار واقعی}} = \text{خطای نسبی}$$

و خطای نسبی بیش از حد است.

این آزمایش را ۵ بار به شرح زیر و برای هر مورد، توزین را دوبار تکرار کنید و از طریق مقایسه‌ی دوبار توزین خطای شخصی را تعیین کنید.

الف- با وزن کردن ۳g سدیم کلرید

ب- با وزن کردن ۱g سدیم کلرید

ج- با وزن کردن ۰/۵g سدیم کربنات

د- با وزن کردن ۰/۲g سدیم کربنات

ه- با وزن کردن ۰/۱۶g گوگرد



شکل ۲- ۱

۱-۴-۱- آزمایش‌های مربوط به خطای شخصی و دستگامی

خطاهای شخصی، در نتیجه‌ی عدم دقت یا بی احتیاطی و محدودیت‌های فیزیکی شخص آزمایش‌کننده، حاصل می‌شوند. به عنوان مثال این خطاها ممکن است ناشی از موارد زیر باشد: به کارگیری یک شیوه‌ی نادرست در انتقال نمونه، نادیده گرفتن تصحیحات لازم در دما برای یک ابزار اندازه‌گیری، زیاد یا کم شستن یک رسوب، جابه‌جا نوشتن اعداد هنگام ثبت یک اندازه‌گیری تجربی یا به علت محدودیت فیزیکی شخص مثلاً مبتلا به کوررنگی که مشکلاتی در تشخیص تغییر رنگ‌های حائز اهمیت در تجزیه دارد.

خطاهای دستگامی، مربوط به نقص ابزارهایی است که تجزیه‌کننده با آن‌ها کار می‌کند یا تأثیر عوامل محیطی بر این ابزارهاست. به عنوان مثال، وسایل وزن‌سنجی مانند ترازو و وسایل حجم‌سنجی نظیر بورت، پی‌پت، استوانه‌ی مدرج و بالن حجم‌سنجی، اغلب به ترتیب، وزن یا حجمی متفاوت از مقداری است که درجه‌بندی آن‌ها نشان می‌دهد، یا در خود جای می‌دهند. بویژه هنگامی که در دماهای مورد استفاده قرار گیرند، به نحو بارزی از دماهایی که در آن مدرج شده‌اند، متفاوت می‌باشند. روشن است که اندازه‌گیری در دمای مناسب باعث حذف

تجزیه

۲-۴-۱- آزمایش مربوط به خطای دستگاهی در

مواد لازم

۱- آب مقطر

۲- نمک طعام

ابزار لازم

۱- استوانه‌ی مدرج ۵۰، ۱۰۰ و ۱۰۰ میلی لیتری

۲- بورت، پایه و گیره‌ی بورت

۳- ترازوی یک کفه‌ای یا دوکفه‌ای

۴- ترازوی دقیق تجزیه‌ای

هدف: آشنایی با خطای دستگاهی در شیمی تجزیه

روش کار: به هر کدام از استوانه‌های مدرج ۵۰، ۱۰۰ و

۱۰۰ میلی لیتری مقدار ۱۵ میلی لیتر آب مقطر با استفاده از بورت منتقل نمایید و درجه استوانه‌ها را بخوانید این تفاوت مربوط

به خطای دستگاهی می‌باشد، خطای نسبی را برای هر استوانه محاسبه نمایید.

این آزمایش را ۵ بار و هر بار به ترتیب با ۱۵، ۲۰، ۲۵، ۲۸ و ۳۲ mL آب مقطر تکرار کنید و خطای نسبی حاصل از هر مرحله را به دست آورید.

در آزمایش دیگر، ۲g نمک طعام را به وسیله‌ی ترازوی یک کفه‌ای یا دوکفه‌ای موجود در آزمایشگاه وزن کنید. سپس این ۲ گرم نمک طعام را بر روی ترازوی دقیق تجزیه‌ای آزمایشگاه قرار داده و وزن آن را به دست آورید. از طریق مقایسه، خطای نسبی دستگاهی مربوط به ترازوی یک کفه‌ای یا دوکفه‌ای را تعیین کنید. این آزمایش را ۳ بار و هر بار با ۱/۵، ۳ و ۱ گرم سدیم کلرید تکرار کرده و در هر مرحله خطای نسبی دستگاهی را به دست آورید.



تشخیص نوع فلزها (گروه اول و دوم جدول تناوبی) در شعله

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش‌های این فصل بتواند:
- از روی رنگ شعله، نوع فلز و یون‌های فلزی را در یک ترکیب تشخیص دهد.

۱-۲- نورسنجی شعله‌ای^۱

نورسنجی شعله‌ای، روشی است که با افشاندن محلولی از نمونه به داخل یک شعله‌ی داغ انجام می‌شود. مهم‌ترین موارد کاربرد نورسنجی شعله‌ای در تشخیص سدیم و پتاسیم، مخصوصاً در بافت‌ها و سیالات زیستی بوده است.

۲-۲- تشخیص کانی‌ها (ترکیبات یونی) به وسیله‌ی مشاهده‌ی رنگ شعله

پودر برخی از کانی‌ها (ترکیبات معدنی یونی) بویژه آن‌هایی که از ترکیبات قلیایی یا قلیایی خاکی هستند (گروه اول و دوم جدول تناوبی)، شعله را به رنگ‌های مشخصی درمی‌آورند. با توجه به این رنگ‌ها، می‌توانیم عناصر موجود در کانی‌ها را تشخیص دهیم.

۳-۲- شناسایی فلزهای قلیایی در یک ترکیب به وسیله‌ی شعله

هدف: شناسایی فلزهای قلیایی از طریق رنگ شعله

مواد لازم

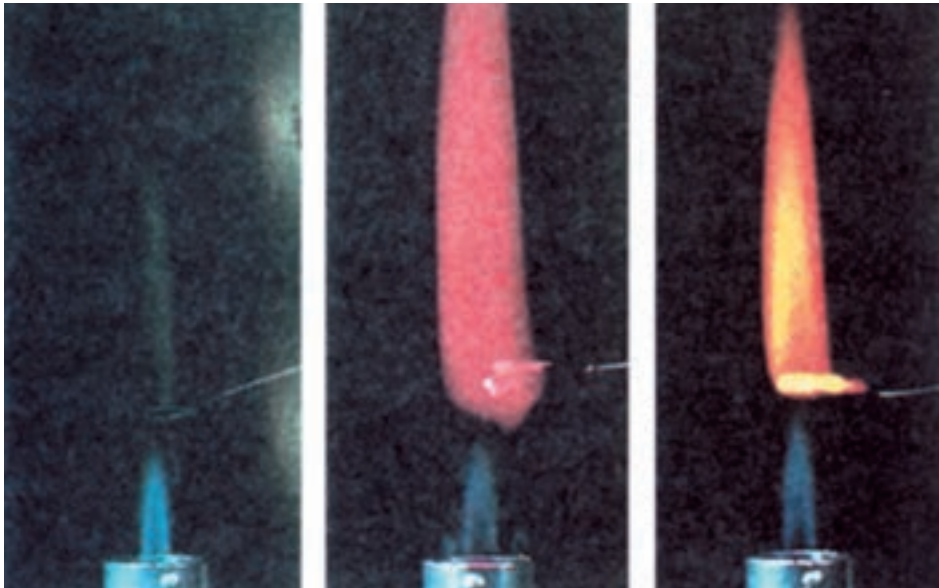
- ۱- نمک جامد لیتیم
- ۲- نمک جامد سدیم
- ۳- نمک جامد پتاسیم

۴- محلول HCl غلیظ

ابزار لازم

- ۱- شیشه‌ی ساعت
- ۲- میله‌ی پلاتین
- ۳- چراغ گاز بنسن
- ۴- قطره چکان

روش کار: مقداری (حدود ۵/۰ گرم) از یک نمک جامد لیتیم روی شیشه‌ی ساعت بریزید. یک سیم پلاتینی که انتهای آن به شکل S پیچانده شده است و دارای سطح زیادی می‌باشد، بردارید و به وسیله‌ی قطره چکان چند قطره محلول هیدروکلریک اسید غلیظ در انتهای این سیم بریزید. سپس آن را در نمک لیتیم جامد موجود در روی شیشه‌ی ساعت فرو برید. آن‌گاه انتهای سیم پلاتینی (قسمت S) را در بالای شعله‌ی (منطقه‌ی اکسیدان) چراغ مطابق شکل ۱-۲ قرار دهید و به رنگ شعله توجه نمایید. بر اثر گرما، لیتیم کلرید بخار شده، تجزیه می‌شود و شعله را رنگی می‌کند. این آزمایش را برای ترکیبات سدیم و پتاسیم و سایر ترکیبات فلزهای قلیایی انجام دهید و مشاهدات خود را گزارش نمایید. رنگ حاصل از هر نمک را به دقت در نظر بگیرید این رنگ مربوط به یون فلزی موجود در آن نمک است.



(ب)

(ب)

(الف)

شکل ۱-۲ - شناسایی ترکیبات فلزهای قلیایی خاکی به وسیله شعله الف - کلسیم، ب - استرانسیم و پ - باریم

مورد آزمایش می‌شوند. برای مثال سدیم که دارای رنگ زرد طلایی می‌باشد، باعث پوشاندن رنگ بنفش پتاسیم، رنگ ارغوانی لیتیم، رنگ قرمز استرانسیم و رنگ نارنجی کلسیم می‌شود. این قبیل اشعه‌ی مزاحم را می‌توان به وسیله‌ی صفحات شیشه‌ای رنگی جذب کرد. مانند یک شیشه‌ی آبی کبالت و یک شیشه‌ی سبز کروم که از عبور اشعه‌ی سدیم جلوگیری می‌کند. در صورتی که سایر شعاع‌های نورانی از آن عبور می‌کنند، برای این عمل شیشه‌ی رنگی را بین چشم و شعله نگاه می‌دارند. اگر اثر اشعه‌ی مزاحم زیاد باشد می‌توان دو شیشه‌ی رنگی را روی هم قرار داد.

مهم‌ترین عناصری که رنگ شعله را تغییر می‌دهند، به شرح زیر می‌باشند:

شعله‌ی قرمز

ترکیبات لیتیم - قرمز ارغوانی
 ترکیبات کلسیم - قرمز نارنجی
 ترکیبات استرانسیم - قرمز آتشی

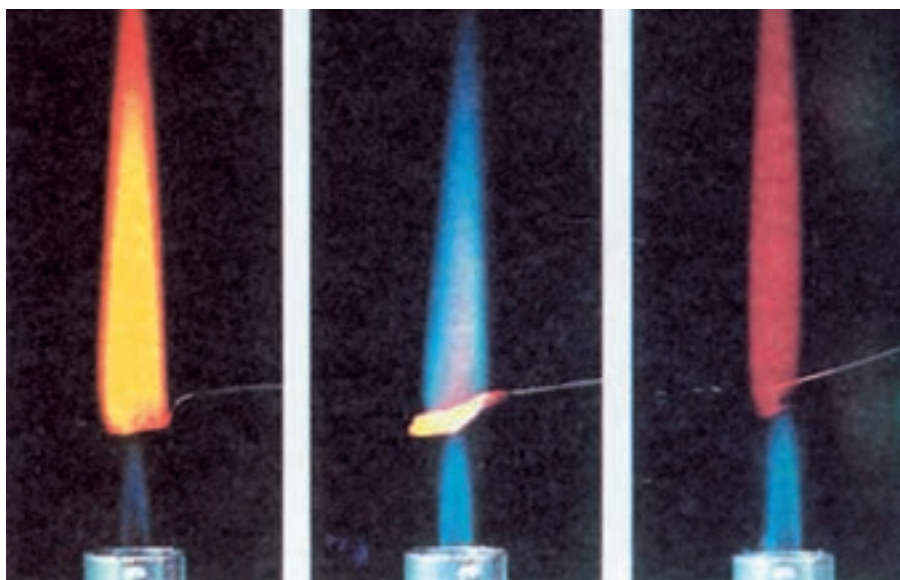
۴-۲ - شناسایی فلزهای قلیایی خاکی در یک ترکیب به وسیله شعله
 هدف: شناسایی یک فلز قلیایی خاکی از روی رنگ شعله

مواد لازم

- ۱- نمک جامد کلسیم
 - ۲- نمک جامد استرانسیم
 - ۳- نمک جامد باریم
 - ۴- نمک جامد منیزیم
- ابزار لازم
- ۱- شیشه‌ی ساعت
 - ۲- میله‌ی پلاتین
 - ۳- چراغ گاز بنسن
 - ۴- قطره چکان

روش کار: مانند روش کار ۳-۲ این آزمایش را مطابق

شکل ۲-۲ انجام دهید و مشاهدات خود را گزارش نمایید. برخی از ترکیبات فلزی حتی به مقدار کم اگر با جسم مورد آزمایش مخلوط شده باشند، موجب پوشاندن رنگ فلز



(الف) (ب) (پ)

شکل ۲-۲ - رنگ شعله با ترکیبات الف - سدیم، ب - پتاسیم و پ - لیتیم

ترکیبات روی - سبز مایل به آبی

شعله‌ی بنفش

ترکیبات پتاسیم - بنفش

شعله‌ی آبی

ترکیبات مس - آبی آسمانی (در صورتی که با HCl

ترکیبات مس - سبز زمردی (بدون مرطوب کردن با HCl) مرطوب شود)

ترکیبات آرسنیک - آبی کمرنگ

ترکیبات بور - سبز روشن (با استفاده از H_2SO_4)

ترکیبات سرب - آبی کمرنگ (کبود)

ترکیبات تلور - سبز مایل به آبی کمرنگ

ترکیبات آنتیموان - سبز مایل به آبی کمرنگ

شعله‌ی زرد

ترکیبات سدیم - زرد پررنگ

شعله‌ی سبز

ترکیبات باریم - سبز مایل به زرد

ترکیبات مولیبدن - سبز مایل به زرد

پرسش و تمرین

۱- چگونه می‌توان مخلوطی از نمک‌های سدیم و پتاسیم را به وسیله‌ی آزمایش شعله شناسایی کرد؟

توضیح دهید.

۲- اگر آب شیر فقط دارای املاح محلول سدیم و کلسیم باشد، چگونه می‌توان یون‌های Ca^{2+} و Na^{+}

موجود در این آب را شناسایی کرد؟ توضیح دهید.



شناسایی برخی از کاتیون‌ها و آنیون‌های مشهور به کمک شناساگر مناسب

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

- ۱- کاتیون‌ها و آنیون‌های مشهور را شناسایی نماید.
- ۲- کاتیون‌ها و آنیون‌ها را در نمونه‌ی مجهول شناسایی کند.

۱-۳- تجزیه‌ی کیفی^۱

در این روش کاتیون‌ها و آنیون‌ها از نظر خواص مشترکی که بین خود دارند به چند گروه تقسیم می‌شوند. که تجزیه‌ی کیفی شامل تجزیه‌ی گروهی براساس خاصیت مشترک آن گروه و شناسایی تک تک یون‌ها براساس خاصیت شیمیایی هر یک از آن‌هاست. در این کتاب به شناسایی کاتیون‌های گروه I و چند آنیون مشهور اکتفا می‌کنیم و تحقیق بیش‌تر در مورد گروه‌های دیگر را به عهده‌ی هنرجویان علاقه‌مند می‌گذاریم.

در اینجا دو هدف داریم: نخست اینکه نشان دهیم، چگونه با استفاده از خواص یون‌های مثبت و منفی می‌توانیم به وجود آن‌ها در محلول پی ببریم. دوم اینکه بعضی از واکنش‌های مطرح شده در فصل‌های قبل را مرور کنیم و آن‌ها را به کار بندیم. به عنوان مثال واکنش‌های مربوط به ثابت حاصل ضرب حلالیت و ...

مطالعه‌ی این واکنش‌ها شما را با برخی از واکنشگرهای شیمیایی متداول و خواص آن‌ها آشنا می‌کند.

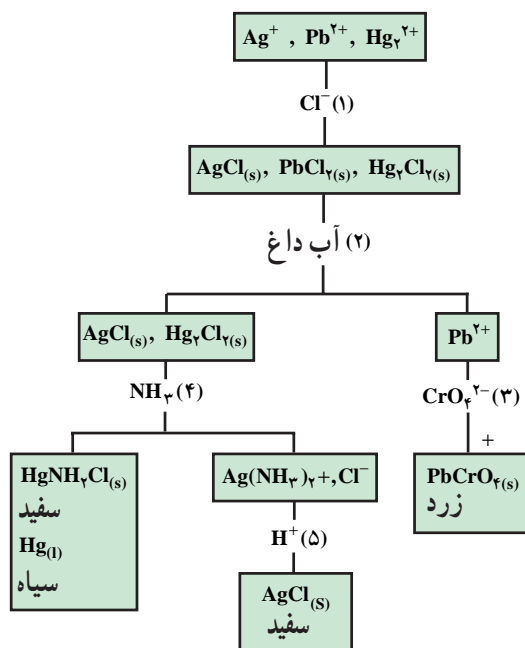
۲-۳- شناسایی کاتیون‌های گروه I (گروه نقره)

همان‌طور که می‌دانید، کاتیون‌های این گروه از مجهول عمومی با افزایش محلول HCl جدا می‌شوند. این یون‌ها به صورت کلریدهای AgCl، PbCl₂ و Hg₂Cl₂ رسوب می‌کنند. آن‌گاه بر روی این رسوب باید واکنش انجام داد تا کاتیون‌های آن از یکدیگر جدا و شناسایی شوند.

تاکنون با برخی از روش‌های متداول تجزیه‌ی کمی آشنا شده‌اید. در تجزیه‌ی کمی در صدد یافتن مقدار یک جسم معین در یک نمونه بودیم. آنچه که در تجزیه‌ی کمی مطرح بود، تعیین مقدار یا غلظت یک جسم در یک نمونه بود.

در تجزیه‌ی کیفی مسأله کاملاً تفاوت دارد. در اینجا می‌خواهید اجزای تشکیل دهنده‌ی نمونه را بشناسید. اگر شما با یک ماده‌ی خالص سر و کار داشته باشید، کار بسیار آسان است تنها کاری که باید انجام دهید، شناسایی آن ماده است. در تجزیه‌ی کیفی، اغلب بر روی یک مخلوط کار می‌کنند. در این صورت، همه‌ی اجزای مخلوط را باید جدا و شناسایی کرد. در فصل قبل یکی از روش‌های تجزیه‌ی کیفی (نورسنجی شعله‌ای) مورد بحث قرار گرفت.

در این فصل، روش کار تجزیه‌ی کیفی را در محلول‌های آبی دارای یون‌های مثبت (کاتیون‌ها) و یون‌های منفی (آنیون‌ها) بررسی خواهیم کرد. این نوع تجزیه در یک آزمایشگاه صنعتی، مثلاً در یک کارخانه‌ی صنایع شیمیایی با بررسی خواص فیزیکی این یون‌ها از طریق یک دستگاه انجام می‌شود که در دوره‌ی کاردانی یا کارشناسی با این گونه دستگاه‌ها آشنا خواهید شد. اما، در این دوره از درس شیمی تجزیه و در این فصل، بر روی روشی تأکید خواهیم کرد، که به خواص شیمیایی یون‌ها بستگی دارد.



شکل ۱-۳- نگاره‌ی جریان تجزیه‌ی یون‌های مثبت گروه I

محللول Cl^- ۱M^o بریزید. سپس ۷ تا ۸ قطره محللول ۱/۰^o مولار $AgNO_3$ اضافه کنید. تشکیل رسوب سفید $AgCl$ حضور آنیون Cl^- را اعلام می‌کند. این آزمایش را برای وجود یون Cl^- در آب شیر آزمایشگاه انجام دهید. جامد تشکیل شده کمی در محللول رقیق نیتریک اسید حل می‌شود ولی به‌طور کامل در محللول ۶M NH_3 حل می‌شود. آزمایش کنید و معادلات واکنش‌ها را بنویسید.

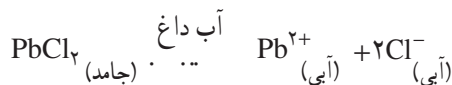
۲- شناسایی آنیون Br^-

روش کار: ۱۰ قطره از محللول ۱M Br^- را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و با ۴ قطره محللول ۳M HNO_3 محللول را اسیدی نمایید. سپس ۵ تا ۶ قطره محللول ۱M $AgNO_3$ اضافه کنید و به رنگ رسوب تشکیل شده نگاه کنید. اگر رسوبی تشکیل نشد، یون Br^- وجود ندارد اگر رسوب زرد $AgBr$ تشکیل شد، وجود یون Br^- اثبات می‌شود. این رسوب کمی در محللول HNO_3 و کمی در محللول NH_3 حل می‌شود. معادلات واکنش‌ها را بنویسید.

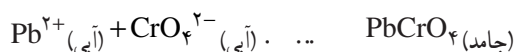
۳- شناسایی آنیون I^-

روش کار: برای شناسایی آنیون I^- مانند دستور کار شناسایی Br^- عمل کنید. رسوب زرد کم‌رنگ AgI که در

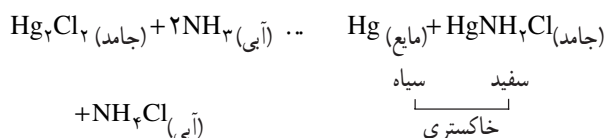
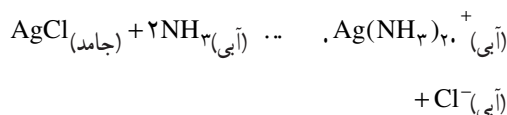
نخستین مرحله، گرم کردن رسوب با آب داغ است. تنها $PbCl_2$ در آب داغ محللول است.



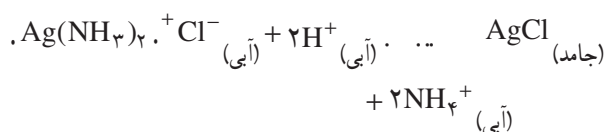
به این ترتیب کاتیون Pb^{2+} از دو کاتیون دیگر جدا شده وارد محللول می‌شود. به محللول داغ یون کرومات، CrO_4^{2-} اضافه می‌کنیم. تشکیل رسوب زرد $PbCrO_4$ حضور یون‌های Pb^{2+} را تأیید می‌کند.



حالا رسوب دارای کلریدهای $AgCl$ و Hg_2Cl_2 می‌باشد. رسوب را تحت اثر محللول ۶M NH_3 قرار می‌دهیم، رسوب $AgCl$ با تشکیل کمپلکس در آمونیاک حل می‌شود. اما رسوب Hg_2Cl_2 در NH_3 دو ماده‌ی نامحللول تشکیل می‌دهد، یکی Hg و دیگری $HgNH_2Cl$.



برای پی بردن به حضور کاتیون Ag^+ به محللول کمپلکس اسید اضافه می‌کنیم. در این صورت یون کمپلکس می‌شکند و مجدداً $AgCl$ رسوب می‌کند.



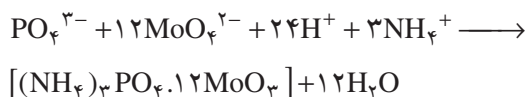
به‌نگاره‌ی جریان تجزیه‌ی کیفی کاتیون‌های گروه I در شکل ۱-۳ توجه نمایید.

۳-۳- شناسایی آنیون‌ها (یون‌های منفی)

۱- شناسایی آنیون Cl^-

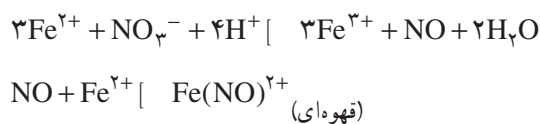
روش کار: در یک لوله‌ی آزمایش $\frac{1}{4}$ mL (۱۰ قطره)

اسیدی کنید. ۳ تا ۴ قطره محلول آمونیوم مولیبدات اضافه نمایید. خوب هم بزنید اگر لازم باشد برای مدت ۲ دقیقه در یک بن ماری حرارت دهید. تشکیل رسوب زرد آمونیم فسفومولیبدات وجود یون فسفات را اثبات می کند.



۸- شناسایی آنیون نیترات، NO_3^-

روش کار: در یک لوله‌ی آزمایش ۵ قطره محلول NO_3^- ۰/۱M بریزید، سپس ۱۰ قطره محلول H_2SO_4 ۱۸M به آن اضافه کنید. کاملاً هم بزنید و لوله‌ی آزمایش را سرد کنید. به دقت ۶ تا ۸ قطره محلول (تازه تهیه شده) FeSO_4 ۰/۱M بیفزایید. بگذارید که محلول Fe^{3+} در بالای محلول اسیدی شناور گردد. مدت ۱ تا ۲ دقیقه بماند. رنگ قهوه‌ای که در ناحیه‌ی ارتباط دو لایه تشکیل می‌شود، به دلیل تشکیل یون کمپلکس آهن (II) نیتروزیل به فرمول $\text{Fe}(\text{NO})^{2+}$ وجود یون نیترات را ثابت می کند.



۴-۳- شناسایی چند کاتیون و آنیون مجهول

مواد لازم

- ۱- محلول‌های مجهول با یک، دو یا سه کاتیون
- ۲- محلول‌های مجهول با یک یا دو آنیون
- ۳- شناساگرهای اسید - باز

ابزار لازم

- ۱- لوله‌ی آزمایش معمولی
- ۲- لوله‌ی سانتیفیوژ
- ۳- دستگاه سانتیفیوژ

۴- بن ماری

۵- قطره چکان

نیتریک اسید و آمونیاک نامحلول است تشکیل می‌شود. آزمایش کنید و معادله‌ی واکنش را بنویسید.

۴- شناسایی آنیون سولفات، SO_4^{2-}

روش کار: در یک لوله‌ی آزمایش کمی از Na_2SO_4 جامد را در ۱mL آب مقطر حل کنید یا ۱/۲ mL محلول Na_2SO_4 ۰/۱M در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. سپس ۱۰ قطره محلول Ba^{2+} ۰/۱M اضافه کنید. رسوب سفید BaSO_4 که تشکیل می‌شود، وجود آنیون SO_4^{2-} را اثبات می‌کند. این رسوب بسیار کم در محلول رقیق HNO_3 حل می‌شود. معادلات واکنش‌ها را بنویسید.

۵- شناسایی آنیون سولفیت، SO_3^{2-}

روش کار: مانند روش کار ۴، ۱/۲ mL محلول SO_3^{2-} ۰/۱M در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. سپس ۱۰ قطره محلول Ba^{2+} ۰/۱M بیفزایید. رسوب سفید BaSO_3 که تشکیل می‌شود به آن ۵ قطره محلول HNO_3 ۳M اضافه کنید و کاغذ آغشته به محلول پتاسیم پرمنگنات را بالای آن بگیرید. بی‌رنگ شدن کاغذ بنفش آغشته به محلول پتاسیم پرمنگنات حضور SO_3^{2-} را اعلام می‌نماید و وجود SO_4^{2-} حضور یون سولفیت، SO_4^{2-} را اثبات می‌کند. معادلات واکنش‌ها را بنویسید.

۶- شناسایی آنیون کربنات، CO_3^{2-}

روش کار: در یک لوله‌ی آزمایش ۱/۲ mL محلول CO_3^{2-} ۰/۱M بریزید. سپس ۱۰ قطره محلول Ba^{2+} ۰/۱M اضافه کنید. تشکیل رسوب سفید BaCO_3 وجود آنیون CO_3^{2-} را اثبات می‌کند. به رسوب درون لوله‌ی آزمایش ۵ قطره محلول HNO_3 ۳M بیفزایید و فوری گاز CO_2 حاصل را به درون لوله‌ی آزمایش دارای محلول $\text{Ca}(\text{OH})_2$ هدایت کنید. تشکیل رسوب سفید کلسیم کربنات وجود گاز CO_2 را تأیید می‌کند و حضور گاز CO_2 وجود یون کربنات را در محلول اولیه اثبات می‌کند. معادلات واکنش‌ها را بنویسید.

۷- شناسایی آنیون فسفات، PO_4^{3-}

روش کار: ۱/۲ mL محلول ۰/۱ مولار یون فسفات را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید. با ۴ قطره محلول HNO_3 ۳M



شکل ۲-۳

روش کار: محلول مجهولی در اختیار شما قرار می‌گیرد، کاتیون‌ها و آنیون‌های آن را با توجه به روش کار داده شده شناسایی کنید. در هر مرحله برای جدا کردن رسوب از بقیه‌ی محلول، می‌توانید از دستگاه سانتریفوژ استفاده کنید.

پرسش و تمرین

- ۱- برنج آلیاژی است از مس و روی، اگر آن را در نیتریک اسید گرم کنیم حل می‌شود. انتظار دارید که در محلول به دست آمده چه یون‌هایی موجود باشد؟
- ۲- معادلات موازنه شده‌ی واکنش‌های زیر را بنویسید.



- ۳- رسوبی از گروه I در آب داغ کاملاً محلول است. کدام یون‌ها در محلول وجود دارد؟ کدام یون‌ها در محلول وجود ندارد؟
- ۴- چگونه می‌توان Cl^- را از I^- تشخیص داد؟ معادلات واکنش‌ها را بنویسید.
- ۵- خاصیت مشترک کاتیون‌های گروه I چیست؟
- ۶- بیان کنید هریک از جداسازی‌های زیر بر چه اساسی قرار دارد؟
الف) جدا کردن یون‌های Pb^{2+} از یون‌های نقره و جیوه (I)
ب) جدا کردن یون‌های نقره از یون‌های جیوه (I)
- ۷- از مقایسه K_{sp} نمک‌های AgCl و AgI چه نتیجه‌ای می‌گیرید؟

فعالیت

در مورد گروه‌های دیگر یون‌ها تحقیق کنید. سپس به سؤالات زیر پاسخ دهید:

۱- هرگاه محلول آمونیاک به محلول Mg^{2+} اضافه شود، رسوب تشکیل خواهد شد. الف) فرمول آن رسوب را بنویسید.

ب) یون‌های منفی از کجا به دست می‌آیند؟

۲- برای تشخیص یون NH_4^+ چه آزمایشی باید انجام داد؟

۳- ترکیبات زیر را چگونه تشخیص می‌دهید؟

الف) $Al(OH)_3$ ، $AlCl_3$

ب) $Zn(OH)_2$ ، $Al(OH)_3$

ج) $ZnCl_2$ ، $MgCl_2$

د) $Cu(OH)_2$ ، CuS

۴- چگونه می‌توان مخلوط $MgCl_2$ و $CaCl_2$ را از یکدیگر جدا نمود؟ معادلات واکنش‌ها را بنویسید.



استاندارد کردن محلول‌ها و سنجش حجمی^۱ اسید – باز

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

- ۱- محلولی با غلظت مشخص تهیه کند.
- ۲- غلظت محلول تهیه شده را با استفاده از محلول استاندارد مورد سنجش قرار دهد.
- ۳- واکنش خنثی شدن را تعریف کند.
- ۴- با انتخاب شناساگر مناسب عیارسنجی اسید و باز را انجام دهد.

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 به وسیله‌ی محلول‌های استاندارد اولیه استاندارد شده‌اند.

۴-۱- **تهیه‌ی محلولی با غلظت معین و سنجش آن با یک محلول استاندارد**
استاندارد کردن به معنای سنجش غلظت دقیق محلول‌هاست. در بسیاری از آزمایش‌ها داشتن محلولی که غلظت دقیق آن را بدانیم لازم و ضروری است و احتمالاً کلیه‌ی

مطالعه‌ی آزاد

- موادی که به عنوان استاندارد اولیه مورد استفاده قرار می‌گیرند باید دارای ویژگی‌های زیر باشند:
- الف – دارای درجه‌ی خلوص بالا باشند.
 - ب – در حلال به عنوان مثال در آب تولید محلول حقیقی نمایند.
 - ج – در مقابل عوامل جوّی پایدار باشند.
 - د – واکنش ماده‌ای که به عنوان استاندارد اولیه به کار می‌رود، باید نسبت به محلول مورد سنجش کامل بوده (قوانین برتوله) و تعادلی نباشد.
 - هـ – تا سرحدّ ممکن جاذب الرطوبه نباشد.
 - و – ارزان قیمت باشد.
 - ز – در محیط تیتراسیون (عیارسنجی)، حل شود.
 - ح – دارای وزن مولکولی بالا باشد تا خطاهای ناشی از وزن کردن به حدّ اقل برسد.
- تعداد موادی که به عنوان استاندارد اولیه به کار می‌روند غالباً محدود است و معمولاً برای استاندارد کردن 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.

۱- Titration

۲- Benzoic acid, C_6H_5COOH

۳- $KHC_8H_4O_6$

۴- $K_2C_2O_4$

۵- $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$

۲-۴- آزمایش تهیه‌ی محلول هیدروکلریک اسید و استاندارد کردن آن با محلول سدیم کربنات

مواد لازم

۱- هیدروکلریک اسید غلیظ

۲- سدیم کربنات

۳- فنل فتالین

۴- متیل اورانژ (هلیانتین)

ابزار لازم

۱- بی پت مدرج ۵mL

۲- بورت ۵۰ mL

۳- اسپاتول

۴- ترازوی دقیق با دقت ۰/۰۱g

هدف: آشنایی با تهیه‌ی محلول‌ها و استاندارد کردن آن‌ها.

روش کار: با توجه به مشخصات روی ظرف هیدروکلریک

اسید تجارتي غلیظ، از آن در یک بالن حجمی (بالن ژوزه)،

۱۰۰ mL یا ۲۵۰ mL محلول $\frac{N}{10}$ به شرح زیر تهیه نماید:

به عنوان مثال، اگر این اسید تجارتي با غلظت ۳۷٪ وزنی

خالص باشد و با وزن حجمی ۱/۱۹g/mL باشد. به این ترتیب،

وزن یک میلی لیتر (۱mL) از این اسید ناخالص برابر ۱/۱۹g است،

که وزن اسید خالص در آن را که با x نشان می‌دهیم برابر است با:

خالص	ناخالص	
۳۷g	۱۰۰g	
x	۱/۱۹	→ x = ۰/۴۴۰۳g

و در یک لیتر این اسید ۴۴۰/۳g اسید خالص وجود دارد.

اکنون کوشش می‌کنیم تا نرمالیت 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.

$$\text{مول } 12 = \frac{36}{5} = \frac{440}{3}$$

یعنی مولاریته‌ی آن برابر ۱۲ است که به صورت ۱۲M

نشان داده می‌شود. رابطه‌ی بین مولاریته و نرمالیت عبارت است

از: $M = \frac{N}{n}$ که در آن M مولاریته، N نرمالیت و n ظرفیت

اسید است و چون اسید یک ظرفیتی می‌باشد، نرمالیت با مولاریته‌ی

آن برابر است. یعنی این اسید ۱۲N می‌باشد. حال از آن ۲۵

میلی لیتر محلول $\frac{N}{10}$ به شرح زیر تهیه کنید:

$$N_1 = 12, V_1 = ? \quad N_2 = 0.1, V_2 = 250 \text{ mL}$$

$$N_1 V_1 = N_2 V_2 \quad \text{با استفاده از رابطه‌ی}$$

$$12 \times V_1 = 0.1 \times 250, \quad V_1 = 2.08 \approx 2.1 \text{ mL}$$

بدین ترتیب ۲/۱ mL هیدروکلریک اسید غلیظ ۳۷٪ وزنی

با $d = 1.19 \text{ g/mL}$ را به وسیله‌ی یک بی پت مدرج به یک بالن

حجمی ۲۵۰ mL که قبلاً تمیز شده است و در آن در حدود

۲۰ mL آب مقطر ریخته‌اید منتقل نمایید. سپس با به هم زدن آنقدر

آب مقطر 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 نرمالیت‌ی

تقریبی ۰/۱ تهیه کرده‌اید.

برای استاندارد کردن محلول اسید تهیه شده، از محلول

سدیم کربنات استاندارد که از مسئول آزمایشگاه تحویل می‌گیرید

استفاده کنید.

برای ادامه‌ی این آزمایش ۱۰ mL محلول استاندارد را

به کمک بی پت ۱۰ میلی لیتری به داخل یک ارلن منتقل کنید و

دو قطره فنل فتالین به آن بیفزایید، سپس یک بورت ۵۰ میلی لیتری

را از محلول اسید تهیه شده پر کنید و آن را روی صفر تنظیم

نمایید. سپس به تدریج با دقت از محلول اسید داخل بورت

به محلول داخل ارلن اضافه کنید و مخلوط حاصل را به آرامی به

هم بزنید و این کار را تا از بین رفتن رنگ ارغوانی محلول

داخل ارلن ادامه دهید. پس از آن حجم محلول اسید به کار رفته

را به دقت یادداشت کنید.

اگر نرمالیت سدیم کربنات استاندارد به کار رفته N باشد و

حجم اسید مصرفی V_1 باشد، آنگاه از معادله‌ی زیر برای محاسبه

نرمالیت‌ی اسید (N.) استفاده کنید.

$$N \times 10 = V_1 \times N_1 \quad N_1 = \frac{10 \times N}{V_1}$$

بورت را با گیره‌ی دوشاخه‌ی مخصوص بورت به میله‌ی

پایه نصب کنید. مقداری آب مقطر 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 به آرامی و با فشار محلول خارج شود.^۱ وقتی که عدد بورت خوانده می‌شود، چشم شما باید در امتداد سطح زیرین محلول موجود در بورت قرار گیرد.

شکل ۴-۱ یک نمونه سنجش حجمی را نشان می‌دهد.



شکل ۴-۱

۳-۴- آزمایش خنثی شدن یک محلول اسید با یک محلول باز و برعکس با توجه به انتخاب شناساگر مناسب اسیدسنجی^۲ و قلیاسنجی^۳

مواد لازم

۱- ۳۰۰ mL آب مقطر

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

۳- ۲۵ mL محلول NaOH ۱M

۴- ۱ mL محلول فنل فتالین

۵- ۷۵ mL محلول H_2SO_4 به غلظت مجهول

ابزار لازم

۱- بورت ۵۰ mL

۲- بی پت ۵ mL

۳- ارلن ۲۵۰ mL یا ۵۰۰ mL

۴- بشر ۲۵۰ mL

۵- پایه و میله و گیره‌ی بورت

۶- قطره چکان

در تیتراسیون اسید- باز، تعداد اکی‌والان اسید که وارد واکنش می‌شود، درست برابر با تعداد اکی‌والان‌های باز است از این رو

(۱) تعداد اکی‌والان اسید = تعداد اکی‌والان باز

رابطه‌ی (۱) را می‌توان به صورت زیر نوشت:

$$N_{\text{باز}} \times V_{\text{باز}} = N_{\text{اسید}} \times V_{\text{اسید}} \quad (2)$$

هدف: تعیین غلظت یک محلول باز به وسیله‌ی یک

محلول اسید استاندارد و برعکس، با روش تیتراسیون از طریق واکنش خنثی شدن.

آزمایش ۱- استاندارد کردن محلول سود: ۱۰ mL

محلول استاندارد سولفوریک اسید یا هیدروکلریک اسید را با

استوانه‌ی مدرج ۱۰ mL بردارید و درون یک ارلن مایر ۱۲۵ mL

یا ۲۵۰ mL بریزید^۴. نرمالیتی‌ی این محلول اسیدی را یادداشت

کنید. دو قطره محلول فنل فتالین 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 آفندر بیفزایید تا رنگ صورتی

کمرنگ (ارغوانی) ظاهر شود. حجم بورت را خوانده و

یادداشت نمایید. این آزمایش را ۳ بار دیگر تکرار کرده و نرمالیتی‌ی

محلول بازی را محاسبه نمایید.

آزمایش ۲- تعیین نرمالیتی‌ی یک محلول اسید

مجهول به وسیله‌ی محلول استاندارد سود: ۱۰ mL از یک

محلول اسیدی با نرمالیتی‌ی مجهول بردارید. حجم این محلول

را با آب مقطر به ۱۰۰ mL (چرا؟) رسانده و خوب هم بزنید. سپس

۲۵ mL از این محلول را در یک ارلن مایر بریزید و دو قطره

نام معرف	رنگ	pH ناحیه‌ی تغییر رنگ
متیل اورانژ (نارنجی متیل یا هلیاتین)	از قرمز به زرد	از ۳/۲-۴/۴
قرمز متیل	از قرمز به زرد	از ۴/۲-۶/۳
فنل فتالتین	از بی‌رنگ به ارغوانی	از ۸/۲-۱۰/۸
تورنسل	از گلی به آبی	از ۵/۵-۸/۵
برموتیمول آبی	از زرد به آبی فیروزه‌ای	از ۶/۶-۷/۶
تیمول فتالتین	از بی‌رنگ به آبی	از ۹/۴-۱۰/۶



pH ۸/۲

pH ۱۰/۰

فنل فتالتین



pH ۶/۰

pH ۷/۶

برموتیمول آبی



pH ۴/۴

pH ۳/۲

متیل اورانژ



pH ۹/۴

pH ۱۰/۶

تیمول فتالتین

شکل ۲-۴ رنگ‌های برخی از شناساگرهای معمولی اسید- باز در pH های مختلف (محیط‌های اسیدی و قلیایی)

رابطه‌ای که برای محاسبه مورد استفاده قرار می‌گیرد، رابطه‌ی :

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

می‌باشد.

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

پاسخ نامه

- ۱- محلول استاندارد H_2SO_4 N
- ۲- محلول استاندارد HCl N
- ۳-۱ استاندارد کردن محلول NaOH
- اسید استاندارد باز
- عدد نهایی بورت mL mL
- عدد اولیه ی بورت mL mL
- حجم محلول mL mL
- ۳-۲ عدد نهایی بورت mL mL
- عدد اولیه ی بورت mL mL
- حجم محلول mL mL
- ۴- نرمالیتته ی محلول NaOH
- مرحله ی ۱ # N N مرحله ی ۲ # N
- میانگین N
- ۵-۱ استاندارد نمودن محلول اسید مجهول
- محلول اسید باز استاندارد
- عدد نهایی بورت mL mL
- عدد اولیه ی بورت mL mL
- حجم محلول mL mL
- ۵-۲ عدد نهایی بورت mL mL
- عدد اولیه ی بورت mL mL
- حجم محلول mL mL
- ۶- نرمالیتته ی محلول اسید
- مرحله ی ۱ # N N مرحله ی ۲ # N
- میانگین N

۴-۴ تعیین مقدار اسید در سرکه

مقدار کل اسید سرکه را می توان به وسیله ی سنجش حجمی با محلول استاندارد باز تعیین کرد. با اینکه اسیدهای دیگری نیز وجود دارند، اما نتایج سنجش حجمی را معمولاً برحسب استیک اسید که اسید اصلی سرکه است، گزارش می کنند.

مواد لازم

۱- سرکه

۲- NaOH، ۱N، استاندارد شده

۳- فنل فتالین

ابزار لازم

- ۱- بورت، پایه و گیره
- ۲- بی پت
- ۳- بالون حجمی ۲۵ mL
- ۴- ارلن
- ۵- قطره چکان

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 آن را به یک ارلن منتقل کنید. ۲ قطره فنل فتالین بیفزایید تا ظاهر شدن 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.

$$\text{CH}_3\text{COOH} + \text{NaOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COONa} + \text{H}_2\text{O}$$
مقدار کل اسید را به صورت گرم‌های CH_3COOH در ۱۰۰mL نمونه (W/V) محاسبه کنید.

پرسش و تمرین

- ۱- فرض کنید یک هنرجوی رشته‌ی صنایع شیمیایی بعد از سنجش حجمی نرمالیتی‌ی یک محلول بازی را به جای ۰/۱۳N مقدار ۰/۱۵N گزارش کرده است. این خطا چه اثری در نرمالیتی‌ی محلول اسیدی با نرمالیتی‌ی مجهول خواهد داشت؟
- ۲- چند میلی‌لیتر محلول سود ۰/۱۷N برای خنثی کردن ۲۵/۵mL محلول هیدروکلریک اسید ۰/۱۲N لازم است؟
- ۳- چند میلی‌لیتر محلول NaOH ۰/۱۲N برای سنجش ۹۰mg از یک اسید یک عاملی (منوپروتیک) با جرم مولکولی ۴۰ لازم است؟
- ۴- نرمالیتی‌ی محلولی را که با افزودن ۱/۶۰ گرم اسید پرسش شماره‌ی ۳ در تهیه‌ی محلولی به حجم ۴۰۰mL به کار رفته است، به دست آورید.
- ۵- جرم ۲/۶meq از اسید سؤال شماره‌ی ۳ را تعیین کنید.



تعیین pH محلول چند ترکیب که هیدرولیز می‌شوند و تهیه‌ی محلول‌های تامپون و کاربرد آن

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

۱- با توجه به مفهوم pH، چند ترکیب را که هیدرولیز می‌شوند، تعیین کند.

۲- مفهوم هیدرولیز را توضیح دهد.

۳- محلول‌های تامپون را تهیه کند.

۱-۵- آزمایش تعیین pH محلول‌های اسید و باز

مواد لازم

۱- هیدروکلریک اسید ۰/۰۱M

۲- محلول اسید ضعیف ۰/۰۱M

۳- سدیم هیدروکسید ۰/۰۱M

۴- محلول باز ضعیف ۰/۰۱M

۵- آب مقطر جوشیده

۶- کاغذ pH

۷- شناساگرهای متیل اورانژ- تورنسل - فنل فتالین-

برموتیمول آبی

ابزار لازم

۱- ۵ عدد لوله‌ی آزمایش و جا لوله‌ای

۲- قطره چکان

۳- بالن حجمی و بی‌پت

روش کار: ۵ لوله آزمایش تمیز بردارید و تا ارتفاع $\frac{1}{3}$

آن‌ها به ترتیب از محلول‌های فوق بریزید و در جا لوله‌ای قرار دهید (با استفاده از برچسب، هر محلول را در لوله مشخص کنید). سپس یک تکه کاغذ pH در هر یک از آن‌ها قرار دهید.

به کمک جدول رنگی روی جعبه کاغذ pH هر یک را مشخص کنید. سپس کاغذ pH را خارج کرده ۲ قطره متیل اورانژ به هر

یک از آن‌ها اضافه کنید با توجه به تغییر رنگ pH را تعیین کنید و در جدول ۱-۵ ثبت نمایید. سپس محتوای لوله‌ها را در محل

مناسب خالی کنید. پس از شستشو با آب مقطر، این عمل را برای شناساگرهای دیگر تکرار کنید و جدول را کامل کنید.

جدول ۱-۵

pH	برموتیمول آبی رنگ - pH	تورنسل رنگ - pH	فنل فتالین رنگ - pH	متیل اورانژ رنگ - pH
				HCl
				اسید ضعیف
				آب مقطر
				NaOH
				باز ضعیف

۲-۵ - آزمایش هیدرولیز^۱ (آبکافت)

مواد لازم

۱- سدیم کلرید

۲- سدیم استات

۳- مس (II) نیترات

۴- روی کلرید

۵ - سدیم سولفید

۶ - کاغذ pH و شناساگرهای آزمایش قبل

ابزار لازم

۱- ۵ لوله‌ی آزمایش و جالوله‌ای

۲- استوانه‌ی مدرج یا بالن حجمی برای تهیه‌ی محلول‌های

یک مولار از مواد فوق

۳-۲ - قطره چکان

روش کار: ۵ لوله آزمایش تمیز بردارید و در جالوله‌ای

قرار دهید. ۵mL محلول یک مولار سدیم کلرید در هر یک از

آن‌ها بریزید. یک تکه کاغذ pH در اولی قرار دهید و ۲ قطره از

شناساگرهای متیل اورانژ، فنل فتالین، تورنسل و برموتیمول آبی

را به ترتیب به لوله‌های بعدی اضافه کنید. سپس به دقت آن‌ها را

مشاهده کنید. با توجه به تغییر رنگ کاغذ pH و شناساگرهای

به کار برده شده، pH محلول را تعیین کنید و نتایج را در جدول

۲-۵ ثبت کنید.

این آزمایش را برای محلول‌های یک مولار بقیه‌ی مواد

فوق تکرار کنید و جدول ۲-۵ را کامل کنید.

جدول ۲-۵

pH	برموتیمول آبی	تورنسل	فنل فتالین	متیل اورانژ
				H ₂ O
				NaCl
				CH ₃ COONa
				Cu(NO ₃) ₂
				ZnCl ₂
				Na ₂ S

۳-۵ - آزمایش آمفوتریسم^۲

مواد لازم

۱- CaCl₂ ، ۱M

۲- ZnCl₂ ، ۰/۵M

۳- KAl(SO₄)₂ ، ۰/۲M

۴- NaOH ، ۶M

۵- HCl ، ۲M

ابزار لازم

۱- لوله‌ی آزمایش

۲- پی‌پت

روش کار: هر یک از محلول‌های CaCl₂ ، ZnCl₂ و

KAl(SO₄)₂ را برای بررسی آمفوتریسم به شرح زیر تست

نمایید. ۵ mL از محلول را در یک لوله‌ی آزمایش بریزید و

قطره‌قطره محلول سود به آن اضافه کنید تا هیدروکسید غیر محلول

رسوب نماید. رسوب حاصل را در دو لوله‌ی آزمایش دو قسمت

نمایید. به یکی محلول HCl و به دیگری محلول NaOH بیفزایید

و مشاهدات خود را ثبت نمایید.

۴-۵ - آزمایش تهیه‌ی محلول‌های تامپون و کاربرد آن

محلول‌هایی که شامل یک اسید ضعیف و نمک آن اسید

ضعیف مانند $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{CH}_3\text{COO}^- \text{Na}^+$ ، یا شامل یک باز ضعیف و نمک همان باز ضعیف، مانند، NH_4Cl و NH_4OH هستند و در برابر تغییرات pH مقاومت می‌کنند، محلول‌های بافر (تامپون) نامیده می‌شوند.

هدف: درک محلول‌های بافر و کاربرد آن با توجه

به مفهوم pH

مواد لازم

۱- استیک اسید

۲- سدیم استات

۳- بوراکس

۴- بوریک اسید، H_3BO_3

۵- سدیم کلرید

۶- کاغذ pH

ابزار لازم

۱- دستگاه pH متر

۲- بالن حجمی، ۵۰، ۱۰۰، و ۲۵۰ mL

روش کار: تهیه‌ی چند محلول بافر از pH (۴ تا ۹) به شرح

زیر:

الف - ابتدا محلول‌های زیر را در حجم ۱۰۰ میلی لیتر

تهیه نمایید.

۱- محلول $\text{N}/5$ استیک اسید

۲- محلول $\text{N}/5$ سدیم استات

۳- محلول $\text{M}/4$ بوراکس $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$.

۴- محلول $\text{M}/5$ بوریک اسید + NaCl

(H_3BO_3 ۴۰g / ۱۲ + NaCl ۲/۹۳g در یک لیتر).

۶ بطری را خوب تمیز و خشک کنید و روی آن‌ها

برچسب pH = ۴ تا pH = ۹ بچسبانید، با بورت، محلول‌هایی

با مشخصات زیر تهیه نمایید.

pH = ۴ : استیک اسید $\text{N}/5$ ۱۶/۴ mL + سدیم استات

$\text{N}/5$ ۳/۶ mL محلول

pH = ۵ : استیک اسید $\text{N}/5$ ۵/۹ mL + سدیم استات

$\text{N}/5$ ۱۴/۱ mL

pH = ۶ : استیک اسید $\text{N}/5$ ۰/۹ mL + سدیم استات

$\text{N}/5$ ۱۹/۱ mL

pH = ۷ : بوراکس $\text{M}/4$ ۱/۲ mL + NaCl

بوریک اسید $\text{M}/5$ ۱۸/۸ mL

pH = ۸ : بوراکس $\text{M}/4$ ۵/۵ mL + NaCl

بوریک اسید $\text{M}/5$ ۱۴/۵ mL

pH = ۹ : بوراکس $\text{M}/4$ ۱۶ mL + NaCl

بوریک اسید $\text{M}/5$ ۴ mL

pH هر کدام از محلول‌های فوق را می‌توانید به وسیله‌ی

کاغذ pH یا به وسیله‌ی دستگاه pH متر که قبلاً به طور دقیق

تنظیم شده است، تعیین کنید.

فعالیت

تغییرات PH هر یک از محلول‌های فوق را در مقابل افزایش اسید و یا باز بررسی کنید.

۵-۵ کاربرد محلول‌های بافر

۱- داروسازی ۲- بیوشیمی که در کتاب شیمی تجزیه

تشریح شده است ۳- کالیبره کردن pH متر. ضمناً با به کار بردن

یک محلول بافر با pH معین یک رسوب تشکیل و در pH دیگر

همان رسوب حل خواهد شد که در فصل ۶ مورد بررسی قرار

خواهد گرفت.

پرسش و تمرین

- ۱- از بررسی جدول ۱-۵ چه نتایجی به دست می‌آورد؟
- ۲- از بررسی جدول ۲-۵ چه نتایجی به دست می‌آورد؟
- ۳- در مورد آمفوتریسم برای Ca(OH)_2 ، Zn(OH)_2 و Al(OH)_3 مشاهدات خود را گزارش نمایید. چه نتیجه‌ای می‌گیرید؟
- ۴- نشان دهید محلولی که دارای $1/5$ گرم NaCl در 25mL محلول می‌باشد یک مولار است.
- ۵- واکنش بین 1 مول یون $\text{Al(H}_2\text{O)}_6^{3+}$ با 3 مول OH^- را با به کار بردن اصطلاح اسید و باز برونشند توضیح دهید.
- ۶- فرض کنید که عنصر M سه اکسید به فرمول‌های M_2O ، M_2O_3 و MO تشکیل می‌دهد که یکی از آن‌ها آمفوتر است. براساس مشاهدات خود در آزمایش بگویید که کدام یک آمفوتر است و چرا؟
- ۷- کدام یک از یون‌های ترکیب $\text{KAl(SO}_4)_3$ هیدرولیز می‌شوند؟ معادله یا معادلات واکنش هیدرولیز را برای آن بنویسید.
- ۸- مقادیر pH و pOH را برای محلول‌های بافر که غلظت‌های اجزای سازنده‌ی آن‌ها برابر و در جدول زیر مندرج شده است، به دست آورید.

محلول بافر	$\text{HNO}_2 + \text{NO}_2^-$	$\text{HCO}_2^- + \text{CO}_3^{2-}$	$\text{HCOOH} + \text{HCOO}^-$	$\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4^+$
pH	$3/29$	$10/31$		
pOH	$10/71$	$3/61$		

$$K_a(\text{HCOOH}) = 1/8 \times 10^{-4}, \quad \text{p}K_a = 3/75, \quad K_a(\text{NH}_4^+) = 5/7 \times 10^{-10}$$

- ۹- pH یک محلول بافر که از مخلوط شدن حجم‌های مساوی از محلول‌های $0/1\text{M}$ پروپانویک اسید ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$) و محلول $0/1\text{M}$ سدیم پروپانوات حاصل می‌شود، چه مقدار است؟

$$K_a = 1/3 \times 10^{-5} \text{ (پروپانویک اسید)}$$

- ۱۰- غلظت یون هیدروژن در یک محلول بافر به کدام صورت زیر درست است؟

$$\text{الف) } [\text{H}^+] = K_a [\text{نمک}] \quad \text{ب) } [\text{H}^+] = K_a [\text{اسید}]$$

$$\text{ج) } [\text{H}^+] = K_a [\text{اسید} + \text{نمک}] \quad \text{د) } [\text{H}^+] = K_a \frac{[\text{اسید}]}{[\text{نمک}]}$$

$$\text{ه) } [\text{H}^+] = \frac{[\text{نمک}]}{[\text{اسید}]}$$



قابلیت حل شدن و رسوب‌گیری

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

- ۱- قابلیت حل شدن هر ترکیب مانند اگسالیک اسید را تعیین نماید.
- ۲- با انجام آزمایش‌های رسوب‌گیری درصد یک عنصر را در یک ترکیب از طریق تجزیه‌ی وزنی به‌دست آورد.

در دمای C ۲۰ تنظیم شده است، قرار دهید. حدود نیم‌ساعت آن را هم بزنید.

پس از آن محلول به‌دست آمده را به حال خود بگذارید تا اسید حل نشده ته‌نشین شود. سپس به کمک یک پی‌پت ۵ میلی‌لیتری، ۵ میلی‌لیتر از محلول اشباع شفاف را به یک شیشه‌ی ساعت که قبلاً وزن شده است، منتقل کنید. سریع شیشه‌ی ساعت و محتویات آن را وزن کنید. آن‌گاه شیشه‌ی ساعت را روی حمام بخار قرار دهید و تا رسیدن به یک وزن ثابت خشک کنید، از روی وزن‌های محلول و اگسالیک اسید خشک، وزن آب را به‌دست آورده و از آنجا قابلیت حل شدن را برحسب گرم در ۱۰۰ g حلال در دمای مورد آزمایش محاسبه نمایید.

حلالیت اگسالیک اسید را در دماهای ۳۰، ۳۵، ۴۰، ۴۵ و C ۵۰ اندازه بگیرید. منحنی حلالیت را رسم کنید. اگر شکستی در منحنی حاصل می‌شود، آن را توجیه نمایید. از روی منحنی به دست آمده، قابلیت حل شدن اگسالیک اسید را در دماهای C ۲۷ و C ۶۰ به‌دست آورید.

۲-۶- آزمایش رسوب‌گیری

هدف: از طریق انجام این آزمایش، ضمن اینکه با فرآیند رسوب‌گیری آشنا می‌شوید، به‌وسیله‌ی سنجش وزنی (گراویمتری) می‌توانید با روش‌های رسوبی، درصد یک عنصر را در یک ترکیب

۱-۶- آزمایش قابلیت حل شدن اگسالیک اسید^۱ در آب

حلالیت یک ترکیب در آب معمولاً با تغییر دما، تغییر می‌کند. هر ترکیب حلالیت مربوط به خود را دارد. در این آزمایش، قابلیت حل شدن اگسالیک اسید را در دماهای متفاوت تعیین خواهید کرد. با انجام این کار به سادگی دمایی را که مخلوط‌های متفاوت اگسالیک اسید و آب محلول‌های سیر شده تشکیل می‌دهند، تعیین خواهید کرد.

هدف: درک مفهوم قابلیت حل شدن و شرایط حاکم بر آن و قابلیت حل شدن یک جامد در یک مایع در دماهای مختلف متفاوت است و معمولاً با افزایش دما قابلیت حل شدن جامد در مایع افزایش می‌یابد.

مواد لازم

۱- اگسالیک اسید

۲- آب مقطر

ابزار لازم

۱- شیشه‌ی ساعت

۲- بشر ۲۵۰ mL

۳- سرنگ ۵ mL یا پی‌پت فشنگی

روش کار: ۱۰۰ mL آب مقطر و ۳۰ g اگسالیک اسید را درون یک بشر ۲۰۰ mL بریزید. آن را روی حمام بخار که

۱- Solubility

۲- Oxalic acid, $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$

تعیین نمایید. این روش وقت زیادی می‌گیرد، اما دقیق است و منظور اصلی از رسوب‌گیری، جدا کردن فاز جامد خالص به شکل فشرده و متراکم آن است که بتوان به سادگی آن را صاف کرد.

مواد لازم

۱- سنگ نمک

۲- نقره نیترات ۱٪

۳- آب مقطر

۴- نیتریک اسید ۲۵٪

ابزار لازم

۱- بشر ۲۵۰ mL

۲- همزن شیشه‌ای

۳- کاغذ صافی

۴- قیف شیشه‌ای

۵- قیف بوختر

۶- ارلن بوختر

۷- ارلن ۲۵۰ mL

۸- پمپ خلأ

۹- خرطوم آبی

۱۰- گیره‌ی مدور و پایه‌ی مجهز به میله

۱۱- پی‌پت ۵ mL

روش کار: سنگ نمک، NaCl، طبیعی را در یک هاون

چینی تمیز و خشک نرم کنید. حدود ۴/۰ گرم آن را در یک بشر ۲۵۰ mL در ۱۰۰ mL آب مقطر در دمای آزمایشگاه حل کنید (بین ۳۰ C - ۲۵). سپس ۵ mL محلول نیتریک اسید ۲۵٪ اضافه نمایید و هم بزنید. با افزایش محلول نقره‌ی نیترات ۱٪، یون کلرید به صورت AgCl رسوب خواهد کرد. سپس تا نزدیکی نقطه‌ی جوش حرارت دهید. بعد از سرد کردن، فقط کمی محلول نقره نیترات اضافی باید افزوده شود؛ این مقدار اضافی را می‌توان به سهولت مشخص کرد. بدین ترتیب که پس از ته‌نشین شدن رسوب، در صورتی که رسوب جدیدی تشکیل نشود؛ چند قطره محلول نقره نیترات اضافه می‌شود. این واکنش تجزیه‌ای را در نور ملایم انجام دهید (چرا؟). مخلوط معلق را در حال هم‌زدن مداوم تا نزدیکی نقطه‌ی جوش گرما دهید، دمای محلول را در همین میزان حفظ کنید تا رسوب لخته شود و محلول روی آن زلال شود (۲ تا ۳ دقیقه). با افزودن چند قطره محلول نقره نیترات به محلول بالای رسوب، مطمئن شوید که تشکیل رسوب کامل شده است. اگر رسوبی تشکیل نشد، آن را صاف کنید و دوبار، هر بار با ۱۰ mL محلول سدیم کلرید ۵٪ یا نقره‌ی نیترات ۵٪ شستشو دهید. آن گاه رسوب را خشک کرده و وزن آن را به‌دست آورید. آن گاه از روی وزن رسوب سفید نقره کلرید، درصد AgCl را در سنگ نمک و نیز درصد یون Cl^- را در NaCl به‌دست آورید.



سنجش های حجمی رسوبی (آزمایش مور^۱)

هدف های رفتاری: از فراگیر انتظار می رود بعد از انجام آزمایش این فصل بتواند:
- از طریق آزمایش تیتراسیون (سنجش حجمی) رسوبی غلظت یک ماده را در محلول تعیین کند.

ارلن بیفزایید و محلول را تا دو برابر حجم محلول مورد آزمایش با آب مقطر رقیق نمایید. بورت تمیز را بعد از شستن با آب مقطر و هواگیری تا یک عدد معین با محلول نقره نیترات استاندارد ۰/۱N پر کنید. ارلن را روی یک کاغذ سفید قرار داده و از بورت محلول نقره نیترات را در حال چرخاندن ارلن مایر، به آرامی به آن اضافه کنید تا رنگ قرمز Ag_2CrO_4 نمایان شود. این آزمایش را دوبار دیگر تکرار کنید. نتایج سه سنجش نباید بیش از ۰/۱mL اختلاف داشته باشد. بعد از به دست آوردن میانگین حجم نقره ی نیترات مصرف شده نرمالیتته ی NaCl را به دست آورید.

نرمالیتته ی سدیم کلرید از رابطه ی زیر به دست می آید:

$$N_{NaCl} = \frac{N_{AgNO_3} \times V_{AgNO_3}}{V_{NaCl}}$$

تعیین غلظت سدیم کلرید با محلول نقره نیترات استاندارد با روش سنجش حجمی رسوبی با استفاده از شناساگر پتاسیم کرومات

هدف: تعیین غلظت یک ماده از طریق رسوب سنجی

موارد لازم

۱- محلول نقره نیترات ۰/۱N استاندارد

۲- محلول ۵٪ پتاسیم کرومات

۳- محلول NaCl با غلظت تقریبی ۰/۱N

ابزار لازم

۱- ارلن مایر ۱۰۰mL یا ۲۵۰mL

۲- بورت ۵۰mL و متعلقات آن

روش کار: ۲۰ یا ۲۵mL محلول NaCl را در یک

ارلن بریزید. ۱ یا ۲ قطره از محلول شناساگر K_2CrO_4 را به



تعیین سختی کل و موقت آب

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش‌های این فصل بتواند:
- سختی موقت و سختی کل آب را اندازه‌گیری نماید.

و Mg^{2+} قابل ته‌نشینی است ولی به غیر از این‌ها یون‌های فلزهای دیگری نظیر آلومینیم، آهن، منگنز، استرانسیوم و روی نیز در ایجاد سختی آب شرکت می‌کند. ولی از این نظر که دو عنصر نخست به مقدار زیاد در آب‌های طبیعی وجود دارند، از این‌رو سختی آب به‌طور عمده براساس یون‌های دو فلز کلسیم و منیزیم سنجیده می‌شود. با این حال در موارد ویژه اگر مقادیر یون‌های فلزی دیگر قابل توجه باشد منظور کردن آن‌ها ضرورت دارد.

این یون‌ها معمولاً به صورت بی‌کربنات، سولفات، کلرید و نیترات در آب وجود دارند. آبی که دارای مقدار زیادی از نمک‌های کلسیم و منیزیم باشد، آب سخت^۱ و آبی مانند آب باران که شامل مقدار فوق‌العاده کمی از مواد حل شده‌ی فوق باشد آب سبک^۲ یا نرم نامیده می‌شود. صابون در آب سخت خیلی کم کف

۱-۸ - ناخالصی‌های موجود در آب^۱

آب‌های طبیعی خالص نیستند و به هنگام عبور بر روی سطح زمین یا داخل زمین، مقدار زیادی مواد را به صورت محلول^۲ یا کلوئیدی^۳ و یا معلق^۴ در خود نگه می‌دارند. همان‌طور که ذکر شد، این اثر به علت خاصیت حل‌کنندگی آب و قدرت حمل‌کنندگی آن است.

۲-۸ - سختی^۵ آب و انواع آن

سختی آب، مربوط به نمک‌هایی است که در آب حل شده و باعث بالا رفتن سنگینی آن می‌شود (با آب سنگین که D_2O می‌باشد، اشتباه نکنید). سختی آب اصولاً به معنی ظرفیت آن در ته‌نشین‌سازی صابون است. صابون عمدتاً با یون‌های Ca^{2+}

جدول ۱-۸ - درجه‌بندی آب برحسب سختی

سختی - قسمت در میلیون (ppm)	درجه‌بندی آب برحسب سختی
کمتر از ۱۵	نرم - سبک
۵۰ - ۱۰۰	نسبتاً نرم
۱۰۰ - ۱۵۰	کمی سخت
۱۵۰ - ۲۵۰	نسبتاً سخت
۲۵۰ - ۳۵۰	سخت
بیشتر از ۳۵۰	خیلی سخت

۱- Water impurities

۲- Dissolved

۳- Colloidal

۴- Suspended

۵- Hardness

۶- Hard Water

۷- Soft Water

نمک‌هایی مانند منیزیم سولفات، کلسیم سولفات، منیزیم کلرید، کلسیم کلرید و ... حل شده در آب است که پس از جوشاندن باز هم در آب باقی می‌مانند.

سختی دائم برخلاف سختی موقت در اثر جوشاندن از بین نمی‌رود. سختی دائم با H_p نشان داده می‌شود.

معمولاً سختی کل^۲، H_T ، و سختی موقت^۱، H_t ، تعیین می‌شود، آنگاه سختی دائم، H_p ، از تفاضل H_T و H_t به دست می‌آید.

در صنعت استفاده از آب سخت جایز نیست. وجود سختی در آب دیگ‌های بخار، موجب ایجاد رسوب در دیگ و مسیرهای آب می‌شود. در سیستم‌های سردکننده، رسوب در دستگاه‌های تبادل حرارتی، اطراف موتور، لوله‌ها و به طور کلی در تمام نقاطی که آب در آن‌ها جریان دارد و در معرض تغییر درجه حرارت است، تشکیل می‌شود.

جدول ۲-۸ حداکثر سختی پیشنهاد شده برای دیگ‌های بخار را در فشارهای مختلف نشان می‌دهد.

جدول ۲-۸ - حداکثر سختی برای دیگ‌های بخار در فشارهای مختلف

فشار (psi)	حد سختی پیشنهاد شده بر حسب قسمت در میلیون (ppm)
۰ - ۱۵۰	۸۰
۱۵۰ - ۲۵۰	۴۰
۲۵۰ - ۴۰۰	۱۰
بیشتر از ۴۰۰	۲

سختی را کاهش می‌دهند. ممکن است با استفاده از نمک‌های معدنی مانند فسفات و کربنات که با مواد آلی فعال پیوند داده شده‌اند، در تصفیه‌ی داخلی^۳، سختی آب را در محلول به صورت لجن مایع چسبنده‌ای ته‌نشین کرد و کاهش داد.

یکی از واحدهای درجه‌ی سختی بین‌المللی، یک میلی‌گرم از کلسیم کربنات در یک لیتر آب می‌باشد که ۱ ppm یا یک قسمت در یک میلیون قسمت نیز نام دارد.

می‌کند و آب سخت مقدار زیادی رسوب در دیواره‌ی گرم‌کننده‌های آب مانند کتری و دیگ‌های بخار باقی می‌گذارد. سختی آب برحسب مقدار کربنات کلسیم بیان شده و مطابق جدول ۱-۸ طبقه‌بندی می‌شود.

سختی آب را به دو دسته تقسیم می‌کنند. ۱- سختی موقت. ۲- سختی دائم.

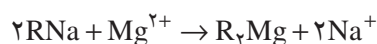
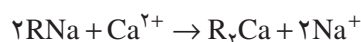
سختی موقت یا سختی بی‌کربنات^۱ (H_t): سختی موقت در آب به علت وجود نمک‌های بی‌کربنات کلسیم و بی‌کربنات منیزیم است. بی‌کربنات‌های محلول که موجب سختی موقت می‌شوند، بر اثر جوشاندن آب تجزیه شده و به صورت کربنات رسوب می‌کنند.



سختی موقت آب تقریباً به طور کامل با جوشاندن حذف می‌شود. سختی موقت با H_t نشان داده می‌شود.

سختی دائم^۲ (H_p): سختی دائم آب به علت وجود

سختی آب را می‌توان با نرم کردن به وسیله‌ی سدیم کربنات یا استفاده از تعویض‌کننده‌های یونی یا مخلوطی از هر دو، از بین برد. تعویض‌کننده‌های یونی سدیم، R^-Na^+ ، که یون‌های سدیم را جایگزین یون‌های کلسیم و منیزیم می‌نمایند،



اگرچه مقدار کل مواد محلول در آب را کم نمی‌کنند، ولی

۱- Temporary Hardness or Carbonate Hardness

۲- Permanent Hardness

۳- Total Hardness

۴- منظور از تصفیه‌ی داخلی امکان کنترل تشکیل رسوب و خوردگی است.

مطالعه‌ی آزاد

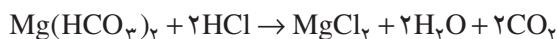
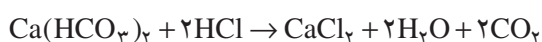
در فرانسه، درجه‌ی سختی فرانسوی به کار می‌رود و برحسب قسمت کلسیم کربنات درصد هزار قسمت بیان می‌شود. یعنی یک درجه‌ی سختی فرانسه معادل ۱۰ میلی‌گرم از کلسیم کربنات در یک لیتر آب است و این مقدار معادل ۱۰ ppm می‌باشد.

در آلمان، درجه‌ی سختی آلمانی به کار می‌رود و برحسب قسمت کلسیم اکسید، CaO، درصد هزار قسمت بیان می‌شود. یعنی یک درجه‌ی سختی آلمانی ۱۰ میلی‌گرم از کلسیم اکسید در یک لیتر آب است و معادل ۱۷/۹ ppm می‌باشد.

یک واحد از درجه‌ی سختی انگلیسی و آمریکایی نیز به ترتیب برابر ۱۴/۳ و ۱۷/۲ قسمت در میلیون (ppm) می‌باشد.

محاسبه: محلول اسید فقط بی کربنات‌های کلسیم و منیزیم

را خنثی می‌کند.



تعداد اکی‌والان‌های اسید به کار رفته در سنجش حجمی

معادل تعداد اکی‌والان‌های بی کربنات‌های کلسیم و منیزیم موجود در آب مورد سنجش است.

نظر به اینکه نرمالیت‌های محلول عبارت از تعداد

اکی‌والان گرم‌های جسم حل شده در ۱L محلول یا تعداد

میلی‌اکی‌والان گرم‌ها در ۱ mL محلول می‌باشد، حاصل ضرب

نرمالیت‌های هیدروکلریک اسید در تعداد میلی‌لیترهای مصرف شده‌ی

آن در تیتراسیون برابر با تعداد میلی‌اکی‌والان گرم‌های اسید و از

آنجا برابر با تعداد میلی‌اکی‌والان گرم‌های بی کربنات‌های موجود

در ۱۰۰ mL آب است. سختی موقت، H_t ، با ضرب این

حاصل ضرب در عدد ۱۰ به دست می‌آید.

سختی موقت می‌تواند از رابطه‌ی زیر محاسبه شود:

$$H_t = V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}} \times 10$$

داده‌ها و نتایج

حجم نمونه‌ی آب	۱	۲	۳
نرمالیت‌ها یا مولاریته‌ی HCl	_____	_____	_____
حجم اسید مصرف شده	_____	_____	_____

۸-۳ — تعیین سختی موقت آب (H_t)

هدف: تعیین سختی موقت آب از طریق سنجش حجمی

مواد لازم

۱- آب طبیعی ۲۰۰-۱۰۰ mL

۲- شناساگر متیل اوراثر

۳- محلول استاندارد HCl، ۰/۱N

ابزار لازم

۱- استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL

۲- ارلن مایر ۵۰۰ یا ۲۵۰ mL

۳- گیره‌ی بورت

۴- میله و پایه

۵- بورت ۱۰۰ یا ۵۰ mL

روش کار: یک استوانه‌ی مدرج ۱۰۰ mL تمیز بردارید.

آن را با آب مقطر بشوید. آن گاه ۱۰۰ mL آب طبیعی درون آن

بریزید تا به خط نشانه‌ی ۱۰۰ برسد. تمام آن را به یک ارلن مایر

۲۵۰ یا ۵۰۰ mL منتقل کنید. ۱ یا ۲ قطره شناساگر متیل اوراثر

اضافه کنید و با محلول استاندارد HCl موجود در بورت تیترا

نمایید. نقطه‌ی پایانی تیتراسیون (سنجش حجمی) با تغییر رنگ

محلول از زرد به نارنجی مشخص می‌شود. به محض تغییر رنگ،

افزودن محلول HCl را متوقف کنید. این آزمایش را با همین

مقادیر ۲ بار تکرار کنید، و میانگین حجم محلول HCl مصرف

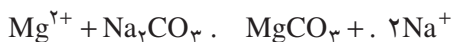
شده را به دست آورید.

تیمز داخل یک بشر ۲۵۰ mL بریزید و از یک بورت حجم معینی (۲۵-۱۰ mL) از محلول ۰/۱N سدیم کربنات به آن اضافه کنید. مخلوط واکنش را روی چراغ گاز در حال هم زدن حرارت دهید تا ۲ آن تبخیر شود. سپس بشر را روی حمام بخار (بن ماری) حرارت دهید تا خشک شود. بر عمل گرم کردن و خشک کردن کاملاً نظارت کنید. بعد از خشک شدن، بشر را سرد کرده، آنگاه ۲۰-۱۵ mL آب مقطر جوشیده‌ی بدون CO₂ به محتویات درون بشر اضافه کنید. بعد از هم زدن و صاف کردن سه یا چهار بار رسوب را بشویید. محلول زیر صافی را در یک ارلن مایر ۲۵۰ mL بریزید و برای سنجش حجمی آماده کنید. دو قطره محلول شناساگر متیل اوراتر به ارلن مایر بیفزایید و از طریق بورت به وسیله‌ی محلول HCl استاندارد سنجش کنید.

اکنون باید نسبت بین حجم‌های اکی‌والان محلول‌های Na₂CO₃ و HCl را محاسبه نمایید. برای این کار ساده‌ترین روش آن است که به وسیله‌ی بورت همان حجم Na₂CO₃ را که در آزمایش قبل (۲۵-۱۰ mL) برداشتید، درون یک ارلن مایر ۲۵۰ mL بریزید و با افزودن یک یا دو قطره شناساگر متیل اوراتر، به وسیله‌ی همان محلول HCl استاندارد قبل سنجش نمایید. این آزمایش را دو تا سه بار تکرار کنید.

محاسبه

با توجه به واکنش‌های انجام شده، جدول زیر را تکمیل کرده و از آنجا سختی دائم آب را به دست آورید.



مطابق واکنش فوق برای رسوب دادن یک مول از هر یک از Ca²⁺ و Mg²⁺، یک مول سدیم کربنات لازم است و نیز دو مول HCl با یک مول Na₂CO₃ واکنش می‌دهد.



داده‌ها و نتایج

۱	۲
_____	_____

حجم نمونه‌ی آب

حجم Na₂CO₃

استفاده شده برای نمونه آب

_____	تعداد اکی‌والان HCl
_____	تعداد اکی‌والان HCl برای یک لیتر آب
_____	تعداد اکی‌والان Ca ²⁺ و Mg ²⁺
_____	تعداد میلی‌اکی‌والان Ca ²⁺ و Mg ²⁺
_____	سختی موقت برحسب میلی‌اکی‌والان در لیتر

مثال: فرض کنید ۳/۴ mL محلول HCl ۰/۰۹۸۸ برای تیتراژ کردن ۱۰۰ mL آب با حضور شناساگر متیل اوراتر به کار رفته است. آن گاه سختی موقت عبارت است از:

$$H_t = 3/4 \cdot 0/0988 \cdot 100 = 3/36 \text{ mg-equiv/L}$$

۴-۸- تعیین سختی دائم آب (H_p)

در این روش، یک نمونه آب را با مقدار زیادی از محلول Na₂CO₃، واکنش می‌دهیم. یون‌های Ca²⁺ و Mg²⁺ به صورت CaCO₃ و MgCO₃ رسوب می‌کنند. بعد از حرارت دادن و خشک کردن مخلوط، باقیمانده‌ی Na₂CO₃ را که واکنش نداده است با شستشو و حل کردن در آب مقطر با روش سنجش حجمی تعیین می‌کنند. آن گاه سختی را براساس تعداد اکی‌والان Ca²⁺ و Mg²⁺ به دست می‌آورند.

مواد لازم

۱- آب طبیعی

۲- محلول سدیم کربنات ۰/۱N استاندارد

۳- شناساگر متیل اوراتر

۴- محلول HCl استاندارد

ابزار لازم

۱- بشر ۲۵۰ mL

۲- ارلن ۲۵۰ mL

۳- بورت، گیره‌ی بورت، میله و پایه

۴- چراغ گاز بنسن

روش کار: ۱۰۰ mL آب شیر را به وسیله‌ی استوانه‌ی مدرج

خاصیت ویژه EDTA به عنوان تیتروکننده آن است که به عنوان یون‌های فلزی صرف نظر از بار کاتیون به نسبت یک به یک ترکیب می‌شود.

شناساگر اریوکروم بلاکتی در $pH=10$ از رنگ قرمز ارغوانی به آبی تغییر رنگ می‌دهد که پایان واکنش بدین ترتیب اعلام می‌شود.

مواد لازم

۱ - محلول $0.05N$ نمک EDTA که از حل کردن $9/3075$ گرم جامد متبلور دی‌هیدرات در آب مقطر در بالن حجمی یک لیتری تهیه می‌شود

۲ - شناساگر اریوکروم بلاکتی که محلول الکلی آن از حل کردن $0/5$ گرم آن در 10 mL محلول بافر آمونیاک آمونیوم کلرید به دست می‌آید و سپس با اتیل الکل تا حجم 100 mL رقیق می‌شود.

۳ - محلول بافر با $pH=10$ که از حل کردن $5/4$ گرم آمونیم کلرید در 35 mL آمونیاک غلیظ به دست می‌آید و تا حجم 100 mL با آب مقطر رقیق می‌شود.

۴ - آب طبیعی

ابزار لازم

۱- بورت و متعلقات آن

۲- بالن حجمی 250 mL یا 100 mL

۳- ارلن‌مایر 500 mL یا 250 mL

۷-۸ - تعیین سختی کل آب (H_T)

روش کار: 100 mL آب مورد آزمایش را در یک ارلن 250 mL بریزید. 5 mL محلول بافر با $pH=10$ را به آن بیفزایید و 7 یا 8 قطره محلول شناساگر الکلی اریوکروم بلاکتی اضافه کنید. بعد از هم زدن کامل، محلول قرمز رنگی حاصل می‌شود. این محلول را به وسیله‌ی بورت با محلول $0.05N$ نمک EDTA سنجش نمایید در نزدیکی پایان سنجش حجمی، واکنش‌گر باید قطره قطره اضافه شود، بعد از اضافه کردن هر قطره خوب هم بزنید، تا اینکه رنگ قرمز با افزایش یک قطره به آبی مایل به سبز

حجم HCl مصرف شده

برای سدیم کربنات باقیمانده

حجم HCl مصرف شده

برای سدیم کربنات اولیه

اختلاف دو مقدار مصرفی HCl

اکی‌والان سدیم کربنات مصرف شده

مجموع اکی‌والان Ca^{2+} و Mg^{2+}

در 100 mL نمونه‌ی آب

سختی دائم آب برحسب

اکی‌والان گرم در لیتر

سختی دائم، H_p ، برحسب

mg - equiv/L

$$H_p = \dots$$

۵-۸ - سختی کل آب (H_T)

مجموع سختی دائم و سختی موقت، سختی کل نامیده می‌شود.

$$H_T = H_t + H_p$$

بنابراین، می‌توان از مجموع سختی موقت و سختی دائم که در روش کارهای ۳-۸ و ۴-۸ به دست آورده‌اید، سختی کل را تعیین کرد.

اما همان‌طور که گفته شد، معمولاً ابتدا سختی کل، H_T ، و سختی موقت، H_t ، را به دست می‌آورند، آن‌گاه از تفاضل H_T و H_t ، سختی دائم، H_p ، را تعیین می‌نمایند، یعنی:

$$H_p = H_T - H_t$$

۶-۸ - اندازه‌گیری سختی کل (H_T)

اساس کار، عبارت از تعیین مقدار کل املاح کلسیم و منیزیم موجود در نمونه‌ی آب با سنجش حجمی به وسیله‌ی محلول نمک EDTA در مجاورت شناساگر اریوکروم بلاکتی^۱، می‌باشد.

محلول نمک EDTA، دی‌سدیم اتیلن دی‌آمین تترااستیک اسید است که با Na_2H_2Y نشان داده می‌شود. یک

کمرنگ تغییر نماید و افزایش قطرات بیشتر تغییری در رنگ تشکیل شده ایجاد نکند.

سختی کل از رابطه‌ی روبه‌رو به دست می‌آید:

$$H_T = \frac{N_{\text{نمک EDTA}} \times V_{\text{نمک EDTA}} \times 1000}{V_{\text{آب}}} \text{mg - eqiv / L}$$

که در آن $N_{\text{نمک EDTA}} = \text{نرمالیتی نمک EDTA}$

$V_{\text{نمک EDTA}} = \text{تعداد میلی لیترهای نمک مصرف شده در}$

سنجش حجمی

$V_{\text{آب}} = \text{تعداد میلی لیترهای آب مورد آزمایش}$



جذب برخی مواد حل شده و بعضی از گازها به وسیله‌ی زغال فعال

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش این فصل بتواند:
- اهمیت و کاربرد فرایند جذب در صنعت را شرح دهد.

جذب برخی از مواد حل شده به وسیله‌ی زغال فعال

مواد لازم

۱- سرکه‌ی ناخالص رنگی

۲- محلول تورنسل

۳- محلول چای کمرنگ

۴- پودر زغال فعال^۱ یا پودر زغال چوب

ابزار لازم

۱- ارلن مایر ۲۵۰mL

۲- بشر ۲۵۰mL

۳- کاغذ صافی

۴- قیف شیشه‌ای

روش کار: در یک بشر ۲۵۰mL، مقدار ۱۰۰mL

سرکه‌ی ناخالص رنگی بریزید. ۱/۰ گرم پودر زغال فعال یا پودر

زغال چوب اضافه کرده و خوب هم بزنید. آن گاه به وسیله‌ی یک

قیف شیشه‌ای که روی آن کاغذ صافی قرار داده‌اید، این مخلوط

را در یک ارلن ۲۵۰mL صاف نمایید. اگر محلول سرکه‌ی

درون ارلن بی‌رنگ نشد مجدداً به محلول رنگی سرکه ۱/۰ گرم

پودر زغال فعال اضافه کرده و بعد از هم زدن صاف کنید و

به‌رنگ سرکه‌ی صاف شده توجه نمایید. این عمل را تا بی‌رنگ

شدن محلول سرکه تکرار کنید.

۱-۹- جذب سطحی^۱

منظور از جذب سطحی، عمدتاً جذب مولکول‌ها یا ذرات

ماده بر روی سطح یک فاز مایع و یا یک جامد است. زغال فعال

توانایی جذب برخی مواد را بر سطح خود دارد. به گاز یا ماده‌ی

حل شده‌ای در محلول که مورد جذب قرار می‌گیرد «جذب شده»^۲

و به سطح فعال «جذب کننده»^۳ گفته می‌شود.

پدیده‌ی جذب گازها به وسیله‌ی زغال فعال در اوایل قرن

هجدهم توسط C.Schede مشاهده شد، ولی جذب مواد از

محلول‌ها در سال ۱۷۸۵ به وسیله‌ی T.Lowitz انجام گرفت.

فرایند جذب ممکن است فیزیکی یا شیمیایی باشد. در

جذب فیزیکی ماده‌ی جذب شده بر روی سطح جذب کننده

دستخوش تغییرات شیمیایی نمی‌شود. در حالی که در جذب

شیمیایی ماده‌ی جذب شده پس از جذب شدن دچار تغییر شیمیایی

نیز می‌شود.

در تصفیه‌ی آب در اکثر موارد جذب سطحی فیزیکی

مطرح است. برای مثال مواد آلی موجود در آب به وسیله‌ی کربن

فعال جذب سطحی شده و سپس این مواد به وسیله‌ی کلروفرم

استخراج و توزین می‌شود. با تجزیه‌ی شیمیایی این قسمت

استخراج شده، می‌توان اطلاعات بیشتری در مورد ترکیب شیمیایی

مواد آلی موجود کسب کرد.

۱- Absorption

۲- Absorptive or Adsorbate

۳- Absorbent

۴- Charcoal

آزمایش فوق را با ۱۰۰mL چای کمرنگ و با ۱۰۰mL آب مقطر که در آن یک قطره تورنسل ریخته‌اید، تکرار کنید و از این دو محلول یک محلول بی‌رنگ تهیه و مشاهدات خود را گزارش نمایید.

اگر در آزمایشگاه آنیلین وجود دارد که بر اثر اکسایش رنگی شده است، می‌توانید آن را به وسیله‌ی زغال فعال خالص و بی‌رنگ نمایید.

اگر از آزمایش‌های فوق به نتیجه نرسیدید می‌توانید محلولی را که در آن زغال فعال ریخته‌اید گرم کنید و در صورت لزوم بجوشانید، آن گاه صاف نمایید.



سنجش‌های حجمی اکسایش – کاهش^۱

۱- روش پرمنگنات ۲- روش دی کرومات

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش‌های این فصل بتواند:
- مقدار کروم و منگنز، را در یک نمونه محلول تعیین کند.

۱-۰-۱ اکسایش به وسیله پرمنگنات پتاسیم همان طور که می‌دانید واکنش‌های شیمیایی که بر اثر مبادله الکترون انجام می‌شوند، واکنش‌های اکسایش – کاهش^۲ نامیده می‌شوند. بسیاری از سنجش‌های حجمی براساس این نوع واکنش‌ها انجام می‌شوند.
تهیه‌ی محلول پتاسیم پرمنگنات با غلظت تقریبی ۰/۰۵N

مواد لازم

- ۱- پتاسیم پرمنگنات با خلوص تجزیه‌ای
- ۲- سدیم اگسالات با خلوص تجزیه‌ای
- ۳- آب مقطر
- ۴- سولفوریک اسید
- ۵- پشم شیشه بی‌رنگ

ابزار لازم

- ۱- بشر ۱۵۰ mL
 - ۲- بالن حجمی ۱۰۰ و ۲۵۰ mL
 - ۳- شیشه‌ی ساعت
 - ۴- بورت ۵۰ mL
 - ۵- پایه و میله
 - ۶- گیره‌ی بورت
 - ۷- قیف و بطری مناسب
- روش کار: حدود ۱/۶ تا ۱/۶۳ گرم پتاسیم پرمنگنات با

خلوص تجزیه‌ای را روی یک شیشه‌ی ساعت به‌وسیله‌ی ترازوی تجزیه‌ای با دقت ۰/۰۱ گرم وزن کرده و آن را به یک بشر ۱۵۰ mL منتقل کنید. یک لیتر آب مقطر در حال هم‌زدن به آن بیفزایید. دهانه‌ی بشر را با یک شیشه‌ی ساعت مناسب پوشانید و محلول را گرم کنید تا به جوش آید. مدت ۱۵ تا ۳۰ دقیقه بجوشانید و سپس آن را سرد کنید و به دمای اتاق برسانید. این محلول را به وسیله‌ی قیفی که درون آن پشم شیشه‌ی بی‌رنگ قرار دارد، صاف کنید. محلول صاف شده را در ظرفی که قبلاً به‌وسیله‌ی محلول سولفوریک اسید تمیز و سپس با آب مقطر کاملاً شسته شده است، بریزید و در آن را ببندید (بطری شیشه‌ای یا ارلن‌دردار) و به جز در مواقع مصرف در محل تاریک نگهداری کنید یا آن را در بطری شیشه‌ای تمیز قهوه‌ای رنگ نگهداری نمایید.

تهیه‌ی محلول ۰/۱N سدیم اگسالات به عنوان استاندارد اولیه

روش کار: برای تهیه‌ی محلول ۰/۱N آن مقدار ۰/۳۳۵ گرم سدیم اگسالات خشک را روی یک شیشه‌ی ساعت به‌وسیله‌ی ترازوی تجزیه‌ای با دقت ۰/۰۰۱ گرم وزن کنید و آن را به درون یک بالن حجمی ۱۰۰ mL منتقل کنید. سپس ۲۰ mL آب مقطر به این بالن حجمی اضافه کرده و آن را هم بزنید. آن‌گاه در حال هم‌زدن، حجم آن را، آب مقطر تا خط نشانه به ۱۰۰ mL برسانید. برای تهیه‌ی سدیم اگسالات خشک یک گرم آن را بردارید و در دمای C ۱۱۰-۱۰۵ به مدت دو ساعت خشک کنید.

استاندارد کردن محلول پتاسیم پرمنگنات با محلول ۰/۱N سدیم اگسالات.

روش کار: بورت را بعد از تمیز کردن و شستشو با آب مقطر و سپس هواگیری تا یک عدد معین با محلول پتاسیم پرمنگنات تهیه شده پر کنید. سپس ۱۰ mL محلول ۰/۱N سدیم اگسالات درون یک ارلن مایر تمیز ۲۵۰ mL بریزید و ۳ mL محلول ۲M سولفوریک اسید به آن بیفزایید. این محلول را تا ۹۰ - ۸۰ °C گرم کنید و ضمن هم زدن با محلول KMnO₄ تیترو کنید.

محلول پرمنگنات را به تدریج اضافه کنید به نحوی که رنگ صورتی بسیار کم رنگ بر جای بماند در صورتی که دمای محلول به کمتر از ۶۰ °C تنزل کند، دوباره آن را گرم کنید. نقطه‌ی پایانی اولین رنگ صورتی بسیار کم رنگ ثابت خواهد بود. این آزمایش را با دو مقدار مشابه دیگر از محلول سدیم اگسالات تکرار کنید و میانگین آن را به دست آورید. آن گاه با استفاده از رابطه‌ی $N_1V_1 = N_2V_2$ ، نرمالیه‌ی محلول پتاسیم پرمنگنات را به دست آورید.

پرسش و تمرین

- ۱- به چه دلیل سنجش حجمی باید با محلول داغ انجام شود؟
- ۲- چند گرم سدیم پرمنگنات برای تهیه‌ی ۷۶ mL محلول ۰/۱۵N آن لازم است؟
- ۳- جرم ۳/۶ اکی‌والان (۳/۶ eqiv) کلسیم اگسالات را بر حسب گرم (g) به دست آورید.
- ۴- اگر محلول پرمنگنات روی پوست بدن بریزد، رنگ قهوه‌ای روی پوست بدن ظاهر می‌شود. این پدیده را چگونه توضیح می‌دهید.

صورتی که محلول‌های آبی، در مقابل تبخیر به قدر کافی محافظت شوند، پایدار می‌مانند. پتاسیم دی‌کرومات را در محلول‌های اسیدی به کار می‌برند و در دمای معمولی سریعاً به نمک کروم (III) سبز رنگ احیاء می‌شود. پتاسیم دی‌کرومات به وسیله‌ی محلول هیدروکلریک اسید، HCl، احیاء نمی‌شود، به شرط آنکه غلظت این اسید از ۱M یا ۲M فراتر نرود. محلول‌های دی‌کرومات در مقایسه با محلول‌های پرمنگنات، به وسیله‌ی مواد آلی دشوارتر احیاء می‌شوند و نیز در مقابل نور پایدارترند. بنابراین پتاسیم دی‌کرومات در تعیین آهن موجود در سنگ معدن‌های آهن ارزش خاصی دارد.

۱-۲- سنجش حجمی با محلول پتاسیم دی‌کرومات پتاسیم دی‌کرومات، K₂Cr₂O₇، به اندازه‌ی پتاسیم پرمنگنات، KMnO₄، اکسیدکننده‌ی قدرتمندی نیست (پتانسیل احیاء پتاسیم دی‌کرومات ۱/۳۳ ولت و پتانسیل احیاء پتاسیم پرمنگنات ۱/۵۲ ولت است)، ولی در مقایسه با پتاسیم پرمنگنات، از مزایایی برخوردار است. می‌توان آن را به طور خالص تهیه کرد، حتی تا دمای نقطه‌ی ذوب، پایدار می‌ماند و بنابراین، یک استاندارد اولیه‌ی بسیار عالی است. محلول‌های استاندارد آن را می‌توان با وزن کردن نمک خشک خالص و حل کردن آن در حجم معینی از آب تهیه کرد. از طرفی، در

جدول ۱-۱- شناساگرهای اکسید و احیاء در سنجش‌های حجمی دی‌کرومات

پتانسیل الکتروود استاندارد	رنگ شکل اکسید شده	رنگ شکل احیاء شده	شناساگر
۱/۰۸۷	ارغوانی قرمز بنفش	بی‌رنگ	N - فنیل آترانلیک اسید
۰/۷۶۷	بنفش	بی‌رنگ	دی فنیل آمین
۰/۸۷۷	بنفش	بی‌رنگ	سدیم دی فنیل بنزیدین سولفونات
۰/۷۶۷	بنفش	بی‌رنگ	دی فنیل بنزیدین
۰/۸۴۷	بنفش	بی‌رنگ	باریم دی فنیل بنزیدین سولفونات

تهیه‌ی محلول ۰/۱N پتاسیم دی کرومات به‌عنوان
استاندارد اولیه

هدف: آشنایی با تهیه‌ی محلول‌های استاندارد

مواد لازم

۱- پتاسیم دی کرومات با خلوص تجزیه‌ای

۲- آب مقطر

ابزار لازم

۱- شیشه‌ی ساعت

۲- ترازوی تجزیه‌ای

۳- بالن حجمی ۱۰۰mL

۴- آب فشان (بی‌ست)

روش کار: ۱ گرم پتاسیم دی کرومات کاملاً خشک را از
متصدی آزمایشگاه تحویل بگیرید، سپس ۰/۴۹۰ گرم آن را با
دقت ۰/۱ میلی‌گرم روی شیشه‌ی ساعت با ترازوی تجزیه‌ای وزن
کرده و در یک بالن حجمی ۱۰۰mL حل کنید و با آب مقطر
در حال هم‌زدن به خط نشانه برسانید. غلظت این محلول ۰/۱N
است. به شکل ۱-۱۰ توجه نمایید که تهیه‌ی محلول ۰/۱N
پتاسیم دی کرومات را از محلول ۱N آن نشان می‌دهد.

تعیین غلظت محلول $FeSO_4$ با محلول
پتاسیم دی کرومات ۰/۱N استاندارد.

هدف: تعیین غلظت یک محلول احیاءکننده با استفاده
از محلول ۰/۱N استاندارد پتاسیم دی کرومات به‌عنوان
اکسیدکننده با روش سنجش حجمی

مواد لازم

۱- محلول ۰/۱N پتاسیم دی کرومات

۲- زاج سبز، $FeSO_4 \cdot 7H_2O$

۳- آب مقطر

۴- شناساگر سدیم دی فنیل آمین سولفات

۵- محلول سولفوریک اسید ۶N

ابزار لازم

۱- شیشه‌ی ساعت

۲- ترازوی تجزیه‌ای

۳- بالن حجمی ۱۰۰mL

۴- آب فشان (بی‌ست)

۵- بورت و متعلقات آن

۶- بی‌پت ۲mL و ۱۰mL

روش کار: مقدار ۳ گرم زاج سبز را روی شیشه‌ی ساعت
با ترازوی تجزیه‌ای با دقت ۰/۰۱ . گرم وزن کنید. آن را به یک
بالن حجمی ۱۰۰mL منتقل کنید و ۲۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن
بیفزایید. بعد از حل شدن، حجم آن را تا خط نشانه به ۱۰۰ mL
برسانید. به‌وسیله‌ی بی‌پت ۱۰mL از این محلول را بردارید،
۲mL محلول سولفوریک اسید ۶N و ۰/۵mL محلول
فسفریک اسید غلیظ و حداکثر ۸ قطره شناساگر سدیم
دی فنیل آمین سولفات به آن بیفزایید. آن گاه به وسیله‌ی بورت با
محلول پتاسیم دی کرومات ۰/۱N استاندارد سنجش کنید تا در
نزدیکی نقطه‌ی پایانی به رنگ سبز مایل به آبی یا آبی مایل به
خاکستری به نظر برسد. سنجش حجمی را ادامه دهید و فواصل
زمانی چند ثانیه را بین قطره‌ها حفظ کنید. تا اینکه یکی از این
قطره‌ها موجب تشکیل رنگ ارغوانی شدید یا بنفش - آبی شود
و این رنگ پس از هم‌زدن ثابت بماند و افزودن دی کرومات
بیش‌تر در آن تأثیر نکند. این آزمایش را دوبار با مقادیر مشابه
تکرار کنید و میانگین حجم دی کرومات را به دست آورید و از
آنجا نرمالیتی محلول آهن (II) سولفات را در محلول اولیه از
رابطه‌ی $N_1 V_1 = N_2 V_2$ محاسبه نمایید.

ضمناً با استفاده از رابطه‌ی $C = N \times E$ غلظت محلول

آهن (II) سولفات را در محلول اولیه به‌دست آورید.



د

ج

ب

الف

شکل ۱-۱۰- تهیهی محلول ۰/۱N پتاسیم دی کرومات از محلول ۱N آن

پرسش و تمرین

۱- در کدام یک از ترکیبات زیر عنصری وجود دارد که عدد اکسایش آن با عدد اکسایش کروم در $K_2Cr_2O_7$ برابر است؟



۲- معادله‌ی واکنش $Cr_2O_7^{2-} + Fe^{2+} + H^+ \rightarrow$ را کامل کرده و باروش یون - الکترون موازنه کنید.
 ۳- محلول‌های پتاسیم دی کرومات زیر مخلوط شده‌اند: ۳۰ mL محلول دارای ۱/۵۶ g پتاسیم دی کرومات ۴۰۰ mL محلول ۰/۳۶۵M و ۲۵۰ mL محلول ۰/۲۱۳N، سپس حجم کلی را به یک لیتر رسانده‌اند. نرمالیت‌ی حاصل برای یک واکنش اکسایش - کاهش که یون دی کرومات به Cr^{3+} احیاء می‌شود، چه مقدار خواهد بود؟

۴- نرمالیت‌ه و مولاریت‌ه‌ی محلولی را که یک لیتر آن دارای ۵/۲ گرم $K_2Cr_2O_7$ می‌باشد، به دست آورید.

۵- چگونه می‌توان درصد آهن موجود در یک نمونه چدن را با استفاده از محلول استاندارد پتاسیم دی کرومات تعیین کرد؟ تشریح نمایید.



سنجش‌های حجمی اکسایش – کاهش

۳- یدی سنجی و یدوسنجی^۱ (روش‌های ید)

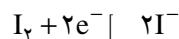
هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش‌های این فصل بتواند:

– با استفاده از غلظت I_2 آزاد شده که از یک واکنش اکسایش – کاهش به دست می‌آید، سنجش‌های حجمی، غلظت یک اکسیدکننده را تعیین کند.

را در سنجش حجمی به کار برید.

در سنجش حجمی ید، نباید نشاسته را تا لحظه‌ای قبل از فرا رسیدن نقطه‌ی پایانی به محلول افزود. جدا از این واقعیت که پریدگی رنگ ید مشخصه‌ی خوبی برای نزدیکی نقطه‌ی پایانی سنجش حجمی است، اگر در حالی که غلظت ید زیاد است نشاسته افزوده شود، ممکن است مقداری ید حتی در نقطه‌ی پایانی، جذب سطحی شود و دیگر قابل سنجش حجمی نباشد.

سنجش‌های حجمی اکسایش – کاهش که با ید، I_2 انجام می‌شود، تحت عنوان یدی سنجی و یدوسنجی مورد مطالعه قرار می‌گیرد. ید، I_2 یک اکسندۀ ملایم است درحالی که یون یدی، I^- یک عامل کاهنده نسبتاً قوی می‌باشد. واکنش ید – یدید به شرح زیر است:



این سیستم (سیستم ید – یدید یا واکنش نیم پیل) دارای پتانسیل کاهش استاندارد $+0.547V$ است. این مقدار حد واسط بین مقادیر عامل‌های اکسندۀ قوی و کاهنده قوی است.

۲-۱۱- تهیه‌ی محلول $0.1N$ ید

هدف: آشنا شدن با تهیه‌ی محلول ید با غلظت معین

مواد لازم

۱- ید، I_2

۲- پتاسیم یدید، KI

۳- آب مقطر

ابزار لازم

۱- بالن حجمی 100 mL یا 250 mL

۲- شیشه‌ی ساعت

۳- ترازوی تجزیه‌ای

۴- آب فشان (بی‌ست)

۱-۱۱- تهیه و به‌کارگیری محلول نشاسته

با یک گرم نشاسته و اندکی آب، خمیری تهیه کنید. این خمیر را در حال هم‌زدن در 100 mL آب جوشان بریزید، یک دقیقه بجوشانید و صبر کنید محلول سرد شود. آن‌گاه ۲ تا ۳g پتاسیم یدید به آن بیفزایید و محلول را در ظرف شیشه‌ای دردار نگهداری کنید.

فقط از محلول نشاسته‌ی تازه تهیه شده استفاده کنید.^۲

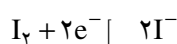
2 mL محلول ۱٪ نشاسته برای 100 mL محلول که باید سنجش شود، مقدار مناسبی است. همیشه همین حجم محلول نشاسته

^۱ – Iodine methods - Iodimetry and Iodometry

^۲ با افزودن مقداری جیوه (II) یدید (در حد ppm) می‌توان چسب نشاسته را مدت بیش‌تری نگهداری کرد.

روش کار: چون مولکول‌های I_2 غیر قطبی هستند، قابلیت حل شدن ید در آب ناچیز است. با انحلال ید در محلول پتاسیم یدید، این مشکل رفع می‌شود.

۲ گرم پتاسیم یدید با خلوص تجزیه‌ای (۹۹/۹ درصد) را روی شیشه‌ی ساعت با ترازوی تجزیه‌ای وزن کرده و در یک بشر ۱۰۰ میلی‌لیتری بریزید. ۳۰ تا ۴۰ میلی‌لیتر آب مقطر بیفزایید و آن را حل کنید سپس به یک بالن حجمی ۱۰۰ mL منتقل کنید. برای تهیه‌ی ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول ۰/۱ N ید باید $\frac{1}{10}$ اکی‌والان گرم ید را وزن کرد چون ید مطابق واکنش زیر احیا می‌شود:



بنابراین، اکی‌والان گرم آن برابر با $\frac{1}{4}$ مولکول گرم آن یعنی $\frac{254}{4}$ یا ۱۲۷ گرم است. ۱/۲۷ گرم ید خالص را که برابر با $\frac{1}{100}$ اکی‌والان گرم می‌باشد، وزن کنید و آن را به‌وسیله‌ی یک قیف پودری به درون بالن حجمی ۱۰۰ میلی‌لیتری دارای محلول پتاسیم یدید بریزید. درپوش شیشه‌ای را در دهانه‌ی بالن قرار داده و درسرما هم بزنید تا تمام ید حل شود. اجازه دهید دمای محلول به‌دمای اتاق برسد، سپس با آب مقطر حجم آن را تا خط نشانه برسانید. این محلول استاندارد نیست و باید آن را با محلول سدیم تیوسولفات تازه استاندارد شده در مقابل پتاسیم یدات، استاندارد کرد. محلول ید به بهترین وجه در بطری‌های درپوش‌دار ذخیره و نگهداری می‌شود. این بطری‌ها را باید کاملاً پر کرد و در محل خنک و تاریک نگهداری نمود.

۳-۱۱- تهیه‌ی محلول ۰/۱ N سدیم تیوسولفات

هدف: مهارت در تهیه‌ی محلول‌های با غلظت معین

مواد لازم

۱- سدیم تیوسولفات متبلور $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$

۲- آب مقطر

۳- سدیم کربنات

۴- کلروفرم

ابزار لازم

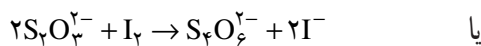
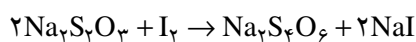
۱- بالن حجمی ۱۰۰ mL

۲- شیشه‌ی ساعت

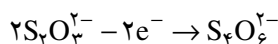
۳- ترازوی تجزیه‌ای

۴- آب فشان (بی‌ست)

واکنش اساسی میان سدیم تیوسولفات و ید به‌صورت زیر است:



در تبدیل یون تیوسولفات، $S_2O_3^{2-}$ به یون تتراسیونات، $S_4O_6^{2-}$ ، یک مول الکترون در مول از دست داده می‌شود:



بنابراین، هم‌ارز گرم (اکی‌والان گرم) سدیم تیوسولفات برابر با وزن یک مول آن می‌باشد. براساس عدد اکسایش نیز، تغییر عدد اکسایش گوگرد، S، از ۲+ به $2\frac{1}{2}+$ می‌رسد. بنابراین، برای یک اتم گوگرد تغییر عدد اکسایش $\frac{1}{2}$ است. به دلیل اینکه دو اتم گوگرد در مولکول سدیم تیوسولفات وجود دارد تغییر عدد اکسایش گوگرد برابر ۱ می‌شود. بنابراین اکی‌والان وزن آن برابر با وزن ۱ مول آن می‌باشد. فرمول سدیم تیوسولفات متبلور، $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ است و وزن مولکولی آن ۲۴۸/۲ می‌باشد. بنابراین محلول ۰/۱ N آن دارای ۲۴/۸۲ گرم از بلورهای حل شده آن در ۱ لیتر محلول خواهد بود.

به هر حال سدیم تیوسولفات پنتاهیدرات، نمی‌تواند به‌عنوان استاندارد اولیه^۱ به‌کار رود، زیرا این نمک مقداری از آب تبلور خود را می‌تواند از دست دهد. پیش از تهیه‌ی محلول ۰/۱ N سدیم تیوسولفات لازم است به نکات زیر توجه نمایید.

۱- محلول را با آب مقطر تازه جوشیده تهیه کنید (چرا؟).

۲- محلول سدیم تیوسولفات نباید در معرض تابش نور قرار گیرد، زیرا نور تجزیه‌ی آن را تشدید می‌کند.

روش کار: ۲/۴۸۲ گرم از بلورهای تیوسولفات خالص را وزن کرده و در آب مقطر جوشیده‌ی سرد شده درون یک بالن حجمی ۱۰۰ mL حل کنید. آن‌گاه حجم محلول را در حال هم‌زدن

و تا ناپدید شدن رنگ آبی سنجش را ادامه دهید.

۵-۱۱- استاندارد کردن محلول ید با محلول تیوسولفات استاندارد

مواد لازم

۱- محلول سدیم تیوسولفات استاندارد

۲- محلول ید در پتاسیم یدید با غلظت تقریبی ۰/۱ N

۳- محلول نشاسته

۴- آب مقطر

ابزار لازم

۱- بورت ۵۰ mL

۲- ارلن مایر ۵۰ mL

۳- پایه و میله

۴- گیره‌ی بورت

روش کار

۱- بورت را با گیره‌ی مخصوص به میله‌ی متصل به پایه نصب کنید.

۲- یک عدد بورت را بعد از تمیز کردن، شستن و هواگیری، با محلول تیوسولفات استاندارد تازه تهیه شده از روش کار ۳-۱۱ و ۴-۱۱ پر کنید.

۳- ۱۰ mL محلول ید تهیه شده از روش کار ۲-۱۱ را درون یک ارلن مایر ۲۵۰ mL بریزید و ۳۰ mL آب مقطر به آن بیفزایید تا حجم کل به ۴۰ mL برسد.

۴- به آرامی و در حال هم زدن محلول تیوسولفات استاندارد را به ارلن بیفزایید تا محلول ید به رنگ زرد کم‌رنگ درآید. ۲ mL محلول نشاسته اضافه کنید و سنجش حجمی با تیوسولفات را به آرامی در حال هم زدن ادامه دهید تا محلول بی‌رنگ شود. این آزمایش را دو بار با مقادیر مشابه انجام دهید و میانگین حجم تیوسولفات مصرف شده را به دست آورید و از آنجا نرمالیت‌ی محلول ید را یک بار از رابطه $N_1V_1 = N_2V_2$ و بار دیگر از واکنش $I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI$ محاسبه نمایید.

تا خط نشانه به ۱۰۰ mL برسانید. در صورتی که قرار باشد محلول بیش از چند روز بماند به آن ۰/۱ گرم سدیم کربنات و ۳ قطره کلروفرم بیفزایید. غلظت این محلول $\frac{1}{10}$ نرمال است و استاندارد نیست که باید آن را با محلول پتاسیم یدات استاندارد، استاندارد کرد.

۴-۱۱- استاندارد کردن سدیم تیوسولفات با پتاسیم یدات

مواد لازم

۱- KIO_3

۲- $Na_2S_2O_3$ ، ۰/۱ N

۳- KI

۴- HCl ، ۶M

۵- محلول شناساگر نشاسته

ابزار لازم

۱- خشک‌کن^۱

۲- دسیکاتور

۳- ترازوی دقیق

۴- بالن حجمی ۲۵۰ mL

۵- پی‌پت

۶- ارلن

۷- بورت، پایه و گیره بورت

روش کار: پتاسیم یدات با خلوص استاندارد اولیه را برای ۱ ساعت در ۱۰۰ تا ۱۱۰ C خشک کرده و در دسیکاتور خنک کنید. ۱/۳۴ گرم از آن را با دقت وزن کرده و در بالن ۲۵۰ mL به حجم برسانید و کاملاً مخلوط کنید. بدین ترتیب محلول پتاسیم یدات ۰/۲۵ M تهیه کرده‌اید. ۲۵ mL از این محلول را با پی‌پت به داخل ارلن منتقل کنید در حدود ۵۰ mL آب و ۲g از پتاسیم یدید به ارلن بیفزایید. حدود ۲ mL از HCl ، ۶M بیفزایید و با سدیم تیوسولفات سنجش را انجام دهید تا رنگ محلول زرد کم‌رنگ شود. ۵ mL شناساگر نشاسته بیفزایید

پرسش و تمرین

۱- مس (II) سولفات مطابق معادله‌ی زیر با پتاسیم یدید واکنش می‌دهد.

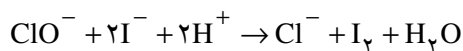


یک آزمایش طراحی نمایید که به کمک آن بتوان درصد مس را در کات کبود تعیین کرد.

۲- پودرهای سفیدکننده که به‌عنوان کف‌شوی به کار می‌روند، دارای جزء فعال هیپوکلریت، ClO^- ، می‌باشند. با اثر دادن هیدروکلریک اسید بر پودر سفیدکننده، کلر آزاد می‌شود.



کلر فعال به کلری گفته می‌شود که در هنگام تأثیر اسیدهای رقیق بر پودر سفیدکننده، آزاد می‌شود و برحسب درصد وزنی نسبت به پودر سفیدکننده بیان می‌شود. با استفاده از واکنش



در آزمایشگاه چگونه درصد کلر فعال پودر سفیدکننده را تعیین می‌کنند؟

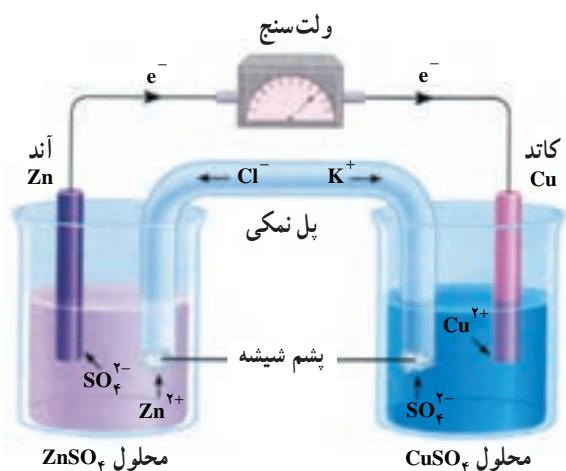
۳- یک آزمایش طراحی نمایید که به کمک آن بتوان با روش یدوسنجی ارزش حجمی آب اکسیژنه را

تعیین نمود.

تشکیل یک پیل و اندازه‌گیری نیروی محرکه‌ی آن و اثر غلظت بر نیروی محرکه‌ی پیل، بررسی باتری اتومبیل و باتری معمولی

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

- ۱- یک پیل ساخته و نیروی محرکه‌ی آن را اندازه‌گیری کند.
- ۲- اثر غلظت بر نیروی محرکه‌ی پیل را توضیح دهد.
- ۳- باتری انباره و باتری خشک را پس از مشاهده تشریح نماید.



شکل ۱۲-۱- تشکیل یک پیل و اندازه‌گیری نیروی محرکه‌ی آن

بریزید و بشر سمت راست را تا $\frac{2}{3}$ با محلول ۱M مس (II) سولفات پر کنید. یک تیغه‌ی روی در بشر سمت چپ و یک میله‌ی مس در بشر سمت راست قرار دهید. با دو سیم مسی میله‌ی مسی را به یک سر ولت‌سنج و تیغه‌ی روی را به سر دیگر ولت‌سنج متصل کنید. سرانجام درون یک لوله‌ی U شکل محلول سیر شده‌ی آمونیوم نترات بریزید و دو سر آن را با پشم شیشه ببندید. آن‌گاه آن را درون دو بشر وارونه نمایید، تا یک مدار الکتریکی کامل حاصل شود. حال نیروی محرکه‌ی این پیل را از روی ولت‌سنج اندازه بگیرید و به پرسش‌های زیر پاسخ دهید:

۱۲-۱- تشکیل یک پیل (پیل دانیل) و اندازه‌گیری نیروی محرکه‌ی آن

هدف: ساختن پیل و اندازه‌گیری نیروی محرکه‌ی آن و پی‌بردن به واکنش‌های اکسایش - کاهش در پیل الکتروشیمیایی

مواد لازم

- ۱- تیغه‌ی روی
- ۲- تیغه‌ی مس
- ۳- محلول ۱M روی سولفات
- ۴- محلول ۱M مس (II) سولفات
- ۵- محلول اشباع NH_4NO_3

۶- سیم مسی

۷- پشم شیشه

ابزار لازم

۱- بشر ۲۵۰mL دو عدد

۲- لوله‌ی U شکل

۳- ولت‌سنج

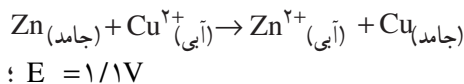
۴- کلید قطع و وصل

روش کار: مطابق شکل ۱-۱۲ تحقیق خود را

درباره‌ی پیل الکتروشیمیایی با ساختن یکی از این پیل‌ها آغاز می‌کنیم. در بشر سمت چپ تا $\frac{2}{3}$ محلول ۱M روی سولفات

- ۱- نیروی محرکه‌ی این پیل چند ولت است؟
- ۲- کاند و آند را در این پیل مشخص کنید.
- ۳- قطب منفی و مثبت پیل کدام است؟
- ۴- در کدام الکتروود واکنش اکسایش انجام می‌شود؟
- ۵- در کدام الکتروود واکنش کاهش صورت می‌گیرد؟
- ۶- نیم‌واکنش‌های اکسایش - کاهش را نوشته و از روی آن‌ها واکنش کلی پیل را بنویسید.
- ۷- با توجه به پتانسیل‌های کاهش‌ی استاندارد، پتانسیل پیل را محاسبه نمایید و با پتانسیل اندازه‌گیری شده مقایسه نمایید و درصد خطا را تعیین کنید.
- ۸- نقش پل نمکی را در این پیل بیان کنید.
- ۹- نام این پیل را بیان کنید.
- ۱۰- از وزن کدام الکتروود کاسته و به وزن کدام الکتروود اضافه می‌شود؟

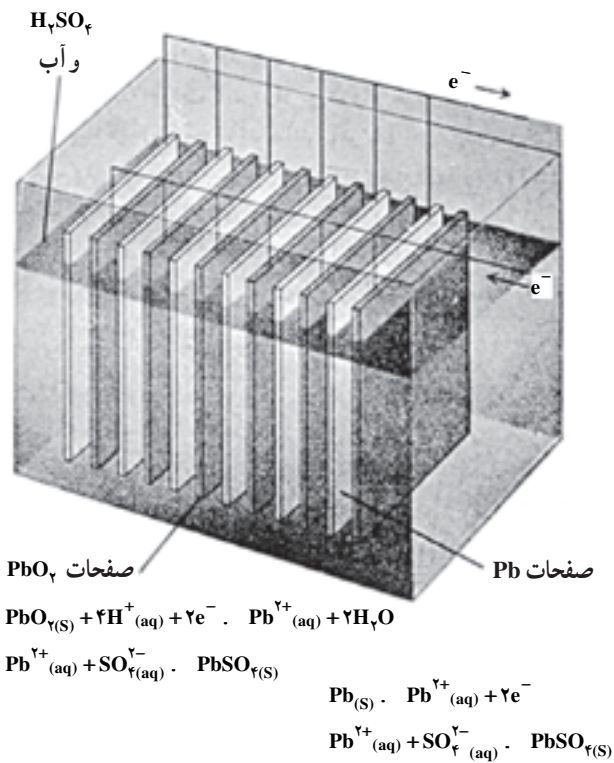
- ۱۲-۲ مطالعه‌ی اثر غلظت بر نیروی محرکه‌ی پیل**
همان‌طور که می‌دانید ولتاژهای استاندارد تنها مربوط به شرایطی هستند که غلظت اجزای موجود یک مولار باشد. تغییر غلظت بر روی ولتاژ نیم‌پیل و در نتیجه بر روی ولتاژ پیل اثر می‌گذارد. می‌توانیم جهتی را که ولتاژ پیل با تغییر غلظت، تغییر می‌کند به آسانی پیش‌بینی کنیم.
- ۱- اگر غلظت یک ماده‌ی اولیه زیاد یا غلظت محصول کم شود، ولتاژ افزایش خواهد یافت (E . E°) . هردوی این تغییرات موجب می‌شوند که واکنش رفت بهتر انجام گیرد و بنابراین، ولتاژ پیل زیاد می‌شود.
 - ۲- اگر غلظت ماده‌ی اولیه کاهش یا غلظت محصول افزایش یابد، ولتاژ کم خواهد شد (E . E°) این تغییرات واکنش عکس را تقویت می‌کنند و موجب می‌شود واکنش مستقیم کم‌تر انجام شود و در نتیجه ولتاژ پیل کم می‌شود.
- با به کارگیری از این اصول واکنش پیل دانیل را که در بند ۱۲-۱ به ساختن آن اقدام کردید مورد بررسی قرار دهید :



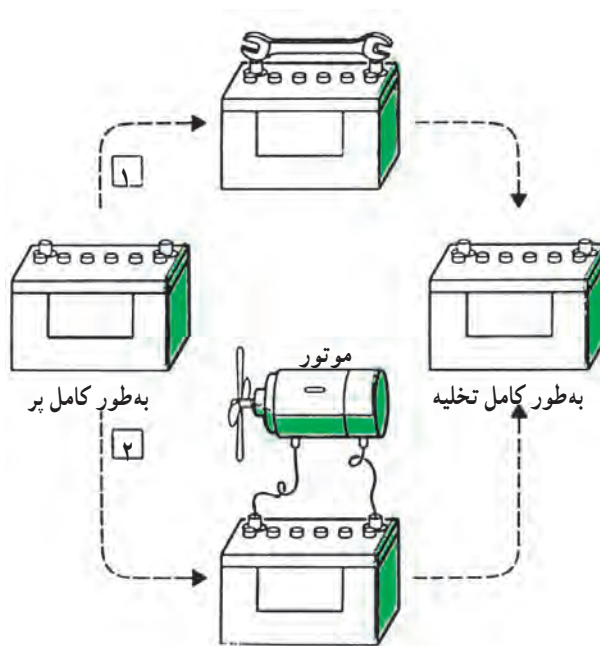
- ۱- اگر غلظت Cu^{2+} بیش‌تر از ۱M یا غلظت Zn^{2+} کم‌تر از ۱M باشد ولتاژ این پیل بیش‌تر از ۱/۱V خواهد بود.
 - ۲- اگر غلظت Cu^{2+} کم‌تر از ۱M یا غلظت Zn^{2+} بیش‌تر از ۱M باشد ولتاژ کم‌تر از ۱/۱V می‌شود.
- فرض کنید در این پیل (پیل $\text{Zn} - \text{Cu}^{2+}$)، غلظت Cu^{2+} از ۱M به ۰/۱M کاهش یابد. ولتاژ فقط به مقدار مختصری یعنی تا ۱/۰۷۷V پایین می‌آید. اما تغییر زیاد در غلظت، می‌تواند اثر عمده‌ای داشته باشد. اگر بگذاریم پیل $\text{Cu}^{2+} - \text{Zn}$ برای مدت طولانی تخلیه شود، یون‌های Cu^{2+} نهایتاً مصرف می‌شوند. به صورت دقیق‌تر، غلظت Cu^{2+} خیلی کاهش می‌یابد و در این صورت ولتاژ پیل خیلی کاهش می‌یابد و پیل از کار می‌افتد.

هدف: بررسی اثر غلظت بر ولتاژ یک پیل مواد لازم

- ۱- تیغه‌ی مس
 - ۲- تیغه‌ی روی
 - ۳- محلول‌های ۲M، ۰/۱M و ۰/۵M مس (II) سولفات
 - ۴- محلول‌های ۲M، ۰/۱M و ۰/۵M روی سولفات
 - ۵- محلول سیرشده‌ی آمونیوم نیترات
 - ۶- پشم شیشه
- ### ابزار لازم
- ۱- بشر ۲۵۰mL دو عدد
 - ۲- لوله‌ی U شکل
 - ۳- ولت سنج
 - ۴- کلید قطع و وصل
- روش کار: پیلی مانند پیل شکل ۱-۱۲ مطابق روش کار ۱۲-۱ تشکیل دهید. اما این بار با تغییر غلظت‌های یون‌های Cu^{2+} و Zn^{2+} این پیل را به صورت‌های مختلف از غلظت یون‌های فوق بسازید و ولتاژها را اندازه بگیرید. مشاهدات خود را در جدولی تنظیم و ارائه نمایید.



الف



ب

شکل ۲-۱۲- الف - یک باتری انباره‌ی سربی. ولتاژ این باتری ۱۲۷ است و می‌تواند برای مدت کوتاهی مقدار زیادی انرژی الکتریکی فراهم کند. مزیت دیگر این باتری، این است که می‌تواند دوباره پر شود. اشکال این باتری سنگینی آن است. ب - یکی از کاربردهای انباره‌ی سربی

۱۲-۳- بررسی انباره‌ی سربی (باتری اتومبیل) با جزییات آن

هدف: تشریح انباره سربی به عنوان یک منبع الکتریکی

ابزار لازم

- باتری اتومبیل

روش کار: باتری سربی یک پیل ثانویه است که به عنوان منبع الکتریکی برای مقاصد صنعتی و علمی اهمیت فراوان دارد. به شکل ۱۲-۲ ب خوب توجه کنید.

مطابق شکل ۱۲-۲ بعد از خالی کردن محتویات یک انباره‌ی سربی روکش آن را بردارید و به اجزای تشکیل دهنده‌ی آن خوب توجه کنید.

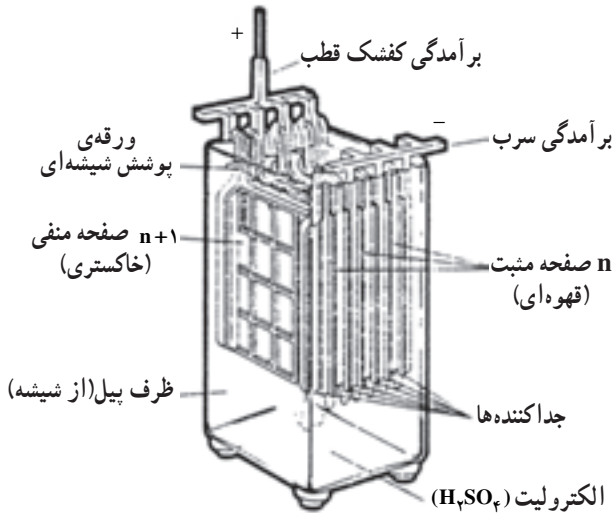
در این باتری فلز سرب آند (قطب منفی) و PbO_2 کاتد (قطب مثبت) را تشکیل می‌دهند.

ساختمان اصلی یک انباره‌ی سربی که در شکل ۱۲-۲ نمایش داده شده است، به شرح زیر است:

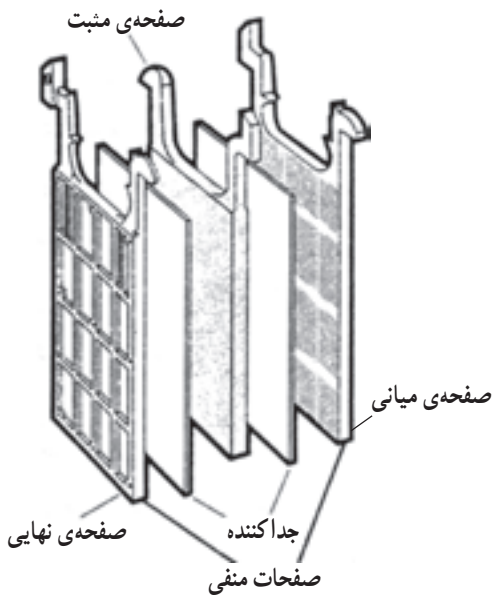
الکترودها، (آند و کاتد)، دو مجموعه‌ی موازی هم هستند که متناسب با قطب‌ها به عنوان مثبت و منفی در نظر گرفته می‌شوند. سنگینی آن به خاطر سرب به کار رفته در آن است.

در شکل ۱۲-۳ این باتری با جزییات آن نشان داده می‌شود، به صفحات درون باتری خوب نگاه کنید. این صفحات از شبکه‌ای از سرب سخت ساخته شده‌اند. در حالت پر، در حلقه‌های صفحات مثبت، سرب دی‌اکسید و در حلقه‌های صفحات منفی، سرب (به اصطلاح اسفنج سربی) با ظرافت خاصی قرار دارند. شکل ۱۲-۴ این صفحات را به خوبی نشان می‌دهد. در محفظه‌های پیل محلول سولفوریک اسید با چگالی بین $1/18$ تا $1/25 \text{ kg/L}$ ریخته می‌شود و این محفظه‌ها بستگی به نوع آنها با سولفوریک اسید با یک چگالی معین پرمی‌شوند. چگالی محلول سولفوریک اسید در باتری سربی اتومبیل‌های معمولی (۱۲ ولت) $1/25 \text{ kg/L}$ است.

توده‌ی فعال صفحات، یعنی سرب اکسید و اسفنج سربی، سطح وسیعی در اختیار سولفوریک اسید قرار می‌دهند. صفحات جداکننده، که از پلاستیک مخصوصی ساخته شده‌اند، از ایجاد اتصال کوتاه بین صفحات (مثبت و منفی) جلوگیری می‌کنند.

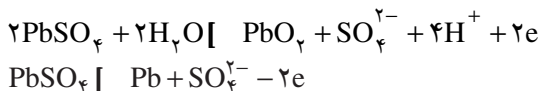


شکل ۱۲-۳- اجزای تشکیل دهنده‌ی باتری سربی

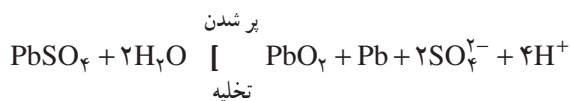


شکل ۱۲-۴- صفحات تشکیل دهنده‌ی باتری سربی

با جمع واکنش‌های مربوط به صفحات مثبت و منفی در موقع کار کردن می‌توان به واکنشی دست یافت که فقط حالات اولیه و نهایی کلیه‌ی موادی را که در واکنش شرکت دارند، بیان می‌کند.



واکنش کلی:

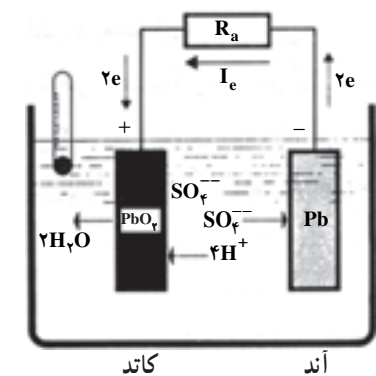


شکل ۵-۱۲ پر کردن و تخلیه این باتری را به صورت

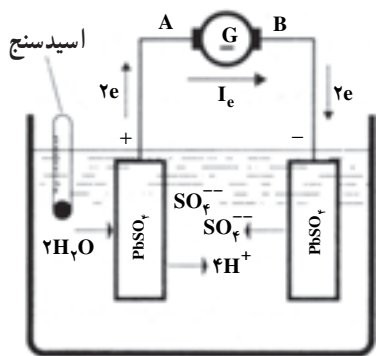
تصویری نشان می‌دهد.

اگر انباره سری مدت طولانی بدون استفاده بماند، سرب به تدریج با محلول سولفوریک اسید واکنش داده و سرب (II) سولفات تولید می‌شود. این عمل را سولفاته شدن صفحات می‌نامند. بدین ترتیب ظرفیت انباره تا حد بی مصرف شدن آن کاهش خواهد یافت. سولفاته شدن در اثر تخلیه شدید و یا پر کردن سریع نیز رخ

می‌دهد.



تخلیه



آند

کاتد

پر کردن

شکل ۵-۱۲- تصویری از تخلیه و پر کردن باتری سری

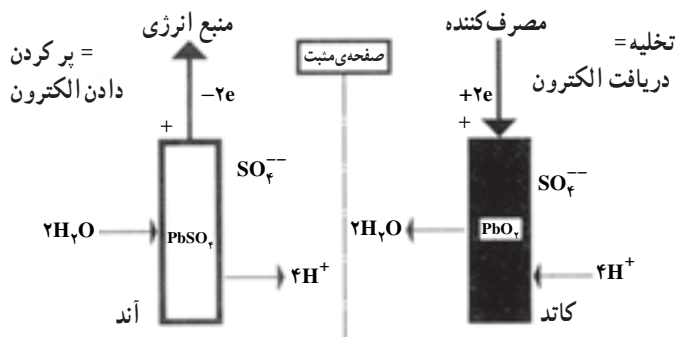
تفاوت بین صفحات مثبت و منفی فقط در شرایطی که انباره پر است، از رنگ آن‌ها تشخیص داده می‌شود. پس از تخلیه، کلیه صفحات انباره سفید هستند (چرا؟).

تغییر رنگ از واکنش‌های شیمیایی مواد فعال صفحات که موقع پر و خالی شدن پیل به وقوع می‌پیوندد، ناشی می‌شود. واکنش‌های زیر در صفحات مثبت انجام می‌گیرند:

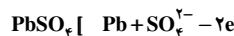
نیم واکنش آندی (در موقع کار کردن)



کاتد تخلیه



نیم واکنش کاتدی (در موقع کار کردن)



سرب (II) سولفات سفید که غیر محلول در آب و در صفحات ایجاد شده است، به هنگام پر شدن انباره با دادن الکترون با آب، سرب دی‌اکسید تولید می‌نماید. از طرف دیگر یون‌های SO_4^{2-} و H^+ به درون محلول رفته و چگالی سولفوریک اسید را افزایش می‌دهند.

حال به این پرسش پاسخ دهید که چگونه می‌توان با توجه به چگالی محلول اسید درون باتری به قابل استفاده بودن باتری پی برد؟ در صفحات منفی نیز موقع پر شدن انباره سرب سولفات با دریافت الکترون فلز سرب به شکل اسفنج سری به وجود می‌آید. یون‌های SO_4^{2-} نیز به داخل محلول وارد می‌شوند و باز چگالی اسید افزایش می‌یابد. یون‌های H^+ و SO_4^{2-} که موقع پر شدن تولید می‌شوند با دو مولکول H_2SO_4 مطابقت دارند.

اکنون به این پرسش پاسخ دهید که کدام الکتروود در پر کردن و کدام یک در تخلیه نقش صفحه منفی را ایفا می‌کنند؟

پرسش و تمرین

- ۱- برای چه کارهایی از پیل ثانویه استفاده می‌کنند؟
- ۲- واکنش‌های یک پیل سربی را به‌طور کامل به صورت نیم واکنش بنویسید.
- ۳- کدام ماده در صفحات مثبت و منفی اکسیده یا کاهش می‌یابد؟
- ۴- مهم‌ترین ولتاژهای عملی یک پیل سربی را بیان کنید.
- ۵- چگالی اسید پرکننده‌ی یک پیل سربی چقدر است؟
- ۶- از چه ماده‌ای به‌عنوان حلال اسید استفاده می‌شود؟
- ۷- چگونه می‌توانید از سولفوریک اسید غلیظ با $d = 1.84$ ، چهار لیتر محلول سولفوریک اسید با $d = 1.25$ برای انباره‌ی سربی تهیه کنید؟
- ۸- با سولفاته شدن در یک پیل سربی چه اتفاقی می‌افتد؟
- ۹- چه عللی باعث سولفاته شدن انباره‌ی سربی می‌شود؟
- ۱۰- کاتد و آند در پیل سربی را مشخص کنید.

۴-۱۲- بررسی باتری معمولی (باتری خشک)

هدف: بررسی پیل خشک و واکنش‌های آن به‌عنوان

یک پیل اولیه

از بین تعداد زیادی پیل الکتروشیمیایی مختلف، عملاً پیل لکلانسه که در حدود سال ۱۸۷۵ میلادی تکمیل گردید آزمایش خوبی داده است. امروزه تولید سالانه‌ی این پیل در سراسر گیتی به میلیون‌ها عدد می‌رسد. این پیل که یک پیل خشک است با کاربردهای مختلف در اندازه‌ها و با خواص متفاوت ساخته و عرضه می‌شود. شما با این پیل در برخورد با چراغ قوه، رادیو ترانزیستوری و ... آشنایی دارید. از آنجا که پیل لکلانسه دارای اهمیت صنعتی و اقتصادی شایانی است، به‌عنوان نمونه از پیل‌های خشک مورد بررسی قرار می‌گیرد.

ابزار لازم

۱- یک پیل خشک

۲- قیچی آهن‌بری

۳- پیچ گوشتی

۴- انبردست

روش کار: مطابق شکل ۶-۱۲ مقطعی از این پیل را به وسیله‌ی قیچی آهن‌بری، پیچ گوشتی و انبردست تهیه کنید. همان‌طور که ملاحظه می‌کنید بخش‌هایی که این پیل را تشکیل

می‌دهند، عبارتند از الکترولیت‌ها، الکترودها. آند این پیل فلز روی و کاتد آن زغال قرع یا گرافیت است.

دو الکترودها با یک خمیر مرطوب از یکدیگر جدا شده‌اند. این خمیر شامل منگنز دی‌اکسید، MnO_2 ، آمونیوم کلرید، NH_4Cl ، و ذرات ریزکربن با خمیر نشاسته است. البته خمیر الکترولیت، هنوز دارای تقریباً ۶٪ آب است و بنابراین، کاملاً خشک نیست. پیل خشک را به‌طور محکم می‌بندند، تا بدین وسیله از خروج الکترولیت جلوگیری شده و بتوان از آن در هر وضعیتی استفاده کرد.

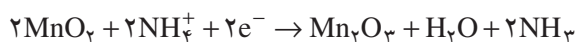
با بستن مدار، واکنش‌های تولیدکننده‌ی جریان الکتروسیسته در آند و کاتد آغاز می‌شوند.

واکنش آند، اکسایش: قطب (-) $Zn - 2e^- \rightarrow Zn^{2+}$

جریان الکترونی به کاتد وارد شده و یون‌های H^+ حاصل

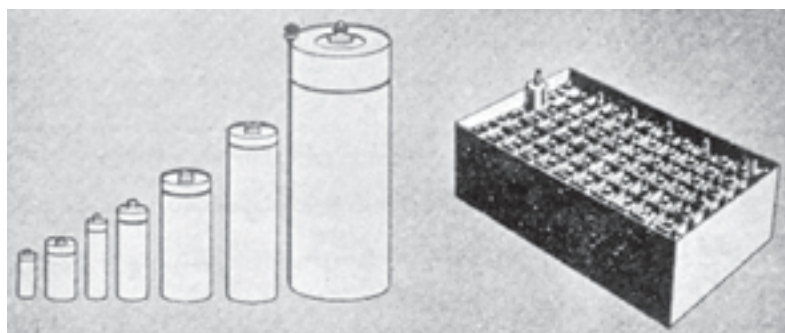
از NH_4^+ را که دارای بار مخالف هستند، جذب می‌کنند.

واکنش کاتد، کاهش: قطب (+)

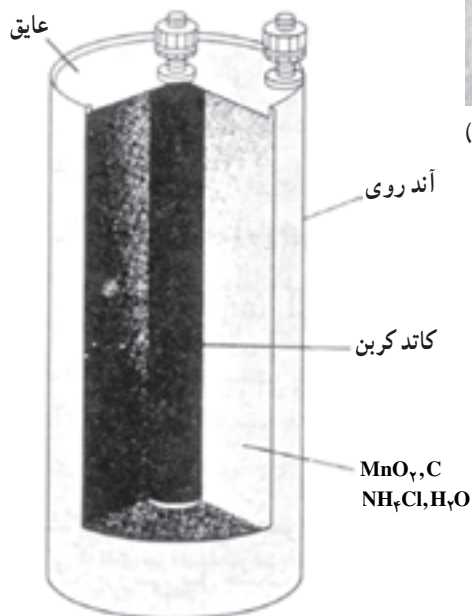


شکل ۷-۱۲ انجام واکنش‌های فوق را نشان می‌دهد.

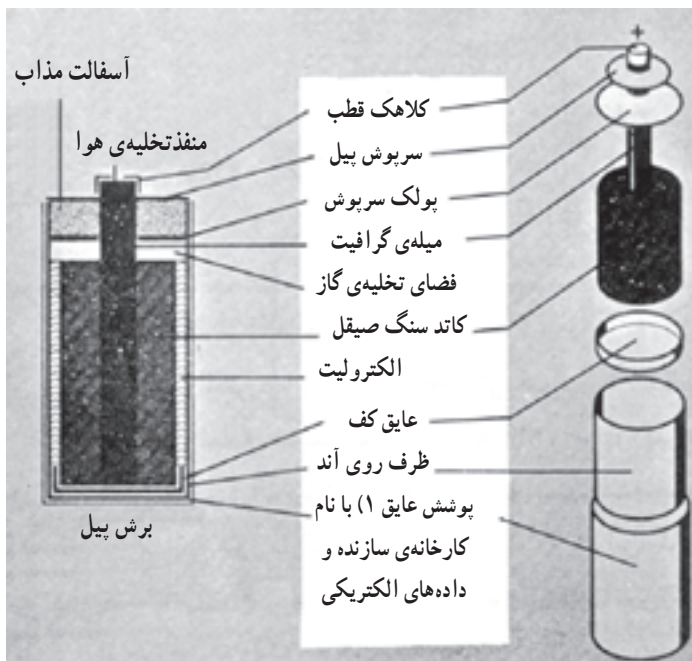
اگر جریان زیادی از پیل خشک گرفته شود، گاز آمونیاک تولید شده در اطراف کاتد به‌عنوان عایق عمل می‌کند و جریان یون‌ها را متوقف می‌سازد و پیل از کار می‌افتد. ولتاژ این پیل ۱/۵ ولت است.



باتری ساخته شده از پیل های خشک پیل های خشک در اندازه های مختلف (باتری های قلمی)

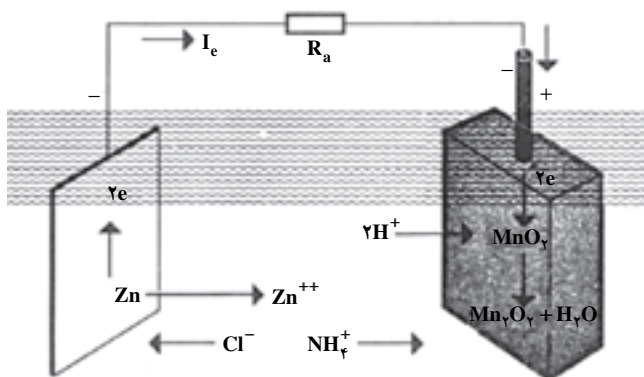


یک «پیل خشک» در این پیل Zn به عنوان آند عمل می کند. MnO_2 در کاتد کربن کاهیده می شود. بتانسیل این پیل ۱/۵ ولت است و قابل پرکردن دوباره نیست. این پیل منبع نسبتاً ارزانی است که مقدار کمی انرژی الکتریکی تولید می کند.



تصویر اجزاء پیل طرح ساختمان یک پیل لکلانسه پیشرفته

شکل ۶-۱۲- انواع پیل خشک و مقطع آنها



شکل ۷-۱۲- انجام واکنش های پیل خشک بعد از بستن مدار

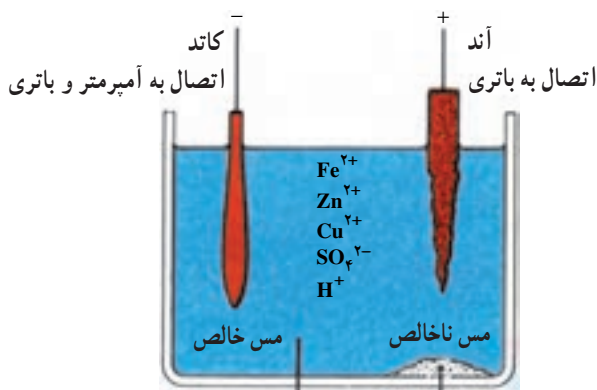
پرسش و تمرین

- ۱- در پیل لکلانسه چه موادی کاتد و آند می‌باشند؟
- ۲- چه یون‌هایی در الکترولیت یک پیل خشک موجود است؟
- ۳- واکنش کاتد را در پیل خشک بنویسید.
- ۴- ولتاژ یک پیل خشک چند ولت است؟
- ۵- چه موقع پیل از کار می‌افتد؟
- ۶- آیا می‌توانید یک پیل خشک بسازید؟ حتماً می‌توانید، عمل کنید.

الکترولیز از نظر کمی و کیفی

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

- ۱- مس خالص را از مس ناخالص از طریق الکترولیز تهیه کند.
- ۲- الکترولیز محلول پتاسیم سولفات و مس (II) سولفات را انجام دهد.



شکل ۱-۱۳- تهیه مس خالص از مس ناخالص با روش الکترولیز
 محلول ۱M مس (II) سولفات به عنوان الکترولیت
 لجن آندی شامل نقره، طلا و پلاتین

۱-۱۳-۱- تهیه مس خالص از مس ناخالص با روش الکترولیز

هدف: تهیه فلز خالص از طریق الکترولیز

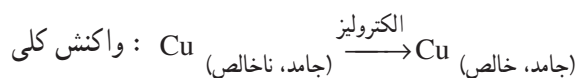
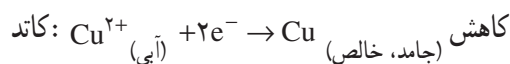
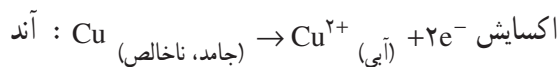
مواد لازم

- ۱- تیغه مس خالص
- ۲- تیغه مس ناخالص
- ۳- محلول ۱M مس (II) سولفات
- ۴- سولفوریک اسید، ۳۰٪

ابزار لازم

- ۱- باتری ۱/۵ ولت
- ۲- سیم رابط
- ۳- بشر ۵۰۰mL
- ۴- آمپرمتر

در این آزمایش، مس ناخالص به عنوان آند پیل عمل می‌کند و به یون‌های Cu^{2+} اکسیده می‌شود. این یون‌ها در کاتد که ورقه‌ای از مس خالص است به اتم‌های مس کاهش می‌شوند. غلظت Cu^{2+} موجود در الکترولیت در تمام مدت الکترولیز در حدود ۱M ثابت می‌ماند.



گاهی اوقات محلول الکترولیت داخل سلول الکترولیز را با محلول CuSO_4 تازه عوض می‌کنند. فلزهای با فعالیت کم‌تر از مس اکسیده نمی‌شوند بلکه در ته پیل جمع می‌شوند و لجن

روش کار: مطابق شکل ۱-۱۳ در یک بشر ۵۰۰mL تا $\frac{2}{3}$ آن محلول ۱M مس (II) سولفات بریزید، حدود ۱mL سولفوریک اسید به آن اضافه کنید. دو تیغه مسی انتخاب کنید که یکی مس خالص و دیگری ناخالص است. تیغه مس خالص را به عنوان کاتد و تیغه ناخالص دیگر را به عنوان آند درون بشر قرار داده و به قطب‌های (+) و (-) یک باتری خشک ۱/۵ تا ۶ ولت وصل کنید و آمپرمتر را بین راه آند و پیل قرار دهید تا شدت جریان را نشان دهد. بعد از مدتی خواهید دید که اندازه‌ی مس ناخالص کاهش و اندازه‌ی مس خالص افزایش یافته است و بدین طریق از مس ناخالص با روش الکترولیز مس خالص تهیه کرده‌اید. شدت جریان به کار رفته را یادداشت کنید.

آندی را تشکیل می‌دهند.

پرسش و تمرین

- ۱- انرژی لازم برای این الکترولیز کم است. می‌توانید بگویید چرا؟
- ۲- چرا یون‌های Zn^{2+} و Fe^{2+} به عنوان ناخالصی در آند اکسایش نمی‌یابند؟
- ۳- لجن آندی ممکن است شامل چه فلزهایی باشد؟
- ۴- یک آزمایش برای تهیه‌ی آهن خالص از ناخالص طرّاحی کنید.

۱۳-۲ الکترولیز محلول پتاسیم سولفات

هدف: انجام الکترولیز محلول نمک‌ها و پیش‌بینی محصولات الکترولیز

مواد لازم

- ۱- محلول $0.2M$ پتاسیم سولفات
 - ۲- فنل فتالتین
 - ۳- تورنسل
- ابزار لازم

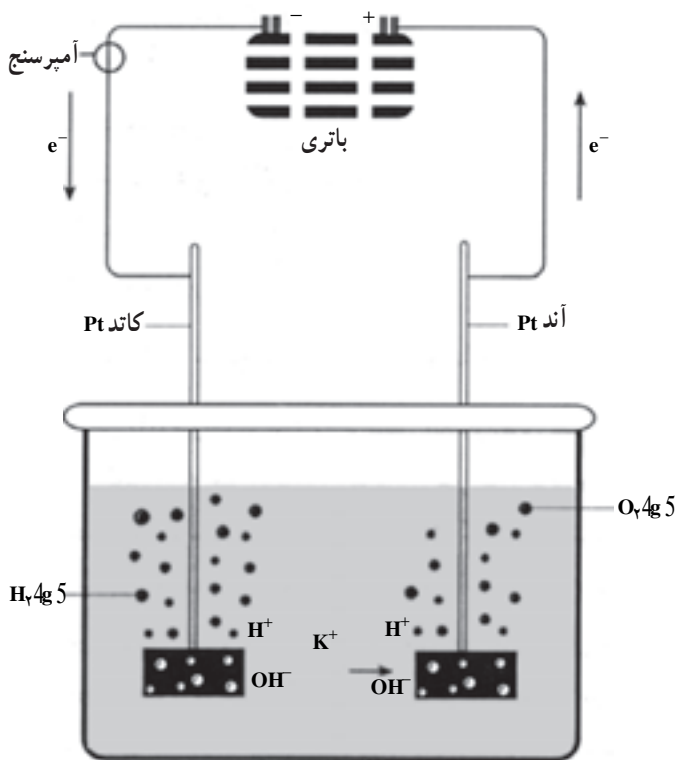
- ۱- بشر $50.0 mL$
- ۲- الکتروود پلاتین یا الکتروود زغال (گرافیت)
- ۳- انباره‌ی ۶ ولت
- ۴- آمپرسنج

روش کار: ابتدا الکتروود کاتد را وزن کنید. سپس مطابق

شکل ۱۳-۲ تا ارتفاع $\frac{2}{3}$ بشر، محلول پتاسیم سولفات $0.2M$ درون بشر بریزید. الکتروودهای خنثای پلاتین یا زغال را به عنوان کاتد و آند درون بشر قرار داده و از طریق یک انباره‌ی ۶ ولت مدار را کامل کنید بین کاتد و انباره یک آمپرسنج قرار دهید که شدت جریان را نشان دهد. این الکترولیز را به مدت ۵ دقیقه انجام دهید و شدت جریان را یادداشت کنید. در اطراف کاتد چند قطره فنل فتالتین و در اطراف آند چند قطره تورنسل بریزید.

اکنون به پرسش‌های زیر پاسخ دهید:

۱- اگر الکترولیز محلول پتاسیم سولفات به مدت ۵ دقیقه انجام شود و شدت جریان 500 میلی‌آمپر باشد، چه ماده‌ای و چه مقدار در کاتد آزاد می‌شود؟ می‌دانید که 96500 کولمب الکتروسیته که برابر با یک فاراد الکتروسیته است یک کی‌والان‌گرم



شکل ۱۳-۲ الکترولیز محلول پتاسیم سولفات

از جسم را در کاتد آزاد می‌کند و یا رسوب می‌دهد.

- ۲- محلول اطراف کاتد با وارد کردن فنل فتالتین به چه رنگی درآمد و چرا؟
- ۳- محلول اطراف آند با وارد کردن تورنسل به چه رنگی درآمد و چرا؟

۴- آیا فلز پتاسیم در کاتد رسوب کرد؟ چرا؟

۵- در آند چه ماده‌ای رسوب یا آزاد شد؟ چرا؟

۶- آیا یون‌های SO_4^{2-} اکسید شدند؟ چرا؟

۷- نیم‌واکنش‌های کاتد و آند را در الکترولیز محلول آبی

پتاسیم سولفات بنویسید و واکنش کلی الکترولیز را نتیجه بگیرید.

۱۳-۳ الکترولیز محلول آبی مس (II) سولفات

هدف: مهارت در انجام آزمایش‌های الکترولیز و

پیش‌بینی محصولات الکترولیز

مواد لازم

۱- محلول مس (II) سولفات ۰/۲ مولار

۲- محلول تورنسل

۳- محلول باریم کلرید ۰/۲ مولار

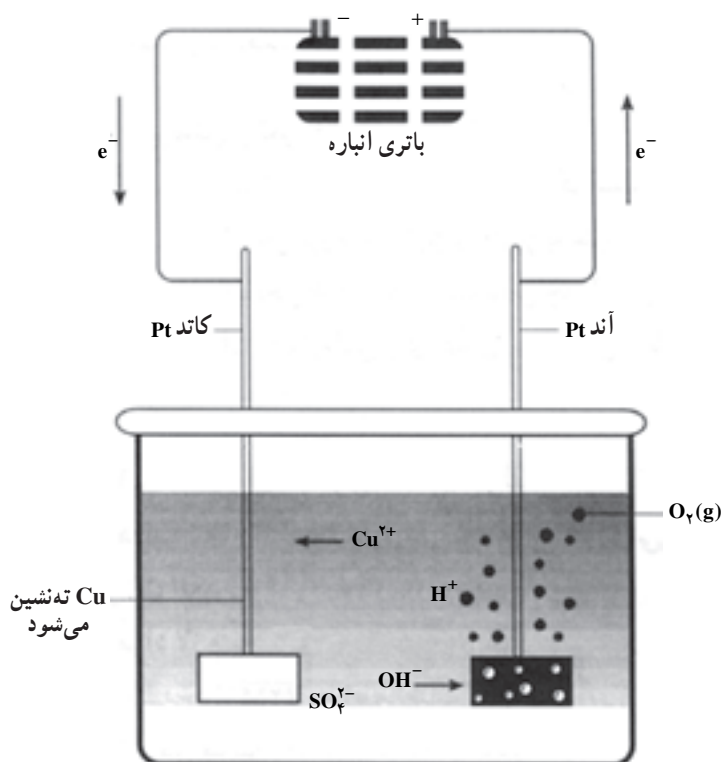
ابزار لازم

۱- یک بشر ۲۵۰mL

۲- دو الکترود پلاتین یا دو میله‌ی زغالی

۳- یک انباره‌ی ۶ ولت

۴- یک آمپرسنج



شکل ۱۳-۳ الکترولیز محلول مس (II) سولفات

چند گرم مس در کاتد رسوب نمود؟ از طریق توزین و از طریق محاسبه وزن مس رسوب داده شده را به دست آورید و با یکدیگر مقایسه نمایید. خطای نسبی را به دست آورید.

۲- چرا یون‌های سولفات در آند اکسید نشدند؟

۳- چرا محلول اطراف آند با وارد کردن تورنسل قرمز

شد؟

۴- چرا گاز هیدروژن در کاتد آزاد نشد؟

روش کار: مطابق شکل ۱۳-۳ تا ارتفاع $\frac{2}{3}$ بشر را با

محلول مس (II) سولفات ۰/۲M پر کنید. الکترودهای خنثای

پلاتین یا زغالی را به عنوان کاتد و آند درون بشر قرار داده و از

طریق اتصال به آمپرسنج و انباره‌ی ۶ ولت مدار را کامل کنید.

این آزمایش را به مدت ۵ دقیقه انجام دهید و به هنگام الکترولیز

شدت جریان را یادداشت کنید. ضمناً چند قطره تورنسل در

اطراف آند و ۱mL محلول باریم کلرید ۰/۲M در اطراف کاتد

در طول انجام الکترولیز بعد از ۴ دقیقه بریزید و مشاهدات خود

را یادداشت کنید. اکنون به پرسش‌های زیر پاسخ دهید.

۱- در مدت ۵ دقیقه با توجه به شدت جریان به کار رفته

آبکاری^۱ با توجه به ساختار الکترولیت

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش‌های این فصل بتواند:
- در زمینه‌ی آبکاری مهارت لازم را کسب نماید.

۱۴-۱- آبکاری یکی از کاربردهای الکترولیز

آبکاری یا روکش کردن، غالباً به قرار دادن روکش فلزی روی یک فلز دیگر اطلاق می‌شود. این روکش‌ها، لایه‌های نازکی به ضخامت چند هزارم سانتی‌متر از فلز دیگری است که روی سطح اصلی قرار می‌گیرد. آبکاری ممکن است به منظور تزیین یا بالا بردن مقاومت در برابر خوردگی یا برای هر دو منظور فوق روی فلز انجام شود. در آبکاری، محلول الکترولیت باید دارای یون فلزی لازم برای کاهش در کاتد باشد. قبل از آبکاری، باید سطح جسم را برای روکش کردن آماده کرد. بدین منظور باید چربی‌های روی سطح جسم با مواد چربی‌گیر (بازها) مانند سدیم کربنات یا محلول سود برطرف گردد. چنانچه سطح جسم اکسیده شده باشد، باید با محلول هیدروکلریک اسید ۵٪ نسبت به برطرف کردن اکسید اقدام کرد.

۱۴-۲- روکش کردن مس با نیکل

مواد لازم

۱- یک قطعه فولاد ضدزنگ

۲- یک قطعه مس

۳- نیکل سولفات

۴- نیکل کلرید

۵- بوریک اسید

ابزار لازم

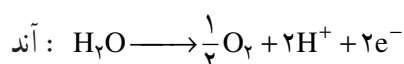
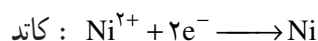
۱- منبع جریان مستقیم

۲- سیم رابط

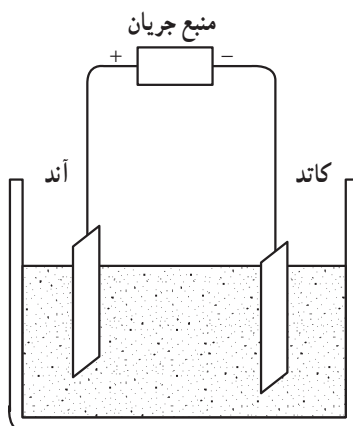
۳- بشر ۵۰۰ یا ۱۰۰۰ mL یا ظرف شیشه‌ای با حجم

بیشتر

روش کار: مخلوطی شامل ۶۰ گرم نیکل سولفات، ۱۵ گرم نیکل کلرید و ۱۱ گرم بوریک اسید را در آب حل کنید و به حجم ۲۵۰ mL برسانید. مطابق شکل ۱-۱۴ یک بشر مناسب را تا $\frac{2}{3}$ از محلولی که تهیه کرده‌اید، بریزید. سپس قطعه مسی را به قطب منفی (کاتد) و قطعه فولاد ضدزنگ را به قطب مثبت (آند) وصل کنید و در بشر قرار دهید. جریان الکتروسیته را برقرار کنید. ولتاژ مورد نیاز حدود ۴ تا ۶ ولت (اگر ابعاد قطعه مسی حدود ۵/۲×۱۰×۲ cm باشد) است. مشاهده می‌کنید که لایه‌ای از نیکل روی قطعه مسی می‌نشیند. واکنش‌های الکترولیز عبارتند از:

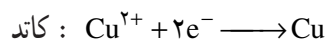
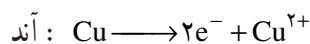


میشل فاراده (۱۷۹۱-۱۸۶۷) دانشمند انگلیسی که اصطلاحات آند، کاتد، الکتروود، الکترولیت و الکترولیز را وضع کرد.

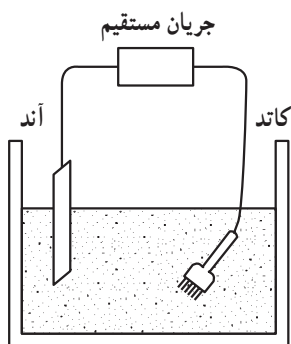


شکل ۱-۱۴

آبکاری شود به قطب منفی (کاتد) وصل کنید. مشاهده می کنید که لایه‌ای از مس بر روی جسم می نشیند. واکنش‌های الکترولیز عبارتند از:



مشاهدات خود را یادداشت و گزارش نمایید.



شکل ۲-۱۴

۳-۱۴- آبکاری با مس

مواد لازم

۱- تیغه‌ی مسی

۲- جسم مورد نظر (مانند چنگال، کلید، ...)

۳- محلول مس (II) سولفات، ۱M

۴- محلول سولفوریک اسید ۱M

ابزار لازم

۱- بشر ۵۰۰ یا ۱۰۰۰ mL یا ظرف شیشه‌ای با حجم

بیش‌تر

۲- باتری ۶ ولت

۳- سیم رابط

روش کار: مطابق شکل ۲-۱۴ تا ارتفاع $\frac{2}{3}$ ظرف از

محلول مس (II) سولفات بریزید. ۳ mL سولفوریک اسید اضافه

کنید. تیغه‌ی مسی را به قطب مثبت (آند) و جسمی را که باید

تمرین و پرسش

۱- آبکاری با نیکل را آزمایش کنید.

۲- در آبکاری با مس به چه دلیل باید محیط را با H_2SO_4 اسیدی کرد؟

۱ pH سنجی

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش‌های این فصل بتواند:
 - غلظت اسید و باز را از طریق pH سنجی تعیین نماید.



الف - کاغذ pH



ب - دستگاه pH سنج

شکل ۱-۱۵

الف - کاربرد کاغذ pH و ب - کاربرد دستگاه pH سنج

۱-۱۵ - pH سنجی

یکی از معمول‌ترین کارهای آزمایشگاهی، اندازه‌گیری غلظت یون، H_3O^+ ، در محلول‌های آبی می‌باشد و این عمل اغلب به وسیله‌ی دستگاه pH سنج انجام می‌گیرد.

می‌دانید که $pH = -\log[H^+]$ می‌باشد و محلول‌های

اسیدی دارای pH کمتر از ۷ و محلول‌های قلیایی دارای pH بالاتر از ۷ هستند.

موادی وجود دارند که در محیط‌های اسیدی، یعنی در

pH کم‌تر از ۷ و در محیط‌های قلیایی، یعنی در pH بالاتر از ۷ رنگ مشخصی را تولید می‌کنند. از این مواد می‌توان انواع

شناساگرها و انواع کاغذهای شناساگر را که کاغذ شناساگر

عمومی^۲ نامیده می‌شوند نام برد. به علت این که این مواد از دقت کمی برخوردار هستند تشخیص رنگ در افراد، متفاوت است و

بستگی به عوامل مختلف مانند میزان نور محیط و ... دارد، فقط مقدار تقریبی pH مشخص می‌شود. بنابراین، برای اندازه‌گیری

دقیق pH باید از دستگاه pH سنج استفاده شود، که به نوع

pH سنج بستگی دارد و دقت اندازه‌گیری انواع آن‌ها از ۰/۱ تا ۰/۰۰۱ است، به شکل‌های ۱-۱۵، ۲-۱۵، ۳-۱۵ و ۴-۱۵

خوب نگاه کنید.



شکل ۲-۱۵- دو نوع pH سنج با دقت 0.1 pH.



شکل ۴-۱۵- اندازه‌گیری pH به وسیله‌ی دستگاه pH سنج

شکل ۳-۱۵- دو نوع pH سنج. الف- با دقت 0.001 pH و ب-

با دقت 0.1 pH ج- انواع الکترودهای pH سنج، که الکترودهای ۱، ۲ و ۳ برای سنجش‌های حجمی اسید- باز و الکترود (۴) برای سنجش‌های حجمی اکسایش- کاهش به کار می‌رود.

۲-۱۵- طرز کار با دستگاه pH سنج

۲- مواظب باشید از محتویات درون الکترودها کاسته نشود.

۳- وقتی الکترودها از یک محلول به محلول دیگر برای اندازه‌گیری pH به کار برده می‌شود، باید با همان محلول شسته شوند. خشک کردن با دستمال یا کاغذ یا هر چیز دیگر به هیچ وجه توصیه نمی‌شود.

۴- هنگامی که از دستگاه pH سنج استفاده نمی‌شود، دستگاه باید در حالت STAND BY قرار گیرد.

۵- در بعضی از محلول‌ها، که دارای قدرت یونی ضعیف هستند، الکترودها سریع جواب نمی‌دهند. در این صورت باید مدتی صبر کرد تا pH مربوطه به دست آید.

۶- در محلول‌های دارای قدرت یونی زیاد و pH های بالا مانند محلول NaOH یا pH های خیلی پایین مانند محلول HCl، کمی انحراف در عقربه‌ی pH سنج مشاهده می‌شود و زمان رسیدن به تعادل در این محلول‌ها بیش‌تر است که باید دقت زیادی به کار برد.

۳-۱۵- سنجش حجمی یک باز قوی با یک اسید قوی به وسیله‌ی دستگاه pH سنج و رسم منحنی سنجش حجمی

مواد لازم

۱- محلول سدیم هیدروکسید با غلظت مجهول

۲- محلول هیدروکلریک اسید ۰/۱N

ابزار لازم

۱- دستگاه pH سنج

۲- بشر ۲۵۰mL

۳- همزن مغناطیسی

۴- بورت ۵۰mL و متعلقات آن

هدف: اندازه‌گیری غلظت یک باز قوی به وسیله‌ی یک اسید قوی با روش سنجش حجمی با دستگاه pH سنج و رسم منحنی سنجش حجمی اسید و باز قوی

روش کار: در این آزمایش غلظت یک باز قوی به وسیله‌ی یک اسید قوی را با دستگاه pH سنج و بدون استفاده از شناساگر

اولین نکته‌ای که دانستن و به کار بردن آن ضروری می‌باشد این است که همیشه الکترودها را باید در محلول بافر با $pH = 7$ نگهداری نمود. در این مورد آب مقطر توصیه نمی‌شود و باید برای نگهداری الکترودها، همواره موقعی که مورد استفاده قرار نمی‌گیرد در محلول بافر با $pH = 7$ قرار داد و نگذاشت که خشک شوند. برای استفاده از دستگاه pH سنج ابتدا با بستن کلید و اتصال دستگاه به برق بگذارید مدتی گرم شود. سپس دستگاه را با دقت تنظیم (کالیبره) نمایید. برای کالیبره کردن دستگاه از محلول بافر با pH معین استفاده نمایید که به صورت محلول‌های آماده به وسیله‌ی شرکت‌های سازنده‌ی مواد شیمیایی عرضه می‌شود. در غیر این صورت، از محلول‌های بافری که خودتان در فصل ۵ تهیه کرده‌اید، استفاده کنید.

کالیبره کردن دستگاه pH سنج: برای کالیبره کردن دستگاه pH سنج به شرح زیر عمل نمایید:

۱- الکترودها را در محلول بافر با $pH = 4$ یا $pH = 8$ قرار دهید. دمای محلول بافر را اندازه بگیرید و دما را به وسیله‌ی دکمه‌ی تنظیم دما که زیر آن کلمه‌ی TEMP^۲ نوشته شده است، روی دمای محلول بافر تنظیم کنید.

۲- دستگاه را از حالت STAND BY خارج کرده و روی حالت pH قرار دهید. آن‌گاه به وسیله‌ی دکمه‌ی CALIBRATE، عقربه‌ی pH سنج یا دستگاه pH سنج دیجیتال^۳ را روی pH محلول بافر تنظیم کنید.

۳- برای دقت بیشتر می‌توان دستگاه pH سنج را با یک محلول بافر دیگر تنظیم نمود. برای این کار، دستگاه را در حالت STAND BY قرار دهید و سپس الکترودها را بیرون بیاورید. با همان محلول بافر بشوید و مانند حالت قبل، عملیات فوق را با بافر جدید انجام دهید. اگر تنظیم اولیه دقیق صورت گرفته باشد، باید دستگاه pH سنج بدون تغییر دادن دکمه‌ی تنظیم آن، pH این محلول جدید را با دقت لازم نشان دهد.

رعایت نکات ضروری، هنگام کار با pH سنج:

۱- مواظب باشید الکترودها ضربه نخورند.

رنگی تعیین می‌کنیم.

بشر قرار دهید. دمای محلول را با دماسنج اندازه بگیرید و دکمه‌ی تنظیم دما را روی همان دما قرار دهید. سپس مانند شکل ۴-۱۵ به وسیله‌ی بورت کم کم از محلول HCl با غلظت ۰/۱N به محلول سود اضافه کنید و پس از هر بار اضافه کردن و به هم زدن pH محلول را بخوانید و یادداشت کنید. و در هر بار حجم اسید به کار رفته را هم بخوانید و یادداشت کنید تا زمانی که pH محیط به ۱ یا ۲ برسد نتایج را در جدول ۱-۱۵ یادداشت کنید.

مقدار ۳۰mL از محلول NaOH با غلظت مجهول را برداشته و در یک بشر ۲۵۰mL بریزید. یک میله‌ی مغناطیسی مناسب درون بشر قرار دهید و آن را روی همزن مغناطیسی بگذارید. آن‌گاه همزن را روشن کنید. دستگاه pH سنج را با محلول بافر مطابق بخش ۲-۱۵ تنظیم کنید. الکتروود مرکب یا الکترودهای pH سنج را با همان محلول سود بشوید و درون

جدول ۱-۱۵

pH	
حجم HCl مصرف شده	

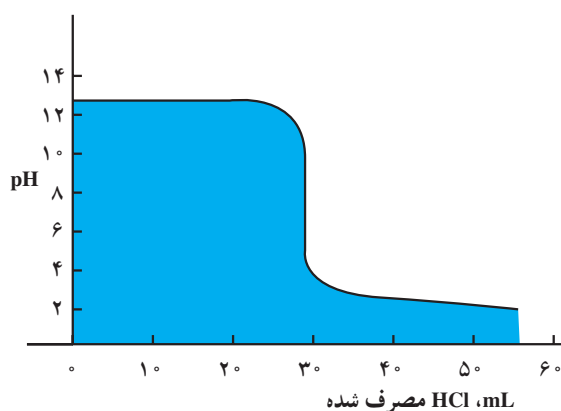
تغییر کرده است.

با به دست آوردن این نقطه، خطی بر محور حجم عمود کنید. حجم محلول HCl لازم برای رسیدن به نقطه‌ی اکی‌والان به دست می‌آید. به شکل ۵-۱۵ خوب توجه کنید. آن‌گاه با استفاده از رابطه‌ی $N_1V_1 = N_2V_2$ نرمالیت‌ه‌ی سود مجهول را تعیین کنید.

دقت کنید: در حوالی نقطه‌ی پایانی تغییرات pH شدید

است. بنابراین افزودن اسید در این مرحله بسیار تدریجی صورت گیرد.

در روی یک کاغذ میلی‌متری، نمودار pH را برحسب حجم (mL) محلول HCl مصرف شده رسم کنید. نقطه‌ی هم‌ارز (اکی‌والان)، نقطه‌ای است که شیب منحنی در آن نقطه به شدت



شکل ۵-۱۵- منحنی سنجش حجمی NaOH با HCl

رسانایی سنجی

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

– با روش هدایت سنجی غلظت و ثابت یونیزاسیون یک ترکیب یونیزه شده را اندازه‌گیری نماید.

$$\rho = \frac{RA}{l} = \frac{\Omega \text{cm}^2}{\text{cm}} = \Omega \cdot \text{cm} \quad (\text{اهم} \cdot \text{سانتی‌متر})$$

در کارهای هدایت سنجی، معمولاً از هدایت، بیش‌تر از مقاومت استفاده می‌شود. هرچه مقاومت کم‌تر باشد، هدایت بیش‌تر می‌شود. هدایت L عکس مقاومت است.

$$L = \frac{1}{R} = \frac{1}{\rho} \frac{A}{l} = k \frac{A}{l} \quad (۱۶-۲)$$

که $\frac{1}{\rho}$ به نام هدایت مخصوص k ، است.

$$k = \frac{1}{\rho} \quad (۱۶-۳)$$

و k دارای واحد $\text{ohm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ می‌شود. گاهی ohm^{-1} ، مو (mho) نامیده می‌شود. جدول ۱۶-۱ هدایت مخصوص بعضی از مواد را نشان می‌دهد.

۱۶-۱- مقاومت مخصوص^۱ و هدایت مخصوص^۲

مقاومت یک هادی الکتریکی R با طول آن، l ، نسبت مستقیم و با سطح مقطع آن، A ، نسبت عکس دارد:

$$R \propto \frac{l}{A}$$

اگر در تناسب فوق ضریب تناسب ρ را وارد کنیم، تساوی

۱۶-۱ به دست می‌آید:

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad (۱۶-۱)$$

که در آن ρ ، ضریب تناسب است و مقاومت مخصوص نامیده می‌شود. اگر در رابطه‌ی ۱۶-۱، R بر حسب اهم، l بر حسب سانتی‌متر، و A بر حسب سانتی‌متر مربع باشد، یکای ρ بر حسب اهم \cdot سانتی‌متر ($\Omega \cdot \text{cm}$) خواهد بود.

جدول ۱۶-۱- هدایت مخصوص بعضی از مواد در 25°C

هدایت مخصوص $\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$	جسم
$6/33 \times 10^5$	نقره
$5/80 \times 10^5$	مس
$2/21 \times 10^{-2}$	محلول سدیم کلرید $\frac{N}{10}$
$1/29 \times 10^{-2}$	محلول پتاسیم کلرید $\frac{N}{10}$
$4/0 \times 10^{-8}$	آب

۱- Specific resistance

۲- Specific Conductance

۲-۱۶- اندازه‌گیری هدایت الکترولیت‌ها

در اندازه‌گیری هدایت محلول الکترولیت‌ها، خاصیتی که عملاً اندازه‌گیری می‌شود، مقاومت است، و هدایت مخصوص از رابطه‌ی ۳-۱۶ محاسبه می‌شود.

محلول الکترولیت مورد اندازه‌گیری را در یک بشر ریخته سپس الکترود هدایت‌سنجی را در آن قرار دهید و الکترود را به‌دستگاه هدایت‌سنج، وصل نمایید و هدایت محلول را از روی دستگاه هدایت بخوانید و یادداشت کنید.

۳-۱۶- ثابت سل^۱

همان‌طور که گفته شد هدایت مخصوص با رابطه‌ی زیر داده می‌شود:

$$k = \frac{1}{\rho} = \frac{1}{RA}$$

در هدایت‌سنجی، l فاصله‌ی میان دو صفحه دو الکترود است و A سطح مقطع الکترودها می‌باشد. برای هر سلول l و A ثابت هستند و $\frac{1}{A}$ ثابت سلول نامیده می‌شود. از طرفی می‌دانید، $L = \frac{1}{R}$ می‌باشد. با توجه به آن

$$k = \frac{1}{A} L \quad (۴-۱۶)$$

مطابق رابطه‌ی ۴-۱۶ و برحسب تعریف، هدایت مخصوص یک الکترولیت هدایت توده‌ای از الکترولیت است که بین دو الکترود پلاتین با سطح مقطع 1 cm^2 و موازی با یکدیگر به فاصله‌ی 1 cm قرار گرفته باشد. یعنی هر یک از l و A واحد باشد.

از نظر عملی بسیار مشکل است و شاید غیرممکن باشد که بتوانند به‌طور دقیق دو الکترود پلاتین با سطح مقطع 1 cm^2 و موازی با یکدیگر به فاصله‌ی 1 cm تهیه کنند. به این دلیل به‌وسیله‌ی یک الکترولیت مرجع مانند KCl به غلظت معین که هدایت مخصوص آن در دماهای مورد نظر معلوم است، در یک دمای معین، هدایت آن را به‌وسیله‌ی دستگاه تعیین می‌کنند. عددی که دستگاه نشان می‌دهد، همان L است. با داشتن مقدار k و با استفاده از رابطه‌ی $k = \left(\frac{1}{A}\right)L$ مقدار ثابت سلول را که برابر $\frac{1}{A}$ است به دست می‌آورند. جدول ۲-۱۶ هدایت مخصوص محلول‌های KCl را برحسب $\text{ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$ در چند دما نشان می‌دهد.

جدول ۲-۱۶- هدایت مخصوص محلول‌های KCl ($\text{ohm}^{-1}\text{cm}^{-1}$)

l/A / غلظت اکی والان	$^{\circ}\text{C}$	18°C	25°C
۱	۰/۰۶۵۴۳	۰/۰۹۳۸۲۰	۰/۱۴۷۳
۰/۱	۰/۰۰۷۱۵۴	۰/۰۱۴۹	۰/۰۱۲۸۸۶
۰/۰۱	۰/۰۰۰۷۹۵۱	۰/۰۰۱۲۲۲۷	۰/۰۰۱۴۱۱۴

۴-۱۶- تعیین غلظت یک محلول با روش

هدایت‌سنجی

هدف: اندازه‌گیری غلظت یک محلول با روش

هدایت‌سنجی

مواد لازم

۱- آب مقطر

۲- محلول سود با غلظت معین (نرمال یا دسی‌نرمال)

۳- محلول HCl مجهول

ابزار لازم

۱- بورت 50 mL و متعلقات آن

۲- بالن حجمی 100 mL

۳- بشر 400 mL

۴- دستگاه هدایت‌سنج

۵- هم‌زن مغناطیسی و میله‌ی مغناطیسی

۶- استوانه‌ی مدرج

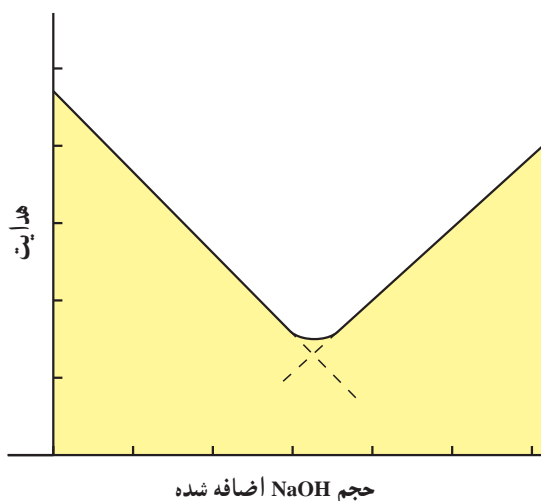
هدایت سنج را روشن کرده و اجازه دهید به مدت چند دقیقه گرم شود. آن‌گاه هدایت محلول را اندازه بگیرید (معمولاً ثابت سل هدایت سنج مشخص است) سپس هربار 5 mL / 0 محلول NaOH ، 2 N از بورت به بشر اضافه نمایید و هربار بعد از برقراری تعادل هدایت را اندازه بگیرید. افزایش سود را تا 10 mL ادامه دهید. تغییرات حجم محلول اضافه شده را برحسب هدایت خوانده شده رسم کنید، نقطه اکی‌والان بر نقطه شکستگی منحنی حاصل منطبق است (شکل ۲-۱۶) حجم سود نظیر نقطه اکی‌والان را از منحنی تخمین بزنید و به کمک آن غلظت HCl مجهول را حساب کنید.

روش کار: بعد از به حجم رساندن یک نمونه‌ی مجهول، محلول HCl در بالن حجمی 100 mL ، 25 mL آن را به یک بشر 400 mL منتقل کنید، با 150 mL آب مقطر جوشیده‌ی سرد (با استفاده از استوانه‌ی مدرج) رقیق نمایید. بشر را روی یک همزن مغناطیسی قرار داده و میله‌ی مغناطیسی را درون آن قرار دهید.

الکتروود هدایت سنج را مطابق شکل ۳-۱۶ به آرامی در محلول وارد نمایید، به طوری که کاملاً به وسیله‌ی محلول پوشانده شود و با همزن محلول برخورد نداشته باشد. دستگاه



شکل ۱-۱۶- اندازه‌گیری هدایت یک محلول با دستگاه هدایت سنج



شکل ۲-۱۶- منحنی سنجش حجمی اسید و باز قوی به روش هدایت‌سنجی

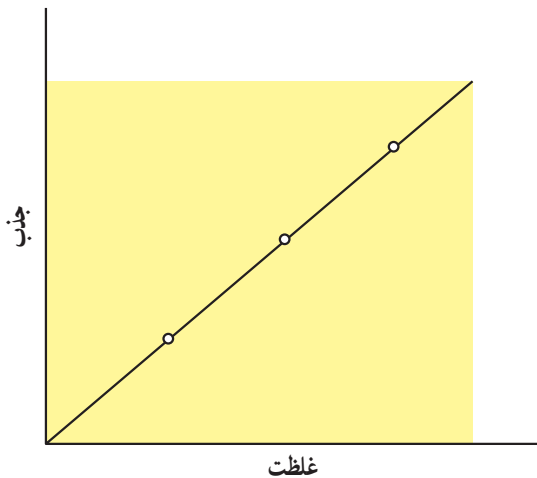
اسپکتروفتومتری

هدف‌های رفتاری: از فراگیر انتظار می‌رود بعد از انجام آزمایش این فصل بتواند:
 - غلظت یک نمونه مجهول را به وسیله‌ی دستگاه اسپکتروفتومتر تعیین کند.

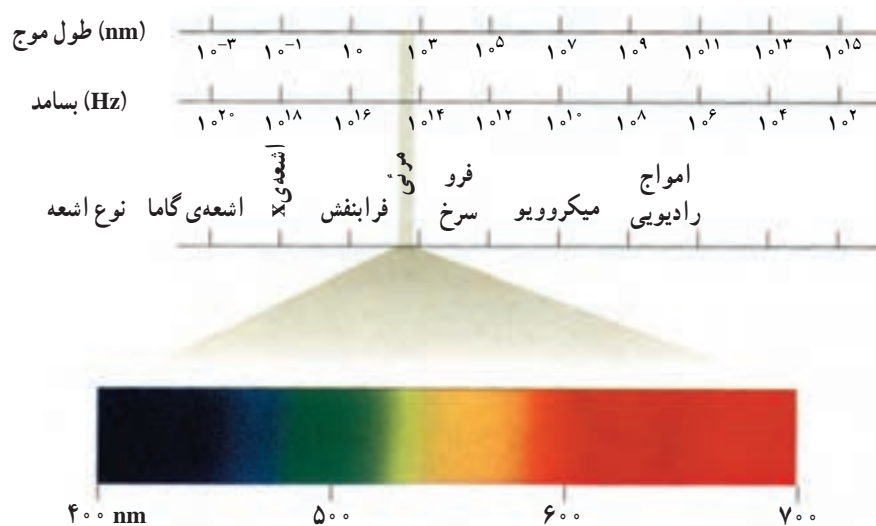
۱۷-۱- نورسنجی^۱

روشنی است که شدت نور عبور کرده از یک نمونه را با شدت نور تابیده شده مقایسه می‌کند. دستگاه اسپکتروفتومتر براساس روش فتومتری ساخته شده است که به کمک آن می‌توان قسمت خیلی باریکی از طیف نور مرئی را جدا کرده و از این طریق می‌توان جذب نور به وسیله‌ی یک ماده را با دقت زیاد اندازه گرفت.

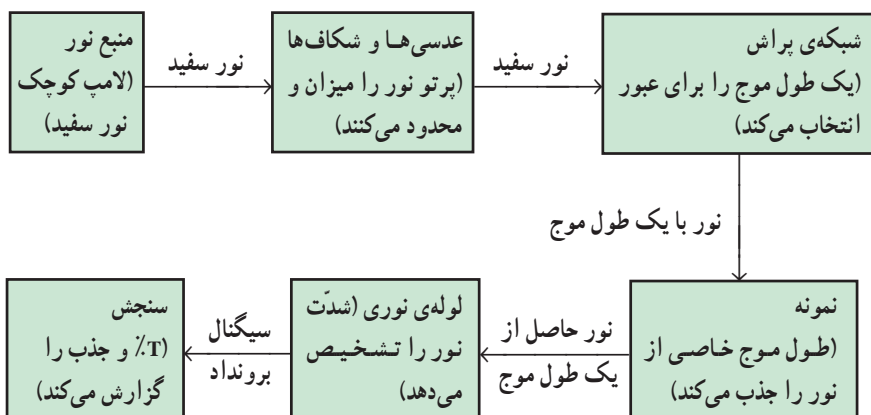
قدرت جذب نور در یک محلول با غلظت آن نسبت مستقیم دارد (شکل ۱۷-۱).



شکل ۱۷-۱



شکل ۱۷-۲- طول موج رنگ‌ها در طیف مرئی

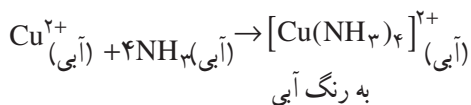


شکل ۳-۱۷- نمودار شمایی، اجزای یک رنگ‌سنج را نشان می‌دهد. نور حاصل از یک لامپ سفید به وسیله‌ی شبکه‌ی پراش به طول موج‌های سازنده‌اش شکسته می‌شود. نور با یک طول موج مشخص، ابتدا از یک نمونه آب خالص می‌گذرد. دستگاه بر روی ۱۰۰٪ عبور تنظیم می‌شود. سپس نور را از نمونه عبور می‌دهند و درصد عبور یا جذب مستقیماً از روی درجه‌بندی خوانده می‌شود.

۲-۱۷- اندازه‌گیری غلظت محلول Cu^{2+} با روش اسپکتروفتومتری

به یک یون کمپلکس آبی رنگ تبدیل می‌شود. جذب این ماده در ناحیه‌ی مرئی (قرمز) زیاد و حداکثر جذب در طول موج ماکزیمم (λ_{max}) حدود ۶۰۰ تا ۶۲۰ نانومتر است. در هر یون کمپلکس یک یون Cu^{2+} وجود دارد.

بنابراین، با اندازه‌گیری غلظت یون کمپلکس، غلظت یون Cu^{2+} به دست می‌آید.



روش کار: ابتدا مطابق جدول ۱-۱۷ محلول‌های زیر را

تهیه کنید:

مواد لازم

۱- محلول 0.1M Cu^{2+}

۲- محلول NH_3 غلیظ

۳- آب مقطر

ابزار لازم

۱- دستگاه اسپکتروفتومتر مرئی

۲- بالن حجمی 10mL ، 5 عدد

۳- بورت 5mL و متعلقات آن

در این آزمایش یون‌های Cu^{2+} در واکنش با آمونیاک

جدول ۱-۱۷- تهیه‌ی محلول‌های Cu^{2+} و $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$

شماره‌ی محلول	۱	۲	۳	۴	۵
0.1M Cu^{2+} محلول mL	۲/۰	۱/۶	۱/۲	۰/۸	۰
NH_3 mL غلیظ	۰/۵	۰/۵	۰/۵	۰/۵	۰/۵
آب مقطر تا حجم 10mL	۷/۵	۷/۹	۸/۳	۸/۷	۹/۵
غلظت Cu^{2+}					
مقدار جذب (A)					

برید. با توجه به توصیه‌های مسؤل آزمایشگاه، مقدار جذب محلول‌های شماره‌ی ۱ تا ۴ را که از روی دستگاه اسپکتروفوتومتر خوانده‌اید در جدول ۱-۱۷ ثبت کنید. آن‌گاه مطابق شکل ۱-۱۷ منحنی جذب را برحسب غلظت، که یک منحنی استاندارد است، رسم کنید.

۱ mL از محلول مجهول Cu^{2+} را درون یک بالن حجمی ۱۰ mL بریزید. ۶ mL آب مقطر و ۰/۵ mL آمونیاک غلیظ به آن بیفزایید و حجم آن را تا خط نشانه به ۱۰ mL برسانید. آن‌گاه به وسیله‌ی دستگاه اسپکتروفوتومتر مقدار جذب آن را به دست آورید. سپس با استفاده از منحنی استاندارد تهیه شده غلظت Cu^{2+} را در محلول مجهول تعیین کنید.

مطابق این جدول در بالن‌های حجمی ۱۰ mL با پی‌پت یا بورت به طور دقیق مقادیر داده شده از محلول 10^{-4}M Cu^{2+} را بردارید. ۶ mL آب مقطر به هر یک از آن‌ها بیفزایید و به هر کدام ۰/۵ mL آمونیاک غلیظ اضافه کنید و حجم هر یک را تا خط نشانه به ۱۰ mL برسانید. توجه نمایید که در محلول شماره‌ی ۵ فقط آب مقطر و آمونیاک به حجم ۱۰ mL وجود دارد. از محلول شماره‌ی ۵ به عنوان شاهد^۱ برای تنظیم اسپکتروفوتومتر برای عبور ۱۰۰٪ ($A=0$) استفاده نمایید، آن‌گاه جذب نور به وسیله‌ی سایر محلول‌ها را در مقایسه با محلول شماره‌ی ۵ با دستگاه اسپکتروفوتومتر تعیین کنید.

دستگاه اسپکتروفوتومتر را که بر روی طول موج ۶۲۰ nm تنظیم شده است، برای خواندن جذب (A) محلول‌ها به کار



شکل ۴-۱۷- دستگاه اسپکتروفوتومتر مرئی

تهیه‌ی محلول شناساگرها

روش ساخت محلول شناساگرهای به کار رفته در این کتاب، به شرح زیر است:

۱- تورنسل: ۵/۰ گرم تورنسل خالص را در ۱۰۰ mL آب جوش حل کنید.

۲- متیل اورانژ: ۱/۰ گرم نمک سدیم آن را مستقیماً در آب حل کنید و حجم محلول را به ۱۰۰ mL برسانید.

۳- فنل فتالین: ۱/۰ گرم از فنل فتالین جامد را در محلولی که ۸۰٪ آن اتانول است ($\frac{V}{V}$)، حل کنید.

۴- برموتیمول آبی: ۱/۰ گرم از برموتیمول جامد را با ۱/۶ mL محلول NaOH، ۰/۱ N، مخلوط کرده و سپس حجم آن را با آب مقطر به ۱۰۰ mL برسانید.

۵- سدیم دی فنیل آمین سولفونات: ۲/۰ گرم سدیم

دی فنیل آمین را در ۱۰۰ mL آب حل کنید:

۶- نشاسته: ۲/۰ گرم نشاسته را در حدود ۳ mL آب خمیر کنید سپس آن را به ۱۰۰ mL آب در حال جوش اضافه کنید و حرارت دهید تا محلول زلالی به دست آید. سعی کنید از محلول تازه تهیه شده استفاده کنید (روش دیگری در فصل یازدهم آمده است).

۷- اریوکروم بلاک تی: ۱/۰ گرم جسم جامد را در محلولی تشکیل شده از ۱۵ mL تری اتانول آمین و ۵ mL اتانول حل کنید. محلول را در جای خنک نگهداری کنید. محلول باید هر دو هفته به صورت تازه تهیه شود (روش دیگری در فصل هشتم آمده است).

۸- پتاسیم کرومات: ۵ گرم از پتاسیم کرومات را در ۱۰۰ mL آب حل کنید.

منابع و مأخذ

- ۱- S.SHAPIRO Ya. GURVICH ANALYTICAL CHEMISTRY.
- ۲- اسپکترسکپی تجزیه‌ای : تألیف دکتر محمد ادیسی، مهندس بهرام ناصر نژاد.
- ۳- Modern Chemical analysis and instrumentation. H. F Walton. J.Reyes. (1973)
- ۴- Experimental chemistry Michell J. sienko, Robert A. plane.
- ۵- شیمی تجزیه تألیف : محمد امیری، قدرت‌الله آسالان
- ۶- شیمی دستگاهی، تألیف : محمد امیری، محسن کدیور
- ۷- شیمی دستگاهی : تألیف محمد امیری، قدرت‌الله هاشمی
- ۸- شیمی فیزیک، تألیف : محمد امیری، غلامحسین سعیدی
- ۹- الکتروشیمی برای مهندسين، تألیف : دکتر حسین پازنده
- ۱۰- Vogel, A.I; Quantitative inorganic chemistry, Longmans, 3rd ed, (1961)
- ۱۱- مبانی شیمی تجزیه جلد اول : اسکوگ، وست. ترجمه‌ی دکتر هوشنگ خلیلی
- ۱۲- مبانی شیمی تجزیه جلد دوم : اسکوگ، وست. ترجمه‌ی دکتر سلاجقه، دکتر نجفی
- ۱۳- آزمایشگاه شیمی، تألیف مهندس ناصر فرزاد

