



دانشگاه شاهرود

دانشکده علوم پایه

دستور کار

آزمایشگاه

شیمی عمومی



چگونه گزارش کار آزمایشگاه را بنویسیم؟

دانشجویان رشته‌های علوم پایه عموماً با گزارش نویسی به صورت دائمی سروکار دارند و دربرخی موارد هر روزه باید فعالیت‌های آزمایشگاهی خود را بصورت گزارشهای منظم و استاندارد ارائه دهند. به همین دلیل در این مجال مختصری پیرامون روش گزارش نویسی ارائه می‌گردد. بدیهی است ارزشیابی گزارشهای آزمایشگاه شیمی عمومی ۱ و ۲ بر اساس این متن انجام می‌پذیرد.

قبل از انجام آزمایش : سعی کنید قبل از انجام هر آزمایش دستور کار آزمایش را مطالعه کرده و از هدف آزمایش مطلع شوید.

هر گزارش علمی دارای بخشهای زیر است:

۱ - مقدمه : عبارتهایی که پیرامون تاریخچه، روش انجام کار و سابقه کار مورد نظر توضیح می‌دهد نقش مقدمه را داشته و عموماً ذهن خواننده را به سمت اهداف گزارش سوق می‌دهد.

۲ - روش انجام کار : بصورت بسیار خلاصه دستگاهها و مواد مورد استفاده در آزمایشها و روش آزمایشها را توضیح می‌دهد.

۳ - مشاهدات : همه مشاهدات در زمان انجام آزمایشها انجام می‌شوند. مشاهدات یا کمی (مقداری) هستند که در آن یک عدد دارای دیمانسیون گزارش می‌گردد و یا کیفی (غیر مقداری) هستند که در آن کیفیتی گزارش می‌گردد. شما باید کلیه پدیده‌هایی را که در طی آزمایش مشاهده می‌نمایید ثبت کنید، در غیر این صورت ناچارید آزمایش را تکرار کنید. این مشاهدات می‌تواند شامل مقدار حلال، زمان واکنش، دما، فشار و پدیده‌ای که در زمان انجام آزمایش رخ می‌دهد باشد.

۴ - اطلاعات خام : هر اطلاعات عددی که مستقیماً از آزمایش به دست آید اطلاعات خام نام دارد و نمودارهای حاصل از آنها و محاسبات را اطلاعات پردازش شده گویند. روش گزارش اطلاعات خام و پردازش شده روشی دقیق و حائز اهمیت است که بصورت جداگانه پیرامون آن صحبت خواهیم کرد.

۵ - محاسبات : فرایندهای ریاضی که بر روی اطلاعات خام انجام می‌شود محاسبه نام دارد.

۶ - بحث : تلاش برای شرح دادن و یا تفسیر کردن نتایج بدست آمده از آزمایش صحیح بحث نام دارد، در بحث باید منابع خطا توصیف شده، اعداد بایکدیگر مقایسه می‌شوند و یا مفهوم تئوری نتایج شرح داده می‌شود.

۷ - نتیجه گیری : هر نتیجه گیری از یک آزمایش حاصل می‌گردد، همچنان که موضوع هر آزمایش به نتیجه اشاره دارد.

اطلاعات آزمایشگاهی

نیروی حیات بخش یک محقق اطلاعات جمع آوری شده قابل اطمینان و تکرارپذیر از مشاهدات آزمایشگاهی و تجزیه و تحلیل آنها می‌باشد. داده‌ها باید به شکلی منطقی و معتبر گزارش گردند طوری که محققین دیگر بتوانند به داده‌های جمع آوری شده توسط شما اعتماد نمایند. سرمایه پربهای یک محقق صداقت و درستی او است. بنابراین تلاش کنید تا یک محقق باشید. یک محقق تمام تلاش خود را معطوف مشاهده، جمع آوری، ثبت و تفسیر داده‌های تجربی می‌نماید. اما تنها کار محققین درستکار مورد قبول واقع می‌شود. مراحل زیر به شما کمک می‌کند تا به روشی منظم بتوانید داده‌های آزمایشگاهی را ثبت نمایید بدون اینکه داده ای از دست برود.

۱ - کلیه داده‌های اندازه‌گیری شده را ثبت نمایید مانند وزن، دما، فشار، pH و ... بخاطر داشته باشید که هر داده‌ای دارای واحدی می‌باشد بنابراین ثبت دیمانسیون‌ها را فراموش نکنید.

۲ - داده‌ها را با خودکار در دفتر آزمایشگاه خود بنویسید رنگ خود کار مورد استفاده کاملاً واضح و پر رنگ باشد.

۳ - اگر در ثبت داده‌ها اشتباهی رخ داد روی داده اشتباه تنها یک خط بکشید، آنرا پاک نکنید و یا لاک نگیرید، و داده صحیح را در کنار آن مجدداً بنویسید.

۴ - داده‌های دریافت شده از یک دستگاه را عیناً در برگ گزارش ثبت نمایید.

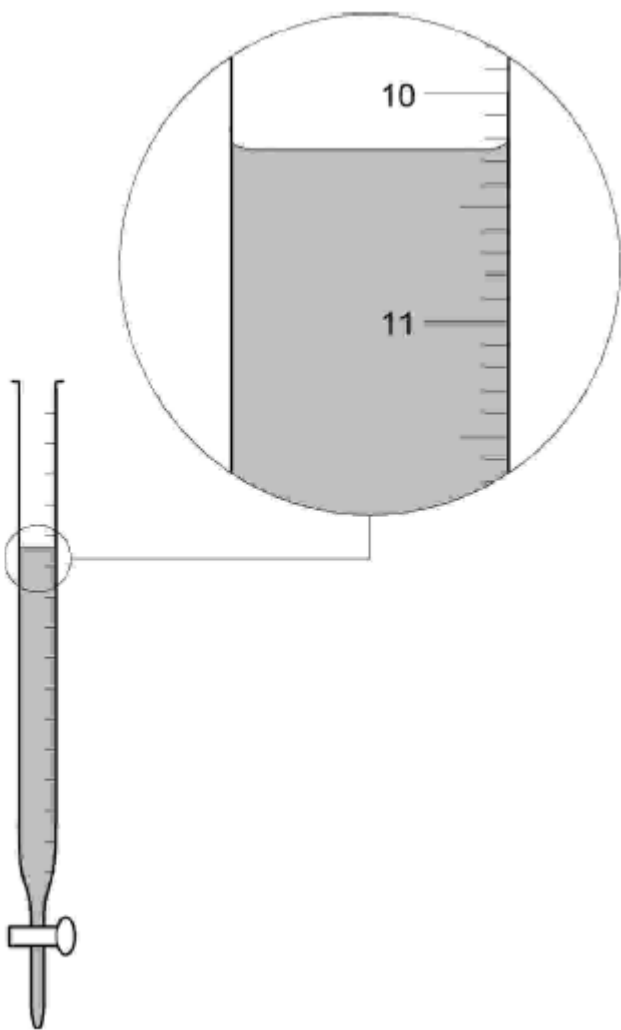
گزارش کردن داده‌ها

داده‌های مقداری که جمع آوری می‌شود باید نشانگر قابل اعتماد بودن دستگاهها و وسایل بکار گرفته شده برای اندازه‌گیری باشد. به عنوان مثال گزارش وزن نمونه توسط ترازویی که دارای دقت ± 0.1 گرم است بصورت 14.10 گرم صحیح اما 14.100 گرم غلط است. همچنین در صورتی که با یک ترازوی ± 0.01 اندازه‌گیری انجام می‌دهید گزارش جرم 0.2180 گرم صحیح اما 0.2 گرم غلط می‌باشد.

همیشه یک محقق از ارقام بامعنی برای بیان دقت اندازه‌گیری‌ها استفاده می‌نماید. همیشه اندازه‌گیری‌ها دقت خاصی دارند. تعداد ارقام بامعنی که برای بیان یک عدد اندازه‌گیری شده بکار می‌رود از روی دقت دستگاه مورد استفاده بدست می‌آید. ارقام بامعنی ارقامی است که شخص اندازه‌گیری‌کننده معتقد است که آن ارقام صحیح است. به عنوان مثال اگر طول یک جسم که با خط کش میلی‌متری اندازه‌گیری شده $۳۴۳/۵$ میلی‌متر گزارش شده باشد، به این معنی می‌باشد که طول قطعه از $۳۴۳/۴$ میلی‌متر بیشتر اما از $۳۴۳/۶$ میلی‌متر کمتر می‌باشد و عدد آخر یعنی ۵ بهترین تخمینی است که ما را به طول واقعی جسم نزدیک می‌نماید.

بنابراین عدد ۵ عدد تخمینی و بقیه ارقام یعنی ۳۴۳

اعداد دقیق نامیده می‌شوند. پس یک عدد که از اندازه‌گیری بدست می‌آید شامل دو بخش است بخش اعداد دقیق که با دقت ابزار اندازه‌گیری مطابقت دارد و آخرین رقم سمت راست که عدد تخمینی نامیده می‌شود. به مجموع اعداد دقیق و رقم تخمینی ارقام بامعنی گفته می‌شود. در گزارش اعداد اندازه‌گیری شده همیشه تنها یک رقم تخمینی گزارش می‌گردد. شکل روبرو بورتی را نشان می‌دهد که سطح محلول آن باید از روی اعداد و خطوط حکاکی شده روی آن خوانده شود. دقت هر خط تقسیم بندی نشان گر $۰/۱$ میلی‌لیتر است و بورت نشان می‌دهد که محلول بین خطوط $۱۰/۲$ و $۱۰/۳$ میلی‌لیتر قرار دارد که بنظر می‌رسد $۱۰/۲۵$ میلی‌لیتر بهترین تخمین حجم بورت باشد. در صورتی که نتوانید رقم تخمینی را تشخیص دهید بهتر است بجای آن صفر قرار دهید.



تکرار اندازه گیری

یک محقق اغلب اندازه گیری خود را با تکرار آن کنترل می نماید. به عنوان مثال برای کنترل و تکرار یک توزین باید جرم مورد توزین را از روی ترازو بردارید، ترازو را صفر کنید و سپس دوباره آنرا توزین کنید. به این ترتیب در ازای هر تکرار یک عدد جدید بدست خواهد آمد. حال چگونه باید با این اعداد رفتار نمود و کدام یک را گزارش کرد. بهترین راه این است که اعداد بدست آمده را میانگین گیری کرده و میانگین را گزارش کرد.

مثال: جدول زیر ۱۲ بار اندازه گیری طول یک مربع را به کمک یک خط کش میلی متری نشان

می دهد

۱۰/۱۵	۹	۱۰/۱۴	۵	۱۰/۱۴	۱
۱۰/۱۴	۱۰	۱۰/۱۴	۶	۱۰/۱۵	۲
۱۰/۱۴	۱۱	۱۰/۱۴	۷	۱۰/۱۳	۳
۱۰/۱۴	۱۲	۱۰/۱۴	۸	۱۰/۱۴	۴

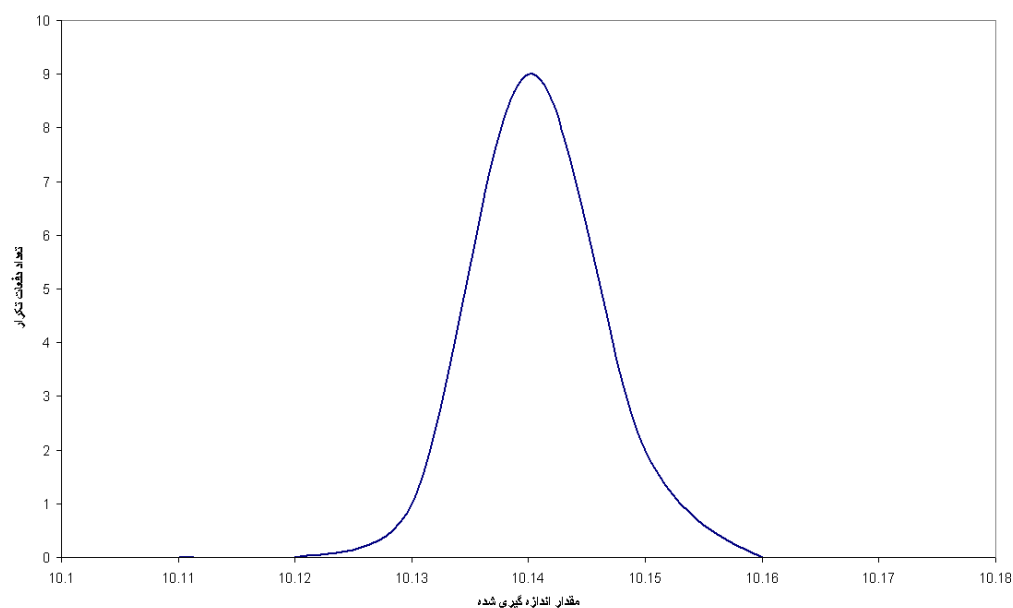
مقدار میانگین برای ۱۲ عدد فوق ۱۰/۱۴ سانتی متر است.

البته مقدار میانگین از تک تک داده های اندازه گیری شده معتبر تر است.

چرا باید از میانگین در گزارش یک اندازه گیری استفاده نماییم؟

هر اندازه گیری دقیقی با خطا همراه است و این خطا توزیعی نرمال در اندازه گیریها دارد یعنی در صورتی که نمودار تعداد دفعات تکرار را برای اندازه گیری رسم نماییم نموداری زنگوله ای شکل ایجاد می شود که نشانگر نرمال بودن توزیع خطا است در نمودار زنگوله ای یک حداکثر مقدار وجود دارد که به

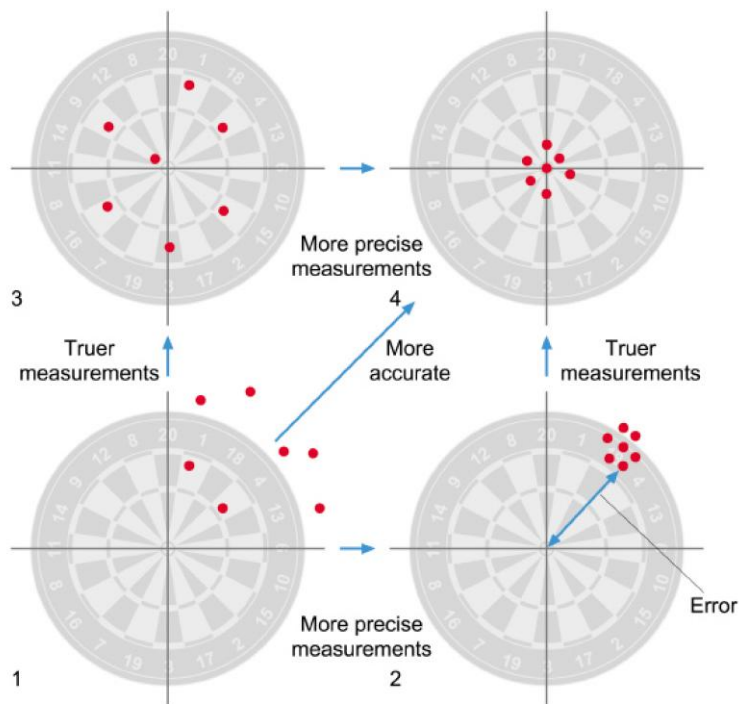
مقدار واقعی بسیار نزدیک بوده و کمترین خطا را دارا می‌باشد. شکل زیر نمودار تعداد دفعات تکرار و مقادیر اندازه‌گیری شده را برای مثال فوق نشان می‌دهد.



اندازه‌گیری‌هایی که به یکدیگر بسیار نزدیک باشند دقت عمل اندازه‌گیرنده را نشان می‌دهند و تکرار پذیر بودن کار او را تایید می‌نمایند. اما لزوماً هر اندازه‌گیری دقیقی صحیح نیست. صحت اندازه‌گیری نشان می‌دهد که چقدر میانگین اندازه‌گیری‌ها به مقدار واقعی نزدیک است بنابراین اندازه‌گیری‌ها می‌توانند صحیح باشند اما دقیق نباشند، دقیق باشند اما صحیح نباشند، هم صحیح باشند و هم دقیق، و یا نه دقیق باشند و نه صحیح. شکلهای زیر حالت‌های چهار گانه فوق را نشان می‌دهد. قسمت ۱ شکل زیر نه دقیق است و نه صحیح، قسمت دوم شکل زیر دقیق اما غیر صحیح است، قسمت سوم شکل زیر صحیح است اما دقیق نیست و قسمت چهارم هم دقیق است و هم صحیح. لازم به ذکر است که در شکل زیر مرکز مختصات مقدار واقعی است. حرکت به سمت راست باعث افزایش صحت اندازه‌گیری‌ها و حرکت به سمت بالا باعث افزایش دقت در اندازه‌گیری می‌شود.

معیار صحت یک اندازه‌گیری فاصله میانگین از مقدار واقعی (خطا) و معیار دقت در اندازه‌گیری

پراکندگی اندازه‌گیریها (انحراف از معیار) می‌باشد.



خطای نسبی یک اندازه‌گیری به روش زیر بدست می‌آید

مقدار واقعی - مقدار اندازه‌گیری شده

$$\text{خطای نسبی} = \frac{\quad}{\text{مقدار واقعی}} \times 100$$

انحراف از معیار نیز به روش زیر بدست می‌آید

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\text{مقدار اندازه‌گیری شده} - \text{مقدار میانگین})^2}{(n - 1)}}$$

روش معمول (غیر دقیق) برای گزارش اعداد اندازه‌گیری شده عبارت است از:

انحراف از معیار \pm میانگین = مقادیر گزارش شده

مثال: طول مربع جدول فوق چقدر است؟

میانگین = ۱۰/۱۴ انحراف از معیار = ۰/۰۱ مقدار گزارش شده = ۱۰/۱۴ \pm ۰/۰۱ سانتی متر

ایمنی در آزمایشگاه

هنگام کار در آزمایشگاه جهت ایمنی خود و دیگران و نیز حفظ و نگهداری وسایل، مواد و تجهیزات آزمایشگاهی به نکات زیر توجه نمایید:

۱. حتماً در آزمایشگاه روپوش بپوشید.
۲. قبل از انجام هر آزمایش دستور کار آن را بخوانید.
۳. قبل از شروع به کار وسایل و شیرهای گاز را با دقت کنترل کنید تا در صورتی که غفلتی شده باشد، شما متوجه آن بشوید.
۴. به مواد شیمیایی دست نزنید و برای برداشتن آنها از اسپاتول و یا حتی تکه‌ای کاغذ استفاده کنید و برای تشخیص هرگز آنها را نچشید.
۵. در صورتی که ضمن کار محلولی (اسیدی، بازی) به روی دستتان ریخت یا قطرات آن به صورتتان پاشید، آن را با آب زیاد بشوید.
۶. آزمایش‌هایی که در آنها گاز و بخارات سمی و خطرناک ایجاد می‌شود می‌باید زیر هود انجام گیرند. همچنین در انجام برخی آزمایش‌ها از هود می‌توان به‌عنوان حفاظ شیشه‌ای برای جلوگیری از پاشیدن مواد به شخص آزمایش‌کننده استفاده کرد.
۷. هرگز مقدار مازاد مصرف یک ماده شیمیایی را به بطری آن برنگردانید.
۸. هنگام گرم کردن مواد سرلوله آزمایش را به سمت خود یا دیگران نگیرید.
۹. اگر خودتان و یا دیگران با مواد آتشگیر (مانند اتر، استون، الکل و ...) کار می‌کنید در آن نزدیکی شعله روشن نکنید.
۱۰. هنگام استفاده از هر ماده‌ای باید قبلاً اطلاعات کافی راجع به آن کسب نمایید. مثلاً اگر با فلزات سدیم یا پتاسیم کار می‌کنید به هیچ وجه نباید به آنها دست بزنید. از ریختن قطعات آنها در دستشویی‌ها خودداری کنید و یا از ریختن محلول‌های آبی در اسید سولفوریک غلیظ پرهیزید و در صورت لزوم اسید غلیظ را به آرامی و با احتیاط در آب یا محلول آبی بریزید.
۱۱. درب هر شیشه را بلافاصله پس از استفاده ببندید تا از پراکنده شدن بخارات محلول‌ها و نیز آلودگی جلوگیری به عمل آید.
۱۲. محل شیشه محلول‌ها و مواد را تغییر ندهید و پس از استفاده در محل اصلی قرار دهید.
۱۳. هیچ‌گاه اضافی محلول‌ها را در شیشه اصلی باز نگردید و نیز پیت و قطره‌چکان را به داخل شیشه‌های اصلی محلول فرو نبرید.
۱۴. هرگز مواد شیمیایی را مستقیماً بو نکنید.

۱۵. برای رقیق کردن اسیدهای غلیظ هیچگاه آب را به داخل اسید نریزید بلکه اسید را در یک ظرف آب سرد بریزید.

۱۶. پس از پایان کار همه وسایل را بشوید. شیشه‌های مواد را سر جای خود منظم کنید. میز کارتان را تمیز کنید و از بسته بودن شیرهای گاز مطمئن شوید.

نکاتی در مورد جدا کردن رسوب

رسوب را از محلول به سه طریق می توان جدا کرد:

۱- صاف کردن

ساده ترین راه استفاده از قیف و کاغذ صافی است. در صورتی که دانه‌های رسوب خیلی ریز باشد به طوری که از کاغذ صافی رد شود. باید آن را در محلول خود، مدتی به حال خود گذاشت و یا اینکه آن را گرم کرد. این عمل باعث درشت شدن دانه‌های رسوب می گردد. برای شستشوی رسوب بهتر است چندین بار آن را با مقادیر کم آب بشوید.

۲- سرریز کردن (دکانته کردن)

اگر رسوب در محلول به صورت معلق باشد آن را مدتی به حال خود بگذارید تا ته نشین شود. سپس محلول زلال روی رسوب را با دقت خارج کنید و بعد به رسوب آب اضافه نمایید و پس از مدتی دوباره محلول روی رسوب را خارج کنید. این عمل می باید چند بار تکرار گردد.

۳- سانتریفوژ

بهترین روش صاف کردن، استفاده از سانتریفوژ است. در این عمل نیروی گریز از مرکز جانشین نیروی ثقل شده و رسوب به خوبی از محلول جدا می گردد.

علامت‌ها و هشدارها

شناختن علامت‌های هشداردهنده و درک مفاهیم این علامت‌ها برای همه افرادی که در آزمایشگاه کار می کنند ضروری است، این علامت‌ها بین المللی هستند.

نشانه‌های استاندارد برای مواد شیمیایی خطرناک

مواد سمی: سمی بودن این مواد به حدی است که وارد شدن مقدار ناچیزی از آنها می‌تواند مرگ آور باشد، یا دست کم سبب ایجاد یک بیماری خطرناک و جدی شود. خطرهای مذکور از موارد زیر ناشی می‌شود: (۱) بلعیدن، (۲) تنفس بخار، دود و یا گرد و غبار مواد شیمیایی، (۳) تماس مستقیم پوست با مواد شیمیایی.



مواد خورنده پوست: این گونه مواد می‌تواند سبب تحریک بافت پوششی پوست شوند، بنابراین سداست پوست و چشم‌ها از این مواد، ضروری است. اغلب مواد خورنده می‌توانند در همان لحظات اول سبب ضایعاتی شوند، لذا در صورت تماس باید فوراً محل آسیب‌دیده را شست و در صورت بلعیدن، به سرعت آب نوشید.



مواد اشتعال‌پذیر: این نشانه برای مواد زیر به کار می‌رود:

موادی که خود به خود مشتعل می‌شوند. این گونه مواد باید از سایر مواد اشتعال‌پذیر دور نگه داشته شود. فلزاتی که شدیداً اشتعال‌پذیرند.



موادی که با آب یا هوای محیط واکنش می‌دهند و مقادیر زیادی گازهای خطرناک و اشتعال‌پذیر تولید می‌کنند.

مواد انفجارپذیر: این مواد در مجاورت حرارت، شعله یا هر عامل دیگری نظیر ضربه می‌شوند، دی‌نیتروبنزن از جمله این مواد است و به همین دلیل معمولاً آن را به صورت مرطوب تهیه می‌کنند و چنانچه خشک شود، خطرناک است.



مواد مسموم‌کننده: این گونه مواد سبب بروز بیماری‌های جزئی می‌شوند که ناشی از فرو بردن (بلعیدن)، تنفس بخارها یا تماس این مواد با پوست است.



مواد اکسنده: این مواد بیشتر در تماس با مواد دیگر گرمای زیادی تولید می کنند. این گونه مواد باید از

مواد آلی و همچنین مواد کاهنده دور بمانند.



مواد پرتوزا: این گونه مواد باید در جعبه های سربی نگهداری شوند تا خطرهای ناشی از تابش آنها برطرف شود.



هنگام کار با این گونه مواد از نگاه کردن مستقیم به آنها خودداری و حتی الامکان از عینک استفاده کنید.

برای مدت طولانی در برابر تابش مواد پرتوزا قرار نگیرید.

کار کردن با ترازوی آزمایشگاه

برای تعیین جرم، که مقدار ماده موجود در نمونه است از ترازو استفاده می شود. در آزمایشگاه های شیمی، انواع مختلف ترازو وجود دارد که دقت های متفاوتی (از ± 1 گرم تا ± 0.001 گرم) دارند. برای هر توزین باید از ترازویی استفاده کرد که دقت اندازه گیری آن با دقتی که در آزمایش مورد نظر است متناسب باشد. جزئیات روش کار با ترازوها با یکدیگر متفاوت است. روش کار ترازوی موجود در آزمایشگاه را برای شما مسئول آزمایشگاه توضیح خواهند داد. ولی اصول کلی استفاده از ترازو یکسان است که به آنها اشاره می شود.

۱ - به ظرفیت ترازو باید توجه کنید. مثلاً اگر حداکثر ظرفیت ترازوی ۱۰۰ گرم باشد جسم سنگین تر از صد گرم را نباید با آن توزین کنید.

۲ - دقت ترازو معمولاً روی آن نوشته شده است مثلاً اگر دقت آن 0.001 گرم باشد می توانید حداقل 0.001 گرم را با آن وزن کنید.

۳ - ترازو باید روی سطح افقی قرار داشته باشد به همین جهت روی ترازوها معمولاً یک تراز جابدار نصب شده است و پایه های ترازو معمولاً پیچ دار ساخته شده اند. اگر ترازو تراز نباشد باید پایه ها را به آرامی بچرخانید و با تغییر ارتفاع برخی از آنها، جاب تراز را در محل تعیین شده میزان کنید.

۴ - ترازو باید تنظیم (کالیبره) شده باشد یعنی هنگامی که ترازو خالی است وزن صفر را نشان دهد. در غیر این صورت باید آن را تنظیم کنید.

۵ - جسم را به آرامی روی کفه بگذارید و یا از روی کفه بردارید.

۶ - به ترازو تکیه نکنید زیرا هر گونه ضربه یا حرکتی که به ترازو وارد شود تنظیم آن را بر هم می زند.

۷ - به ترازو نباید در مسیر جریان هوا و یا در مجاورت منبع گرمایی شدید قرار گیرد.

۸ - هنگام توزین مواد شیمیایی را در یک ظرف مناسب بریزید تا به کفه ترازو آسیب نرسد.

- ۹ - جسم گرم را نباید توزین کنید صبر کنید تا دمای جسم به دمای محیط برسد و سپس توزین کنید.
- ۱۰ - پس از پایان کار ترازو را به حالت اول برگردانید و خاموش کنید.

رقم‌های با معنی

هیچ‌یک از مقادیر اندازه‌گیری شده دقیق نیستند و در همه اندازه‌گیری‌ها خطا یا عدم قطعیت وجود دارد میزان خطا به نوع و دقت وسیله اندازه‌گیری بستگی دارد.

رقم‌های به‌دست آمده در اندازه‌گیری‌ها دقت و میزان قطعیت اندازه‌گیری را نشان می‌دهند چنین رقم‌هایی را رقم‌های با معنی می‌گویند. تعداد رقم‌های با معنی برابر تعداد رقم‌هایی است که در اندازه‌گیری به‌دست می‌آید.

برای مثال یک جسم با ترازویی که می‌تواند تا 0.1 گرم و یک بار دیگر با ترازویی که می‌تواند تا 0.001 گرم را وزن کند توزین شده است. وزن‌های به‌دست آمده به ترتیب $14/38$ گرم و $14/3857$ گرم می‌باشند.

در اندازه‌گیری اول چهار رقم با معنی ($14/38$) به‌دست آمده است و دقت اندازه‌گیری ± 0.1 گرم می‌باشد. رقم ۸ قطعیت ندارد اما با معنی است زیرا نشان می‌دهد که مقدار اندازه‌گیری شده ممکن است $14/37$ یا $14/39$ باشد.

در اندازه‌گیری دوم برای همان جسم شش رقم با معنی ($14/3857$) به‌دست آمده است و دقت اندازه‌گیری ± 0.001 می‌باشد و رقم (۷) قطعیت ندارد.

در رقم‌های با معنی، نمی‌توان بعد از ممیز صفر اضافه کرد و یا صفر بعد از ممیز را حذف کرد زیرا تعداد رقم‌های با معنی که نشان‌دهنده دقت اندازه‌گیری است تغییر می‌کند. مثلاً نمی‌توان مقدار اندازه‌گیری شده $14/38$ گرم را $14/380$ گرم گزارش کرد همچنین اگر مقدار اندازه‌گیری شده $14/380$ گرم باشد نباید با حذف صفر آن را $14/38$ گرم گزارش کرد.

در بسیاری از موارد اعدادی که در محاسبات به کار می‌روند عده رقم‌های با معنی متفاوتی دارند چگونگی تعیین تعداد رقم‌های با معنی در نتیجه نهایی بستگی به نوع محاسبات ریاضی دارد.

جمع و تفریق رقم‌های با معنی

اگر جمع یا تفریق چند عدد با تعداد رقم‌های با معنی متفاوتی (ناشی از اندازه‌گیری با دقت‌های متفاوت) مورد نظر باشد، حاصل جمع یا تفریق را باید با عده رقم‌های اعشاری عددی که کم‌ترین تعداد رقم‌های اعشاری را دارد نشان داد. مثلاً حاصل جمع $312/168 = 312/168 + 72/238 + 7/4$ را باید به صورت $312/1$ گزارش کرد

زیرا عدد $7/4$ فقط دارای یک رقم بعد از ممیز است. یعنی عدم قطعیت در حاصل جمع یا تفریق دو کمیت است که عدم قطعیت زیادتری دارد.

ضرب و تقسیم رقم‌های با معنی

جواب محاسبه‌های ضرب و تقسیم باید گرد شود و به تعداد رقم‌های با معنی جمله‌ای که کم‌ترین دقت را نشان می‌دهد برسد یعنی عددهای با معنی در عدد حاصل ضرب یا تقسیم دو کمیت، برابر با عددهای با معنی عددی است که کمترین رقم با معنی را دارد.

مثلاً حاصل ضرب $0.37 \times 238/22 = 88/1414$ را باید به صورت ۸۸ گزارش کرد زیرا دقت لازم در تعیین این کمیت نمی‌تواند بیشتر از دقت اندازه‌گیری باشد و این ناشی از محدودیتی است که عدد 0.37 با داشتن ۲ رقم با معنی بر جواب تحمیل می‌کند.

در محاسبه چند مرحله‌ای باید پیش از انجام کلیه اعداد را به تعداد یک رقم بیش از عددی که کم‌ترین رقم با معنی را دارد گرد کرد محاسبه را انجام داد و نتیجه را چنان گزارش کرد که عددهای آن برابر با عددهای عددی باشد که کم‌ترین رقم با معنی را داشته باشد.

مثلاً برای محاسبه $2/239 \div 0.37 \times 238/22$ ابتدا باید کلیه اعداد را تا سه رقم گرد کرد و سپس محاسبه را انجام داد.

$2/24 = 39/3664 = 0.37 \times 238/22$ و عدد ۳۹ را که دارای دو رقم با معنی است گزارش کرد زیرا دقت تعیین کمیت محاسبه شده نمی‌تواند بیشتر از دقت اندازه‌گیری‌ها باشد.

آشنایی با لوازم آزمایشگاهی

بشر (Beaker): ظرفی معمولاً شیشه‌ای که برای برداشتن و گرم کردن مایعات به کار می‌رود و در حجم‌های مختلف وجود دارد و به خاطر مقاومت در برابر تغییرات ناگهانی دما از جنس پیرکس ساخته می‌شود و مدرج بودن آن به صورت حدودی می‌باشد و نمی‌توان از آن برای برداشتن مایعاتی که نیاز به دقت بالا دارد استفاده کرد معمولاً بشرهایی از جنس پلاستیکی هم وجود دارد که فقط برای برداشتن مایعات استفاده می‌گردد.

ارلن مایر (Erlenmeyer): ارلن ظرفی مدرج به صورت تقریبی و از جنس شیشه می‌باشد که برای برداشتن مایعات و بیشتر برای کار تیتراسیون استفاده می‌شود و در حجم‌های مختلف وجود دارد. نوع دیگر ارلن تخلیه می‌باشد که مخصوص برای سریع صاف کردن محلول‌ها به کار می‌رود چون دارای لوله جانبی است که به وسیله شلنگ می‌توان آن را به خراطوم آبی یا پمپ خلاء برای تخلیه هوای آن وصل کرده تا با ایجاد خلاء در داخل آن باعث مکش مایع از قسمت بالا می‌شود.

ترمومتر یا دماسنج (Thermometer): ترمومتر برای اندازه‌گیری دما به کار می‌رود و اغلب دو نوع ترمومتر (الکلی و جیوه‌ای) می‌باشند که الکلی یا جیوه در مخزن ترمومتر قرار دارد و در اثر افزایش و یا کاهش دما مایع

درون ترمومتر تغییر می کند به طوری که صفر آن برابر با دمای ذوب یخ و ۱۰۰ آن برابر با دمای جوش آب در یک اتمسفر است و بین این دو دما را به ۱۰۰ قسمت تقسیم شده است اما معمولاً برای اطمینان آن را باید کالیبره کرد جداره مخزن ترمومتر به خاطر انتقال سریع دما نازک تر از قسمت های دیگر ترمومتر می باشد.

بورت (Burette): بورت تکه لوله ای از جنس شیشه به صورت درجه بندی شده می باشد که از قسمت بالا شماره بندی آن شروع و تا نزدیکی شیر بورت ادامه پیدا می کند. جنس شیر بورت از شیشه یا تفلون می باشد که موقع کار کردن چرب و روان بودن آن را باید امتحان کرده و پیچ نگهدارنده شیر بورت را به اندازه باید بست نه اینکه در اثر سفت بودن دیگر شیر باز نشود و نه در اثر شلی باعث نشتی مایع بورت شود. همیشه بورت را موقع کار تا شماره صفر، آن را پر و تنظیم کنید و محلول داخل آن را تا جایی که مدرج می باشد استفاده کنید. دقت بورت نسبت به حجم های آن متفاوت است یعنی هرچه حجم بورت کمتر باشد دارای دقت بالایی است و اغلب برای تیتراسیون به کار می رود.

بالن ژوژه یا بالن حجمی (Volumetric Flasks): بالن حجمی همان طور که از اسم آن برمی آید برای به حجم رساندن مایعات به کار می رود و دارای حجم های مختلف است و فقط یک حجم ثابتی را با توجه به آن بالن می توان برداشت روی گردن بالن در بالاتر از قسمت حجم آن دارای یک خط نشان است که فقط تا آن خط حجم را می توان پر کرد و مقدار عدد نوشته شده در روی بالن شامل بالای خط نشان را نمی باشد. دهانه بالن را از شیشه رداژدار درست می کنند تا بتوان با درپوش مناسبی دهانه بالن را بسته و محلول را به راحتی هموژن کرده و مانع ورود یا خروج املاح گردید.

پایه یا گیره: تکه میله ای که از پایین به وسیله پایه های چهار گوش یا سه گوش به طور عمود قرار می گیرد و به وسیله اتصالات مخصوص می توان لوازمی از قبیل بورت، بالن، قیف دکانتور و غیره را برای استفاده بر روی پایه نصب کرده و مورد استفاده قرار داد.

بوته چینی (Crucibles): بوته چینی برای حرارت دادن مواد جامد در دمای نسبتاً بالا به کار می رود.

هاون (Mortar): هاون برای نرم کردن جامدات بلوری مثل نمک به کار می رود به طوری توسط دسته هاون مواد را در داخل هاون می ساینند که به علت برجستگی سطح هاون و دسته هاون بلورها از هم شکسته شده و نرم می گردد. جنس هاون از چینی یا شیشه ضخیم می باشد.

انواع قیف (Funnels): در آزمایشگاه شیمی با سه نوع قیف، معمولاً بیشتر سروکار داریم.

الف) قیف ساده که شامل دهانه و لوله می باشد و از جنس شیشه یا پلاستیک می باشد و قیف هایی که دارای لوله بلند می باشند برای اضافه کردن مایعات به درون دستگاه هایی که دارای لوله جانبی هستند و لازم در پایین تر از آن به داخل دستگاه اضافه شود تا احیاناً از لوله جانبی به خارج دستگاه نریزد.

ب) قیف دکانتور یا قیف جداکننده که جنس این قیف از شیشه می باشد و در پایین آن دارای شیر شیشه ای یا تفلون می باشد و برای جدا کردن محلول های دوفازی نامحلول در هم دیگر استفاده می شود چون محلولی که

دانسیته بالایی دارد در پایین قیف جمع شده و به آسانی می‌توان با باز کردن شیر آن را از محلول بالایی جدا کرد.

ج) قیف بوخزر از جنس چینی بوده و به وسیله واشر پلاستیکی مخصوص آن را در دهانه ارلن تخلیه نصب کرده و با ایجاد خلاء در داخل ارلن رسوباتی که سخت از محلول جدا می‌شوند می‌توان به راحتی از هم جدا کرد.

چراغ بونزن (Bunsen Burner): چراغ بونزن برای گرم کردن لوازم و مواد غیرقابل احتراق استفاده می‌شود و می‌توان به ضرورت نیاز از شعله پخش کن استفاده کرد و سوخت آن گاز مایع می‌باشد.

سه پایه (Tripod Stand): برای قرار دادن در بالای چراغ بونزن و در زیر لوازمی از قبیل بشر، بوتله و غیره به کار می‌رود که در روی آن باید ابتدا توری نسوز، سپس وسیله‌ای که می‌خواهید گرم کنید روی آن گذاشته می‌شود و جنس آن از فلز می‌باشد.

دیسیکاتور (Desiccator): ظرفی شیشه‌ای که برای خشک نگه داشتن مواد از آن استفاده می‌کنند که با دربی کاملاً مماس با دهانه آن که موقع استفاده مابین آنها را چرب می‌کنند تا مانع ورود بخارات آب به داخل ظرف شوند، دیسیکاتور از دو قسمت تشکیل شده که در قسمت پایین آن مواد نم‌گیر قرار می‌دهند در بالای آن صفحه‌ای چینی با منافذ مناسب قرار دارد که مواد را روی آن می‌گذارند.

پیپت (Pipet): وسیله‌ای برای برداشتن مایعات و از جنس شیشه می‌باشد.

الف) پیپت مدرج که دارای درجه‌بندی مشخصی است و انواع مختلف آن با دقت‌های متفاوتی می‌باشد که برای مثال پیپت یک میلی‌لیتری دارای دقت یک صدم میلی‌لیتر می‌باشد (چنانچه دقت پیپت در روی آن درج نشده باشد می‌توان با انتخاب یک واحد از آن را به تعداد تقسیمات آن واحد تقسیم کرده و دقت پیپت را مشخص کرد مثال: اگر یک پیپت ۱۰ میلی‌لیتری داشته باشیم یک میلی‌لیتر آن را انتخاب می‌کنیم تعداد تقسیمات آن را می‌شماریم به طور فرض اگر تعداد آن ۲۰ باشد عدد یک واحد انتخاب شده را به ۲۰ تقسیم می‌کنیم. دقت پیپت یک بیستم یا پنج صدم میلی‌لیتر می‌باشد).

ب) پیپت ژوزه یا حجمی که دارای یک حجم واحدی است که در بالای حباب با خط نشان مشخص می‌شود.

تفاوت پیپت‌ها: با هر پیپت مدرج حجم‌های مختلفی را می‌توان برداشت ولی با پیپت حجمی یک حجم ثابت را می‌توان برداشت دقت پیپت مدرج نسبت به پیپت ژوزه هم حجمش کمتر می‌باشد.

کار کردن با پیپت: همیشه پیپت را با سه انگشت بگیرید به طوری که برای کنترل و تنظیم آن از انگشت اشاره استفاده کنید. کنترل با انگشت شصت اشتباه می‌باشد و موقع خالی کردن نوک پیپت را به جداره ظرف تکیه دهید و اجازه دهید کاملاً به حالت عادی خالی شود و از فوت کردن آن جداً خودداری کنید.

استوانه مدرج (مزور): ظرف استوانه‌ای شکل و مدرج که برای برداشتن مایعات به کار می‌رود و دارای حجم‌های متفاوتی است و نسبت به بشر دقت بالا، ولی نسبت به انواع پیپت از دقت کمتری برخوردار است. پایه

استوانه از جنس شیشه که چسبیده به آن است یا از جنس پلاستیک می‌باشد که استوانه در داخل آن جا می‌گیرد.

پوار: برای برداشتن محلول‌های سمی و خطرناک نباید پیپت را با دهان کشید و باید با استفاده از پوار از پیپت استفاده کرد.

روش کار پوار:

۱ - ابتدا پوار را به پیپت وصل کنید. نوک پیپت در داخل محلول فرو برده و با دو انگشت نشانه و شصت دکمه (A) را و با سه انگشت دیگر مخزن پوار را فشار دهید تا هوای درون آن خالی شود.

۲ - برای پر کردن پیپت دکمه (S) را فشار دهید تا محلول وارد پیپت شود.

توجه! اجازه دهید تا خط نشان محلول بالا بیاید و مواظب باشید محلول وارد پوار نشود که باعث آلودگی و خرابی پوار و ناخالصی محلول می‌شود.

۳ - بعد از تنظیم محلول تا خط نشان، پیپت را به آرامی از داخل ظرف بیرون آورده و نوک پیپت را در داخل ظرفی که می‌خواهید محلول را به آن اضافه کنید قرار دهید. سپس دکمه (E) را فشار دهید تا محلول از داخل پیپت خارج شود.

پیست (آبفشان): ظرفی پلاستیکی و درب‌دار در وسط درب آن لوله پلاستیکی قرار دارد که در قسمت پایین نوک لوله در نزدیک ته ظرف قرار می‌گیرد و در بالا لوله با خمیدگی مناسبی قرار دارد و نوک آن باریک‌تر می‌باشد. با فشار دادن ظرف، مایع از درون آن به راحتی بیرون می‌ریزد.

پنس: وسیله فلزی که حالت فنری دارد و برای برداشتن اشیاء ظریف و کوچک استفاده می‌شود.

اسپاتل (قاشقک): وسیله‌ای فلزی که برای برداشتن مواد جامد استفاده می‌شود.

انبر: برای برداشتن اشیاء گرم و داغ به کار می‌رود.

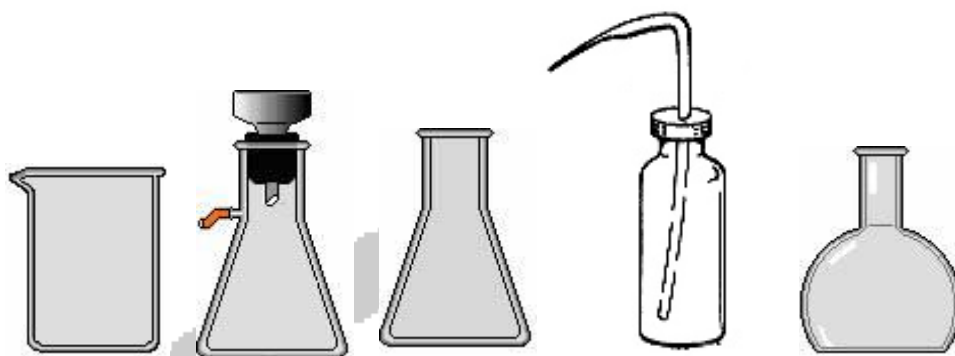
گیره: گیره انواع مختلف و کاربردهای مختلفی دارد که گیره بورت، بالن تقطیر و قیف دکانتور جدا از هم می‌باشد و برای استفاده بر روی پایه بسته می‌شود.

توری و مثلث نسوز: در روی سه پایه قرار می‌گیرد. اشیاء و ظروف را موقع حرارت دادن در روی آن می‌گذارند.

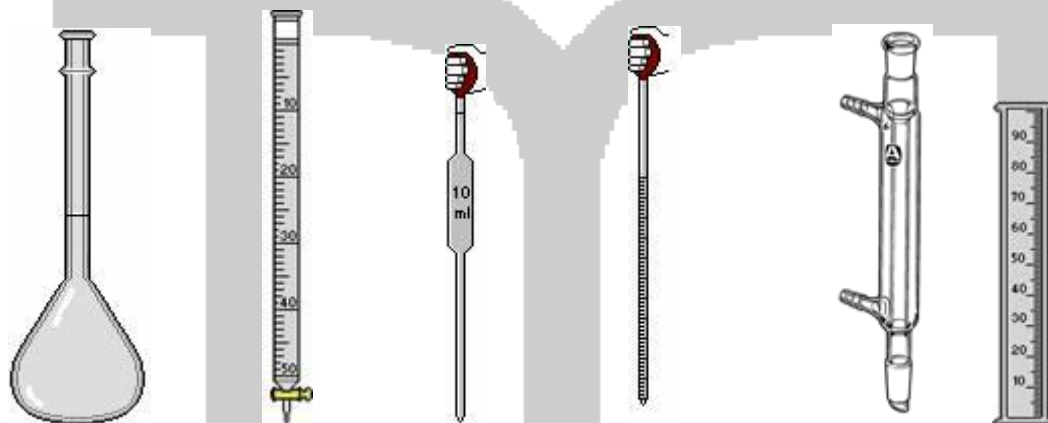
لوله آزمایش: که برای انجام بعضی آزمایش‌ها کاربرد دارد و از جنس پیرکس می‌باشد و موقع گرم کردن با شعله از گیره مخصوص استفاده می‌شود. موقع حرارت دادن دهانه لوله را به طرف همدیگر نگیرید.

شیشه ساعت: موقع توزین مواد جامد در روی ترازو قرار می‌دهند و مواد را در روی آن می‌ریزند.

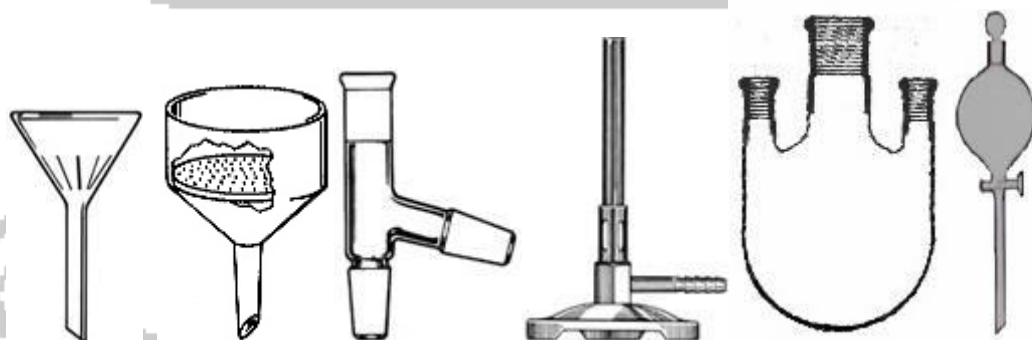
در صفحه بعد با اشکال یکسری از این ظروف آشنا می‌شوید.



بشر ارلن تخلیه ارلن مایر آبفشان (پیست) بالن ته صاف



بالت حجمی بورت پی پت جابدار پی پت وپوار مبرد ساده استوانه مدرج (مزور)
(بالت زوژه) (کندانسور)



قیف ساده قیف بوختر رابط تقطیر چراغ گاز بونزن بالن سه دهانه دکانتور

تعیین دانسیته

دانسیته یکی از خواص مهم فیزیکی است نظیر نقطه ذوب و نقطه جوش که برای مشخص کردن یک جسم مورد استفاده می‌گیرد. دانسیته یک جسم عبارت است از وزن واحد حجم و در سیستم‌های مختلفی بیان می‌گردد. مثلاً در سیستم SI واحد آن گرم بر سانتی‌متر مکعب و یا کیلوگرم بر لیتر است.

دانسیته را می‌توان از روی فرمول $d = \frac{m}{v}$ محاسبه نمود. در این فرمول m جرم جسم بر حسب گرم یا کیلوگرم و v حجم آن بر حسب سانتی‌متر مکعب یا لیتر است. عواملی مانند دما، فشار و ... تأثیر بر دانسیته دارد. دانسیته در صنعت‌های مختلف کاربردهای فراوانی دارد. مثلاً از روی دانسیته می‌توان به میزان درصد ماده مؤثر سموم به کار گرفته شده پی برد.

روش کار

یک عدد پیکنومتر ۵۰ میلی‌لیتری کاملاً خشک و تمیز را با دقت وزن کنید (با درب مخصوص). مایع مورد نظر را با دقت توسط قیف کوچک به داخل پیکنومتر بریزید و کاملاً پر کنید به حدی که وقتی در پیکنومتر را می‌گذارید اضافی مایع بیرون بریزد بیرون پیکنومتر کاملاً تمیز و خشک کرده و وزن کنید. از وزن به دست آمده وزن پیکنومتر را کم کنید. وزن محلول به دست می‌آید و طبق فرمول فوق دانسیته مایع مورد نظر را محاسبه کنید.

تهیه محلول‌ها با غلظت مشخص

غلظت محلول‌ها، لغاتی نظیر غلیظ و رقیق را تنها برای بیان کیفی غلظت محلول‌ها به کار می‌بریم و مفهوم نسبی دارند. چون می‌توان مقادیر حلال و جسم حل شده برای ساختن یک محلول را بر حسب وزن، حجم و یا تعداد مول‌ها اندازه گرفت. لذا روش‌های مختلفی برای بیان کمی غلظت‌ها به کار برده می‌شود که عبارتند از:

الف- یکی از ساده‌ترین روش‌ها برای بیان غلظت یک محلول بر مبنای ترکیب درصد جسم

حل شده در محلول قرار دارد.

به کار بردن درصد می‌تواند بر حسب وزن (w) و یا حجم (v) باشد که در نتیجه شکل‌های مختلف

$$\left(\frac{\text{وزن جسم حل شده}}{\text{وزن کل محلول}} = \frac{w}{w} \quad , \quad \frac{\text{وزن جسم حل شده}}{\text{حجم کل محلول}} = \frac{w}{v} \quad , \quad \frac{\text{حجم جسم حل شده}}{\text{حجم کل محلول}} = \frac{v}{v} \right)$$

را دارا است. مثال:

۱۰۰ گرم از محلول ۱۰٪ وزنی $\frac{w}{w}$ شکر دارای ۱۰ گرم شکر و ۹۰ گرم آب است.

ب- جزء مولی

جزء مولی را با علامت X نشان می‌دهند و برابر با تعداد مول‌های جسم مورد نظر تقسیم بر تعداد کل مول‌های اجسام موجود در محلول است.

مثال: نمونه 100 گرمی از محلول 10٪ ($\frac{W}{W}$) اسید سولفوریک حاوی $\frac{10}{98}=0/1$ مول اسیدسولفوریک و

$\frac{90}{18}=5$ مول آب است. بدین ترتیب جزء مولی اسیدسولفوریک برابر است با

$$X_{H_2SO_4} = \frac{0/1}{5+0/1} = 0/02 \quad . \quad X_{H_2O} = 1 - 0/02 = 0/98$$

ج- مولاریته

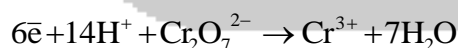
مولاریته یک محلول عبارت است از تعداد مول‌ها و یا تعداد مولکول گرم‌های جسم حل شده در یک لیتر از محلول و با M نشان می‌دهند.

مثال: محلول ۶ مولار اسید سولفوریک از انحلال ۶ مول اسید سولفوریک در آب و رساندن حجم کل محلول به ۱ لیتر به دست می‌آید. وقتی محلول مایعی تهیه می‌شود حجم کل محلول به ندرت معادل مجموع حجم‌های اجزاء تشکیل دهنده آن است.

د- نرمالیت

نرمالیت یک محلول عبارت از تعداد اکی‌والان گرم‌های جسم حل شده در یک لیتر از محلول است و با N نشان داده می‌شود. یک اکی‌والان گرم از جسم برابر با مقداری از جسم است که در یک واکنش مورد نظر به تعداد عدد آووگادرو الکترون از دست می‌دهد، به دست می‌آورد و یا به اشتراک می‌گذارد.

مثال: هرگاه پتاسیم بیکرومات به صورت یک معرف اکسیدکننده، مانند زیر وارد واکنش شود، چه وزنی از $K_2Cr_2O_7$ برای تهیه ۵۰۰ سانتی متر مکعب از محلول ۰/۱N باید به کار برد؟



$$M_{K_2Cr_2O_7} = 294/19 \quad n = 6 \quad E = 49/03$$

$$N = \frac{C}{E} \quad C = 4/903 \text{ g/lit} \quad \begin{cases} 1000^{cc} & 4/903 \text{ g} \\ 500 & X = 2/45 \end{cases}$$

مولالیت

مولالیت یک محلول عبارت است از تعداد مول‌های حل شده یک جسم در ۱۰۰۰ گرم حلال و آن را با m نشان می‌دهند.

مثال ۱: محلول یک مولال اسید سولفوریک از حل کردن ۹۸/۸ گرم اسید به ۱۰۰۰ گرم آب تهیه می‌کنند.

مثال ۲: مولالیت یک محلول نیم مولار آبی ساکاروز ($C_{12}H_{22}O_{11}$) را در صورتی که دانسیته ۱/۰۶۳۸ گرم بر میلی لیتر باشد حساب کنید.

وزن مولکولی ساکاروز ۳۴۲/۴ است و یک لیتر از محلول مورد بحث نیز ۱۰۶۳/۸ گرم وزن دارد و حاوی ۱۷۱/۲ گرم ساکاروز است بنابراین ۱۷۱/۲ - ۱۰۶۳/۸ = ۸۹۲/۶ گرم آب است.

مول ساکاروز	گرم آب
۰/۵	۸۹۲/۶
$x = ۰/۵۶$	۱۰۰۰

تهیه محلول‌ها با نرمالیتته مشخص

روش کار

۱ - تهیه محلول‌ها (از محلول):

برای محلول سازی از یک محلول غلیظ تجاری باید مراحل زیر طی گردد:

- محاسبه غلظت محلول تجاری

- محاسبه حجم مورد نیاز از محلول تجاری

- برداشتن حجم مورد نیاز از محلول تجاری

- انحلال در حلال

- به حجم رساندن

- یکنواخت سازی

اصولاً محلول اسیدها، آمونیاک غلیظ، آب اکسیژنه به صورت تجاری ارائه می‌شود و دانسیته d و درصد خلوص P این محلول‌ها روی شیشه نوشته شده است. برای محاسبه غلظت یک محلول تجاری می‌توان از رابطه زیر استفاده کرد:

$$N = \frac{10pd}{E}$$

حجم مورد نیاز از محلول تجاری از رابطه زیر بدست می‌آید. چون نرمالیتته و حجم مشخص احتیاج است می‌توان حجم محلول تجاری لازم را به دست آورد.

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

محلول مورد نظر = محلول تجاری

سپس این مقدار از محلول تجاری را با پیپت روی کمی آب داخل بالن ژوژه ریخته و بالن ژوژه را تا نزدیکی خط نشانه با آب مقطر پر کنید و هم بزنید تا محلول یکنواخت شود. بالن ژوژه را به حال خود بگذارید تا حباب‌های هوا از داخل آن خارج شود. بعد به آرامی آب مقطر اضافه کنید تا سطح زیر آب بر خط نشان مماس شود.

۲ - تهیه محلول‌ها (از جامد):

برای محلول سازی از یک ماده جامد باید مراحل زیر طی گردد:

- محاسبه جرم مورد نیاز از ماده جامد

- توزین ماده جامد
- انحلال در حلال
- به حجم رساندن
- یکنواخت سازی

برای تهیه ۲۵۰cc سود ۰/۱ مولار با استفاده از رابطه زیر مقدار ماده مورد نیاز محاسبه و سپس توزین می گردد.

$$m = C_m \times V \times M$$

که در آن m جرم مورد نیاز بر حسب گرم که C_m مولاریته محلول مورد نظر، V حجم بر حسب لیتر و M جرم مولکولی جسم مورد نظر می باشد. با توجه به توضیح های فوق جرم سود جامد لازم ۱ گرم است. پس از توزین سود آن را به یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کرده و به حجم می رسانیم.

پرسش

- ۱ - حجم اسید غلیظ لازم را برای تهیه محلول های زیر را محاسبه کنید.
الف - ۱۰۰ میلی لیتر محلول نرمال اسیدنیتریک ($d=1/8$ و $p=0.40$)
ب - ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ نرمال اسید کلریدریک ($d=1/1$ و $p=0.30$)
- ۲ - ۲۰ گرم سود به حجم ۲۵۰ میلی لیتر می رسانیم مولاریته آن را معلوم کنید.

تیتراسیون اسید باز

یکی از کارهای متداول در آزمایشگاه شیمی تیتراسیون (تیترا کردن) اسیدها و بازها است. تیترا کردن اسید یا باز یعنی تعیین مقدار اسید یا باز موجود در یک محلول. انجام این کار با افزایش تدریجی یک باز با غلظت مشخص بر روی یک اسید و یا بر عکس صورت می‌گیرد. برای تیترا کردن یک اسید و تعیین نرمالیت آن (N) معمولاً حجم مشخصی از اسید را برداشته و با استفاده از بورت به آن بازی یا نرمالیت مشخص N اضافه می‌گردد و عمل افزودن را تا آنجا ادامه می‌دهیم که عمل خنثی شدن کامل شود. در این حالت مقدار اکی‌والان گرم‌های باز مصرفی برابر مقدار اکی‌والان گرم‌های اسید موجود در محلول است و در این حالت $N.V = N'.V'$ لذا با معلوم بودن N' ، N و V نرمالیت اسید را می‌توان به‌دست آورد.

برای مشخص بودن نقطه پایانی می‌توان از pH متر و یا از شناساگرهای شیمیایی (اندیکاتور) استفاده کرد. این مواد در نزدیکی نقطه پایانی یا خنثی شدن واکنش، تغییر رنگ می‌دهند.

وسایل مورد نیاز: بورت، بالن ژوژه، ارلن مایر، بشر، ترازوی دقیق

مواد مورد نیاز: اسید کلریدریک $0.1N$ ، سود، اسید اگزالیک خالص، فنل فتالین.

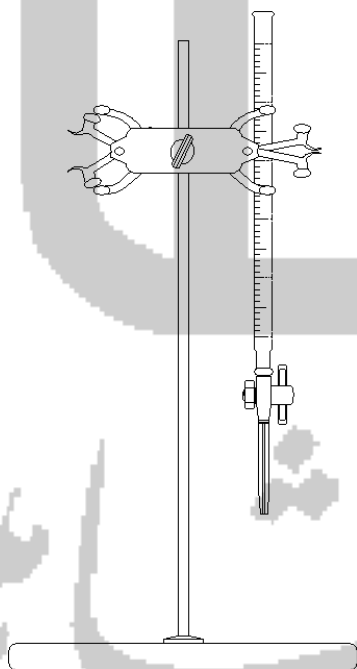
شرح آزمایش ۱

ابتدا بورت را با آب مقطر و بعد با محلول سود مجهول شستشو داده و به پایه متصل نمایید و سپس با استفاده از یک قیف، محلول را درون بورت بریزید. بعد با استفاده از پیت ۱۰cc کاملاً تمیز که با اسید کلریدریک 0.1 نرمال شسته شده، دقیقاً ۱۰cc محلول اسید کلریدریک تیترازول 0.1 نرمال را برداشته و در یک ارلن تمیز و خشک بریزید. سپس دو قطره فنل فتالین به آن بیافزایید.

(فنل فتالین در محیط اسیدی بی‌رنگ و در محیط بازی ارغوانی است.)

حال ارلن را زیر بورت قرار دهید و ضمن آنکه آن را با دست هم می‌زنید به آن قطره‌قطره سود بیافزایید. این عمل را تا جایی ادامه دهید که با افزودن قطره‌ای سود حجم محلول ارغوانی (صورتی کمرنگ) شود. سپس شیر بورت را بسته و حجم سود خارج شده را بخوانید.

این عمل را سه بار تکرار کنید (هر بار نباید بیش از 0.05 اختلاف داشته باشد) و با استفاده از $NV = N'.V'$ نرمالیت سود را به‌دست آورید.



شرح آزمایش ۲

بورت آزمایش را با محلول سود قبلی پر کنید. دو گرم اگزالیک خالص را دقیقاً وزن کرده و در داخل یک بشر ۱۰۰cc ریخته و به آن کمی آب مقطر بیافزایید تا حل شود. سپس در بالن ژوژه ۱۰۰cc به حجم برسانید. سپس با پیت ۱۰cc از محلول را بردارید و داخل ارلن بریزید و دو قطره فنل فتالین به آن اضافه نمایید و آن را با محلول سودی که در آزمایش قبل تیترا کرده‌اید، تیترا نمایید. نقطه پایان وقتی که محلول صورتی کم‌رنگ شود. آزمایش را چند بار تکرار کرده و حجم سود مصرفی را یادداشت نمایید و نهایتاً نرمالیه اسید اگزالیک را به دست آورید.

$$\text{درصد خطا} = \frac{\text{مقدار عملی} - \text{مقدار تئوری}}{\text{مقدار تئوری}} \times 100$$

پرسش‌ها

۱. نرمالیه سود را تعیین کنید.
۲. نرمالیه اسید اگزالیک را تعیین کنید.
۳. آیا نرمالیه اسید اگزالیک نسبت به حالت تئوری تفاوت دارد؟ این تفاوت ناشی از چیست؟ درصد خطا را به دست آورید.
۴. به ۱۰cc از محلول اسید کلریدریک ۰/۸N و ۷۰cc محلول پتاس ۰/۱N اضافه می‌کنیم. تعیین کنید نرمالیه محلول پس از انجام واکنش چقدر است.
۵. دقت بورت مورد استفاده در این آزمایش چقدر است؟
۶. اعداد دقیق و تخمینی را در اعداد به دست آمده مشخص کنید.
۷. غلظت اکی‌والانی یون‌های H^+ ، Cl^- ، Na^+ و OH^- را در طی تیتراسیون ۱۰cc اسید کلریدریک ۰/۱N با سود ۰/۱N در حجم‌های زیر محاسبه نمایید.

حجم سود	$[\text{H}^+]$	$[\text{OH}^-]$	$[\text{Cl}^-]$	$[\text{Na}^+]$
---------	----------------	-----------------	-----------------	-----------------

۰

۵

۹/۶

۱۰

۱۱

اکسیداسیون و احیا

واکنش‌هایی که با تغییر عدد اکسیداسیون یا تبادل الکترون همراه هستند را واکنش‌های اکسیداسیون و احیا می‌گویند.

تعریف اکسی‌والان گرم در واکنش اکسیداسیون و احیا: جرم مولکولی یا وزن فرمولی جسم را به مقدار تغییر عدد اکسیداسیون یا به تعداد الکترون‌های تبادل یافته تقسیم می‌کنند.

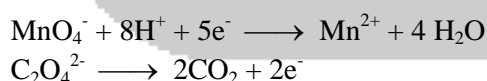
موضوع آزمایش: سنجش محلول پرمنگنات پتاسیم به کمک محلول اسید اگزالیک سنجیده در محیط اسیدی

وسایل مورد نیاز: بورت، گیره و پایه، ارلن مایر، قیف پیپت

مواد مورد نیاز: محلول پرمنگنات با غلظت نامعین، محلول اسید اگزالیک با عیار معلوم $\frac{N}{10}$ ، اسید سولفوریک

شرح آزمایش

ابتدا بورت را کاملاً شستشو داده و در آن کمی اسید اگزالیک بریزید و پس از تکان دادن خالی کنید. سپس به وسیله قیف بورت را از محلول اسید اگزالیک پر نمایید. شیر بورت را باز کنید تا حباب هوا خارج گردد. سپس ۱۰ سی سی محلول پرمنگنات پتاسیم را به وسیله پیپت برداشته و در ارلن بریزید و سپس ۱۰ سی سی محلول رقیق اسید سولفوریک و ۱۰ سی سی آب مقطر بیافزایید. این مجموعه را تا حدود ۶۰-۷۰ درجه سانتی‌گراد گرم نمایید. (وقتی که مایع بخار کند) سپس ارلن محتوی پرمنگنات را زیر بورت قرار داده کم کم تیترا کنید. آنقدر محلول اسید اگزالیک اضافه کنید تا رنگ پرمنگنات پتاسیم زایل گردد. در این وقت شیر بورت را ببندید و حجم اسید اگزالیک مصرف شده را یادداشت کنید. با توجه به فرمول و معادله نیم واکنش‌ها نرمالیه پتاسیم پرمنگنات را تعیین کنید. واکنش مگانومتری در محیط اسیدی:



پرسش

- ۱- برای تهیه ۲۵۰ سی سی محلول پرمنگنات پتاسیم ۰/۰۶M در واکنش فوق چه مقدار از پرمنگنات پتاسیم را باید وزن کرد.
- ۲- ترکیب قهوه‌ای مشاهده شده در حین انجام واکنش چیست؟
- ۳- اگر حجم آب و اسید سولفوریک را تغییر دهیم در نتیجه انجام آزمایش چه تغییر مشاهده می‌شود؟

یدومتري

هدف آزمایش: اندازه‌گیری غلظت محلول ید به کمک محلول تیوسولفات سنجیده

این واکنش‌ها براساس خاصیت احیاکنندگی یون تیوسولفات متکی است. در این واکنش یون I_2 به I^- تبدیل می‌شود و ید حاصله در مقابله معرف چسب نشاسته توسط محلول تیوسولفات با عیار معلوم تیترو اندازه‌گیری می‌شود.

چسب نشاسته با محلول ید به رنگ آبی تا آبی بنفش درمی‌آید.



E° در این دو نیمه واکنش نشان می‌دهد که یون تیوسولفات باید اکسید شود چون E° آن مثبت‌تر است.

لذا در معادله بالا I_2 احیا می‌شود و معادله واکنش به قرار زیر است:



وسایل لازم: پیپت، بورت، ارلن، قیف، بشر

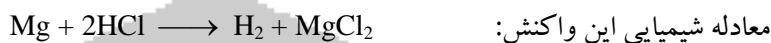
مواد لازم: محلول ید غیر مشخص، محلول تیوسولفات سنجیده، معرف چسب نشاسته

شرح آزمایش

ابتدا بورت را شستشو داده بعد با محلول تیوسولفات آن را یکبار شستشو دهید. سپس تا بالاتر از نقطه صفر از این محلول پر کرده وقتی که از عدم وجود هوا در بورت اطمینان پیدا نمودید محلول را تا صفر درجه برسانید. حال به وسیله پیپت ۱۰cc محلول ید را در یک ارلن تمیز بریزید و حدود ۱۰cc آب مقطر هم به آن اضافه کنید و آن را زیر بورت قرار داده و به وسیله تیوسولفات ۰/۰۱ نرمال تیترو کنید. زمانی که رنگ محلول از قهوه‌ای کم‌رنگ به رنگ زرد کم‌رنگی در آمد ۱-۰/۵ میلی‌لیتر معرف چسب نشاسته به آن بیافزایید. رنگ محلول آبی خواهد شد. از این مرحله تیترو کردن را به آهستگی انجام دهید تا وقتی که رنگ محلول زایل گردد. سپس از رابطه $N_1V_1=N_2V_2$ نرمالیه و مولاریته ید را محاسبه نمایید.

تعیین وزن اتمی منیزیم (Mg)

در این آزمایش وزن اتمی منیزیم از طریق واکنش مقدار مشخص منیزیم با اسید کلریدریک و اندازه‌گیری دقیق حجم هیدروژن آزاد شده در شرایط متعارفی تعیین خواهد شد.



وسایل مورد نیاز: ارلن خلاء، استوانه مدرج ۲۵۰cc، طشتک، لوله رابط، لوله پلاستیکی

شرح آزمایش

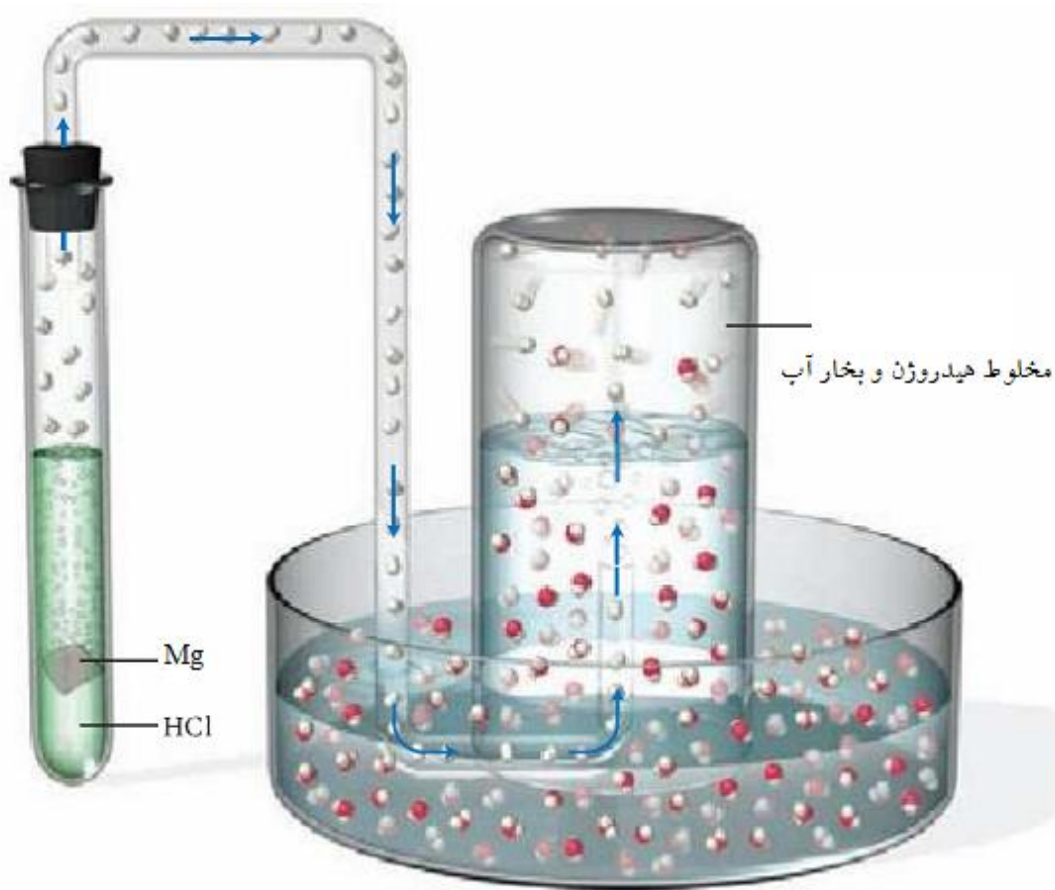
- ۱ - بشر را پر از آب کرده و بورت را نیز با آب پر نموده و بدون حباب هوا به طور واژگون داخل بشر قرار دهید.
 - ۲ - فلز منیزیم را ابتدا با کاغذ سنباده تمیز نموده و با دقت ۰/۱ گرم از آن را توزین نموده
 - ۳ - داخل لوله آزمایش حدود ۲ الی ۳ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ بریزید.
 - ۴ - فلز منیزیم را با جداره لوله آزمایش تماس دهید و قبل از بستن درب لاستیکی لوله آزمایش آن را بالای محلول قرار دهید (بدون اینکه با محلول تماس داشته باشد).
 - ۵ - پس از قرار دادن درب لاستیکی و اطمینان از اینکه لوله رابط بین لوله آزمایش و زیر بورت قرار دارد لوله آزمایش را کج کرده تا منیزیم با محلول اسید کلریدریک در تماس باشد.
- در این مرحله منیزیم در اسید حل شده و گاز هیدروژن به زیر بورت مدرج هدایت می‌شود. پس از کامل شدن واکنش دیگر گازی تولید نخواهد شد.
- حجم گاز داخل بورت، ارتفاع ستون آب باقی مانده در بورت، دما آزمایشگاه و فشار فعلی را یادداشت نمایید.
- حجم گاز هیدروژن را که به طریق آزمایش فوق به دست می‌آید. باید در شرایط متعارفی از رابطه زیر به دست آورد.

$$P_{\text{هوآ}} = P_{\text{H}_2} + P_{\text{H}_2\text{O}} + P_{\text{ستون آب}}$$

$$P_{\text{H}_2} = P - \left(P_{\text{H}_2\text{O}} + \frac{10h}{13/6} \right)$$

$$\left(\frac{P_{\text{H}_2} V_{\text{H}_2}}{T} \right)_{\text{آزمایش}} = \left(\frac{P_{\text{H}_2} V_{\text{H}_2}}{T} \right)_{\text{استاندارد}}$$

$$M_{\text{Mg}} = \frac{m \times 22400}{V_{\text{H}_2}}$$



تعیین وزن مولکولی گازها

هدف: اندازه گیری وزن مولکولی اکسیژن

وسایل مورد نیاز: لوله آزمایش بزرگ، لوله رابط، ترازو، استوانه مدرج، چراغ گاز

مواد لازم: کلرات پتاسیم و دی اکسیدمنگنز

تئوری: با توجه به اینکه هر مولکول گرم از هر گازی در شرایط متعارفی (شرایط استاندارد عبارت است از فشار ۷۶۰ میلی متر جیوه و درجه حرارت صفر درجه) ۲۲۴۰۰ ml حجم دارد می توان وزن مولکولی اکسیژن را به دست آورد. برای این منظور یک مقدار معینی از کلرات پتاسیم را در اثر حرارت تجزیه و تبدیل به اکسیژن نموده، اندازه گیری حجم اکسیژن در شرایط متعارفی به سهولت امکان پذیر نبوده، لذا در شرایط آزمایشگاهی به دست آمده سپس طبق قانون گازها حجم آن در شرایط متعارفی به دست می آید. با توجه به این حجم می توان وزن مولکولی اکسیژن را به دست آورد.

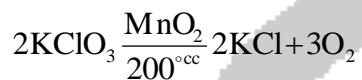
شرح آزمایش

مقدار کلرات پتاسیم را از مسئول آزمایشگاه دریافت کرده با ۰/۵ گرم دی اکسیدمنگنز مخلوط کرده داخل لوله آزمایش بریزید. سپس لوله آزمایش با محتویات آن را دقیقاً وزن کرده و یادداشت نمایید. سپس لوله را به

شکل زیر سوار نمایید. در یک استوانه ۲۵۰ میلی لیتری آب پر نموده و بر روی یک تشتک برگردانید به طوری که هیچ حباب هوا در بالای استوانه جمع نشود. لوله آزمایش را حرارت دهید تا واکنش تجزیه کلرات پتاسیم انجام بگیرد.

حرارت را تا آنجایی ادامه دهید که دیگر تغییری در حجم سیلندر ایجاد نشود.

دی اکسید منگنز نقش کاتالیزور را در این واکنش ایفا می کند و سبب تجزیه کلرات پتاسیم خواهد شد.



دانشگاه شهید بهشتی

واکنش‌های شیمیایی

اساس: در این آزمایش، ضمن آشنایی با تکنیک‌های ساده آزمایشگاهی، چند نوع واکنش شیمیایی، خصوصاً تشکیل و انحلال مواد نامحلول را مورد بررسی قرار داده و با دلایل پیشرفت آنها آشنا می‌شوید.

وسایل و مخلوط‌های لازم:

- ۱ - چند عدد لوله آزمایش معمولی و کاغذ لیتموس
- ۲ - چند عدد قطره‌چکان و پیپت ۱۰ میلی‌لیتری و بهم زن
- ۳ - نیترات نقره ۰/۱ مولار، کلرو پتاسیم ۰/۱ مولار، آمونیاک ۶ مولار، اسیدنیتریک ۳ مولار، یدورپتاسیم ۰/۱ مولار، بی کربنات سدیم ۰/۲ مولار، نیترات آلومینیم ۰/۱ مولار و سود ۶ مولار.

روش عمل

۱ - تهیه کلرور نقره

۱۰ قطره نیترات نقره ۰/۱ را در یک لوله سانتیفریژ ریخته (دقت کنید، سر قطره‌چکان با جایی تماس حاصل نکند، چون ممکن است به مواد دیگر آلوده شود). آن را حدود یک دقیقه در آب جوش حرارت دهید، سپس سه، چهار قطره کلرورپتاسیم ۰/۱ مولار به آن اضافه کنید و با بهم زن خوب به هم بزنید. رسوب کلرور نقره را راسب می‌شود.

معادله شیمیایی یونی این واکنش را بنویسید و نیز نتیجه مخلوط کردن نیترات نقره و اسیدکلریدریک را حدس بزنید و معادله شیمیایی مربوط را بنویسید.

«توجه داشته باشید معمولاً رسوب‌هایی که از محلول‌های داغ به وجود می‌آیند، بهتر شکل می‌گیرند، ولی ممکن است گاهی اوقات حلالیت ماده رسوب‌کننده در حرارت بالا بیشتر باشد که در این صورت برای رسوب‌گیری بهتر، محلول را باید سرد کرد.»

۲ - انحلال کلرور نقره

مخلوط فوق (کلرور نقره) را سانتیفریژ کنید، رسوب ته‌نشین می‌شود، محلول روی رسوب را دور بریزید، یکی دو میلی‌لیتر آب به آن اضافه کنید، خوب به هم بزنید تا رسوب شسته شود، مخلوط را دوباره سانتیفریژ کنید، آب روی رسوب را دور بریزید. حال به کلرور نقره جامد باقی‌مانده، قطره‌قطره، محلول آمونیاک $6(\text{NH}_4\text{OH})$ مولار اضافه کنید و خوب به هم بزنید. رسوب کلرور نقره به یون کمپلکس $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ تبدیل می‌شود.

معادلات یونی موارد زیر را بنویسید:

واکنش بین کلرور نقره و NH_3

واکنش بین کلرور نقره و NH_4OH

۳ - تشکیل مجدد کلرور نقره

تقریباً نصف محلول $Ag(NH_3)_2^+$ را به یک لوله آزمایش دیگر منتقل نمایید (در آزمایش بعدی لازم است). به محلول $Ag(NH_3)_2^+$ باقیمانده، قطره قطره اسید نیتریک ۳ نرمال اضافه کنید تا محلول اسیدی شود. پس از اضافه کردن هر قطره اسید، محلول را خوب به هم بزنید و اسیدیته آن را آزمایش کنید، به این ترتیب که قطره کوچکی از محلول را توسط میله همزن روی کاغذ لیتموس قرار دهید وقتی کاغذ قرمز شد مقدار اسید کافی است.

اسید نیتریک، آمونیاک را در کمپلکس $Ag(NH_3)_2^+$ خنثی می کند و یون Ag^+ آزاد می شود و چون هنوز در محلول یون کلر Cl^- وجود دارد، کلرور نقره رسوب می نماید حالا بر این مخلوط، قطره قطره محلول یدور پتاسیم بیفزایید و مشاهدات خود را توجیه کنید.

معادلات شیمیایی یونی موارد زیر را بنویسید:

- ۱ - واکنش بین $Ag(NH_3)_2^+$ و اسید نیتریک
- ۲ - واکنش بین $Ag(NH_3)_2Cl$ و اسید نیتریک
- ۳ - واکنش بین کلرور نقره و یدور پتاسیم

۴ - تشکیل رسوب یدور نقره

نصف دیگر محلول $Ag(NH_3)_2^+$ را که قبلاً ذخیره کرده بودید در آب جوش حرارت دهید و حدود ۵ قطره یدور پتاسیم به آن اضافه کنید. رسوبی که به وجود می آید یدور نقره است چگونه تشخیص می دهید؟ معادله شیمیایی یونی واکنش بین $Ag(NH_3)_2^+$ و یدور پتاسیم را بنویسید.

۵ - تشکیل رسوب کربنات نقره

حدود ۱۰ قطره نیترات نقره ۰/۱ مولار را در یک لوله سانتریفوژ ریخته، در آب جوش کمی حرارت دهید. بعد حدود سه، چهار قطره محلول بی کربنات سدیم $(NaHCO_3)$ ۰/۲ مولار به آن اضافه کنید. رسوبی که به دست می آید کربنات نقره است (رسوب را برای مرحله بعدی نگهدارید). معادله شیمیایی یونی واکنش بین نیترات نقره و بی کربنات سدیم را بنویسید.

۶ - انحلال کربنات نقره

مخلوط به دست آمده در قسمت (۵) را سانتریفوژ کنید. محلول بالای رسوب را دور بریزید و به رسوب کربنات نقره حدود ۱۰ قطره اسید نیتریک ۳ مولار اضافه کنید و خوب به هم بزنید. کربنات با اسید قوی، اسید نیتریک ترکیب می شود و الکترولیت ضعیفی به نام اسید کربنیک تشکیل می گردد که به مجرد تشکیل به گاز CO_2 و آب تجزیه می شود. این محلول را دور بریزید.

معادله شیمیایی یونی موارد زیر را بنویسید.

۱ - کربنات نقره و اسید نیتریک

۲ - کربنات سدیم و اسید نیتریک

۳ - چنانچه به قسمت‌های ۱ و ۲ پس از افزایش اسید نیتریک، کلرور سدیم اضافه نمایید چه اتفاقی را پیش‌بینی می‌کنید.

۷ - تشکیل رسوب هیدروکسید آلومینیم و انحلال آن

دو عدد لوله سانتیفوژ آماده کنید و در هر یک حدود ۱۰ قطره نترات آلومینیم ۰/۱ مولار بریزید و به هر کدام از لوله‌ها محلول آمونیاک ۶ مولار آنقدر اضافه کنید تا رسوب کامل شود. برای اینکه بدانید رسوب کامل است، مخلوط را سانتیفوژ کنید، بعد خیلی آرام و بدون اینکه رسوب به هم بخورد یک قطره از همان محلول آمونیاک را به دیواره داخلی سانتیفوژ اضافه کنید تا آهسته داخل محلول شود. اگر دیگر رسوبی تشکیل نشد، می‌توانید نتیجه بگیرید که رسوب کامل است. هر دو مخلوط را سانتیفوژ کنید. محلول روی رسوب را دور بریزید. در هر دو لوله رسوب هیدروکسید آلومینیم تشکیل شده که هم نامحلول و هم الکترولیت ضعیف است. به یکی از رسوب‌های داخل لوله، حدود ۱۰ قطره اسید نیتریک ۳ مولار اضافه کنید. رسوب حل می‌شود و تشکیل آب و یون آلومینیم را می‌دهد. محلول را دور بریزید. به لوله دیگر حاوی هیدروکسید آلومینیم حدود ۱۰ قطره سود ۶ مولار اضافه کنید و خوب به هم بزنید الکترولیت ضعیف و غیر محلول هیدروکسید آلومینیم به آسانی به کمپلکس آلومینات سدیم تبدیل می‌شود. معادله شیمیایی یونی واکنش‌های بالا را بنویسید.

تعیین و محاسبات سختی آب

خواص فیزیکی و شیمیایی آب مانند شفافیت، رنگ، بو، دما، نمک‌های محلول در آن، سختی، pH، کیفیت آب را بیان می‌کند. در این بیان، نمک‌های محلول در آب یکی از مهم‌ترین عوامل است.

تمام نمک‌هایی که در آب محلول‌اند، نشان‌دهنده ناخالصی‌های آلی و معدنی‌اند.

مهم‌ترین عامل از خواص آب، سختی آن است. درجه سختی آب عبارت است از تعداد میلی‌اکی‌والان گرم‌های یون‌های کلسیم و منیزیم در یک دسی مترمکعب آب است. مقدار $20/04 \text{ mg/dm}^3$ یون کلسیم و $12/16 \text{ mg/dm}^3$ یون منیزیم را واحد سختی آب انتخاب می‌کنند.

برای آب سه نوع سختی وجود دارد:

۱ - **سختی موقتی**: این سختی به علت وجود بی‌کربنات کلسیم و منیزیم است که بر اثر جوشیدن به کربنات‌های نامحلول تبدیل می‌شوند و به صورت جامد، ته‌نشین می‌گردند.



۲ - **سختی دائمی**: این سختی شامل آن دسته از نمک‌های کلسیم و منیزیم است که بر اثر جوشیدن آب به صورت محلول باقی می‌مانند و برای حذف و یا کاهش آنها باید از مواد شیمیایی استفاده نمود.

۳ - **سختی کل**: مجموع سختی‌های موقتی و دائمی را سختی کل می‌گویند.

آبی را که در هر کیلوگرم آن کمتر از یک گرم نمک وجود داشته باشد، **آب شیرین** می‌گویند.

آبی را که در هر کیلوگرم آن بیش از یک گرم نمک وجود داشته باشد، **آب شور** می‌گویند.

آبی را که در هر دسی مترمکعب آن کمتر از ۳ میلی‌اکی‌والان نمک‌های Ca^{2+} و Mg^{2+} وجود داشته باشد

آب نرم می‌گویند.

آبی که در هر دسی مترمکعب آن ۳ تا ۶ میلی‌اکی‌والان گرم نمک‌های Ca^{2+} و Mg^{2+} وجود داشته باشد

آب نیمه‌سخت و بین ۶ تا ۱۰ را **آب سخت** می‌گویند.

نرم کردن آب‌های سخت

برای برطرف کردن سختی آب‌ها روش‌های مختلفی وجود دارد، از جمله رسوب دادن یون‌های Ca^{2+} و Mg^{2+} به صورت ترکیبات گوناگون است. به این ترتیب، یون‌های یاد شده که در آب محلولند بر اثر واکنش مورد نظر به نمک‌های نامحلول در آب تبدیل می‌شوند و ته‌نشین می‌گردند. ترکیباتی که به این منظور به کار می‌روند عبارتند از: آهک، سودا (سدیم بی‌کربنات)، سود سوزآور، فسفات‌ها (تری‌سدیم فسفات).

وسایل مورد نیاز: استوانه مدرج ۱۰۰cc، بشر، پیست، ارلن مایر، همزن شیشه‌ای، قیف شیشه‌ای، کاغذ صافی

مواد مورد نیاز: محلول کربنات سدیم ۰/۱ نرمال، اسید کلریدریک تیرازول ۰/۲ نرمال، شناساگر متیل‌اورانژ

شرح آزمایش

۱- اندازه گیری سختی دائم شهری

با استفاده از یک استوانه مدرج ۱۰۰cc آب شیر را داخل کپسول چینی یا بشر ریخته و توسط یک پیپت، ۲۰cc محلول کربنات سدیم ۰/۱ نرمال به آن بیافزایید.

سپس آن را حرارت داده تا کاملاً خشک گردد و بعد حدود ۲۰cc آب مقطر عاری از CO₂ به رسوب داخل کپسول اضافه نمایید و آن را بزنید. در این حال کربنات‌های کلسیم و منیزیم به صورت نامحلول باقی مانده و کربنات سدیم حل می‌شود.

حال این مخلوط را صاف کرده و کپسول چینی (یا بشر) را با آب مقطر بشوید و محلول شستشو را نیز صاف نمایید. به محلول زیر صافی سه تا چهار قطره متیل اورانژ بیافزایید و بعد آن را با محلول اسید کلریدریک ۰/۲ نرمال تیترا کنید.

حجم اسید مصرفی را یادداشت کنید. (V₁)

سپس با پیپت ۲۰cc از همان محلول کربنات سدیم ۰/۱ نرمال را در ارلن مایر ۵۰cc ریخته و به آن سه تا چهار قطره متیل اورانژ بیافزایید و آن را با اسید کلریدریک ۰/۲ نرمال تیترا کرده و حجم اسید مصرفی (V₂) را نیز یادداشت کنید.

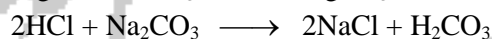
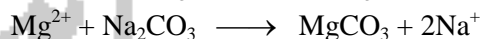
- حجم اسید کلریدریک ۰/۲ نرمال مصرف شده جهت رسوب دادن املاح کلسیم و منیزیم در یک لیتر آب برابر است با $(V_2 - V_1) \times 10$

- تعداد میلی‌اکی‌والان گرم‌های موجود در اسید مصرف شده جهت رسوب دادن کلسیم و منیزیم در یک لیتر آب برابر است با $(V_2 - V_1) \times \frac{2}{10} \times 10$

- تعداد میلی‌اکی‌والان گرم‌های HCl مصرفی معادل نصف میلی‌اکی‌والان گرم‌های کربنات کلسیم است.

$$\frac{1}{2} (V_2 - V_1) \times 10 \times \frac{2}{10} (M_{CaCO_3}) \text{ mg / lit} = \text{دائم سختی}$$

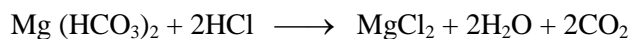
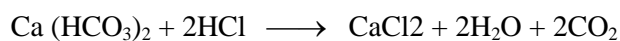
واکنش‌های انجام شده



۲- اندازه گیری سختی موقت آب شهری

با استفاده از استوانه مدرج ۱۰۰cc آب شیر را داخل ارلن مایر ۲۵۰cc ریخته و به آن سه تا چهار قطره متیل اورانژ بیافزایید و بعد آن را با اسید کلریدریک ۰/۲ نرمال تیترا کنید. حجم اسید مصرفی را یادداشت کنید.

در این تیترا کردن‌ها با افزایش یک قطره اضافی اسید کلریدریک رنگ زرد محلول داخل ارلن به نارنجی تبدیل می‌شود.



روش محاسبه سختی موقت مشابه سختی دائم است با این تفاوت که در محاسبه آنها به جای $V_1 - V_2$ ، V_1 را باید قرار داد.

پرسش

- ۱ - سختی دائم و سختی موقت را محاسبه کنید.
- ۲ - سختی کل را محاسبه کنید.
- ۳ - اختلاف بین $V_1 - V_2$ ناشی از چیست.
- ۴ - سختی آب را براساس واحد بین‌المللی ppm محاسبه نمایید.

شناساگرها یا معرفها

شناساگرها اجسامی هستند که خاصیت اسیدی یا قلیایی ضعیف داشته و در صورتی که در محیط اسیدی یا قلیایی قرار گیرند یونیزه شده و تغییر رنگ می‌دهند.

برحسب درجه یونیزاسیون دارای طیف نوری متفاوتی هستند که رنگ حاصل با رنگ مولکول اولیه جسم متفاوت است.

معرفها معمولاً pH یک محلول را تعیین می‌کنند و یا در سنجش‌های حجمی (تیتراسیون) پایان عمل را نشان می‌دهند و اغلب آنها با افزودن اسید یا باز دارای دو رنگ مشخص می‌شوند. یعنی از رنگی به رنگ دیگر درمی‌آیند. تغییر رنگ معرف‌های متداول در شیمی و بر حسب pHهای مختلف در جدول زیر آمده است.

معرف	تغییرات pH	تغییرات رنگ
آبی تیمول	۲/۸-۱/۲	قرمز - زرد
توپفر (زرد متیل)	۴/۰-۲/۹	قرمز - زرد
قرمز کنگو	۵/۰-۳/۰	آبی - قرمز
نارنجی متیل	۴/۵-۳/۱	قرمز - زرد - نارنجی
سبز برموکروزول	۵/۴-۳/۸	زرد آبی
قرمز متیل	۶-۳-۴/۲	قرمز - زرد
تورنسل	۸-۵	قرمز - آبی
ارغوانی برموکروزول	۶/۸-۵/۲	زرد - ارغوانی
آبی برموتیمول	۷/۶-۶	زرد - آبی
قرمز فنول	۸/۴-۶/۸	زرد - قرمز
قرمز کروزول	۸/۸-۶/۲	زرد - قرمز
آبی تیمول	۹/۶-۸	زرد - آبی
فنل فتالین	۱۰-۰-۸/۳	بی‌رنگ - قرمز

قانون بقای جرم

در این آزمایش وزن کاملاً مشخصی از مس را انتخاب نموده و به‌طور متوالی ترکیبات مختلفی از آن تهیه می‌کنید.

مس فلزی → سولفات مس → اکسید مس → هیدروکسید مس → کلرید مس → کربنات مس → نیترات مس → فلز مس
در آخرین واکنش شیمیایی همان مقدار اولیه را به‌دست می‌آورید و با توزین آن به صحت قانون بقای جرم پی می‌برید.

وسایل مورد نیاز:

۱ - ارلن ۲۵۰ سی‌سی

۲ - استوانه مدرج ۵۰ سی‌سی

۳ - قیف شیشه‌ای

۴ - بهم زن شیشه‌ای

۵ - کاغذ صافی

مواد مورد نیاز:

۱ - اسیدنیتریک ۶ نرمال

۲ - سود ۶ نرمال

۳ - اسیدنیتریک ۳ نرمال

۴ - کربنات سدیم اشباع

۵ - اسید کلریدریک ۱/۲ نرمال

۶ - اسیدسولفوریک ۶ نرمال

۷ - اسیدسولفوریک رقیق

۸ - پورد روی

شرح آزمایش

۱ - مرحله اول: تهیه تپیه نیترات مس

نوار مسی یا پودر مس را با وزن کاملاً مشخصی داخل ارلن بریزید و سپس به آن حدود ۸ میلی‌لیتر اسیدنیتریک ۶ نرمال اضافه کنید. ارلن را کمی حرارت دهید. (این عمل را حتماً زیر هود انجام دهید).
فرمول واکنش، رنگ محلول، گاز حاصله چه می‌باشد؟ و بگویید چه نوع واکنشی است؟

۲ - مرحله دوم: تبدیل نیترات مس به کربنات مس

به محلول نیترات مسی که تهیه کرده‌اید قطره‌قطره محلول سود ۶ نرمال بیافزایید و بهم بزینید تا اسید اضافی خنثی شود (چرا؟) چنانچه رسوبی تشکیل شد محلول را بهم بزینید تا رسوب حل شود. اضافه نمودن سود را آنقدر ادامه دهید تا رسوب کمی تشکیل شده و ثابت بماند (این رسوب چیست؟) سپس قطره‌قطره اسیدنیتریک ۳ نرمال اضافه کنید تا این رسوب مجدداً حل شود.

حال قطره‌قطره محلول کربنات سدیم اشباع به محلول فوق افزوده و مرتباً بهم بزینید. افزودن کربنات سدیم اشباع را آنقدر ادامه دهید تا رسوب تشکیل شده دیگر حل نشود.

حال به این محلول ۱۵ میلی لیتر دیگر کربنات سدیم اشباع اضافه کرده و آنقدر روی آن آب مقطر بریزید تا ارلن نیمه پر شود. محلول را بهم بزیند سپس بگذارید رسوب ته نشین شود. آنگاه بدون بهم زدن یک قطره کربنات سدیم اشباع اضافه کنید. اگر در مسیر قطره رسوبی ظاهر نشد و یا محلول بالای رسوب کدر نگردید واکنش کامل است. ولی چنانچه محلول بالای رسوب کدر شد ۲ میلی لیتر دیگر کربنات سدیم به آن اضافه کنید و بهم بزیند و صبر کنید تا رسوب ته نشین شود و سپس دوباره آزمایش کنید تا از کامل شدن واکنش مطمئن شوید، سپس محتویات ارلن را بهم بزیند و به کمک کاغذ صافی رسوب را جدا نموده و با آب مقطر شستشو دهید تا کربنات مس نسبتاً خالص به دست آید. رنگ رسوب را یادداشت کنید. فرمول شیمیایی واکنش‌هایی را که در این مرحله اجرا نموده‌اید نوشته و نوع آنها را مشخص کنید.

۳ - مرحله سوم: تبدیل کربنات مس به کلرید مس

می‌توان توسط اسید، کربنات‌ها را تجزیه نمود. بنابراین با افزودن کلریدریک اسید به کربنات مس آن را به کلرید مس تبدیل کنید. بنابراین قیف محتوی رسوب را روی ارلن تمیزی قرار دهید و سپس کاغذ صافی را با هم زن شیشه‌ای سوراخ کنید. به طوری که با آب مقطر رسوب شسته شده و به داخل ارلن منتقل گردد. سپس قطره قطره اسید کلریدریک ۱/۲ نرمال به ارلن اضافه کنید تا تمام رسوب حل شود. فرمول شیمیایی واکنش و نوع واکنش را تعیین کنید.

۴ - مرحله چهارم: تبدیل کلرید مس به هیدروکسید مس و اکسید مس

به محلول کلرید مس حاصل از مرحله سوم قطره قطره سود ۶ نرمال اضافه کنید تا رسوب کافی تشکیل شود و به ارلن آنقدر آب مقطر اضافه کنید تا ارلن نیمه پر شود. رسوب گیری را کامل نمایید. رنگ رسوب را یادداشت کنید. محلول را چند دقیقه بجوشانید و تغییرات رنگ رسوب را یادداشت کنید. پس از ثابت ماندن رنگ رسوب صبر کنید تا رسوب ته نشین شود. محلول روی رسوب را با احتیاط خالی کنید. این محلول باید بی‌رنگ باشد. محلول روی رسوب را خالی کنید. واکنش‌های شیمیایی مربوطه را بنویسید.

۵ - مرحله پنجم: تهیه سولفات مس و مس اولیه

به ارلن محتوی رسوب حاصل از مرحله چهارم حدود ۲ میلی لیتر محلول ۳ نرمال اسیدسولفوریک افزوده و سپس ضمن حرارت دادن خیلی ملایم به افزایش اسید به صورت قطره قطره ادامه دهید تا رسوب کاملاً حل شود. به رنگ محلول توجه کنید. محلول حاصل سولفات مس است. به این محلول مقدار کمی روی اضافه کنید. ارلن را به آهستگی تکان دهید تا رنگ آبی محلول از بین برود. در صورتی که مقداری روی در محلول باقی ماند کمی اسیدسولفوریک رقیق افزوده و به ملایمت حرارت دهید تا بجوشد و تمام گازهای آن خارج

شود. سپس بدون آنکه مس فلزی هدر رود محلول روی رسوب را دور بریزید و سه الی چهار بار آن را با آب مقطر بشوید. سپس یک کاغذ صافی را دقیقاً توزین کرده و رسوب مس فلزی را روی آن صاف کنید و پس از شستشو با آب مقطر در اتو (۶۰°C) قرار دهید تا خشک شود و پس از سرد شدن به دقت توزین کنید و وزن مس به دست آمده را به مسئول آزمایشگاه تحویل دهید.

بررسی اثر غلظت بر سرعت واکنش

بررسی سرعت انجام واکنش‌های شیمیایی این امکان را به ما می‌دهد که بتوانیم سرعت واکنش را به اندازه دلخواه تنظیم و کنترل کنیم. از نظر صنعت بازده و سرعت تهیه محلول بسیار مهم است و واکنش‌های شیمیایی باید به گونه‌ای پیش برود که از نظر اقتصادی مقرون به صرفه باشد.

به طور کلی عواملی که بر سرعت واکنش‌ها مؤثر هستند عبارتند از طبیعت مواد، غلظت مواد، کاتالیزو و سطح تماس (در مورد واکنش‌های ناهمگن) سرعت واکنش همواره به غلظت موادی که بر هم اثر می‌کنند بستگی دارد زیرا افزایش غلظت مواد اولیه سبب افزایش برخوردهای مؤثر بین مولکول‌ها می‌گردد.



$$V = K [A] [B] \text{ سرعت واکنش}$$

در این آزمایش با تغییر دادن غلظت مواد شرکت‌کننده در واکنش می‌توان اثر غلظت بر سرعت را بررسی کرد.

مواد لازم:

۱ - محلول تیوسولفات سدیم ۳۵g/lit

۲ - محلول اسیدسولفوریک ۱۵ درصد

۳ - آب مقطر

وسایل مورد نیاز:

۱ - سه بورت ۵۰ ml

۲ - ۷ لوله آزمایش

۳ - کرومومتر

۴ - کاغذ سفید که با مداد یک علامت ضربدر

روی آن رسم کرده‌اید.

روش آزمایش

در سه بورت به ترتیب حدود ۲۵ml آب مقطر، ۲۵ml محلول تیوسولفات سدیم و ۴۰ml محلول اسیدسولفوریک بریزید. ۶ لوله آزمایش را از ۱ تا ۶ شماره گذاری کنید و در آنها مطابق با جدول موجود از محلول تیوسولفات و آب مقطر بریزید.

در لوله آزمایش هفتم ۶ml از محلول اسیدسولفوریک بریزید. همه آنها را یک مرتبه به محتوی لوله آزمایش شماره ۱ بیفزایید و به سرعت لوله را بهم بزنید. سپس لوله را مقابل علامت ضربدر قرار دهید. از روبرو به لوله آزمایش نگاه کنید. زمان شروع واکنش (مخلو شدن دو محلول) تا زمان محو شدن علامت ضربدر (ندیدن علامت ضربدر) را با کرومومتر اندازه بگیرید.

همین آزمایش را برای ۵ نمونه دیگر نیز انجام دهید و مقادیر به دست آمده را در جدول موجود در برگ گزارش کار یادداشت کنید.



چون هدف از این آزمایش، رسم منحنی تغییر سرعت بر اثر متغیر غلظت است پس باید سعی شود شرایط انجام آزمایش برای هر ۶ نمونه یکسان باشد.

نمودار غلظت $\frac{a}{a+b}$ بر حسب سرعت $\frac{1}{t}$ را روی کاغذ میلی متری رسم کنید و شیب خط را به دست آورید.

شماره لوله آزمایش	حجم محلول تیوسولفات سدیم a	حجم آب مقطر b	غلظت محلول		زمان بر حسب ثانیه t	$\frac{1}{t}$ سرعت واکنش
			$\frac{a}{a+b}$	تیوسولفات		
۱	۱	۵				
۲	۲	۴				
۳	۳	۳				
۴	۴	۲				
۵	۵	۱				
۶	۶	۰				

دانشگاه شهید بهشتی

تامپون‌ها، تأثیر یون مشترک

زمانی لازم است که محلولی با pH معین آماده و نگهداری شود. نگهداری این محلول‌ها از تهیه آن مشکل‌تر است. چون یا در مجاورت هوا یا با دی‌اکسید کربن وارد واکنش شده اسیدی‌تر و یا با ناخالصی‌های قلیایی شیشه قلیایی‌تر می‌شوند. محلول‌های تامپون قادر به نگهداشتن pH خود به مدت طولانی می‌باشند. برای این منظور از اسید و بازهای ضعیف و نمکی از همان اسید و باز استفاده می‌شود. می‌دانیم که اسید و بازهای قوی کاملاً تفکیک می‌شوند ولی اسید و بازهای ضعیف خیلی کم تفکیک می‌شوند. و به این علت است که pH اسید کلریدریک یک دهم نرمال یک و pH اسیداستیک یک دهم نرمال سه می‌باشد. اگر به این اسید استات سدیم اضافه کنیم غلظت یون H^+ آن حتی کمتر شده و pH به حدود ۵ می‌رسد. زیرا یون استات با H^+ وارد واکنش شده اسیداستیک ایجاد می‌شود و تعادل قبلی بهم خورده و تعادل جدیدی ایجاد می‌شود. و در نتیجه کم شدن H^+ ، pH نیز زیاد می‌شود.

pH محلول تامپون را می‌توان از معادله هندرسن - هاسل باخ $pH = Pk + \log \frac{[نمک]}{[اسید]}$ محاسبه نمود.

شرح آزمایش ۱

- ۱ - به ۲ میلی‌لیتر از اسیداستیک ۰/۱M دو قطره متیل اورانژ اضافه کنید. (رنگ محلول را یادداشت کنید). به این محلول ۴ میلی‌لیتر استات سدیم ۰/۱M اضافه کنید. (تغییر رنگ را یادداشت کنید).
- ۲ - به محلول فوق چند قطره اسید کلریدریک رقیق اضافه کنید (تغییر رنگ را یادداشت کنید).
- ۳ - به ۲ میلی‌لیتر از آب مقطر ۲ قطره متیل اورانژ اضافه کنید. سپس چند قطره اسید کلریدریک رقیق به آن اضافه کنید. آیا رنگ آن تغییر می‌کند.
- ۴ - با توجه به معادله هندرسن - هاسل باخ، اولاً pH یک محلول تامپون را که از مخلوط شدن ۲۵ میلی‌لیتر اسیداستیک ۰/۱N و ۱۰ میلی‌لیتر استات سدیم ۰/۱N به دست می‌آید. محاسبه کنید. ثانیاً معادله فوق را برای یک اسید ضعیف و نمکش ثابت کنید. $Pk_a = 4/7$

شرح آزمایش ۲

با توجه به معادله هندرسن - هاسل باخ و داشتن Pk اسیداستیک که برابر ۴/۷ می‌باشد. ۵۰ میلی‌لیتر از یک تامپون که از مخلوط شدن ۲۵ میلی‌لیتر اسیداستیک ۰/۲M و استات سدیم جامد با $pH=4$ تهیه کنید. به همین طریق تامپون دیگری با $pH=5$ تهیه کرده صحت آن را با pH متر بسنجید.

تعیین ارزش حجمی آب اکسیژنه

آب اکسیژنه به فرمول H_2O_2 یکی از مواد اکسیدکننده می باشد که به روش های گوناگون می تواند تهیه شود. چند نمونه از روش تهیه آب اکسیژنه در زیر آمده است.

- ۱ - استفاده از الکترولیز محلول سولفات آمونیوم و اسید سولفوریک غلیظ در حضور سولفوسیانور آمونیوم.
- ۲ - استفاده از پراکسید سدیم و اسید فسفریک غلیظ
- ۳ - استفاده از پراکسید باریم و اسید سولفوریک 4N
- ۴ - استفاده از پراکسید باریم و گاز کربنیک

وسایل مورد نیاز: بورت، ارلن

مواد مورد نیاز: محلول آب اکسیژنه، اسید سولفوریک 4N، پرمنگنات پتاسیم N/10

شرح آزمایش ۱

ارزش حجمی عبارت است از حجم گاز آزاد شده به ازای حجم محلول بنابراین $a = \frac{V_{gas}}{V_{Sol}}$ با توجه به واکنش

آب اکسیژنه $H_2O_2 \rightarrow H_2O + \frac{1}{2}O_2$ از یک محلول یک مولار آب اکسیژنه ۱۱/۲ لیتر گاز اکسیژن آزاد می شود و از یک محلول یک نرمال (نیم مولار) ۵/۶ لیتر گاز اکسیژن آزاد می گردد. بنابر این ارزش حجمی آب اکسیژنه از فرمول زیر بدست می آید $a = 5.6 \times N$ که در آن N نرمالیه محلول آب اکسیژنه است. برای تعیین ارزش حجمی آب اکسیژنه، ۱۰ میلی لیتر از محلول آب اکسیژنه با غلظت معین را بردارید و به آن ۲۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۴ نرمال اضافه کنید و توسط محلول پرمنگنات پتاسیم ۰/۱ نرمال بسنجید. در پایان عمل رنگ صورتی پرمنگنات در محلول باقی می ماند. از روی حجم پرمنگنات مصرفی ارزش حجمی آب اکسیژنه را می توان تعیین نمود. فرمول واکنش را بنویسید.

شرح آزمایش ۲

برای نشان دادن خصلت اکسیدکنندگی آب اکسیژنه آزمایش زیر را انجام دهید. در یک لوله آزمایش ۲ میلی لیتر محلول یدید پتاسیم را ریخته و به آن چند قطره اسید سولفوریک 4N اضافه کنید. آنگاه به دقت ۲ میلی لیتر محلول آب اکسیژنه که تهیه نموده اید به آن اضافه کنید. مشاهدات خود را یادداشت نمایید و فرمول واکنش را بنویسید.

تعیین سختی دائم به روش کمپلکسومتری

سختی دائم آب را می توان بر حسب کربنات کلسیم به روش کمپلکسومتری اندازه گیری کرد به طوری که از کمپلکس دهنده اتیلن دی آمین تترا استیک اسید و (EDTA) اریو کروم بلاک تی (E.C.B.T) استفاده نمود.

در این روش یون‌های کلسیم با EDTA تشکیل کمپلکس می‌دهد و از روی تعداد مول‌های معرفی EDTA می‌توان به تعداد مول‌های Ca^{2+} و در نتیجه مقدار ppm کربنات کلسیم در آب پی برد و بعد طبق جدول زیر آب از نظر سختی درجه‌بندی نمود.

۲۰۰-۵۰۰	۱۰۰-۲۰۰	۵۵-۱۰۰	۰-۵۵
خیلی سخت	متوسط	با سختی کم	سبک
میلی گرم بر لیتر کربنات کلسیم			
نوع			

در این روش چنانچه از EDTA (۰/۰۱N) برای تتراسیون کمپلکسومتری استفاده کنیم و حجم مصرفی ما V_2 میلی لیتر باشد. در آن صورت سختی آب بر حسب کربنات کلسیم به روش زیر محاسبه می‌شود:

$$\frac{V_2 \cdot N \cdot 100 \times 1000}{V_1} = A \text{ ppm}$$

V_2 = مصرفی EDTA حجم ، V_1 = حجم نمونه

N = EDTA نرمالیه ، A = مقدار سختی

جرم مولکولی کربنات کلسیم = ۱۰۰ ، تبدیل واحد گرم به میلی لیتر = ۱۰۰۰

مثال: مقدار ۵۰ میلی لیتر از یک نمونه آب را برداشته و بعد از اضافه کردن بافر ۱۰ و معرف اریوکروم بلاک تی رنگ محلول صورتی رنگ می‌شود که نشانگر داشتن سختی است. این آب را با محلول EDTA ۰/۰۱ نرمال تیترو می‌کنیم که بعد از اضافه کردن ۲۰ میلی لیتر رنگ نمونه به آبی تغییر و ثابت باقی می‌ماند. سختی آب نمونه به روش زیر بر حسب کربنات کلسیم محاسبه می‌شود:

$$\frac{0/01 \times 20 \times 100 \times 1000}{50} = 400 \text{ ppm}$$

روش کار: در یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری تمیز با پیست دقیقاً ۲۵ میلی لیتر آب شهر ریخته، سپس ۲-۳ میلی لیتر از بافر ۱۰ و به اندازه نوک اسپاتل معرف E.C.B.T را به آن اضافه کنید معرف اریوکروم بلاک تی در آب سخت صورتی رنگ و در آب سبک آبی رنگ است. بنابراین چنانچه نمونه صورتی رنگ شد آب مورد نظر سخت است در آن صورت در یک بورت تمیز محلول EDTA با نرمالیه مشخصی ریخته و ارلن را در زیر بورت قرار داده و نمونه را تیترو کنید تا زمانی که با اولین قطره رنگ محلول آبی رنگ شود در این لحظه شیر بورت را بسته و حجم مصرفی EDTA را یادداشت نموده و عمل تیتراسیون را سه بار تکرار کنید و طبق محاسبات فوق سختی آب را بر حسب ppm کربنات کلسیم محاسبه کنید.

مواد مورد نیاز: ارلن، پیست حبابدار، محلول بافر آمونیوم pH=9، معرف ECBT، محلول EDTA

شرح آزمایش

در یک ارلن مایر ۲۵۰cc تمیز با پیپت جابدار دقیقاً ۲۵ میلی لیتر آب ریخته، سپس ۳-۲ میلی لیتر از بافر آمونیوم با $\text{pH}=9$ اضافه کرده و به مقدار ناچیزی از معرف E.C.B.T اضافه می کنیم. E.C.B.T در آب سخت صورتی رنگ و در آب سبک آبی رنگ می باشد.

بنابراین چنانچه، نمونه صورتی رنگ شد آب مورد نظر سخت می باشد. در آن صورت در یک بورت تمیز EDTA با نرمالیده مشخص ریخته و لبه ارلن را در زیر بورت قرار داده و نمونه را با EDTA تمیز می کنیم. تا زمانی که با اولین قطره رنگ محلول آبی شود. در این لحظه حجم EDTA مصرفی را یادداشت نموده و آزمایش را سه بار تکرار کنید و طبق محاسبات سختی را بر حسب کربنات کلسیم (ppm) محاسبه نمایید.

دانشگاه شهید

کروماتوگرافی

جداسازی چند یون با استفاده از کروماتوگرافی روی کاغذ:

آشنایی با کروماتوگرافی و جداسازی مخلوط کاتیون‌ها به روش کروماتوگرافی روی کاغذ

کلیات:

کروماتوگرافی که به معنی «نمودار کردن رنگ‌ها» است چون اولین بار جهت جداسازی رنگ‌ها به کار رفت به این نام مشهور گردید. در حال حاضر از کروماتوگرافی نه تنها برای جداسازی ترکیبات رنگی بلکه می‌توان برای جداسازی ترکیبات بی‌رنگ و یون‌ها نیز استفاده کرد.

به طور کلی کروماتوگرافی روشی برای جداسازی مواد از یکدیگر به شمار می‌رود که در آن ترکیبات جدا شده بین دو فاز پخش می‌شوند. یکی از این دو فاز به عنوان فاز ثابت انتخاب می‌شود که سطح وسیعی را تشکیل می‌دهد و دیگر فاز متحرک که بین و یا در طول فاز ثابت در حرکت است.

معمولاً کروماتوگرافی را به چند نوع تقسیم می‌کنند. ولی انواع کروماتوگرافی در دو اصل با هم مشترکند. بین معنی که در تمام انواع مختلف کروماتوگرافی فاز متحرک و ثابت وجود دارد.

انواع کروماتوگرافی عبارتند از:

۱ - کروماتوگرافی گاز - مایع: فاز متحرک آن گاز و فاز ثابت آن مایع است.

۲ - کروماتوگرافی مایع - مایع: فاز متحرک آن مایع و فاز ثابت آن نیز مایع است.

۳ - کروماتوگرافی گاز - جامد: فاز متحرک آن گاز و فاز ثابت آن جامد است.

۴ - کروماتوگرافی مایع - جامد: فاز متحرک آن مایع و فاز ثابت آن جامد است.

بحث ما در این آزمایش کروماتوگرافی روی کاغذ است که نوع کروماتوگرافی جامد - مایع است که فاز ثابت جامد کاغذ مخصوص کروماتوگرافی فاز متحرک (مایع) یک حلال است. در عمل نمونه‌ای از محلول که اجزاء آن باید جدا شوند را به صورت نقطه روی کاغذ مخصوص کروماتوگرافی قرار داده و سپس لبه کاغذ را در حلال فرو می‌بریم به طوری که نقاط نمونه محلول که گذاشته‌ایم کمی بالاتر از سطح مایع قرار داشته باشد. به محض اینکه حلال کاغذ را خیس نماید بنا بر اثر لوله‌های موئین حلال در کاغذ بالا می‌رود و به همراه خود مخلوط نمونه را نیز بالا می‌برد. اجزاء مختلف نمونه حلالیت متفاوتی را در فاز متحرک دارند و بنابراین با سرعت‌های مختلفی نیز به طرف بالا حرکت می‌کنند و در نتیجه این امر سبب جداسازی اجزاء نمونه می‌گردد.

در این سیستم با حلال معین و فاز ثابت یکسان و در دمای ثابت، هر جزء را می‌توان به وسیله مقدار ثابت

R_f (Rate of Flow) مشخص کرد. R_f به صورت زیر تعریف می‌گردد:

$$R_f = \frac{\text{فاصله طی شده توسط نمونه حل شده از مبدأ}}{\text{فاصله طی شده توسط حلال از مبدأ}}$$

R_f برای هر جزء مقدار معینی است که به نوع حلال و درجه حرارت بستگی دارد.

بعد از جدا شدن اجزاء در کروماتوگرافی روی کاغذ باید آنها را شناسایی کرد. یکی از روش‌های شناسایی استفاده از معرف‌های شیمیایی است که معمولاً روی کروماتوگرام اثر می‌گذارند و در اثر این ترکیب رنگ جدیدی ظاهر می‌شود که نماینده جزء خاصی است و یا می‌توان از چند معرف مختلف استفاده کرد که هر یک از این معرف‌ها فقط با یک جسم واکنش رنگی می‌دهد و یا می‌توان معرفی به کار برد که رنگ‌های متفاوتی با اجسام مختلف تولید کند.

در صورتی که معرف‌های مختلف رنگ‌های یکسانی با تمام اجزاء یک مخلوط تولید کنند، می‌توان روش دیگری به کار برد. به این ترتیب که R_f اجسام معین را در شرایط مساوی با آزمایش به دست آورده و سپس با آنچه که از آزمایش نتیجه شده است مقایسه کرد.

در این آزمایش هدف جدا کردن مخلوط یون‌های آهن (Fe^{2+})، مس (Cu^{2+}) و نیکل (Ni^{2+}) از یکدیگر می‌باشد. یون‌های آهن روی کاغذ مرطوب رنگ زنگ ایجاد می‌کنند که مستقیماً مرئی است. وجود یون‌های (Cu^{2+}) را می‌توان به وسیله رنگ آبی تیره کمپلکسی که در اثر ترکیب با آمونیاک تشکیل می‌شود آشکار کرد. یون (Ni^{2+}) با تشکیل کمپلکس قرمز با دی‌متیل اکسیم آشکار خواهد گردید.

وسایل لازم:

- ۱ - بشر ۵۰ میلی‌لیتری
- ۲ - بشر ۵۰ میلی‌لیتری
- ۳ - کاغذ کروماتوگرافی
- ۴ - خط کش
- ۵ - مداد
- ۶ - لوله موئین

مواد لازم:

- ۱ - اسید کلریدریک غلیظ
- ۲ - استن
- ۳ - آمونیاک غلیظ
- ۴ - دی‌متیل گلی اکسیم
- ۵ - کلرید فریک
- ۶ - سولفات مس

روش آزمایش

۱- حلال را به روش زیر تهیه کنید:

برای تهیه این حلال در یک بشر ۵۰ میلی‌لیتری ۲ میلی‌لیتر آب، سپس ۴ میلی‌لیتر کلریدریک اسید غلیظ و بالاخره ۱۹ میلی‌لیتر استون اضافه کنید. سپس حلال تهیه شده را در یک بشر ۵۰۰ میلی‌لیتری بریزید و دهانه بشر را محکم به وسیله ورقه آلومینیم ببندید و مدتی ساکن قرار دهید تا داخل بشر از بخار حلال اشباع شود تا جداسازی بهتر انجام شود.

یک کاغذ صافی به طول و ارتفاع مناسب در نظر بگیرید و یک خط با مداد (خودکار یا خودنویس به کار نبرید) به فاصله دو سانتی‌متر از لبه کاغذ بکشید. این خط مشخص‌کننده خط مبدأ است. با استفاده از لوله موئین

یک قطره از هر یک از پنج محلول لیست زیر را در بر روی خط مبدأ منتقل کنید. برای هر محلول یک لوله موین تمیز به کار ببرید.

محلول‌ها عبارتند از:



۱ - محلول شامل ترکیب Fe^{2+}

۲ - محلول شامل ترکیب Cu^{2+}

۳ - محلول شامل ترکیب Ni^{2+}

۴ - محلول شامل مخلوط هر سه یون

۵ - نمونه مجهول

پس از قرار دادن یک قطره از هر محلول روی کاغذ کروماتوگرافی، بگذارید خشک شوند. کاغذ کروماتوگرافی را به شکل استوانه در آورید به طوری که دو لبه آن روی هم قرار نگیرند. به وسیله گیره‌هایی دو لبه را به هم متصل کنید و داخل بشر طوری قرار دهید که خط مبدأ بالای حلال قرار گیرد. ورقه آلومینیم را روی بشر مجدداً قرار دهید و منتظر شوید تا حلال به حدود دو سانتی‌متر مانده به لبه بالای کاغذ برسد.

سپس به سرعت کاغذ کروماتوگرافی را بردارید و محل بالا رفتن حلال را با مداد علامت بگذارید و صبر کنید تا خشک شود. در خاتمه دور هر نقطه رنگی که ظاهر شد با مداد دایره‌ای بکشید و فاصله مرکز هر یک از لکه‌ها را تا خط مبدأ و همچنین فاصله خط مبدأ را تا بالاترین نقطه‌ای که حلال طی نموده است توسط خط کش مدرج و با دقت یک میلی‌متر اندازه بگیرید و در جدول قرار دهید.

برای شناسایی اجزاء جدا شده از معرف‌های ویژه استفاده می‌کنیم. ابتدا چند میلی‌لیتر محلول آمونیاک خالص (NH_4OH) توسط ظرف مخصوص روی کاغذ کروماتوگرافی اسپری می‌کنیم که در نتیجه این عمل نقاط حاوی یون (Cu^{2+}) به رنگ آبی در خواهند آمد. سپس عمل اسپری کردن کاغذ کروماتوگرافی را با محلول دی‌متیل‌گلی‌اکسیم انجام می‌دهیم و نقاط حاوی یون Ni^{2+} به رنگ قرمز در خواهند آمد.

کاغذ کروماتوگرافی را خشک کنید و دور نقاط رنگی جدیدی که به دست می‌آید دایره‌ای بکشید R_f یون‌های موجود در نمونه مجهول را به دست آورید.

شماره	رنگ			فاصله از مبدأ (میلی‌متر)			R_f مقدار		
	Fe^{2+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}	Fe^{2+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}	Fe^{2+}	Cu^{2+}	Ni^{2+}
مجهول									

Density and Vapour Pressure of Water: 0 to 35°C

t°C	Density d	Vapour Pressure (mm of mercure)	t°C	Density d	Vapour Pressure (mm of mercure)
0	0.999 87	4.58	18	0.998	15.38
1	0.999 93	4.92	19	0.998	16.37
2	0.999 97	5.29	20	0.998	17.41
3	0.999 99	5.68	21	0.998	18.50
4	0.999 00	6.09	22	0.997	19.66
5	0.999 99	6.53	23	0.997	20.38
6	0.999 97	7.00	24	0.997	22.18
7	0.999 93	7.49	25	0.997	23.54
8	0.999 88	8.02	26	0.996	24.99
9	0.999 81	8.58	27	0.996	26.50
10	0.999 73	9.18	28	0.996	28.10
11	0.999 63	9.81	29	0.995	29.78
12	0.999 52	10.48	30	0.995	31.55
13	0.999 40	11.19	31	0.995	33.42
14	0.999 27	11.94	32	0.995	33.37
15	0.999 13	12.73	33	0.994	37.43
16	0.998 97	13.56	34	0.994	39.59
17	0.998 80	14.45	35	0.994	41.85

دانشگاه آزاد اسلامی

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۱	چگونه گزارش کار بنویسیم
۸	ایمنی در آزمایشگاه
۱۴	آشنایی با لوازم آزمایشگاهی
۱۹	تهیه محلول‌ها با غلظت مشخص
۲۱	تهیه محلول‌ها با نرمالیه مشخص
۲۲	تیتراسیون اسید باز
۲۴	اکسیداسیون و احیا
۲۵	یدومتری
۲۶	تعیین جرم اتمی منیزیم
۲۷	تعیین وزن مولکولی گازها
۲۸	واکنش‌های شیمیایی
۳۱	تعیین و محاسبات سختی آب
۳۳	شناساگرها
۳۴	بقای جرم
۳۶	بررسی اثر غلظت بر سرعت واکنش
۳۸	تامپون‌ها، تأثیر یون مشترک
۳۹	تعیین ارزش حجمی آب اکسیژنه
۳۹	تعیین سختی دائم به روش کمپلکسومتری
۴۱	کروماتوگرافی