



# دستور کار آزمایشگاه شیمی عمومی ۱

تهیه و تنظیم:

دکتر نرگس صمدانی لنگرودی

## بسم الله الرحمن الرحيم

صفحه	فهرست مطالب
2.....	قوانین و مقررات آزمایشگاه و احتیاط های لازم برای ایمنی.....
8 .....	کمک های اولیه .....
10.....	وسایل موجود در آزمایشگاه شیمی.....
13.....	عملیات آزمایشگاهی.....
18.....	نشانه های استاندارد برای مواد شیمیایی خطرناک .....
20.....	چگونگی تنظیم گزارش کار.....
21.....	آزمایش 1- قانون بقاء جرم.....
26.....	آزمایش 2- تعیین وزن اتمی منیزیم.....
31.....	آزمایش 3- تعیین عدد آوگادرو به روش شمارشی.....
37.....	آزمایش 4- تعیین چگالی.....
40.....	آزمایش 5- غلظت محلول ها و محلول سازی.....
45.....	آزمایش 6- تیتراسیون اسید- باز.....
57.....	آزمایش 7- تیتراسیون اکسایش - کاهش.....
64.....	آزمایش 8- تعیین سختی آب.....
70.....	آزمایش 9- کروماتوگرافی.....
77.....	آزمایش 10- خواص تجمعی محلول ها- تعیین جرم مولکولی از طریق کاهش نقطه انجماد.....
۸۳ .....	رفرنس.....

قوانین و مقررات آزمایشگاه و احتیاط های لازم برای ایمنی

شما با انتخاب واحد آزمایشگاه شیمی بایستی هفته ای دو ساعت از وقت خود را در آزمایشگاه بگذرانید. هر آزمایشگاه قانون هایی ویژه خود دارد. هنگامی که شما قوانین را یاد گرفتید، بکار بستن آنها می تواند شما را از خطرهای ممکن ایمن نگه دارد. این خطرات، بخصوص متوجه کسانی است که مبتدی بوده و آزمایش های شیمی عمومی را بدون در نظر گرفتن جوانب آن انجام می دهند و چه بسا کسانی که تاکنون در آزمایشگاه کار نکرده و بار اول است که آن را تجربه می کنند. به همین دلیل باید به نکات زیر توجه نمود:

1- حضور به موقع در آزمایشگاه: لازم است برای انجام حضور و غیاب در آزمایشگاه، هر جلسه چند دقیقه پیش از موعد مقرر حضور داشته باشید، زیرا در اغلب جلسات ممکن است بلافاصله پس از حضور و غیاب امتحان گرفته شود. بدین ترتیب تأخیر شما علاوه بر کسری نمره می تواند باعث محرومیت شما از امتحان شود.

2- مطالعه جزوه دستور کار پیش از ورود به آزمایشگاه: برای جلسه اول لازم است مطالب مربوط به اصول ایمنی و مقررات کار در آزمایشگاه را پیش از ورود به آزمایشگاه مطالعه کنید، زیرا باید با آگاهی کامل از مقررات ایمنی، کار آزمایشگاهی خود را شروع کنید. به همین منظور امتحانی مربوط به مسائل ایمنی گرفته خواهد شد.

3- هنگام کار در آزمایشگاه موظف به رعایت کلیه مقررات اعلام شده هستید. چنانچه دانشجویی سهواً یا عمداً مقررات ایمنی آزمایشگاه را نادیده بگیرد، به شدت مواخذه می شود و در صورت تکرار از ادامه کار در آزمایشگاه محروم می گردد.

4- پس از پایان کار، کلیه وسایل و ظروف استفاده شده را تمیز و خشک کنید و تحویل دهید. همچنین میز کار آزمایشگاه را خوب بشوید و تمیز کنید.

5- تمامی مواد دور ریختنی و کاغذهای باطله را در زباله دان بریزید. هیچ گاه کبریت، کاغذهای صافی یا واکنشگرها را در دستشویی نریزید. محلول های غیر لازم را در دستشویی بریزید و بلافاصله با آب بشوید زیرا اسیدها و نمکهای نقره، مس و جیوه خاصیت خوردندگی دارند و باعث از بین رفتن لوله ها به ویژه لوله های سربی می شوند.

6- شیشه های محلول های عمومی را که محل معینی دارند همیشه در جای خود بگذارید و از انتقال آنها

خود داری کنید. برای حمل محلول ها از لوله های آزمایش تمیز و برای جامدات از بشر، شیشه ساعت و یا کاغذ چهارگوش استفاده کنید.

7- پیش از برداشتن مواد از شیشه بر چسب آن را به دقت بخوانید.

8- از واکنشگرها به اندازه مورد نیاز بردارید.

9- هیچ گاه مواد شیمیایی استفاده شده را به شیشه اصلی باز نگردانید.

10- پی پت یا قطره چکان خود را به داخل شیشه های محلول فرو نبرید.

11- هیچگاه در شیشه های محلول را روی میز نگذارید زیرا با گذاشتن مجدد آن بر روی شیشه، محلول آلوده می شود. درپوش شیشه های حاوی مواد شیمیایی پس از استفاده باید فوراً بسته شود.

12- ظرفهای شیشه ای مدرج، وسایل دقیقی هستند که در جابجا کردن و تمیز کردن آنها باید دقت کامل بعمل آورد. هرگز نباید وسایل شیشه ای مدرج را حرارت داد و یا هیچ گونه محلولی را در این گونه شیشه ها به مدت زیادی نگه داری کرد. ظرف را باید خالی کرد و پس از شستن با آب مقطر، آن را خشک نمود.

13- چربی وسایل شیشه ای را می توان با محلول دترژان ها (پودرهای رختشویی) و یا محلول غلیظ هیدروکسید سدیم (در حدود 10 درصد) تمیز کرد سپس با آب شیر و سرانجام با آب مقطر شست. هرگاه ظرف مورد نظر پس از شستن با دترژان (یا هیدروکسید) و آبکشیدن تمیز نشد در اینصورت از محلول سولفورومیک (10 گرم دی کرومات سدیم یا پتاسیم را در  $20 \text{ cm}^3$  آب حل کنید.  $100 \text{ cm}^3$  اسید سولفوریک غلیظ به آن بیفزایید و یا از محلول اسید کرومیک (20 گرم دی کرومات پتاسیم یا سدیم به  $500 \text{ cm}^3$  اسید سولفوریک غلیظ بیفزایید تا محلول اشباع شده ای بدست آید. محلول را یک شبانه روز به همان حالت بگذارید و سپس دکانته کنید). استفاده کنید. این محلول ها بسیار خورنده می باشند و تمام مواد آلی را از بین می برند. هر گاه تماسی با لباس یا بدنتان داشته باشند، بشدت می سوزانند. در صورت تماس، فوراً لباس یا بدنتان را با آب فراوان و بی کربنات سدیم شستشو دهید. این محلول ها را تنها زیر نظر مربی خود به کار ببرید. از محلول پرمنگنات قلیایی (10 گرم پرمنگنات پتاسیم و 10 گرم هیدروکسید سدیم در  $100 \text{ cm}^3$  آب) نیز می توان برای پاک کردن وسایل شیشه ای استفاده کرد. بایستی توجه داشت که از محلول جوشان این پاک کننده استفاده می شود.

14- وسایل شیشه ای آزمایشگاه ها معمولاً از جنس پیرکس (سیلیکات بور) هستند. شیشه های مقاوم کمتر تحت تاثیر حلال ها قرار می گیرند ولی به هر حال، محلول های اسیدی کمتر از قلیاها بر روی این شیشه ها اثر دارند. از این رو بایستی تا آنجا که ممکن است (به هنگام نگهداری محلول به مدت زیاد) محلول را اسیدی کرد.

به طور کلی لوازم شیشه ای را نبایستی با شعله مستقیم حرارت داد. برای حرارت دادن لوازم شیشه ای بهتر است میان ظروف و شعله، توری سیمی با مرکز نسوز گذاشت. در موارد خاصی که شعله مستقیم مورد نیاز است می توان از شیشه هایی از جنس Corning Vycor (دارای 96% سیلیس است) استفاده کرد. این نوع شیشه ها مقاومت زیادی در برابر گرما داشته و همچنین در برابر شک گرمایی بسیار مقاوم هستند.

15- هنگام گرم کردن محلول ها در لوله آزمایش نباید سطوح بالای محلول را حرارت دهید زیرا باعث شکستن لوله می شود. ظروف چینی مقاومت زیادی در برابر گرما دارند و می توان از آنها در حرارت های زیاد استفاده کرد. هنگام حرارت دادن مستقیم ظروف، آنها را بطور متناوب گرم کنید و از حرارت دادن شدید در ابتدا خودداری نمایید.

16- گاهی لازم است که محلول ها تا حدی حرارت داده شوند که به جوش بیایند یا حجمشان کم شود. در اینصورت باید دقت نمود تا محلول بیرون نپرد و مقداری از نمونه در اثر پخش شدن هدر نرود. ظرف را کاملاً پر نکنید. حداکثر دو سوم آن را پر کنید. روی ظرف را با شیشه ساعت شاخه دار ببوشانید. اگر چنین شیشه ساعتی ندارید، سه گوشه هایی (<) از میله هم زن شیشه ای درست کنید و روی ظرف بگذارید و روی سه گوشه ها شیشه ساعت بگذارید. بعد از آنکه به اندازه کافی گرم کردید، بگذارید سرد شود، سپس شیشه ساعت و لبه های بشر را بشوید تا اطمینان حاصل کنید که ماده ای روی شیشه ساعت و یا لبه های بشر نمانده است. قبل از حرارت دادن محلول ها، می توان چند دانه مروارید شیشه ای و یا سنگ پا داخل محلول انداخت. این عمل باعث می شود که محلول یکنواخت بجوشد و از بیرون پریدن محلول جلوگیری شود.

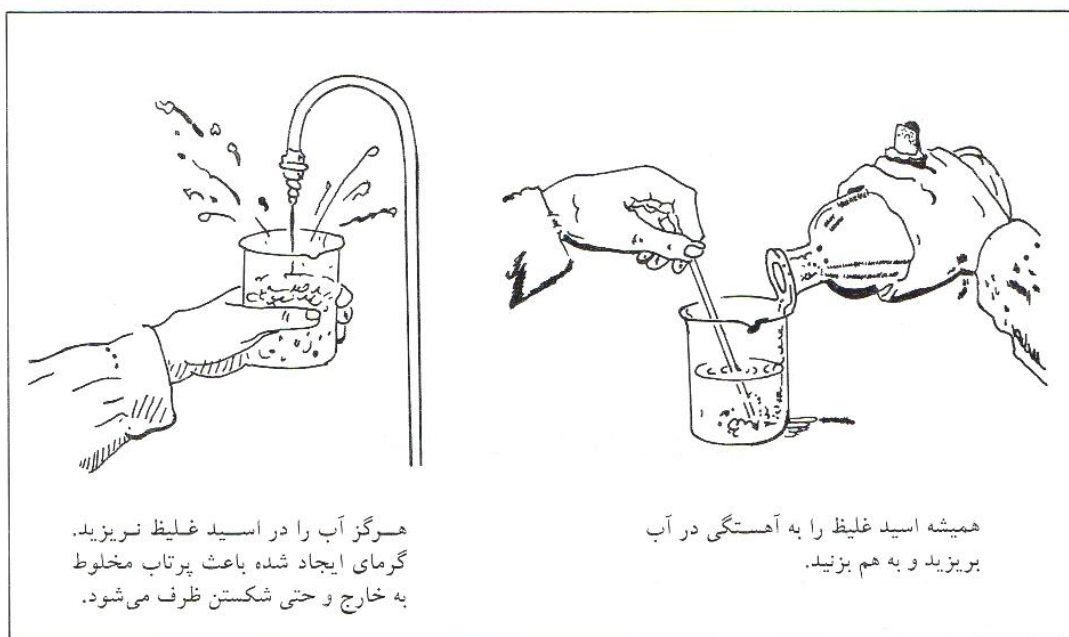
17- در موقع جوشاندن محلول ها، لوله آزمایش را به طرف خود و همکارانتان نگیرید. زیرا ممکن است در حین گرم کردن، مایع درون لوله به شدت بیرون پاشد (شکل 1).

18- هنگام رقیق کردن اسیدهای غلیظ، به آهستگی و با به هم زدن با میله شیشه ای، اسید را داخل آب بریزید و از ریختن آب بر روی اسید خودداری کنید زیرا گرمای تولید شده در این حالت زیاد است و باعث تبخیر ناگهانی آب و پاشیدن اسید به بیرون می شود (شکل 2).



هرگز در موقع جوشاندن، لوله آزمایش را به طرف خود و همکارانتان نگیرید.

شکل 1- احتیاطهای لازم برای جوشاندن محلولها

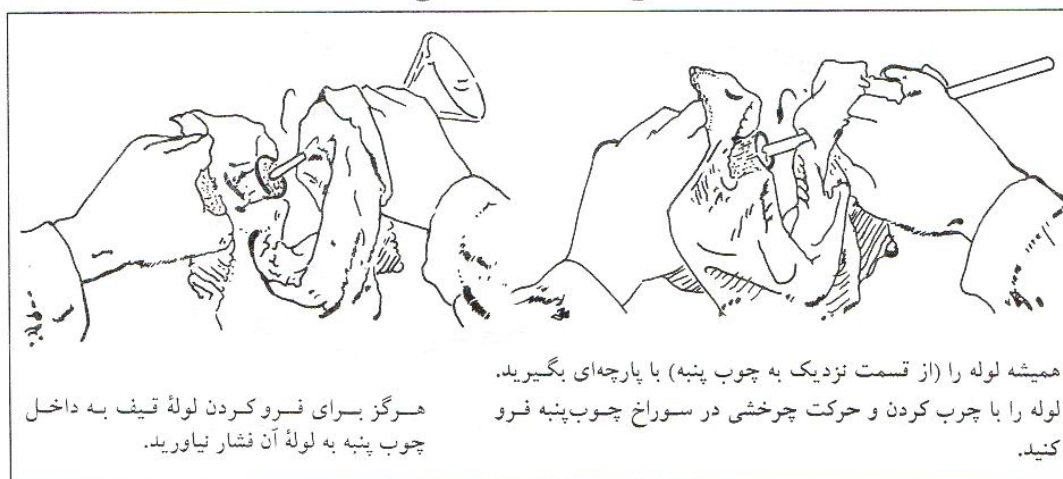


هرگز آب را در اسید غلیظ نریزید. گرمای ایجاد شده باعث پرتاب مخلوط به خارج و حتی شکستن ظرف می شود.

همیشه اسید غلیظ را به آهستگی در آب بریزید و به هم بزنید.

شکل 2- احتیاطهای لازم برای رقیق کردن اسیدها

19- وقتی که می خواهید لوله شیشه ای را داخل سوراخ چوب پنبه کنید، باید سر لوله را چرب و چوب پنبه را تر کنید. (در صورتیکه استفاده از آب برای آزمایش مجاز نیست، از تر کردن چوب پنبه خودداری کنید.) هنگام فرو بردن لوله، قسمت نزدیک چوب پنبه را بگیرد و با حرکت چرخشی آن را به داخل سوراخ چوب پنبه فرو کنید. به همین طریق می توانید قیف، دماسنج و غیره را وارد سوراخ چوب پنبه کنید (شکل 3).



شکل 3- طرز قراردادن لوله شیشه ای در سوراخ چوب پنبه

20- هیچ گاه مواد یا محلول های شیمیایی را نجشید زیرا احتمال دارد سمی بودن آنها بر روی شیشه قید نشده باشد. در صورت خوردن مواد شیمیایی فوراً به مسئول آزمایشگاه مراجعه کنید.

21- هرگاه می خواهید بوی محلولی را بفهمید، از تنفس مستقیم بخار آن خودداری کنید و در فاصله معین، بخار آن را با دست به طرف بینی خود هدایت و استشمام کنید.

22- آزمایش هایی که مواد، بخارها و یا گازهای سمی تولید می کنند باید در زیر هود انجام گیرند. این عمل باعث جلوگیری از پخش گاز و سموم در آزمایشگاه می شود.

23- تمام وقت در آزمایشگاه از روپوش سفید استفاده کنید تا از کثیف و فرسوده شدن لباس های شما جلوگیری شود.

24- از تماس مستقیم پوست با مواد شیمیایی که از بی ضرر بودن آنها مطمئن نیستند، خودداری کنید.

- 25- مواد فرار سمی شیمیایی را نباید در فضای آزمایشگاه نگه داری کرد، بلکه باید در یخچال مخصوص نگه داری شوند.
- 26- برداشتن بعضی از مواد به خاطر فرار بودن باید منحصراً در زیر هود انجام شود تا بخارهای آن فضای آزمایشگاه را آلوده نکند.
- 27- هیچ ماده ای را به وسیله پی پت و با دهان نمکید زیرا بیشتر محلول های آزمایشگاهی سمی هستند و در اثر پر کردن پی پت با دهان، بخارات آن وارد دهان شما خواهد شد. برای پر کردن پی پت از پوآر استفاده کنید.
- 28- پس از پایان آزمایش و هنگام ترک آزمایشگاه، بسته بودن شیرهای گاز و آب را کنترل کنید و دو شاخه وسایل برقی را از پریز خارج کنید.
- 29- محلول های فرار (آمونیاک) یا محلول های آتشگیر (اتر) و ترکیبات سمی (برم) را زیر هود جابجا کنید.
- 30- از بشر برای نوشیدن آب استفاده نکنید حتی اگر اطمینان حاصل کنید که کسی با آن کار نکرده است. از خوردن و سیگار کشیدن در آزمایشگاه خودداری کنید.
- 31- هیچگاه وسایل پلاستیکی را حرارت ندهید.
- 32- تمام حوادثی که اتفاق می افتد، حتی اگر جزئی هم باشد، فوراً به مسئول آزمایشگاه گزارش کنید.
- 33- هیچگاه وسایل شیشه ای شکسته و ترک خورده را استفاده نکنید، زیرا امکان دارد در طول آزمایش بطور کامل بشکنند و آزمایش از دست شما خارج شود.
- 34- ورود هر نوع بخار شیمیایی به چشم می تواند موجب آسیب جبران ناپذیری شود از این رو استفاده از عینک مخصوص محافظ چشم در آزمایش هایی که احتمال خطر وجود دارد ضروری است.
- 35- گزارش کار هر جلسه را حداکثر تا یک هفته، یعنی در شروع جلسه بعد، تحویل دهید. با گذشت بیش از یک هفته، گزارش کار شما به هیچ وجه پذیرفته نخواهد شد و نمره گزارش کار آن جلسه صفر خواهد بود.
- 36- هرگز بدون اطلاع مسئولین، آزمایشگاه را ترک نکنید.
- 37- نمره آزمایشگاه مجموعه ای با درصدهای مختلف از نمره امتحانات کتبی هر جلسه، نمره امتحان آخر ترم، گزارش کار، طرز کار، نتایج آزمایش، رفتار و نظم و رعایت نکات ایمنی است.



## کمک‌های اولیه

- 1- جای جعبه کمک‌های اولیه، کپسول آتش‌نشانی، پتوی ضد آتش، شیر آتش‌نشانی و دوش آب را یاد بگیرید.
- 2- اگر آتش سوزی ایجاد گردد:
  - الف- در صورت امکان جسمی را که در حال سوختن است از محل حریق دور نمایید.
  - ب- شیرهای گاز را ببندید.
  - ج- دو شاخه دستگاہهای برق را از پریز خارج کنید.
  - د- جسمی را که در حال سوختن است با شن یا پتوی خیس بپوشانید.
  - ه- در صورتیکه چهار عمل بالا مؤثر واقع نشد از کپسول‌های آتش‌نشانی استفاده نمایید.
- 3- اگر لباس کسی آتش گرفت:
  - الف- به سرعت او را از منطقه حریق دور کنید و با پاشیدن آب به خاموش نمودن آتش لباس‌های وی مبادرت ورزید.
  - ب- در صورت امکان، بدون اتلاف وقت او را روی زمین بخوابانید، با پتوی خیس بپوشانید و روی زمین بغلطانید.
  - ج- همیشه در نظر داشته باشید که بعضی از ماده‌ها مانند  $\text{CaH}_2$ ،  $\text{NaH}$ ،  $\text{Li}$ ،  $\text{K}$  و  $\text{Na}$  با افزودن آب بیشتر مشتعل خواهند شد.
- 4- هر گاه سوختگی حاصل گردد:
  - الف- اگر سوختگی در اثر آتش سوزی باشد، قسمت آسیب دیده را با پارچه ای که به محلول پرمنگنات آغشته است بپوشانید و از داروهای ضد سوختگی برای معالجه آن استفاده کنید.
  - ب- اگر سوختگی در اثر اسیدها باشد محل سوختگی را زیر شیر آب با جریان قوی قرار دهید، سپس با محلول 3% جوش شیرین (بی کربنات سدیم) بشویید. سرانجام با داروهای ضد سوختگی بپوشانید.
  - ج- اگر سوختگی مربوط به ترکیبات سوز آور یا بازها باشد، محل سوختگی را در زیر شیر آب با جریان قوی قرار دهید. سپس با محلول 1% جوهر سرکه (اسید استیک) یا محلول اسید بوریک ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) بشویید. در خاتمه با داروهای ضد سوختگی بپوشانید.

د- اگر سوختگی در اثر برم باشد، محل آسیب دیده را با الکل یا گلیسرین زیاد شستشو دهید و پنبه آغشته به الکل یا گلیسرین را بر روی زخم قرار دهید.

ه- اگر سوختگی در اثر تماس با فنل باشد، محل سوختگی را با الکل بشوید، سپس پماد سوختگی بمالید.

و- اگر سوختگی در اثر تماس دست با جسم داغ باشد، نخست چند دقیقه آن را در محلول بی کربنات سدیم اشباع بگذارید و سپس با اکسید روی و یا پماد سوختگی چرب کنید.

ز- اگر سوختگی در اثر مایعات جوش باشد و منجر به تاول زدن شود نخست آن را با اسید پیکریک

$[C_6H_2(NO_2)_3OH]$  بشوید و سپس پماد سوختگی بمالید.

ح- اگر سوختگی در اثر فسفر باشد فوراً آن را با مقدار زیادی آب سرد بشوید و بعد آن را در محلول نیترات نقره بگذارید و سپس پماد سوختگی بمالید.

5- مسمومیت در اثر تنفس:

الف- کلروبرم: به مقدار فراوان الکل استنشاق کنید. (پنبه آغشته به الکل را جلو دماغ خود بگیرید) و بلافاصله از هوای آزاد استفاده کنید. در صورت لزوم از روش معالجه با اکسیژن و تقویت کننده های قلبی استفاده کنید. بهتر است در این مورد به پزشک مراجعه شود.

ب- بنزن: استنشاق هوا، تقویت قلب، ویتامین C

ج- آنیلین: استنشاق هوا، تزریق متیلن بلو، گرم کردن بدن

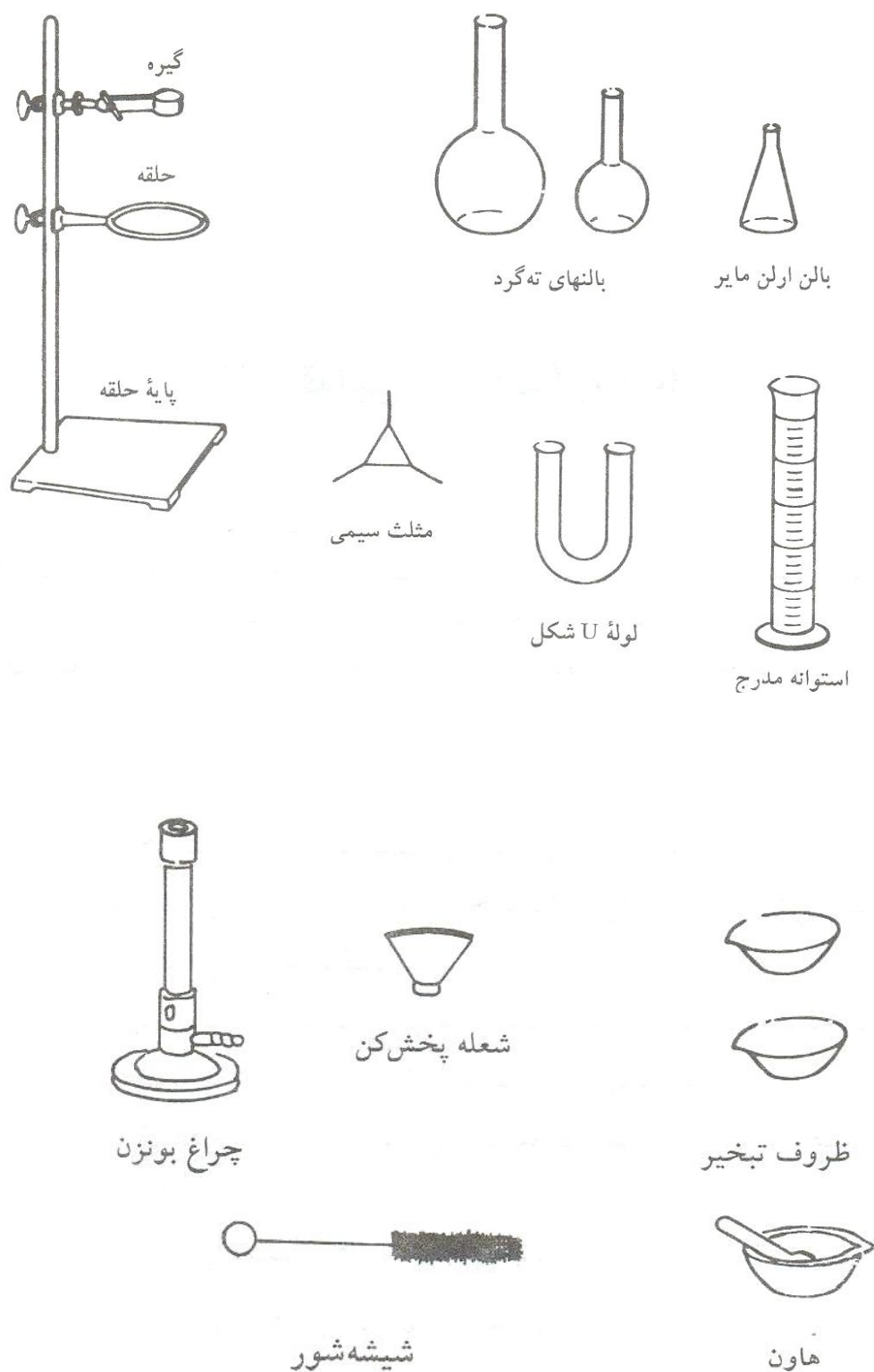
د- اکسید کربن: تنفس مصنوعی، استنشاق اکسیژن، تزریق داخل وریدی تیو سولفات سدیم، تزریق متیلن بلو.

ه- کلروفرم: تنفس مصنوعی، تحریکات جلدی، تزریق اتر، کافئین.

و- اسید سیانیدریک: قرار دادن کیسه آب یخ روی سر بیمار، تنفس مصنوعی با اکسیژن، تقویتی های قلبی،

شستشوی معده با پرمنگنات یک در هزار، خوراندن محلول یک در پانصد آب اکسیژنه، اتر، کافئین

وسایل موجود در آزمایشگاه شیمی



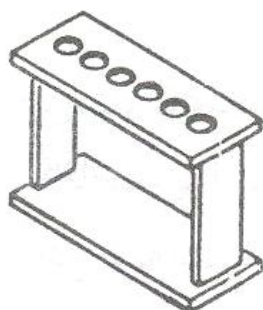
شکل 4- وسایل آزمایشگاه شیمی



حباب ترازکننده



انبر و بوته چینی



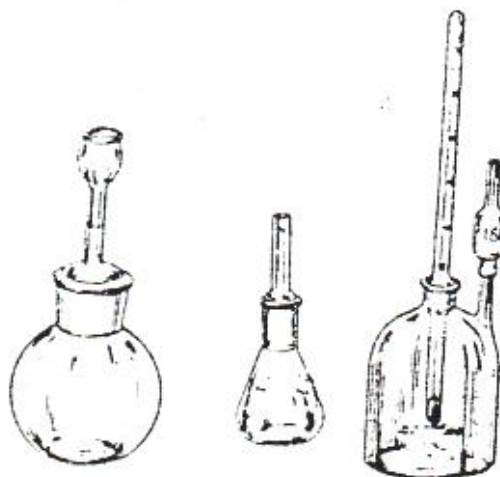
جالوله‌ای



شعله پخش‌کن

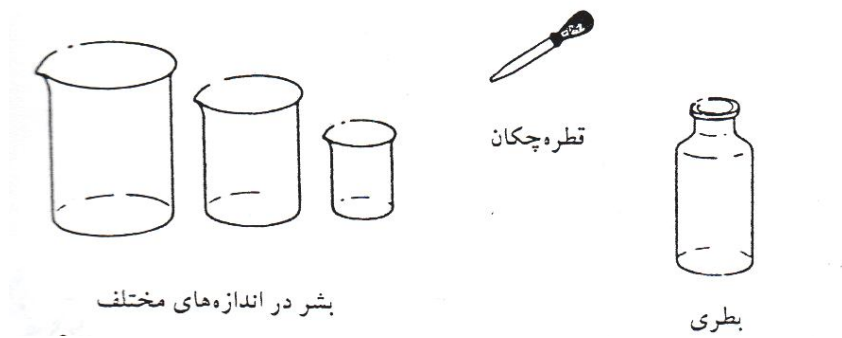


لوله آزمایش

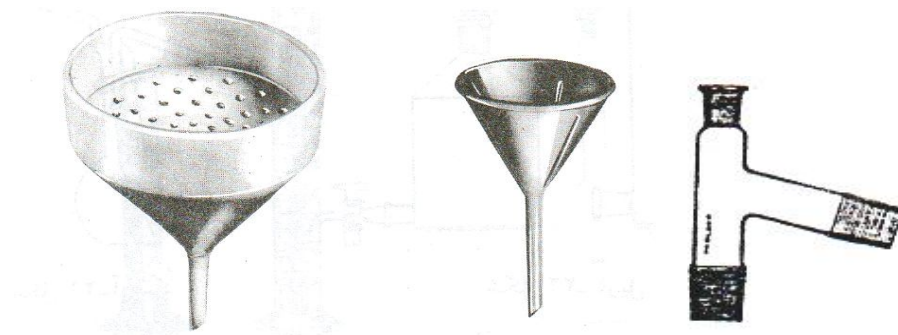


چند نوع پیکنومتر

شکل 4- وسایل آزمایشگاه شیمی (ادامه)



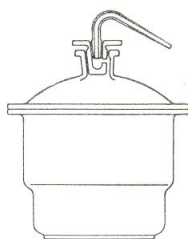
قاشقک



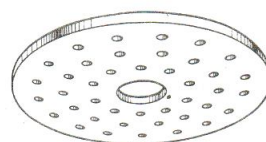
قیف بوخزر یا خلا

قیف ساده

یک نوع رابط



دسیکاتور



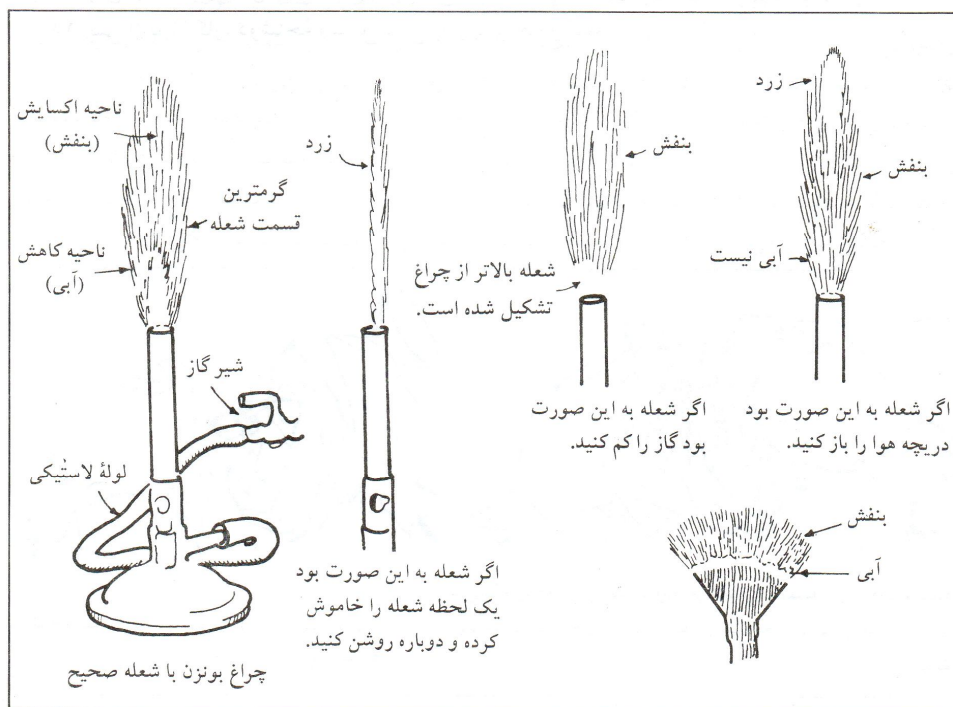
صفحه تحتانی دسیکاتور

شکل 4- وسایل آزمایشگاه شیمی (ادامه)

## عملیات آزمایشگاهی

### 1- گرم کردن ظروف آزمایشگاهی

چراغ بونزن که شعله آن مخروطی شکل می باشد متداولترین چراغ آزمایشگاه است.



شکل 5- چراغ بونزن

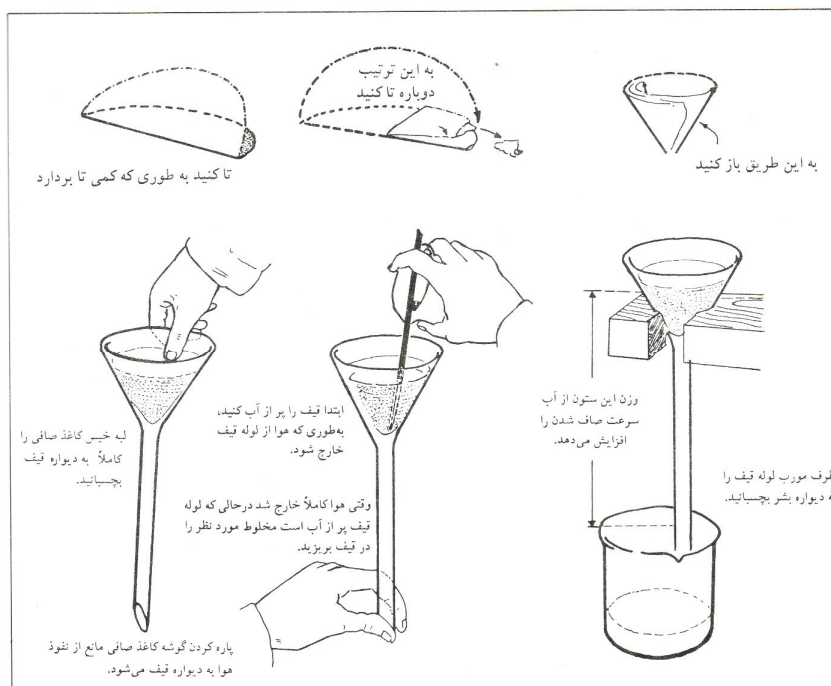
شعله این چراغ از دو قسمت تشکیل شده است: قسمت مخروطی شکل داخلی که رنگ آبی دارد، ناحیه کاهش و قسمت مخروطی شکل خارجی که بنفش است، ناحیه اکسایش شعله نام دارد. برای گرم کردن ظروف از قسمتی که بین این دو مخروط قرار دارد، استفاده می شود.

### 2- جدا کردن رسوب

رسوب را از محلول به سه طریق می توان جدا نمود.

الف- صاف کردن: ساده ترین نوع استفاده از قیف و کاغذ صافی می باشد. در صورتیکه دانه های رسوب خیلی ریز باشد بطوریکه 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 دانه های رسوب می گردد برای شستشوی رسوب بهتر است آن را چندین بار با مقادیر کم آب بشویید. در شکل زیر نحوه صاف کردن محلول ها نشان داده شده است.



شکل 6- طرز صاف کردن محلولها

ب- دکانته کردن (سرریز کردن): اگر رسوب در محلول به صورت معلق باشد، ابتدا آن را مدتی به حال خود بگذارید تا ته نشین شود، پس محلول زلال روی رسوب را با دقت سر ریز کنید، آنگاه به رسوب آب اضافه کنید و پس از مدتی دوباره محلول روی رسوب را سر ریز کنید. این عمل باید چندین بار تکرار شود.

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

استفاده از ترازو

هنگام استفاده از ترازو به نکات زیر توجه کنید:

- 1- برای آزاد کردن ترازو از دکمه مربوط استفاده کنید ولی به آن ضربه نزنید.
- 2- هنگام گذاشتن و برداشتن وزنه یا ظرف بر کفه های ترازو، کفه ها نباید آزاد باشند.

3- هیچ گاه مواد را مستقیماً به داخل کفه های ترازو نگذارید. برای این منظور از کاغذ یا بشریا بوته های چینی استفاده کنید.

4- هیچ گاه ظروف را در حالت داغ و حتی گرم وزن نکنید، چون جریان هوای ایجاد شده باعث نوسان کفه های ترازو می شود.

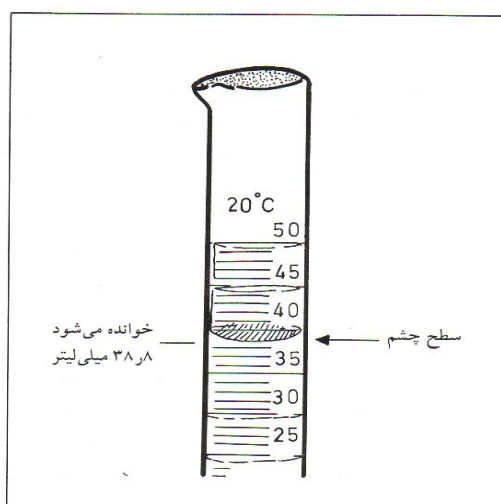
5- برای توزین دقیق، همیشه پس از پایان هر توزین در ترازو را ببندید.

6- برای هر تغییر در میزان کردن ترازو از مسئول آزمایشگاه کمک بگیرید.

#### اندازه گیری حجمی

اندازه های استوانه مدرج خیلی دقیق نیست بنابراین برای آزمایشهای خیلی دقیق از اینگونه ظروف استفاده نمی شود. برای آزمایش های شیمیایی نباید استوانه مدرج را گرما داد زیرا به آسانی می شکند.

برای خواندن مایع اغلب باید سطح پایین مایع را خواند (شکل 7). چشم باید هم سطح مایع باشد. گذاشتن یک کاغذ در پشت ظرف به خواندن صحیح کمک می کند.



شکل 7- طرز خواندن سطح مایعات

شکل دادن میله و لوله های شیشه ای

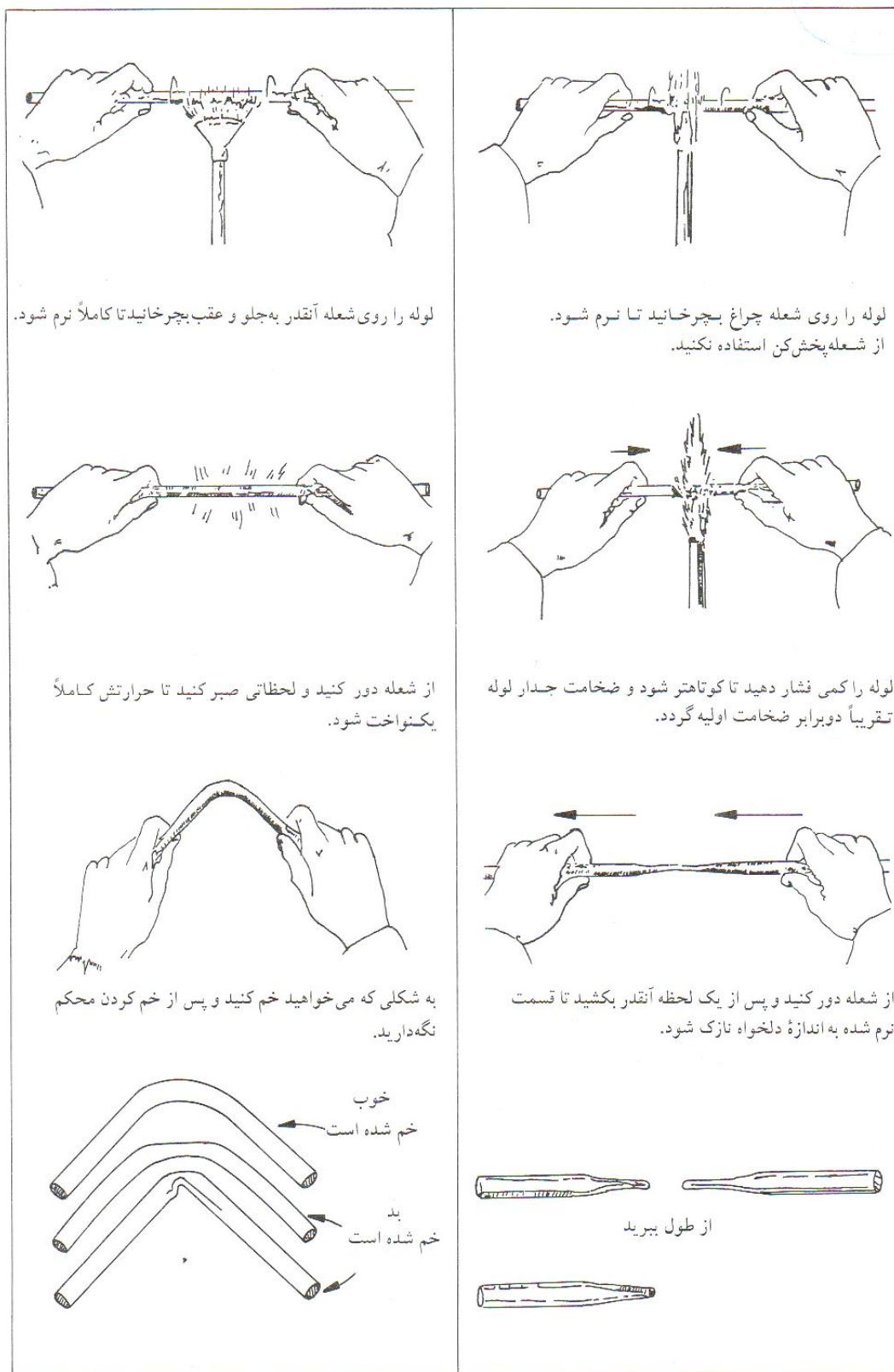
هنگام کار با شیشه باید احتیاطهای لازم بشود. در شکل های (8، 9 و 10) امور ساده شیشه گری نشان داده شده است.





شکل 8- ترمیم محل شکستگی ظروف شیشه‌ای

شکل 9- مراحل شکستن ظروف شیشه‌ای



شکل 10- مراحل مختلف تهیه لوله موئین و خم کردن لوله

نشانه های استاندارد برای مواد شیمیایی خطرناک

### مواد سمی



نشانه استاندارد مواد سمی

سمی بودن این مواد به حدی است که وارد شدن مقدار ناچیزی از آنها می تواند مرگ آور باشد، یا دست کم سبب ایجاد یک بیماری خطرناک و جدی شود. خطرهای مذکور از موارد زیر ناشی می شود:

1- بلعیدن

2- تنفس بخار، دود و یا گردوغبار مواد شیمیایی

3- تماس مستقیم پوست با مواد شیمیایی

### مواد خورنده پوست



نشانه استاندارد مواد خورنده پوست

این گونه مواد می توانند سبب تحریک بافت پوششی پوست شوند بنابراین حفاظت پوست و چشمها از اینگونه مواد ضروری است. اغلب مواد خورنده می توانند در همان لحظات اول سبب ضایعاتی شوند لذا در صورت تماس باید فوراً محل آسیب دیده را شست و در صورت بلعیدن به سرعت آب نوشید.

### مواد اشتعال پذیر



نشانه استاندارد مواد اشتعال پذیر

این نشانه برای موارد زیر به کار می رود:

1- موادی که خود به خود مشتعل می شوند. این گونه مواد باید از سایر مواد اشتعال

پذیر دور نگه داشته شوند.

2- فلزاتی که شدیداً اشتعال پذیرند.

3- موادی که با آب یا هوای محیط واکنش می دهند و مقادیر زیادی گازهای خطرناک و اشتعال پذیر تولید

می کنند.

**مواد انفجار پذیر**

نشانه استاندارد مواد انفجار پذیر

این مواد در مجاورت حرارت، شعله یا هر عامل دیگری نظیر ضربه یا اصطکاک منفجر می شوند. دی نیترو بنزن از جمله این مواد است و به همین دلیل معمولاً آن را به صورت مرطوب تهیه می کنند و چنانچه خشک شود، خطرناک است.

**مواد مسموم کننده**

نشانه استاندارد مواد مسموم کننده

این گونه مواد سبب بروز بیماریهای جزئی می شوند که ناشی از فرو بردن یا بلعیدن، تنفس بخارها یا تماس این مواد با پوست است.

**مواد محرک**

این مواد به صورت جامد، مایع، بخار یا گرد (به صورت گردو غبار) می توانند سبب التهاب پوست، بافت مخاطی و یا تحریک سیستم تنفسی شوند.

**مواد اکسنده**

نشانه استاندارد مواد اکسنده

این مواد بیشتر در تماس با مواد دیگر گرمای زیادی تولید می کنند. اینگونه مواد باید از مواد آلی و همچنین از مواد کاهنده دور بمانند.

**مواد پرتوزا**

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

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



نشانه استاندارد مواد پرتوزا

3- برای مدت طولانی نباید در برابر تابش مواد پرتوزا قرار گرفت.

## چگونگی تنظیم گزارش کار

1- صفحه اول گزارش کار را به صورت زیر تنظیم کنید.

## گزارش کار آزمایشگاه شیمی عمومی 1

عنوان آزمایش:

استاد راهنما:

تهیه کنندگان:

تاریخ انجام آزمایش:

تاریخ تحویل گزارش کار:

شماره مجهول:

2- مطالب گزارش کار را به صورت زیر تنظیم کنید:

الف- مقدمه

۱- هدف آزمایش

۲- اصول تئوری و زمینه علمی آزمایش

۳- خلاصه ای از شرح آزمایش

ب- بحث و نتیجه گیری

۱- محاسبات و پاسخ نهایی آزمایش

۲- عوامل خطای اختصاصی هر آزمایش (حداقل 3 مورد) و در صورت لزوم محاسبه درصد خطا

۳- نتیجه گیری کلی

۴- پاسخ به سوالات

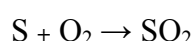
## آزمایش 1- قانون بقاء جرم

هدف آزمایش: آشنایی با قانون بقاء جرم و درک مفهوم آن

تئوری:

قانون بقاء جرم در قرن هجدهم توسط میخائیل واسیلیویچ لومونوسوف دانشمند روس و آنتوان لاوازیه شیمیدان فرانسوی مستقل از یکدیگر ارائه شد. این دو دانشمند ثابت کردند که در یک واکنش شیمیایی (صرفنظر از اینکه واکنش گرمازا و یا گرماگیر باشد) جرم ثابت می ماند یعنی جرم محصولات همیشه معادل جرم مواد اولیه می باشد. علت اینکه در یک واکنش شیمیایی جرم مواد ثابت می ماند اینست که اتم ها نه به وجود می آیند و نه از بین می روند، بلکه آرایش اتم ها در مولکول ها تغییر می کند و مولکول های جدیدی به وجود می آیند.

به عنوان مثال از سوختن گوگرد در هوا دی اکسید گوگرد حاصل می شود:



بر طبق قانون بقاء جرم، مجموع جرم گوگرد و اکسیژن با جرم  $SO_2$  حاصل برابر است.

یک مولکول دی اکسید گوگرد  $\rightarrow$  یک مولکول اکسیژن + یک مولکول گوگرد

$$32 \text{ g} + 32 \text{ g} = 32 + (2 \times 16)$$

طرف چپ معادله

طرف راست معادله

$$\Rightarrow 64 \text{ g} = 64 \text{ g}$$

مواد لازم: پودر مس، نیتریک اسید 6 نرمال، کلریدریک اسید 0.5 نرمال، سدیم هیدروکسید 6 نرمال، پودر روی،

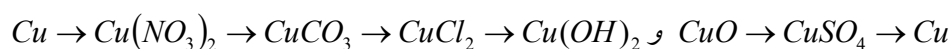
آب مقطر، سولفوریک اسید 6 نرمال، مس نترات.

وسایل لازم: ارلن 250 میلی لیتری، قیف شیشه ای، هم زن شیشه ای، کاغذ صافی، چراغ گاز بونزن، ترازوی دقیق،

دسیکاتور، شیشه ساعت

روش کار آزمایشگاهی:

خلاصه ای از مراحل مختلف واکنش های انجام شده در این روش به صورت زیر است:



مرحله اول: تهیه مس نیترات از مس

پودر مسی که مسئول آزمایشگاه در اختیار شما گذاشته است، را در داخل ارلن بریزید و سپس به آن حدود 10 میلی لیتر نیتریک اسید 6 نرمال اضافه کنید. و به وسیله یک شیشه ساعت دهانه ارلن را بپوشانید. ارلن را به آرامی روی شعله کم چراغ گاز حرارت دهید.

(احتیاط: از تنفس گازهای متصاعد شده خودداری کنید.) حرارت را ادامه دهید تا تمام فلز حل شود. این عمل را حتماً در زیر هود انجام دهید.

به منظور اطمینان از تشکیل مس نیترات می توانید چند قطعه از بلور مس نیترات را در کمی آب مقطر حل کنید و رنگ آن را با رنگ حاصل از ترکیب مس با نیتریک اسید مقایسه کنید. رنگ محلول را یادداشت کنید.

مرحله دوم: تبدیل مس نیترات به مس کربنات

محلول مس نیترات تهیه شده در مرحله اول حاوی مقداری نیتریک اسید اضافی است. چون مس کربنات به وسیله اسید تجزیه می شود لذا لازم است که این مقدار نیتریک اسید اضافی را قبل از اضافه نمودن سدیم کربنات خنثی کرد. لذا به محلول سرد شده مس نیترات (مرحله اول) قطره قطره محلول رقیق سدیم هیدروکساید اضافه کنید مشاهده می کنید که در لحظات اول افزایش سود، رسوب آبی فیروزه ای تشکیل می شود ولی با تکان دادن حل می شود. چرا؟

اضافه نمودن سدیم هیدروکسید را آنقدر ادامه دهید تا رسوب بسیار کمی تشکیل شده و ثابت بماند. سپس قطره قطره نیتریک اسید رقیق اضافه کنید تا این رسوب دوباره حل شود. توجه کنید که اسید زیادی نریزید.

حال قطره قطره محلول اشباع سدیم کربنات را با هم زدن مداوم به محلول فوق اضافه کنید (مواظب باشید محلولتان سر نرود.) اضافه نمودن سدیم کربنات را ادامه دهید تا رسوب تشکیل شده دیگر حل نشود. این عمل باید

با دقت هر چه تمام تر باشد چون در غیر اینصورت اضافی کربنات، مس را به صورت کمپلکس محلول

در می آورد که دیگر به هیچ وجه به صورت کربنات رسوب نخواهد کرد. حال به این محلول 10 میلی لیتر دیگر سدیم کربنات اضافه کرده و آنقدر روی آن آب مقطر بریزید تا ارلن نیمه پر شود. محلول را هم بزنید. سپس بگذارید رسوب ته نشین گردد. آنگاه بدون هم زدن یک قطره سدیم کربنات اضافه کنید. اگر در پای قطره رسوبی ظاهر نشد و یا محلول بالای رسوب کدر نگرددید واکنش کامل است چنانچه محلول بالای رسوب کدر شد 2 میلی لیتر دیگر سدیم کربنات به آن اضافه کنید. هم بزنید صبر کنید تا رسوب ته نشین شود سپس دوباره آزمایش قبل را تکرار کنید تا از کامل شدن واکنش مطمئن شوید سپس محتویات ارلن را هم بزنید و محلول را با کاغذ صافی صاف کنید و رسوب روی کاغذ صافی را یکی دو بار با مقدار کافی آب مقطر بشوید تا مطمئن شوید که رسوب کاملاً عاری از مواد دیگر می باشد و نسبتاً خالص است.

احتیاط: هیچ وقت کاغذ صافی را پر نکنید وگرنه مقداری از رسوب هدر می رود. رنگ رسوب حاصل را یادداشت کنید. رسوب را برای آزمایش بعدی نگه دارید و محلول زیر صافی را می توانید دور بریزید.

مرحله سوم: تبدیل مس کربنات به مس کلرید

چنانچه قبلاً نیز اشاره گردید کربنات ها با اسیدها تجزیه می شوند بنابراین می توانید با افزودن کلریدریک اسید به مس کربنات، آن را تبدیل به مس کلرید کنید و چون در حین اضافه نمودن اسید، کف زیادی تشکیل می شود، لذا لازم است که مواظب باشید تا محلول سر نرود. رسوب مس کربنات را به وسیله اسپاتول از روی کاغذ صافی خارج نموده و با احتیاط به داخل یک ارلن منتقل کنید. حال کاغذ صافی محتوی رسوب مس کربنات را درون یک قیف شیشه ای قرار داده و قیف را روی ارلن حاوی رسوب قرار دهید سپس کاغذ صافی را به وسیله هم زدن شیشه ای سوراخ کنید بطوریکه با کمی آب مقطر رسوب شسته شده و به داخل ارلن منتقل گردد. سپس قطره قطره کلریدریک اسید 0.5 نرمال به ارلن اضافه کنید تا تمام رسوب حل شود. ارلن را به ملایمت تکان دهید و کمی نیز آن را حرارت دهید. رنگ محلول را در اینحالت یادداشت کنید. این محلول را برای آزمایش بعدی نگه دارید.

انتهای میله هم زدن را وارد محلول کرده و یک قطره از محلول را روی شیشه ساعتی قرار دهید و به ملایمت حرارت دهید تا خشک شود. پس از تبخیر حلال رنگ جامد باقی مانده را که مس کلرید است یادداشت کنید.



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

به محلول مس کلرید حاصل از مرحله سوم قطره قطره سدیم هیدروکسید 6 نرمال اضافه کنید تا حجم سود به 6 میلی لیتر برسد. به ارلن آنقدر آب مقطر اضافه کنید تا ارلن نیمه پر شود. محتویات ارلن را هم بزنید و صبر کنید تا رسوب ته نشین شود. کامل شدن رسوب را به روشی که در مرحله سوم بیان شد، آزمایش کنید. پس از کامل شدن رسوب، 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 کاملاً بی رنگ باشد و چنانچه بی رنگ نباشد کمی آب مقطر به آن افزوده و هم بزنید. پس از ته نشین شدن رسوب، محلول روی رسوب را خالی کنید و این عمل را چند بار تکرار کنید تا محلول روی رسوب کاملاً بی رنگ باشد.

مرحله پنجم: تبدیل مس هیدروکسید و مس اکسید به مس سولفات و مس اولیه

ارلن محتوی رسوب حاصل از مرحله چهارم را به آرامی حرارت داده و به آن حدود 8 میلی لیتر محلول 6 نرمال اسید سولفوریک و 10 میلی لیتر آب مقطر افزوده و آنقدر حرارت دهید تا تمام رسوب حل شود. به رنگ محلول توجه کنید و مشاهدات خود را یادداشت کنید. محلول حاصل سولفات مس است. به این محلول حدود 1 گرم پودر روی (یا آلومینیم) اضافه کنید. ارلن را به آهستگی تکان دهید تا رنگ آبی محلول از بین برود. هرگاه رنگ آبی باقی ماند، کمی دیگر پودر روی به آن بیفزایید. محلول حاصل را با اسید سولفوریک رقیق ( $\frac{1}{3}$  حجم محلول اسید اضافه کنید). مخلوط کرده و به ملایمت حرارت دهید تا بجوشد و تمام گازهای آن خارج شود سپس بدون اینکه مس فلزی هدر برود، محلول روی رسوب را دور بریزید سه چهار بار آن را با آب مقطر بشویید. وقتی محلول کاملاً بی رنگ شد، چند قطره از آن را در یک لوله آزمایش ریخته و به آن آمونیاک اضافه کنید. اگر رنگ آبی تولید نشد معلوم می شود که تمام یون مس به فلز مس تبدیل شده است سپس یک کاغذ صافی را دقیقاً توزین نموده و رسوب مس فلزی را روی آن صاف کنید و پس از شستشو با آب مقطر در آون  $60^{\circ}\text{C}$  حرارت دهید تا خشک شود. پس از قرار دادن در دسیکاتور و سرد شدن به دقت توزین کرده و با احتساب وزن کاغذ صافی، وزن مس بدست آمده را به مسئول آزمایشگاه گزارش دهید. در این مجموعه آزمایش ها اگر به دقت عمل کرده باشید وزن مسی که به دست آورده اید باید با وزن مس اولیه که در اختیار شما گذاشته شده یکی باشد.

پرسش ها:

- 1- معادلات شیمیایی واکنش هایی که در هر مرحله روی می دهد، بنویسید و موازنه کنید.
- 2- در واکنش تبدیل مس به مس نیترات ، نیتریک اسید نقش اکسندگی دارد یا اسیدی. چرا؟
- 3- آیا به جای پودر روی در مرحله آخر می توان پودر نقره یا پودر منیزیم به کار برد. چرا؟

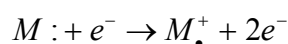
## آزمایش 2- تعیین وزن اتمی منیزیم

هدف آزمایش: آشنایی با وزن اتمی عناصر و چگونگی تعیین آنها و اندازه گیری وزن اتمی منیزیم  
تئوری:

از خواص مهم یک اتم جرم آن است. چون اتم ها فوق العاده کوچک هستند در آزمایشگاه های معمولی جرم هر یک از آنها را نمی توان به سادگی تعیین کرد. مثلاً جرم یک اتم اکسیژن  $2.7 \times 10^{-23}$  گرم می باشد بنابراین فقط نسبت وزن های آنها به یکدیگر سنجیده می شود. مثلاً در مولکول آب، نسبت وزن اکسیژن به وزن هیدروژن مثل 7.937 به 1.0 است. اگر مولکول آب مرکب از یک اتم اکسیژن و یک اتم هیدروژن می بود، وزن اتم اکسیژن 7.937 برابر وزن اتم هیدروژن می شد. ولی چون مولکول آب شامل دو اتم هیدروژن و یک اتم اکسیژن است، بنابراین وزن اتم اکسیژن 15.87 برابر وزن اتم هیدروژن خواهد بود. برای اینکه یک واحد ثابتی برای اندازه گیری وزن اتمی بوجود آید، لازم است که یک عنصر را به عنوان مبنا انتخاب نمود و وزن سایر اتم ها را نسبت به آن سنجید. انتخاب این عنصر اختیاری است. طی سال های متمادی اکسیژن برای این منظور انتخاب شده بود و وزنی برابر با 100 واحد جرم اتمی به آن نسبت داده بودند. بعدها این وزن به 16 کاهش یافت. در سال های اخیر متداولترین ایزوتوپ طبیعی کربن  $^{12}_6\text{C}$  به عنوان مبدأ انتخاب گردیده است. که وزنی معادل 12.0000 واحد جرم اتمی به آن داده شده است. در حقیقت واحد جرم اتمی (وزن اتمی) عبارت است از  $\frac{1}{12}$  جرم اتم کربن  $^{12}_6\text{C}$  که آن را با amu یا u نشان می دهند. بر مبنای این واحد، جرم یک اتم هیدروژن یعنی سبکترین اتم ها 1.0 amu و جرم یک اتم اکسیژن 16.0 amu می باشد. وقتی که جرم اتم ها را بر مبنای واحد جرم اتمی ارائه دهیم، آن را جرم اتمی می نامند.

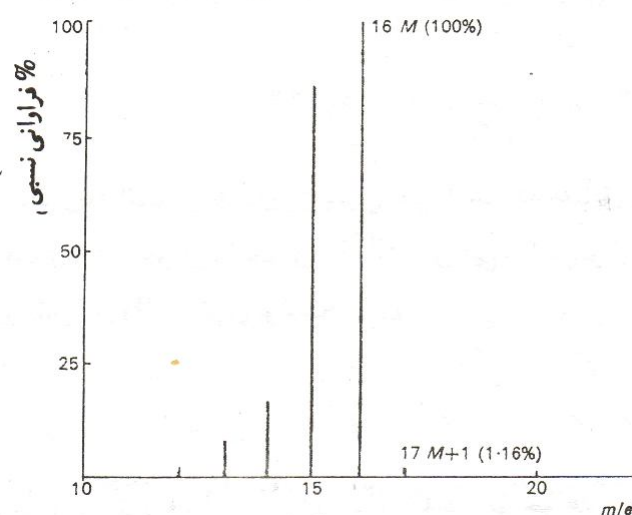
یکی از دقیقترین روش های تعیین جرم اتمی و مولکولی استفاده از اسپکترومتری جرم یا طیف سنجی جرمی است. در چنین سنجشی مقدار نمونه مورد نیاز کمتر از یک میلی گرم می باشد. در این روش ترکیب مورد نظر را به یون مولکول تبدیل می کنند. معمولترین روش برای تولید یون، بمباران الکترونی بخارات نمونه است. به این ترتیب که

بخار نمونه تحت فشار بین  $10^{-5}$  و  $10^{-7}$  میلی متر جیوه به داخل منبع یونی وارد می شود و در آنجا توسط شعاع الکترونی بمباران می شود. یون مولکول  $M^+$  در اثر حذف یک الکترون از مولکول تشکیل می شود.



به محض اینکه محل پیک مربوط به یون مولکولی در طیف شناسایی شود، در این صورت نسبت  $\frac{m}{e}$  آن وزن مولکولی ترکیب را به دست می دهد.

طیف جرمی به صورت یک نگار میله ای نمایش داده می شود که در آن فراوانی نسبی پیکها نسبت به تغییرات  $\frac{m}{e}$  آنها رسم می شود. فراوانی نسبی 100 به پیک پایه (فراوان ترین یون) نسبت داده می شود. به عنوان مثال در (شکل 11) طیف جرمی متان نشان داده شده است.



شکل 11- طیف جرمی متان

با افزایش انرژی الکترونی بمباران کننده یونهای مولکولی اولیه حاصل، وارد فرایند تجزیه ای شده و منجر به تشکیل یونهای قطعه ای می شوند که این یونها مشخص کننده ساختمان مولکولی است. مثلا ترکیبی که یقینا یک الکل باشد موجب تشکیل یک پیک یون قطعه ای در  $\frac{m}{e}$  برابر با M-18 می شود چون معلوم شده است که الکلها در فرایند حذف آب شرکت می کنند. طیف سنج جرمی یک دستگاه حساس بوده و حضور یونهای ناشی از

مولکولهایی که شامل یک یا چند ایزوتوپ سنگین هستند را ثبت خواهد کرد. بنابر این معمولاً در طیف جرمی،

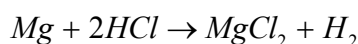
خوشه ای از پیکها (خوشه مولکولی) با نسبتهای  $\frac{m}{e}$  برابر با  $M, M+1, M+2$  و... مشاهده می شود.

روش دیگر استفاده از گرمای ویژه عنصر است. در سال 1809 دولانگ<sup>1</sup> و پتیت<sup>2</sup> گرمای ویژه بعضی از فلزات را اندازه گرفتند و متوجه شدند که مقادیر بدست آمده بر حسب نوع فلز تغییرات قابل ملاحظه ای دارد. بعد از اندازه گیری گرمای ویژه تعداد زیادی از عناصر بر روی نمونه های مشخصی از عناصر (نه تنها از نظر وزن بلکه از نظر تعداد اتم ها) آن دو اظهار داشتند که حاصلضرب جرم اتمی یک عنصر در گرمای ویژه آنها در حالت جامد، مقادیر ثابت. یعنی:

$$(g / mole) \times \text{جرم اتمی} \times (cal / ^\circ C. g) = 6.2 (cal / ^\circ C. mole)$$

با وجود اینکه این قانون ماهیت تقریبی دارد، می تواند به کمک تجزیه دقیق شیمیایی، روشی حساس جهت تعیین جرم اتمی عناصر باشد.

روش های آزمایشگاهی دیگری نیز وجود دارد. از جمله ترکیب مقدار مشخصی عنصر مثلاً Mg با کلریدریک اسید و اندازه گیری دقیق حجم هیدروژن آزاد شده (در شرایط متعارفی) طبق معادله زیر می باشد:



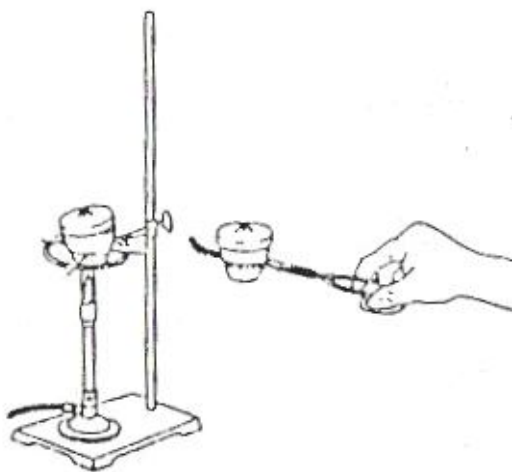
در این آزمایش از روش غیر مستقیم دیگری استفاده می شود. بدین ترتیب که برای تعیین وزن اتمی یک عنصر نامشخص، آنرا با یک عنصر دیگری که وزن اتمی آن مشخص است مثلاً اکسیژن ترکیب می کنیم. سپس با دانستن تعداد اتم های دو عنصر در ترکیب و افزایش وزن در اثر ترکیب، می توان وزن اتمی عنصر اولیه را مشخص کرد.

مواد لازم: فلز منیزیم، نیتریک اسید غلیظ

وسایل لازم: پی پت 5 میلی لیتری، بوته چینی درب دار، چراغ گاز، پایه و گیره مخصوص، ترازوی دقیق

## روش کار آزمایشگاهی:

در این آزمایش برای تعیین وزن اتمی منیزیم آن را به وسیله نیتریک اسید غلیظ اکسید می کنند و سپس با تعیین وزن اکسید حاصل، می توان وزن اتمی منیزیم را محاسبه کرد. یک بوته چینی (یا کپسول چینی) را به مدت چند دقیقه بوسیله شعله چراغ گاز به آرامی حرارت دهید ( شکل 12). سپس آن را درون دسیکاتور قرار دهید و پس از سرد شدن، دقیقاً آن را توزین کنید. آنگاه حدود 1 گرم منیزیم به بوته چینی افزوده و مجدداً دقیقاً توزین کنید. (با تقریب  $\pm 0.005$  گرم) پس از آن در زیر هود به بوته چینی محتوی فلز منیزیم، حدود 5 میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ بیفزایید و به آرامی به مدت 15 دقیقه روی شعله چراغ گاز حرارت دهید.



شکل 12- نحوه حرارت دادن بوته چینی روی چراغ بونزن

**احتیاط:** احتمال پاشیدن محلول به بیرون وجود دارد. دقت کنید که روی پوست دست و صورت شما نریزد. پس از آنکه تمام مایع داخل بوته چینی در اثر جوشیدن تبخیر گردید. با حرارت زیاد به مدت 10 دقیقه دیگر، حرارت دادن را ادامه دهید. سپس حرارت را قطع کنید و بوته را در دسیکاتور قرار دهید تا سرد شود. پس از آن بوته را دقیقاً وزن کنید. (نتایج را در جدول محاسبات یادداشت کنید). آزمایش را یکبار دیگر تکرار کنید و اعدادی را که در مرحله دوم به دست می آورید با مرحله اول مقایسه کنید.

**نکته:** این آزمایش را برای تعیین وزن اتمی اکثر فلزات می توان به کار برد.

## جدول محاسبات

اطلاعات	آزمایش شماره 1	آزمایش شماره 2
وزن بوته چینی		
وزن بوته و منیزیم		
وزن بوته و اکسید		

## نتایج

وزن اکسید		
وزن منیزیم در اکسید		
وزن اکسیژن در اکسید		
تعداد واحد جرم اتمی منیزیم مصرف شده به ازای یک اتم اکسیژن (16 واحد جرم اتمی)		
وزن اتمی منیزیم		

خطای آزمایش نسبت به وزن اتمی واقعی منیزیم (24.312)

پرسش ها:

1- فرمول تأثیر نیتریک اسید غلیظ بر منیزیم را بنویسید.

2- محاسبات مربوط به تعیین وزن اتمی منیزیم و درصد خطای آزمایش را بنویسید.

## آزمایش 3- تعیین عدد آووگادرو به روش شمارشی

هدف آزمایش: تعیین عدد آووگادرو

تئوری:

آمدنو آووگادرو<sup>1</sup> دانشمند ایتالیایی در بین سال های (1856-1776 م.) با کشف تفاوت بین اتم و مولکول یک عنصر و فرضیه خود بر این مبنا که حجم های مساوی از گازهای مختلف، در صورتیکه در شرایط یکسان  $T$  و  $p$  اندازه گیری شوند، تعداد مولکول های مساوی دارند، تئوری دالتون را با یافته های گیلوساک تطابق داد و آنها را تکامل بخشید.

فرضیه آووگادرو در سال 1811م. منتشر شد، اما از آنجا که در آن زمان یک موضوع جدید بود، هیچ توجهی به آن نشد. در حدود نیم قرن بعد در سال 1858م. یک دانشمند ایتالیایی به نام کانیزارو (1910-1826 م.) در آزمایشگاهی در ژنو، تجربی بودن فرضیه آووگادرو را به نمایش گذاشت. کانیزارو فرضیه آووگادرو را طی مقاله ای در اولین کنگره بین المللی شیمی که در سال 1860 م. در کارلسروهه<sup>2</sup> آلمان برگزار شد، اثبات کرد. در آن مقاله کانیزارو به طور کاملاً واضح درباره اتم ها، مولکول ها و اوزان اتمی و مولکولی که شیمیدان ها از قبل تصور دیگری از آنها داشتند بحث کرده بود. با انتشار مقاله کانیزارو، آووگادرو نیز در ردیف دانشمندانی مانند آمپر<sup>3</sup> و داماس<sup>4</sup> قرار گرفت و بدون شک کانیزارو بود که فرضیه آووگادرو را از فراموشی نجات داد بطوریکه امروزه تعداد اتم های موجود در یک اتم گرم، یا تعداد مولکول های موجود در یک مولکول گرم و یا تعداد الکترون های موجود در یک مول الکترون را عدد آووگادرو می نامند. این عدد یکی از ثابت های اساسی است که بسیاری از محاسبات شیمی به آن بستگی دارد. لذا آزمایش های زیادی برای تعیین این عدد انجام شده است. عدد آووگادرو به طور دقیق مقدار  $(6.02214199 \times 10^{23})$  را دارد که معمولاً با توجه به مفهوم ارقام با معنی در محاسبات، تا سه رقم با معنی  $(6.02 \times 10^{23})$  نشان داده می شود.

1-Amedeo Avogadro

2- Karlsruhe

3-Ampere

4-Dumas

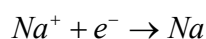


لازم به ذکر است که آووگادرو خودش مقدار عددی این عدد را نتوانست بدست آورد اما چون وی رفتار گازها را بر حسب تعداد مولکول های واکنش دهنده مورد بررسی قرار داده بود، بعدها که این عدد بدست آمد به افتخار آووگادرو که بنیان گذار این کار بود به نام وی نام گذاری نمودند. مقدار این عدد به روش های الکتروشیمیایی و بلور شناسی معین شده است.

در روش الکتروشیمیایی با استفاده از قانون فاراده<sup>1</sup> که مقدار الکتریسیته لازم برای آزاد کردن یک گرم یون  $H^+$  را 96487 کولن به دست آورده بود و با استفاده از بار الکترون، این عدد بدست می آید زیرا 96487 کولن الکتریسیته برای آزاد کردن یک مول الکترون مصرف می شود پس:

$$N = \frac{96487}{(1.6021 \times 10^{-19})} = 6.0225 \times 10^{23}$$

در اینجا لازم به توضیح است که روابط کمی میان الکتریسیته و تغییر شیمیایی را برای اولین بار مایکل فاراده بیان نمود. فاراده اظهار داشت وزن یک ماده شیمیایی که در یک الکتروود آزاد می شود با مقدار جریانی که از سلول می گذرد، نسبت مستقیم دارد و وزن مواد مختلفی که به وسیله مقدار معینی از جریان تولید می شوند، با وزن اکی والان آن مواد، متناسب است. در الکتروولیز NaCl مذاب، تغییری که در کاتد روی می دهد به صورت زیر است:



یعنی به ازای احیای هر یون سدیم، یک الکترون لازم است. اگر به تعداد عدد آووگادرو الکترون (1 مول الکترون) در این الکتروود به مصرف برسد، 23 گرم فلز سدیم (1مول) تولید می شود. مقدار الکتریسیته مربوطه را فاراده (F) گویند که برابر با 96487 کولن می باشد. مقدار کولن الکتریسیته ای که از سلول می گذرد برابر با حاصلضرب شدت جریان (بر حسب آمپر) در مدت زمان (بر حسب ثانیه) الکتروولیز، می باشد بنابراین می توان مقدار کولن الکتریسیته ای که به ازای یک مول کاهش وزن آند لازم است، محاسبه و به بار یک الکترون ( $1.6 \times 10^{-19}$ ) تقسیم نمود تا عدد آووگادرو به دست آید.

در روش بلور شناسی مثلاً یک عنصر را در نظر می گیرند و سپس با دستگاه های دقیق ساختار عنصر و طول

---

## 5- Michael Faraday

هر یک از اضلاع سلول واحد بلور و وزن اتمی عنصر و وزن حجمی آن را مشخص می کنند و سپس به کمک یک عملیات ریاضی می توان به عدد آووگادرو دست یافت. مثلاً از داده های حاصل از اشعه X فرد می تواند معین کند که تیتانیم (Ti) دارای ساختمانی با هسته مرکزی مکعب شکل (یعنی دو اتم تیتانیم برای هر سلول واحد) بوده و طول هر ضلع آن 330.6 پیکومتر است. همچنین می توان دریافت که چگالی فلز تیتانیم 4.401 گرم بر سانتی متر مکعب است. تعداد مولکول های تیتانیم در یک مول از آن (47.88 گرم) یعنی عدد آووگادرو را می توان به صورت زیر محاسبه کرد:

$$\frac{2 \text{ Ti atoms}}{1 \text{ unit cell}} \times \frac{1 \text{ unit cell}}{(3.306 \times 10^{-8})^3 \text{ cm}^3} \times \frac{47.88 \text{ g Ti}}{1 \text{ mole Ti}} \times \frac{1 \text{ cm}^3}{4.401 \text{ g Ti}} = 6.02 \times 10^{23} \frac{\text{atoms Ti}}{\text{mole Ti}}$$

بیش از 20 نوع آزمایش برای تعیین عدد آووگادرو موجود است که یکی از ساده ترین آنها شمارش تعداد مولکول ها در یک مول از جسم می باشد. برای این شمارش اجازه می دهند که جسم روی سطح پخش گردد تا ضخامت جسم به یک لایه مولکولی برسد. پخش شدن مقدار کمی اسید چرب روی سطح وسیع آب، مثال خوبی برای این روش است. چون سرقطبی اسید در آب حل می شود و سر غیر قطبی آن از آب خارج می ماند، لایه به وجود آمده حداقل به ضخامت یک مولکول است. با استفاده از ضخامت لایه، وزن مولکولی و وزن حجمی، اندازه اسید اولئیک را می توانیم محاسبه نماییم به شرط اینکه شکل هندسی قابل قبولی برای مولکول اسید اولئیک در نظر بگیریم. در این آزمایش فرض می شود که مولکول اسید اولئیک استوانه ای است و ارتفاع آن چهار برابر شعاع قاعده می باشد و قاعده اش روی سطح آب قرار دارد.

وزن مولکولی اسید اولئیک  $282 \text{ g.mole}^{-1}$  و دانسیته آن  $0.89 \text{ g.cm}^{-3}$  است.

مواد لازم: اسید اولئیک، پودر تالک، آب مقطر

وسایل لازم: بشر، یک قطعه شیشه، قطره چکان، پیپت

روش کار آزمایشگاهی:

ابتدا یک بشر را در محل مسطحی قرار دهید و از آب لبریز کنید. سپس کمی پودر تالک را به آرامی روی سطح آب بپاشید تا یک لایه نازک از آن روی سطح آب قرار بگیرد. سپس 2 میلی لیتر محلول اسید اولئیک در پنتان (75% اسید اولئیک و 25% پنتان) (اطلاعات راجع به این محلول روی آن قید شده است) را در یک ظرف سربسته قرار دهید. به کمک یک پیپت مدرج یا قطره چکان، یک قطره از محلول اخیر را در وسط ظرف آب پوشیده شده از پودر تالک بریزید و صبر کنید تا پنتان تبخیر شود. لایه اسید اولئیک به خوبی قابل رویت است چون پودر تالک روی سطح آب را به شکل تقریباً دایره کنار می زند. یک قطعه شیشه را روی ظرف آب طوری قرار دهید که درست روی ناحیه ای باشد که اسید اولئیک قرار گرفته است. با مداد مخصوصی سعی نمایید شکل و اندازه لایه اسید را روی این شیشه دقیقاً کپی نمایید. (مواظب باشید که ظرف تکان نخورد و چیزی با آب یا لایه بودرتماس پیدا نکند). شکلی را که روی شیشه کشیده اید روی کاغذ چهارخانه نقشه کشی منتقل نمایید و مساحت آن را دقیقاً تعیین کنید. (با شمارش مربع های کوچک روی کاغذ و ضربدر مساحت یک مربع و یا از طریق وزن کردن قسمت بریده شده و مقایسه آن با وزن مساحت معینی از کاغذ). سپس وزن یک قطره از محلول اسید اولئیک در پنتان را که قبلاً داشتید به کمک یک ترازوی دقیق اندازه گیری کنید. این توزین را چند بار انجام دهید و میانگین بگیرید و یا می توانید وزن 5 قطره را اندازه گیری کنید و تقسیم بر 5 نمایید.

محاسبات:

$$N = \frac{M}{m} \quad (1) \quad \text{(عدد آووگادرو)}$$

که  $m$  جرم یک مولکول اسید اولئیک و  $M$  جرم مولکولی اسید اولئیک می باشد.

واضح است که در رابطه فوق برای به دست آوردن عدد آووگادرو باید جرم یک مولکول اسید اولئیک،  $m$  ،

را تعیین کنیم، بدین منظور می توانیم چنین بنویسیم:

$$d = \frac{m}{v} \Rightarrow m = d \cdot v \quad (2) \quad \text{(مولکول)}$$

که  $v$  حجم یک مولکول اسید اولئیک و  $d$  دانسیته اسید اولئیک می باشد.

بنابراین برای محاسبه  $m$  لازم است ابتدا  $v$  یعنی حجم یک مولکول اسید اولئیک را بدست آوریم. بدین

منظور لازم است دو فرض زیر را در نظر بگیریم:

اولاً فرض می کنیم که مولکول اسید اولئیک استوانه ای است.

ثانیاً فرض می کنیم که ارتفاع استوانه 4 برابر شعاع قاعده آن می باشد. یعنی  $h=4r$

بنابراین خواهیم داشت:

$$v = A \cdot h \Rightarrow \quad (3)$$

$$v = \pi r^2 \cdot h \quad (4)$$

چون  $r = \frac{h}{4}$  بنابراین خواهیم داشت:

$$v = \frac{\pi h^3}{16} \quad (5)$$

برای بدست آوردن حجم یک مولکول اسید اولئیک، لازم است که  $h$  (یعنی ارتفاع استوانه ای یا ضخامت لایه

مولکولی) تعیین گردد. بدین منظور داریم:

$$v = A \cdot h \Rightarrow h = \frac{v}{A} \quad (6)$$

برای بدست آوردن  $h$ ، لازم است حجم قطره تعیین گردد. به کمک وزن یک قطره که در شروع آزمایش تعیین

کردیم و دانسیته اسید اولئیک، حجم یک قطره تعیین می شود. یعنی

$$d = \frac{m}{v} \Rightarrow v = \frac{m}{d} \quad (7)$$

حال جدول زیر را کامل کنید.

## جدول محاسبات

	چگالی یا وزن حجمی اسید اولئیک	1
	وزن اسید اولئیک در لایه (وزن یک قطره اسید اولئیک)	2
	حجم اسید اولئیک در لایه (حجم یک قطره اسید اولئیک)	3
	سطح اسید اولئیک در لایه	4
	ضخامت اسید اولئیک در لایه (ضخامت لایه مولکولی)	5
	حجم مولکول اسید اولئیک	6
	حجم مولی اسید اولئیک (حجم یک مول اسید اولئیک)	7
	عدد آووگادرو	8

پرسش ها:

- 1- در صد خطا در عدد آووگادرو به دست آمده را محاسبه کنید و منشأ خطاها در آزمایش را نام ببرید.
- 2- فرمول گسترده اسید اولئیک را رسم کنید و مشخص کنید که این اسید اشباع است یا غیر اشباع.
- 3- تعداد مولکول ها و اتم ها در 6.4 گرم  $\text{SO}_2$  و  $\text{O}_2$  را با هم مقایسه کنید.
- 4- تعداد مولکول ها و حجم های 4.4 گرم  $\text{CO}_2$ ، 2.8 گرم  $\text{CO}$  و 3.2 گرم  $\text{O}_2$  را در شرایط متعارفی با هم مقایسه کنید.

## آزمایش 4- تعیین چگالی

هدف آزمایش: اندازه گیری چگالی مایعات، جامدات و محلول ها

تئوری:

چگالی مانند نقطه ذوب، نقطه جوش و ضریب شکست یکی از خواص فیزیکی ماده است که بنا به تعریف مقدار جرم در واحد حجم است.

$$d = \frac{m}{v}$$

جرم و حجم هر دو از کمیت‌های مقداری<sup>1</sup> ماده می باشند اما چگالی یک ماده جزء خواص شدتی<sup>2</sup> می باشد که به اندازه نمونه بستگی ندارد و از خواص مشخصه هر ماده می باشد و از آن می توان برای شناسایی یک ماده استفاده کرد. چگالی یک ماده در دمای ثابت مقداری است ثابت زیرا هر چه مقدار نمونه بیشتر باشد، جرم و حجم آن نیز بیشتر می شود اما نسبت جرم به حجم یعنی چگالی ثابت می ماند.

در دستگاه بین المللی واحدها، چگالی دارای بعد کیلوگرم بر متر مکعب ( $\text{kg.m}^{-3}$ ) و در دستگاه قدیمی c.g.S دارای بعد گرم بر سانتی متر مکعب ( $\text{g.cm}^{-3}$ ) است.

مواد لازم: اتانول، سدیم کلرید، آب مقطر

وسایل لازم: بشر، بالن حجم سنجی، استوانه مدرج، یک قطعه سنگ یا فلز

الف- اندازه گیری چگالی مایعات:

ابتدا یک بشر 100 یا 150 میلی لیتری را با دقت 0.01 گرم وزن کنید و سپس به وسیله یک استوانه مدرج، 50 میلی لیتر از یک مایع آب یا اتانول (یا هر مایع دیگر) داخل بشر بریزید و دوباره با همان دقت 0.01 وزن کنید. این وزن را از وزن بشر خالی کم کنید. وزن مایع به دست می آید سپس از رابطه  $d = \frac{m}{v}$  چگالی مایع را حساب کنید.

---

1- Extensive

2- Intensive

ب- اندازه گیری چگالی جامدات:

(1) جامداتی که شکل هندسی منظمی دارند:

در این حالت جرم جسم را با ترازوی دقیق اندازه گیری می کنیم و حجم را با استفاده از فرمول مربوط به شکل هندسی آن بدست می آوریم و از تقسیم جرم بر حجم چگالی را محاسبه می کنیم.

۲- جامداتی که شکل هندسی منظمی ندارند:

در اینجا باز هم جرم جسم را با ترازوی دقیق اندازه گیری می کنیم. برای اندازه گیری حجم جسم، یک استوانه مدرج را برداشته و تا حجم معینی داخل آن آب می ریزیم و سپس جسم را به آرامی وارد استوانه مدرج می کنیم تا سطح آب درون استوانه مدرج بالا رود. اختلاف سطح مایع در استوانه برابر با همان حجم جسم است. از تقسیم جرم بر حجم چگالی را محاسبه می کنیم.

ج- اندازه گیری چگالی محلول ها:

غلظت محلول ها اغلب بر حسب ترکیب درصد وزنی محلول بیان می شود. به عنوان مثال محلول 0.05 وزنی سدیم کلراید شامل 5 گرم سدیم کلراید در 100 گرم محلول می باشد، یا به عبارت دیگر این محلول شامل 5 گرم سدیم کلراید و 95 گرم آب می باشد.

ابتدا محلولهایی از کلرید سدیم با غلظتهای 5%، 10%، 15%، 20%، 25% به حجم دلخواه حداکثر تا 100 میلی لیتر تهیه کنید. سپس 5 بشر کوچک را برای 5 محلول آماده و روی آنها اعداد 5%، 10%، و... را بنویسید. بشرها را بدقت وزن کنید و سپس داخل هر بشر با پی پت حباب دار 20 یا 25 میلی لیتر از محلول مورد نظر بریزید و دوباره وزن کنید. اختلاف وزن هر محلول را با ظرف خالی آن بدست آورید و بر حجم آن تقسیم کنید. چگالی سدیم کلرید در غلظت درصدهای داده شده بدست می آید. حتماً دمای هر محلول را نیز اندازه گیری کنید. حال نمودار دانسیته محلول ها را بر حسب غلظت در صد NaCl رسم کنید. با استفاده از این نمودار می توانید دانسیته محلول هایی با غلظت درصد مجهول NaCl را نیز بدست آورید.

## پرسش ها:

1- نمودار چگالی آب بر حسب دما را از صفر تا  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  رسم کنید و مشخص کنید آب در چه دمایی

بیشترین چگالی را دارد؟

2- اگر در یک هواسنج به جای جیوه، آب باشد، ارتفاع آب در  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  و فشار  $1\text{ atm}$  به چند mm خواهد

رسید؟ فشار بخار آب در  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  برابر  $0.00605\text{ atm}$  است. چگالی آب در  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  برابر  $1\text{ g.cm}^{-3}$  و چگالی

جیوه  $13.6\text{ g.cm}^{-3}$  است.



## آزمایش 5- غلظت محلول ها و محلول سازی

هدف آزمایش: آشنایی با مفهوم غلظتها و محلول سازی

تئوری:

در اینجا ابتدا انواع غلظتها را معرفی می کنیم:

1- غلظت معمولی (C): مقدار ماده حل شده بر حسب گرم در یک لیتر محلول را غلظت معمولی می گویند.

$$C = \frac{g \cdot 1000}{V}$$

که g گرم جسم حل شده و V حجم محلول بر حسب میلی لیتر است.

2- مولاریته ( $C_m$ ): مقدار مول های جسم حل شده در یک لیتر محلول را مولاریته گویند.

$$C_M = \frac{n \cdot 1000}{V} = \frac{g \cdot 1000}{M \cdot V}$$

که n تعداد مول ، g مقدار گرم و M جرم مولکولی جسم حل شونده و V حجم محلول بر حسب میلی لیتر است.

3- مولالیه (m): تعداد مول های جسم حل شده در هزار گرم حلال را مولالیه گویند.

$$m = \frac{n}{kg (solvent)}$$

که n تعداد مول ، g مقدار گرم و M جرم مولکولی جسم حل شده است.

4- غلظت درصد: در بعضی موارد غلظت محلول ها را به صورت درصدی بیان می کنند:

$$\text{درصد} \frac{\text{وزنی}}{\text{وزنی}} = \frac{\text{وزن جسم حل شده}}{\text{وزن محلول}} \times 100$$

$$\text{درصد} \frac{\text{حجمی}}{\text{حجمی}} = \frac{\text{حجم جسم حل شده}}{\text{حجم محلول}} \times 100$$

$$\text{درصد} \frac{\text{وزنی}}{\text{حجمی}} = \frac{\text{وزن جسم حل شده (گرم)}}{\text{حجم محلول (میلی لیتر)}} \times 100$$

تذکر: از سه رابطه فوق فقط سومی دارای بعد است ( $\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}$ ). برای بیان غلظت محلول های آبی تجاری معمولاً از درصد وزنی ( $\% \frac{W}{W}$ ) استفاده می شود.

5- نرمالیت: تعداد اکی والان های جسم حل شده در یک لیتر محلول را نرمالیت گویند.

$$n_{eq} = \frac{g}{m_{eq}} \quad \text{و} \quad N = \frac{g \cdot 1000}{m_{eq} \cdot V}$$

که  $g$  مقدارگرم،  $m_{eq}$  وزن اکی والان جسم حل شده،  $V$  حجم محلول بر حسب میلی لیتر،  $n_{eq}$  تعداد اکی والان های جسم حل شده و  $N$  نرمالیت می باشد.

تعریف اکی والان گرم: مقدارجرم اکی والان یا وزن اکی والان یک ماده بستگی به واکنشی دارد که در آن شرکت می کند. بنا بر این صحبت از نرمالیت یک محلول بدون مشخص کردن واکنشی که در آن شرکت می کند، بی مورد است. مثلاً در مورد واکنشهای اسید- باز اکی والان گرم یا وزن هم ارز، وزنی از ماده است که در واکنش با یک وزن فرمولی یون هیدروژن ترکیب می شود و یا یک فرمول گرم یون هیدروژن تولید می کند.

$$m_{eq} = \frac{M}{n}$$

در رابطه فوق  $m_{eq}$  وزن یک اکی والان گرم اسید یا باز،  $n$  ظرفیت اسید یا باز که برابر است با تعداد  $\text{H}^+$  یا تعداد  $\text{OH}^-$  که در واکنش شرکت می کند و  $M$  جرم مولکولی اسید یا باز مورد نظر می باشند.

6- کسر مولی (جزء مولی): تعداد مول های یک جسم به کل مول های مخلوط را کسر مولی آن ماده می نامند و با حرف  $x$  نشان می دهند. مثلاً برای یک مخلوط دو جزئی  $A$  و  $B$  می توان نوشت:

$$x_A = \frac{n_A}{n_A + n_B}, \quad x_B = \frac{n_B}{n_A + n_B}, \quad x_A + x_B = 1$$

روابط بین غلظتها:

1- رابط بین مولاریته و نرمالیت با غلظت:

$$C_M = \frac{C}{M}, \quad N = \frac{C}{m_{eq}}$$

2- رابطه بین مولاریته و نرمالیه:

$$N = C_M \cdot n$$

3- رابطه بین مولاریته و نرمالیه با غلظت درصد و چگالی:

$$C_M = \frac{10ad}{M} \quad , \quad N = \frac{10ad}{m_{eq}}$$

که  $a$  غلظت درصد و  $d$  چگالی می باشد.

رابطه بین غلظت ها و محلول ها

1- وقتی دو محلول یکدیگر را خنثی می کنند یا یک محلول را رقیق کنیم می توان نوشت:

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

تذکر: در صورتیکه دو محلول ظرفیتهای یکسان داشته باشند، می توان نوشت:

$$C_1V_1 = C_2V_2 \quad , \quad C_{M_1}V_1 = C_{M_2}V_2$$

2- وقتی دو محلول متضاد کاملاً یکدیگر را خنثی نکنند، نرمالیه محیط جدید از رابطه زیر بدست می آید:

$$N = \frac{N_1V_1 - N_2V_2}{V_1 + V_2}$$

3- وقتی دو یا چند محلول هم جنس با هم مخلوط شوند، نرمالیه محیط جدید از رابطه زیر بدست می آید:

$$N = \frac{N_1V_1 + N_2V_2 + \dots}{V_1 + V_2 + \dots}$$

4- وقتی به یک محلول آب مقطر اضافه کنیم و آن را رقیق کنیم، نرمالیه محیط جدید و حجم آب مقطر از رابطه

زیر بدست می آید:

$$N_1V_1 = N(V_1 + V')$$

که  $N_1$  و  $V_1$  نرمالیه و حجم محلول اولیه،  $N$  نرمالیه محیط جدید و  $V$  حجم آب مقطر است.

مواد لازم: سدیم کلرید، سولفوریک اسید غلیظ، نیتریک اسید غلیظ، استیک اسید غلیظ، هیدرو کلریدریک اسید غلیظ، آمونیاک غلیظ، آب مقطر.

وسایل لازم: بشر، استوانه مدرج، پی پت ساده و جباب دار، بالن حجم سنجی.

روش کار آزمایشگاهی:

الف- تهیه محلول 2% نمک طعام به حجم 100 میلی لیتر:

ابتدا باید مقدار گرم NaCl را محاسبه کنیم. چون دانستیه محلول 2% نمک طعام در دمای  $25^{\circ}\text{C}$  برابر با  $1.011\text{ g.ml}^{-1}$  است که تقریباً برابر با 1 می باشد. پس 100 میلی لیتر محلول همان 100 گرم محلول است.

$$\frac{\text{وزن}}{\text{وزنی درصد}} = \frac{\text{وزن جسم حل شده}}{\text{وزن محلول}} \times 100$$

$$\Rightarrow 2 = \frac{x}{100} \times 100 \Rightarrow x = 2\text{g}$$

پس برای تهیه محلول مورد نظر، 2 گرم NaCl را وزن کرده و وارد بالن ژوژه 100 میلی لیتری می کنیم و با آب مقطر به حجم 100 می رسانیم.

تذکر: اگر محلول نمک طعام غلیظ باشد، مثلاً بالاتر از 10% باید چگالی محلول را نیز در محاسبه وزن محلول دخالت دهیم.

ب- تهیه 250 میلی لیتر محلول 0.2 مولار نمک طعام:

ابتدا بایستی گرم نمک را محاسبه کنیم:

$$C_M = \frac{g \cdot 1000}{M \cdot V} \Rightarrow 0.2 = \frac{g \times 1000}{58.5 \times 250} \Rightarrow g = 2.925$$

یعنی 2.925 گرم نمک طعام را وزن می کنیم، داخل بالن ژوژه 250 میلی لیتری می ریزیم و سپس در مقدار کمی آب مقطر حل کرده و با آب مقطر به حجم می رسانیم.

ج- تهیه 100 میلی لیتر محلول 2 M سولفوریک اسید از اسید غلیظ آزمایشگاهی با مشخصات

( $a=98$  و  $d=1.84$  و  $M=98$ ) ابتدا باید غلظت محلول غلیظ را محاسبه کنیم:

$$C_M = \frac{C}{M} = \frac{10ad}{M} = \frac{10 \times 98 \times 1.84}{98} = 18.4$$

$$C_{M_1} V_1 = C_{M_2} V_2 \quad \Rightarrow \quad 100 \times 2 = x \times 18.4 \quad x = 10.87 \text{ cm}^3$$

یعنی 10.87 میلی لیتر اسید غلیظ را بر می داریم و در بالن ژوژه 100 میلی لیتری می ریزیم و با آب مقطر به حجم 100 می رسانیم.

پرسش ها:

1- محلولی دارای 0.5 مول اتانول در 1000 گرم آب است. موارد زیر را محاسبه کنید:

الف- مولالیتة محلول  $1 \text{ g.cm}^{-3}$  چگالی محلول و  $M(\text{الکل}) = 46$

ب- مولاریتة محلول

ج- کسر مولی اتانول در آب

2- 100 میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید 1.5 N را از محلول غلیظ آن ( $d=1.19$ ,  $a=37$ ) تهیه کنید.

3- به چه نسبتی آب و محلول سود 2N را مخلوط کنیم تا محلول 0.25 مولار آن بدست آید.

4- به چه نسبت وزنی هیدروکلریدریک اسید غلیظ 37% و آب را مخلوط کنیم تا محلول 3 مولال آن بدست آید.

5- رابطه ای بین مولاریتة و مولالیتة یک محلول با چگالی  $d$  و درصد وزنی  $a$  بدست آورید.

آزمایش 6 - تیتراسیون اسید- باز<sup>1</sup>

هدف آزمایش: آشنایی با تجزیه حجمی، روش های تیتراسیون اسید - باز و تعیین نرمالیه سود مجهول

تئوری:

تیتراسیون از روش های تجزیه حجمی است. در تجزیه حجمی ابتدا جسم را حل کرده و حجم معینی از محلول آن را با محلول دیگری که غلظت آن دقیقاً حساب شده است و محلول استاندارد نامیده می شود، می سنجند. افزایش محلول استاندارد با غلظت معلوم تا وقتی ادامه می یابد که مشخص شود واکنش با آنالیت یا واکنش دهنده کامل است. سپس حجم واکنشگر استاندارد اندازه گیری می شود.

در عمل تیتراسیون محلول استاندارد را از یک بورت به محلولی که باید غلظت آن اندازه گرفته شود، می افزایند و این عمل تا وقتی ادامه دارد که واکنش بین محلول استاندارد و تیتراشونده کامل شود. کامل شدن واکنش به این معنی است که مقدار محلول استاندارد از نظر اکوی والان برابر با مقدار جسم حل شده، شود. سپس با استفاده از حجم و غلظت محلول استاندارد و حجم محلول تیتراشونده، غلظت محلول را حساب می کنند.

نقطه اکوی والان نقطه ای است که در آن مقدار محلول استاندارد افزوده شده از نظر شیمیایی برابر با مقدار جسم مورد نظر در محلول مجهول است. به عنوان مثال در تیتراسیون سدیم کلرید با نقره نیترات، هنگامی به نقطه هم ارزی می رسیم که دقیقاً یک وزن فرمولی یون نقره به هر فرمول گرم یون کلرید در نمونه افزوده شود.  $(AgNO_3 + NaCl \rightarrow AgCl + NaNO_3)$  یا در تیتراسیون سولفوریک اسید با سدیم هیدروکسید هنگامی نقطه هم ارزی فرا می رسد که دو وزن فرمولی از سدیم هیدروکسید به هر فرمول گرم از اسید سولفوریک افزوده شود. این نقطه را نقطه پایان تیتراسیون از نظر تئوری نیز می گویند. در حقیقت نقطه هم ارزی یا اکوی والان در یک تیتراسیون یک مفهوم نظری است و موقعیت این نقطه را می توان با مشاهده تغییرات فیزیکی مربوط به نقطه هم ارزی حدس زد (مثلاً تغییر رنگ). این تغییرات در نقطه پایانی تیتراسیون آشکار می شوند. اختلاف حجم محلول استاندارد مربوط به نقطه پایان و نقطه اکوی والان را معمولاً بر حسب درصد حساب می کنند و آن را خطای تیتراسیون می نامند.

---

## 1- Acid- Base Titration

## انواع تیتراسیون

بر حسب واکنش هایی که بین محلول تیترا شونده و استاندارد صورت می گیرد، تجزیه های حجمی به دو دسته تقسیم می شوند:

الف- روش هایی که براساس ترکیب یون ها هستند یعنی تغییر ظرفیت در فعل و انفعالات مربوط به آن صورت نمی گیرد (واکنش های شیمیایی جانشینی). این روش ها عبارتند از:

1- واکنش های خنثی شدن یا واکنش های اسید- باز

2- واکنش های رسوبی

3- واکنش هایی که تولید ترکیبات کمپلکس می کنند.

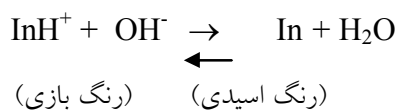
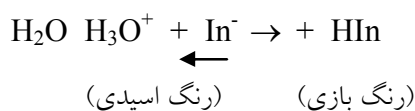
ب- روش هایی که براساس انتقال الکترون هستند مانند واکنش های اکسایش و کاهش.

## شناساگرهای شیمیایی

برای تعیین دقیق نقطه پایان در حین تیتراسیون از pH متر استفاده می شود. pH متر یک دستگاه الکتریکی است که تغییرات pH محیط را مشخص می کند و اساس آن مبتنی بر قابلیت هدایت الکتریکی محلول است ولی روش معمول برای این منظور شناساگرهای (اندیکاتور) شیمیایی هستند. این ترکیبات در نزدیکی نقطه تعادل واکنش در اثر تغییر غلظت مواد تیترا شونده تغییر رنگ می دهند. شناساگرهای اسید- باز عموماً ترکیبات آلی پیچیده ای هستند که به صورت اسید یا باز ضعیف عمل می کنند و با تغییر غلظت یون هیدروژن، تغییر رنگ می دهند.

## نظریه رفتار شناساگر

واکنش های تفکیک و تجمع شناساگرها با نوآرایی ساختمان درونی همراه است که سبب تغییر در رنگ می شود. می توانیم واکنش یک شناساگر اسید- باز را به صورت زیر نشان دهیم:



برای شناساگر نخست، **HIn** ماده تشکیل دهنده اصلی در محلول اسید قوی خواهد بود و لذا مسئول رنگ اسیدی شناساگر است. در صورتیکه **In<sup>-</sup>** رنگ بازی آن را نشان می دهد. برای شناساگر دوم، گونه **In** در محلول بازی جزء غالب خواهد بود و لذا مسئول رنگ بازی این شناساگر است، در صورتیکه **InH<sup>+</sup>**، رنگ اسیدی آن را نشان می دهد.

روابط تعادل برای این فرایندها عبارتند از:

$$K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+][\text{In}^-]}{[\text{HIn}]}$$

و

$$K_b = \frac{[\text{InH}^+][\text{OH}^-]}{[\text{In}]}$$

این روابط می توانند به صورت زیر نوآرایی شوند:

$$\frac{K_a}{[\text{H}_3\text{O}^+]} = \frac{[\text{In}^-]}{[\text{HIn}]}$$

و

$$\frac{K_b}{[\text{OH}^-]} = \frac{[\text{InH}^+]}{[\text{In}]}$$

محلولی که محتوی یک شناساگر باشد با تغییرات pH، یک تغییر پیوسته در رنگ از خود ظاهر می سازد اما چشم انسان به این تغییرات حساس نیست. نوعاً از یک گونه باید 5 تا 10 برابر به طور اضافی موجود باشد تا رنگ آن گونه به چشم بیننده یک رنگ غالب به نظر آید. افزایش بیشتر در این نسبت هیچ تاثیر قابل رویتی ندارد. با به کار



بردن HIn به عنوان یک مثال، می توان چنین استدلال کرد که شناساگر هنگامی به چشم یک ناظر متوسط رنگ خالص اسیدی از خود نشان می دهد که:

$$\frac{[In^-]}{[HIn]} \leq \frac{1}{10}$$

و رنگ بازی را هنگامی به نمایش می گذارد که:

$$\frac{[In^-]}{[HIn]} \geq \frac{10}{1}$$

به نظر می رسد رنگ در نسبتهای بین این دو مقدار است.

اگر دو نسبت فوق را در رابطه ثابت تفکیک شناساگر قرار دهیم، گستره غلظت یون هیدرونیوم مورد نیاز جهت تغییر

رنگ شناساگر را به دست خواهیم آورد. پس:

برای رنگ کامل اسیدی:

$$\frac{[H_3O^+][In^-]}{[HIn]} = \frac{[H_3O^+] \times 1}{10} = K_a \quad \Rightarrow$$

$$[H_3O^+] = 10 K_a$$

و همان طور برای رنگ کامل بازی:

$$\frac{[H_3O^+] \times 10}{1} = K_a \quad \Rightarrow$$

$$[H_3O^+] = \frac{1}{10} K_a$$

برای بدست آوردن گستره شناساگر از دو رابطه بالا لگاریتم منفی می گیریم:

$$\text{pH شناساگر} = -\log \frac{K_a}{10} \quad \text{تا} \quad -\log 10 K_a = \text{گستره}$$

$$= -1 + pK_a \quad \text{تا} \quad -(-1) + pK_a$$

$$= pK_a \pm 1$$

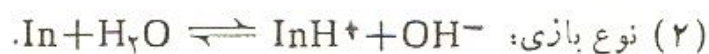
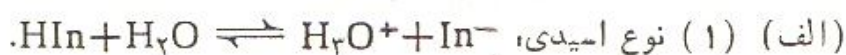
پس یک شناساگر با ثابت تفکیک اسیدی  $1 \times 10^{-5}$ ، هنگامی یک تغییر رنگ کامل از خود نشان خواهد داد که pH محلولی که شناساگر در آن حل شده است از 4 به 6 تغییر کند. برای یک شناساگر از نوع بازی نیز می توان به سادگی یک رابطه مشابه به دست آورد.

#### انواع شناساگرهای اسید-باز

فهرست ترکیباتی که دارای خواص شناساگر اسید-باز هستند، طویل است و ساختارهای آلی گوناگونی دارند. معمولاً می توان برای هر گستره ای از pH، شناساگر مناسب یافت. چند شناساگر اسید-باز مهم در جدول زیر نشان داده شده است.

جدول 1- چند شناساگر اسید- باز مهم

نوع شناساگر (الف)	تغییر رنگ		گستره انتقال (pH)	نام متداول
	باز	اسید		
۱	زرد	قرمز	۱۲-۲۸	آبی تیمول
	آبی	زرد	۸۵-۹۶	
۲	زرد	قرمز	۲۹-۴۵	زرد متیل
۲	زرد	قرمز	۳۱-۴۴	نارنجی متیل
۱	آبی	زرد	۳۸-۵۴	سبز برموکروزول
۲	زرد	قرمز	۴۲-۶۳	قرمز متیل
۱	قرمز	زرد	۴۸-۶۴	قرمز کلاروفنول
۱	آبی	زرد	۶۵-۷۶	آبی برموتیمول
۱	قرمز	زرد	۶۴-۸۵	قرمز فنول
۲	زرد-نارنجی	قرمز	۶۸-۸۵	قرمز خنثی
۱	ارغوانی	زرد	۷۴-۹۵	ارغوانی کروزول
	زرد	قرمز	۱۲-۲۸	
۱	قرمز	بیرنگ	۸۵-۹۶	فنول فتالین
۱	آبی	بیرنگ	۹۳-۱۰۵	تیمول فتالین
۲	بنفش	بیرنگ	۱۰۱-۱۲۵	زرد آلزارین



## استانداردهای اولیه

دقت یک تجزیه حجمی به شکل تعیین کننده ای به استاندارد اولیه مصرف شده ای که غلظت محلول استاندارد را بطور مستقیم یا غیر مستقیم مشخص می سازد، بستگی دارد. شرایط مهم برای آنکه ماده ای بتواند به عنوان یک استاندارد اولیه خوب عمل کند عبارتند از:

- 1- بالاترین خلوص، به علاوه روش های تثبیت شده ای برای تأیید خلوص آن باید در دسترس باشند.
  - 2- پایداری: اجزای سازنده اتمسفر نباید بر آن تأثیر بگذارند.
  - 3- عدم وجود آب مربوط به آبپوشی: اگر ماده نمگیر باشد، خشک کردن یا وزن کردن آن مشکل خواهد بود.
  - 4- دسترس سریع به آن با قیمتی مناسب
  - 5- وزن هم ارز نسبتاً زیاد: وزن لازم از یک ترکیب برای استاندارد کردن یا تهیه محلولی با غلظت معین، مستقیماً با وزن هم ارز آن افزایش می یابد. از آنجایی که خطای نسبی در وزن کردن با افزایش وزن کاهش می یابد، لذا وزن هم ارز زیاد، خطاهای وزن کردن را به حداقل می رساند.
- عده کمی از مواد دارای چنین خصوصیات یا حتی نزدیک به این خصوصیت هستند. لذا تعداد استانداردهای اولیه در دسترس شیمییدان محدود است.
- گاهی لازم است از مواد ناخالصتر به جای استاندارد اولیه استفاده شود. عیار (یعنی درصد خلوص) یک چنین استاندارد ثانویه ای را باید با یک تجزیه تثبیت شده، تعیین کرد.
- برای استاندارد کردن معمولاً از نمک ها استفاده می شود. اگر منظور استاندارد کردن هیدروکلریدریک اسید باشد از یک نمک بازی مانند نمک بوراکس ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ ) یا سدیم کربنات استفاده می شود و اگر منظور استاندارد کردن سود باشد از یک نمک اسیدی مانند پتاسیم هیدروژن فتالات ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ) استفاده می کنند.

## محلول های استاندارد

یک محلول استاندارد ایدآل برای تجزیه های تیتراژ باید دارای خواص زیر باشد:

- 1- غلظت آن برای ماهها و یا سال ها پس از تهیه، ثابت باقی می ماند تا نیاز به استاندارد کردن مجدد نباشد.

2- واکنش آن با آنالیت سریع باشد تا پس از هر بار افزایش واکنشگر استاندارد به محیط، زمان واکنش یا زمان انتظار بیش از اندازه طولانی نشود.

3- واکنش بین واکنشگر و آنالیت تقریباً کامل باشد.

4- واکنش بین واکنشگر و آنالیت آن چنان باشد که بتوان آن را توسط یک معادله شیمیایی موازنه شده بیان کرد، در غیر اینصورت وزن آنالیت را نمی توان مستقیماً براساس داده های حجمی محاسبه کرد. چنین نیازی ایجاب می کند که واکنشگر با ماده مجهول یا با سایر اجزاء سازنده واکنش جانبی نداشته باشد.

5- روشی برای آشکار سازی نقطه هم ارزی بین واکنشگر با آنالیت وجود داشته باشد. یعنی به یک نقطه پایانی رضایتبخش نیاز است.

تعداد اندکی از واکنشگرهای حجم سنجی که امروزه به کار می روند کلیه مشخصات فوق را دارند.

روابط شیمیایی در تیتراسیون اسید- باز

از آنجایی که اسید ماده ای است که پروتون (یون هیدروژن) می دهد و باز ماده ای است که پروتون می گیرد، پس تیتراسیون اسید- باز یک روندی است که در آن غلظت یون هیدروژن تغییر می کند.

موقعی که محلول یک باز که دارای یون های  $\text{OH}^-$  است به محلول یک اسید اضافه می شود، واکنش خنثی شدن انجام می شود. این واکنش در حقیقت عبارت است از ترکیب یون های هیدروکسید با یون های هیدرونیوم (اسید قوی و باز قوی)



غلظت یک محلول اسید یا قلیا را با نرمالیتة ( $N$ ) بیان می کنند. نرمالیتة بیانگر تعداد اکی والان گرم ها یا هم ارزهای ماده حل شونده در یک لیتر محلول می باشد (یا تعداد میلی اکی والان گرم ها یا میلی هم ارزها در یک میلی لیتر محلول). لازم به یادآوری است که مقدار جرم اکی والان یا وزن اکی والان یک ماده بستگی به واکنشی دارد که در آن شرکت می کند. بنا براین صحبت از نرمالیتة یک محلول بدون مشخص کردن واکنشی که در آن شرکت می کند، بی مورد است. مثلاً در مورد واکنشهای اسید- باز اکی والان گرم یا وزن هم ارز، وزنی از ماده

است که در واکنش با یک وزن فرمولی یون هیدروژن ترکیب می شود و یا یک فرمول گرم یون هیدروژن تولید می کند.

$$m_{eq} = \frac{M}{n}$$

در رابطه فوق  $m_{eq}$  وزن یک اکی والان گرم اسید یا باز و  $n$  ظرفیت اسید یا باز می باشد که برابری با تعداد  $\text{OH}^-$  یا  $\text{H}^+$  که در واکنش شرکت می کنند.  $M$  جرم مولکولی اسید یا باز مورد نظر می باشد. معمولاً تیتراسیون اسید-باز به این ترتیب انجام می گیرد که حجم مشخصی ( $V$ ) از محلول اسیدی که نرمالیه آن مجهول است ( $N$ ) را انتخاب کرده و به کمک یک بورت مدرج به تدریج محلول یک باز به نرمالیه ( $N'$ ) را به آن می افزایند. عمل خنثی شدن وقتی کامل می شود که مقدار اکی والان گرم های باز مصرفی برابر با مقدار اکی والان گرم های اسید موجود در محلول شود. اگر حجم باز مصرفی برابر ( $V'$ ) باشد:

$$NV = N'V' \Rightarrow N = \frac{N'V'}{V}$$

در نقطه هم ارزی

و بدین ترتیب نرمالیه اسید محاسبه می شود.

برای اینکه عمل تیتراسیون به دقت انجام شود باید عمل افزایش محلول باز را درست موقعی متوقف کرد که تساوی فوق برقرار شود. لذا باید از pH متر یا اندیکاتورهای شیمیایی که قبلاً در مورد آنها توضیح دادیم، استفاده کرد.

وسایل لازم: بورت 50 میلی لیتری، بالن ژوژه 50 و 100 میلی لیتری، بشر 100 میلی لیتری، ترازوی دقیق، ارلن 250 میلی لیتری، پی پت حباب دار.

مواد لازم: تیتراژول اسیدکلریدریک 0.1 نرمال، سود، سدیم کربنات 0.1 نرمال، فنل فتالین، متیل ارانژ.

روش کار آزمایشگاهی:

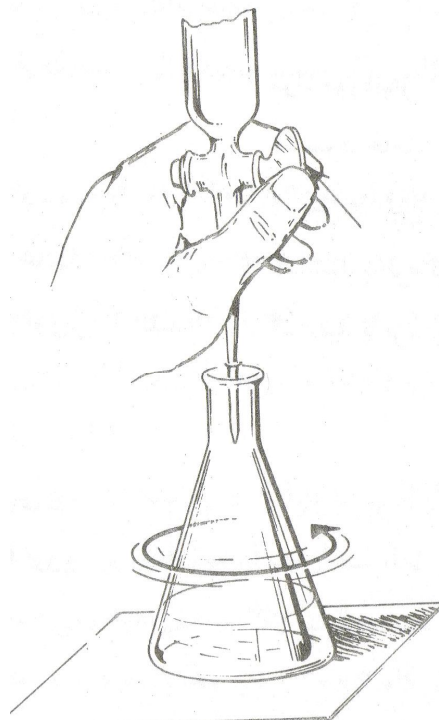
الف- استاندارد کردن هیدروکلریدریک اسید:

ابتدا بورت را با آب مقطر و سپس کمی از هیدروکلریدریک اسید مورد آزمایش شستشو دهید. سپس با محلول هیدروکلریدریک اسید پر کرده و روی عدد صفر تنظیم کنید. حال 10 میلی لیتر محلول سدیم کربنات 0.1N که

بوسیله کارشناس آزمایشگاه تهیه شده را بوسیله پیپت حباب دار برداشته و وارد ارلن کنید و به آن دو قطره معرف فنل فتالین اضافه کنید. محلول به رنگ ارغوانی در می آید. چرا؟

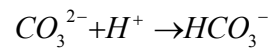
حال قطره قطره هیدروکلریدریک اسید از بورت به ارلن اضافه کنید (مطابق شکل) تا محلول بیرنگ شود. چرا؟

در شکل زیر روش صحیح تیتراسیون نشان داده شده است.



شکل 13- روش صحیح تیتراسیون

تا این مرحله نصف واکنش انجام شده است یعنی یون کربنات توسط اسید به یون بی کربنات تبدیل شده است.



حجم اسید مصرفی تا این مرحله را از روی بورت یادداشت کنید. این مقدار حجم فقط برای مشاهده کیفی است و در محاسبات از آن استفاده نمی شود. در این مرحله به داخل ارلن دو قطره معرف متیل ارانژ اضافه کنید. محلول به رنگ زرد در می آید. چرا؟

تیتراسیون را ادامه دهید تا محلول به رنگ گلبه ای در آید که در واقع به نقطه پایان تیتراسیون رسیده ایم. حجم اسید مصرفی از ابتدا تا این مرحله را با (V) نشان دهید. در این مرحله یون بی کربنات بوسیله اسید به کربنیک اسید تبدیل می شود.



این آزمایش را دو بار تکرار کنید و اگر اختلاف حجمهای اسید مصرفی کمتر از 0.1 ml بود، از آنها میانگین بگیرید و بجای حجم اسید (V) در رابطه زیر قرار دهید و نرمالیه اسید (N) را حساب کنید. در نقطه اکی والان یا هم ارزی واکنش خواهیم داشت:

$$N_1 V_1 = N V \quad \Rightarrow \quad N = \frac{N_1 V_1}{V}$$

هیدروکلریدریک اسید      سدیم کربنات

بنابراین نرمالیه واقعی هیدروکلریدریک اسید که همان استاندارد کردن HCl با سدیم کربنات می باشد، به دست می آید.

ب- تعیین نرمالیه و مقدار گرم سود مجهول

ابتدا نمونه مجهول NaOH داده شده را در یک بالن ژوژه 100 میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید و به هم بزنید. حال 10 cm<sup>3</sup> از این محلول را به کمک پی پت برداشته و وارد ارلن کنید و به آن دو قطره شناساگر متیل اورانژ اضافه کنید. رنگ محلول را یادداشت کنید. بورت را مجدداً از هیدروکلریدریک اسید استاندارد شده پر کرده و روی عدد صفر تنظیم کنید.

حال قطره قطره هیدروکلریدریک اسید ضمن هم زدن از بورت به ارلن اضافه کنید تا محلول به رنگ قرمز در آید. در اینجا به نقطه پایانی حجم سنجی رسیده اید. حجم اسید مصرفی را از روی بورت یادداشت کنید و با حرف V نشان دهید. (توجه کنید که مقدار V در مرحله ب با مقدار V در مرحله الف متفاوت است.) می توان با استفاده از رابطه زیر نرمالیه محلول سود مجهول (N') را محاسبه کرد.

$$N V = N' V' \quad \Rightarrow \quad N' = \frac{N V}{V'}$$

محلول سود      هیدروکلریدریک اسید



رابطه بین نرمالیتة سود مجهول ( $N'$ ) با مقدار گرم سود ( $g$ ) به صورت زیر است:

$$N' = \frac{g}{m_{eq} \cdot V'(L)}$$

و بدین ترتیب، مقدار گرم ماده حل شونده یا گرم سود ( $g$ ) به دست می آید.

جدول زیر را کامل کنید.

جدول محاسبات

مقدار گرم ماده حل شونده یا سود ( $g$ )	نرمالیتة محلول سود مجهول ( $N'$ )	نرمالیتة واقعی هیدروکلریدریک اسید ( $N$ )

پرسش ها :

- 1- در سنجش حجمی باید از آب مقطر جوشیده که  $CO_2$  خود را از دست داده استفاده کرد. چرا؟
- 2- تعداد اکی والان های موجود در محلول های زیر را حساب کنید.
  - الف- یک لیتر محلول 2 M اسید سولفوریک
  - ب- 2 گرم سود در 100 میلی لیتر محلول
  - ج- 100 میلی لیتر کلسیم هیدروکسید 2 نرمال
- 3- در سنجش حجمی یک اسید نقطه هم ارزی و نقطه پایانی به ترتیب پس از افزایش 10.4 و 10.5 میلی لیتر از باز مشاهده شده است، در اندازه گیری نقطه هم ارزی چند درصد خطا وجود دارد؟
- 4- محلول 1N (یک نرمال) سولفوریک اسید مقدار بیشتری اسید در 1ml محلول دارد یا محلول 1m (یک مولال) سولفوریک اسید. چرا؟

## آزمایش 7- تیتراسیون اکسایش- کاهش

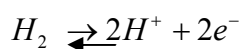
هدف آزمایش: آشنایی با واکنش های اکسایش - کاهش و چگونگی تیتراسیون آنها

تئوری:

وقتی عنصری یک یا چند الکترون از دست می دهد این عنصر اکسید می شود. چنین عملی را اکسایش گویند و بر عکس در عمل کاهش همیشه عنصری که احیا شده است یک یا چند الکترون به دست می آورد. بنابراین اکسایش از دست دادن الکترون و کاهش بدست آوردن الکترون است. در عمل اکسایش، عدد اکسایش عنصر بالا می رود و در کاهش پایین می آید.

مثلاً در واکنش  $Zn \rightarrow Zn^{2+} + 2e^{-}$  روی با از دست دادن دو الکترون اکسید می شود و عدد اکسایش آن از صفر به دو افزایش می یابد. برعکس در واکنش  $Zn^{2+} + 2e^{-} \rightarrow Zn$  یون روی کاهش می یابد و عدد اکسایش آن از دو به صفر می رسد.

تمایل عناصر در واکنش اکسایش- کاهش با یکدیگر فرق می کند و معمولاً این تمایل را با یک واکنش استاندارد، مانند واکنش اکسایش هیدروژن می سنجند.



برای محاسبه میل نسبی عناصر به اکسایش- کاهش از پتانسیل الکتروود استاندارد آنها که در درس شیمی عمومی بطور مفصل بحث می شود، استفاده می نمایند. جرم اکی والان یک ماده اکسنده یا کاهنده،  $m_{eq}$ ، در واکنش مورد نظر برابر است با:

$$m_{eq} = \frac{M}{n}$$

که  $M$  جرم مولکولی ترکیب اکسنده یا کاهنده و  $n$  ظرفیت ماده اکسید کننده یا احیا کننده می باشد که برابر با تغییر عدد اکسایش یا کاهش در واکنش است.

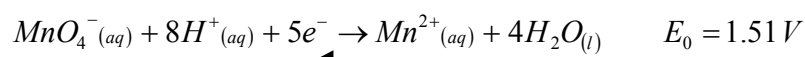
یک اکی والان گرم از یک ماده اکسنده یا کاهنده در واکنش به ترتیب عبارت است از ماده ای که یک مول الکترون می گیرد یا از دست می دهد. بنابراین یک جسم اکسنده یا کاهنده ممکن است مقادیر جرمی مختلفی برای یک اکی والان داشته باشد، که بسنگی به نوع واکنش دارد.

واکنش اکسایش و کاهش از جمع دو نیم واکنش اکسایش و کاهش به دست می آید که در نیمه واکنش اکسایش عنصر الکترون از دست داده و در نیمه واکنش کاهش الکترون می گیرد.

در یک واکنش اکسایش-کاهش عامل اکسنده در اثر کاهش یا کاهش شدن می تواند محصولات مختلفی تولید کند که به pH محیط بستگی دارد. یکی از اکسنده های متداول پتاسیم پرمنگنات است که برای اولین بار در سال 1846 توسط مارگارت<sup>1</sup> برای آنالیز حجمی در تیتراسیون یون  $Fe^{2+}$  به کار رفت. در محیط های اسیدی، بازی و خنثی، پتاسیم پرمنگنات به صورت های مختلفی کاهش می یابد. که در ادامه بررسی می شوند.

واکنش های یون پرمنگنات

پتاسیم پرمنگنات اکثراً در محلول هایی که نسبت به اسیدهای معدنی 0.1 N یا بیشترند، به کار برده می شود. در این شرایط محصول، یون  $Mn^{2+}$  است:



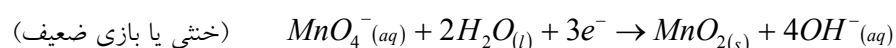
همان گونه که از فرمول فوق برمی آید، وزن اکی والان پرمنگنات برابر است با  $\frac{1}{5}$  وزن مولکولی آن و یا برابر است

با  $\frac{158.03}{5} = 31.606$  گرم. پتانسیل الکتروود استاندارد آن در محیط اسیدی،  $E_0$ ، 1.51 V محاسبه شده است

از این رو محلول اسیدی یون پرمنگنات، یک اکسید کننده قوی است.

اکسایش پرمنگنات در محیط اسیدی معمولاً به سرعت انجام می شود. یکی از استثناهای قابل ذکر عبارت است از واکنش اکسالیک اسید که به دمای بالا نیاز دارد.

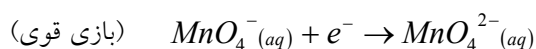
در محلول های اسیدی ضعیف (pH بین 4 تا 7)، خنثی یا قلیایی ضعیف پرمنگنات معمولاً متحمل یک کاهش سه الکترونی با تشکیل رسوب قهوه ای منگنز دی اکسید،  $MnO_2$ ، می شود.




---

1. F. Margaeritte

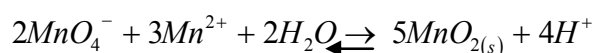
در محلول های بازی یا محلول هایی که غلظت سدیم هیدروکسید بیش از 1N (یک نرمال) است، یون پرمنگنات متحمل یک کاهش یک الکترونی به یون منگنات،  $MnO_4^{2-}$ ، می شود.



در آزمایشگاهها معمولاً از پتاسیم پرمنگنات به عنوان اکسنده استفاده می شود زیرا این ماده ارزان و اکسنده ای قوی بوده و به راحتی نیز قابل دسترسی است. اما باید توجه داشت که به علت قدرت اکسندگی زیاد با بسیاری از مواد ترکیب می شود و آنها را اکسید می کند. بنابراین محلول  $KMnO_4$  را نمی توان نگه داری کرد زیرا ممکن است تجزیه شود و یا غلظت آن تغییر کند. به همین دلیل علت باید محلول  $KMnO_4$  را در همان روز آزمایش تهیه و استاندارد کرد و سپس از آن استفاده کرد. از طرفی باید توجه داشت که نمی توان  $KMnO_4$  را بطور مستقیم از نمک جامد آن تهیه کرد زیرا درصد خلوص پتاسیم پرمنگنات در آن پایین است به همین دلیل ابتدا یک محلول با غلظت تقریبی از آن تهیه می کنند و سپس آن را با یک محلول استاندارد اولیه مانند سدیم اگزالات استاندارد می کنند. یک عیب دیگر پتاسیم پرمنگنات تمایل آن به اکسایش یون کلرید است زیرا هیدروکلریدریک اسید یک حلال بسیار مفید است. چند گانگی محصولات ممکنه واکنش گاهی می تواند باعث عدم قطعیت در استوکیومتری اکسایش پرمنگنات شود.

نقطه پایانی در تیتراسیون با پتاسیم پرمنگنات

همان گونه که ذکر شد یکی از خواص واضح پتاسیم پرمنگنات رنگ ارغوانی شدید آن است که عموماً به عنوان شناساگر در تیتراسیون ها به کار می رود. رنگ پرمنگنات در نقطه پایانی پایدار نیست. بی رنگ شدن در محلول های اسیدی در نتیجه واکنش واکنشگر اضافی با یون  $Mn^{2+}$  است که با غلظت نسبتاً زیاد در نقطه پایانی حضور دارد.



ثابت تعادل این واکنش که به سادگی از پتانسیل های استاندارد دو نیم واکنش محاسبه می شود، دارای مقدار عددی حدود  $10^{47}$  است بنابراین حتی در محلول های اسیدی قوی، غلظت پرمنگنات در تعادل با یون منگنز(II) کم است. خوشبختانه سرعتی که این واکنش به تعادل می رسد، کند است و در نتیجه رنگ نقطه پایانی به تدریج از بین

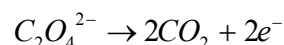
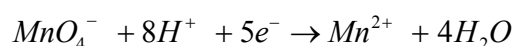
می رود. رنگ شدید محلول پرمنگنات اندازه گیری حجم واکنشگر را در یک بورت مشکل می سازد. اغلب عملی تر است که از سطح مایع به جای پایین هلاله، به عنوان نقطه مرجع استفاده می شود.

مزیت استفاده از  $KMnO_4$  به عنوان تیترن است این است که در اندازه گیری احتیاجی به شناساگر برای تعیین نقطه پایانی ندارد. زیرا محلول  $KMnO_4$  در غلظت کم نیز ارغوانی است که با کاهش یافتن و تبدیل به  $Mn^{2+}$  بی رنگ می شود.

نکته: هنگامی که محلول پرمنگنات برای مدت طولانی در بورت باقی بماند اغلب بامکانیزم کاتالیز فتوشیمیایی، تجزیه می شود. تشکیل لکه قهوه ای توسط  $MnO_2$  نشانگر این است که واکنشگر متحمل تغییری شده است. به این ترتیب که پرمنگنات به وسیله نور یا گرما به  $Mn^{2+}$  و  $MnO_2$  تجزیه می شود. تجزیه محلول های پرمنگنات در حضور  $MnO_2$  تا حد زیادی تسریع می شود چون  $MnO_2$  یک فراورده تجزیه است، لذا این جسم جامد اثر خود کاتالیزوری روی فرایند دارد. لازم به ذکر است که اسیدها و بازها نیز می توانند موجب تجزیه پرمنگنات به  $Mn^{2+}$  و  $MnO_2$  شوند.

بطور کلی باید از گرم کردن محلول های اسیدی محتوی پرمنگنات اضافی احتراز کرد. زیرا خطای تجزیه حاصل را نمی توان به طور کامل با محلول شاهد جبران کرد در عین حال کاملاً قابل قبول است که محلول های گرم اسیدی کاهنده ها مستقیماً با واکنشگر تیترو شوند زیرا در هیچ زمانی، غلظت اکسنده در طی تیتراسیون به اندازه کافی زیاد نمی شود تا بتواند باعث عدم قطعیت قابل ملاحظه ای در اندازه گیری شود.

در این آزمایش ابتدا پتاسیم پرمنگنات را استاندارد می کنیم یعنی نرمالیتیه محلول پتاسیم پرمنگنات را به وسیله تیتراسیون محلول اسیدی آن با مقدار معینی یون اگزالات تعیین می کنیم. نیم واکنش های یونی برای این واکنش اکسایش - کاهش عبارتند از:



جرم یک میلی اکی والان از  $KMnO_4$  هنگامی که یون های  $MnO_4^-$  در محلول اسیدی کاهیده می شود برابر

است با  $\frac{1}{5}$  جرم میلی مولار  $KMnO_4$  و برابر است با  $\frac{1}{5}$  میلی مول  $KMnO_4$  و جرم یک میلی اکی والان از یون

اگزالات  $C_2O_4^{2-}$  برابر با  $\frac{1}{2}$  جرم میلی مولار آن و برابر با 0.5 میلی مول از  $H_2C_2O_4$  است. (جرم میلی مولار برابر است با جرم یک میلی مول). یادآور می شویم که اگر بخواهید نیم واکنش های یونی را ادغام کنید، باید مطمئن باشید که مقدار الکترون های داده شده در اکسایش با مقدار الکترون های گرفته شده در کاهش برابر است. واکنش استاندارد کردن پرمنگنات توسط سدیم اگزالات پیچیده است و در دمای اتاق به کندی پیش می رود. حتی در دماهای بالا نیز سریع نیست مگر اینکه بوسیله یون  $Mn^{2+}$  کاتالیز شود. بنابراین تیتراسیون پرمنگنات در آغاز به چند ثانیه ای وقت نیاز دارد تا محلول گرم اکسالیک اسید حاوی پرمنگنات بی رنگ می شود پس از آن وقتی که غلظت یون منگنز  $Mn^{2+}$  قابل توجه شد، بی رنگ شدن محلول در نتیجه خود کاتالیزوری تسریع می شود. استوکیومتری واکنش بین پرمنگنات و اکسالیک اسید توسط مک براید<sup>1</sup> و سپس توسط فاولر و برایت<sup>2</sup> به تفصیل مطالعه شده است. منگا نومتري (تیتراسیون های شامل پرمنگنات) یکی از بهترین روش های تعیین مقدار آهن در نمونه است. در مرحله بعد با استفاده از پتاسیم پرمنگنات استاندارد شده، درصد آهن در نمک مور را اندازه گیری می کنیم.

مواد لازم: پتاسیم پرمنگنات ، سدیم اگزالات ، سولفوریک اسید رقیق، محلول نمک مور مجهول.

وسایل لازم: بورت 25 میلی لیتری، استوانه مدرج 25 میلی لیتری، استوانه مدرج 10 میلی لیتری، ارلن مایر 250 میلی لیتری، پایه و گیره و اتصالات مربوط.

روش آزمایش:

الف- استاندارد کردن محلول پتاسیم پرمنگنات: ابتدا بورت را با کمی آب مقطر شستشو داده و پس با چند میلی لیتر از محلول پتاسیم پرمنگنات با نرمالیه نامعین که توسط مسئول آزمایشگاه در اختیار شما قرار داده می شود، شستشو دهید. سپس بورت را تا خط نشانه از آن پر کنید. سپس به ترتیب مقادیر 0.1، 0.15، 0.2 گرم از نمونه

جامد سدیم اکسلات را وزن کرده و در سه ارلن 250 میلی لیتری بریزید. به هر ارلن مایر ابتدا 200 میلی لیتر آب مقطر و سپس 2 میلی لیتر اسید سولفوریک رقیق اضافه کنید. محلول را تا نقطه جوش حرارت دهید پس از جوش چند لحظه ای محلول را به حال خود بگذارید تا از جوش بیفتد. پس از کمی سرد شدن در حالیکه محلول را تکان می دهید آن را با محلول پتاسیم پرمنگنات تیترا کنید. پایان عمل تیتراسیون زمانی مشخص می شود که رنگ ضعیفی از محلول بنفش رنگ پرمنگنات در محلول ایجاد شود که نشان دهنده جزء اضافی  $MnO_4^-$  است. پس از پدیدار شدن این رنگ، عمل تیترا کردن را خاتمه دهید و مقدار میلی لیتر پتاسیم پرمنگنات مصرف شده را از روی بورت بخوانید و یادداشت کنید.

توجه داشته باشید که یک اکی والان اگزالات، یک اکی والان پرمنگنات را می کاهد. پس از دوبار آزمایش نرمالیتیه پرمنگنات را معین نمایید.

تعداد اکی والان گرم های اکسلات = تعداد اکی والان گرم های پرمنگنات : در نقطه هم ارزی

$$N_1 V_1 = N_2 V_2 \rightarrow N_1 V_1 = \frac{g}{m_{eq}}$$

که در رابطه فوق  $V_1$  (L) حجم پتاسیم پرمنگنات خوانده شده از بورت بر حسب لیتر،  $g$  وزن سدیم اکسلات بر حسب گرم و  $m_{eq}$  وزن اکی والان سدیم اکسلات می باشد.

ب- اندازه گیری درصد آهن در نمک مور

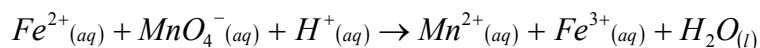
10 میلی لیتر محلول مجهول نمک مور که بوسیله کارشناس آزمایشگاه تهیه شده را با پی پت حساب دار بردارید و داخل یک ارلن 100 میلی لیتری بریزید. سپس به آن حدود 5ml سولفوریک اسید اضافه کنید و بورت را نیز از محلول استاندارد شده پتاسیم پرمنگنات پر کنید و روی صفر تنظیم کرده و سپس قطره قطره به محلول نمک مور اضافه کنید تا محلول به رنگ صورتی کم رنگ درآید.  $Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+} + e^-$  در اینجا به نقطه پایانی تیتراسیون رسیده ایم و می توانید برای اطمینان این آزمایش را یکبار دیگر انجام دهید و در صورتیکه اختلاف دو حجم پرمنگنات مصرفی کمتر از 0.1 میلی لیتر بود از آنها میانگین گرفته و به جای حجم واقعی در رابطه زیر قرار دهید و درصد آهن را محاسبه کنید.

$$R = 112N_1V_1$$

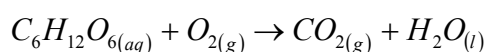
که  $R$  درصد آهن در نمونه،  $N_1$  نرمالیه پرمنگنات استاندارد شده و  $V_1$  حجم پرمنگنات مصرفی بر حسب میلی لیتر برای نمک مور است.

پرسش ها:

- 1- معادله یونی واکنش پتاسیم پرمنگنات با سدیم اکسلات در محیط اسیدی را نوشته و موازنه کنید.
- 2- فرمول، نام علمی و جرم مولکولی نمک مور را بنویسید.
- 3- با محاسبه و استفاده از روابط غلظت و معادله واکنش نشان دهید که رابطه  $R = 112 N_1V_1$  برای محاسبه درصد آهن درست است. توجه داشته باشید که در تهیه نمک مور، 0.5 گرم نمک را با 100 میلی لیتر محلول (آب و اسید) به حجم رسانده ایم.
- 4- واکنش یون آهن در نمک موربا پرمنگنات در محیط اسیدی به صورت زیر است. آن را به روش اکسایش- کاهش موازنه کنید.



- 5- واکنش سوختن گلوکز در بدن به صورت زیر است، آن را موازنه کرده و اکسنده و کاهنده را در آن مشخص کنید.



- 6- حرارت چه نقشی در واکنش یون پرمنگنات با اکسلات در محیط اسیدی دارد؟



## آزمایش 9- تعیین و محاسبه سختی آب

هدف آزمایش: آشنایی با سختی دائم و موقت آبهای آشامیدنی و چگونگی محاسبه آنها

تئوری:

آب یکی از فراوان ترین ترکیبات زمین است و از آن به عنوان بزرگترین حلال شیمیایی یاد شده است. آب یکی از اساسی ترین مواد تشکیل دهنده بافتهای بدن می باشد و یکی از پایدارترین ترکیباتی است که در طبیعت یافت می شود و به عنوان ضروری ترین عامل حیات و فیزیولوژی بدن شناخته شده است. بدون آب کلیه اعمال حیاتی انسانی متوقف خواهد شد.

آبها بطور کلی به دو گروه تقسیم می شوند: آبهای آشامیدنی و آبهای صنعتی - کشاورزی کیفیت آبهای آشامیدنی با خواص فیزیکی و شیمیایی آن بیان می شود. این خواص عبارتند از: شفافیت، رنگ، بو، دما، سختی، pH و نمکهای محلول. در این میان، نمکهای محلول در آب یکی از مهمترین عواملی است که کیفیت آب را بیان می کند. تمام نمکهایی که در آب محلول اند، نشان دهنده ناخالصی های آلی و معدنی اند. از آب در صنعت به عنوان ۱- حلال ۲- ماده اولیه برای شرکت در واکنش های شیمیایی تهیه محصول ۳- ماده واسطه برای خارج کردن مواد ناخواسته ۴- بستر یا محیط واکنش استفاده می شود.

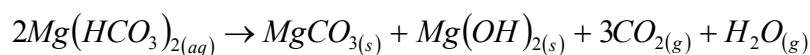
### سختی آب

از مهمترین مشخصه های آب های مصرفی، سختی آنهاست. سختی آب به وجود املاح کلسیم و منیزیم و به مقدار کمتری به املاح روی، آهن، آلومینیم و منگنز مربوط است. املاح سدیم و پتاسیم در ایجاد سختی آب دخالت ندارند. سختی را بر حسب میلی گرم در لیتر کربنات کلسیم اندازه گیری می کنند. هنگامی که مردم برای شستشوی لباسها یا استحمام از صابون استفاده می کنند، سختی آب بیشتر به چشم می خورد زیرا یون های  $Ca^{2+}$  و  $Mg^{2+}$  موجود در آب با صابون یک نمک نامحلول می سازند که به لباس ها و سطح وان می چسبد بنابراین سختی آب، کیفیت آب را تغییر می دهد و بایستی جهت استفاده از آب برای مصارف مختلف سختی آن را اندازه گیری کرد.

فواید آب سخت: آب سخت برای انسان مضر نیست بلکه مفید است و معمولاً شکستگی استخوانهای آنها را که آب سخت می آشامند زودتر بهبودی حاصل می کند و بیماری را شیتیسیم کمتر در این اشخاص دیده می شود. مضرات آب سخت: علی رغم فواید آب سخت برای بدن، سختی بیش از حد آب نیز مضراتی دارد که مهمترین آن بیماری سنگ کلیه به دلیل رسوب یون های معلق در کلیه است. این آب برای رختشویی و مصرف در کارخانجات مناسب نیست. آب سخت موجب از دست دادن طعم و مزه خوب چای و قهوه و پخته نشدن حبوبات می شود. درصنعت موجب ضرر رساندن به جداره دیگهای بخار و ایجاد قشر آهکی بر روی جداره دیگ و کاهش عمر مفید دستگاههای حرارتی می گردد. برای آب سه نوع سختی در نظر گرفته شده است:

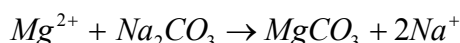
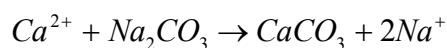
1- سختی موقت<sup>1</sup>      2- سختی دائم<sup>2</sup>      3- سختی کل

1- سختی موقت: سختی موقت را سختی کربناتی<sup>3</sup> نیز می نامند. این نوع سختی به علت وجود بی کربناتهای کلسیم و منیزیم در آب است که در اثر جوشاندن به کربناتهای نامحلول تبدیل می شوند و به صورت جامد ته نشین می گردند. این دقیقاً همان رسوبی است که در کتری خانه خود مشاهده می کنید و ممکن است آبگرمکن یا شوفاژ منزل شما را برای مدتی از کار بیندازد.



2- سختی دائم: سختی دائم را سختی غیر کربناتی<sup>4</sup> نیز می نامند که شامل نمکهای دیگر کلسیم و منیزیم مانند کلر، سولفات و نیترات کلسیم و منیزیم هستند که در اثر جوشیدن آب به صورت محلول باقی خواهند ماند و برای حذف یا کاهش آنها باید از مواد شیمیایی استفاده کرد.

مثلاً از کربنات سدیم برای رسوب یون کلسیم و منیزیم که سختی دائمی آب را تشکیل می دهند، استفاده می شود و به این ترتیب سختی آب را از بین می برند.



1- Temporary Hardener

2- Permanent Hardener

3- Carbonate Hardener

4- Noncarbonated Hardener

سختی کل: مجموع سختی های موقت و دائم را سختی کل می نامند.

طبقه بندی آب های طبیعی از نظر سختی به ترتیب زیر است:

نوع آب	سختی (میلی گرم در لیتر کربنات کلسیم)
نرم	5- 55
سختی کم	56- 100
متوسط	101- 200
خیلی سخت	201- 500

نکته: آبی را که در هر کیلو گرم آن کمتر از یک گرم نمک باشد، آب شیرین می گویند و آبی را که در هر کیلو گرم آن بیش از یک گرم نمک وجود داشته باشد، آب شور می گویند.

نرم کردن آب های سخت:

برای بر طرف کردن سختی آبها روش های مختلفی وجود دارد. از جمله رسوب دادن یون های  $Ca^{2+}$  و  $Mg^{2+}$  به صورت ترکیبات گوناگون است. به این ترتیب، یون های یاد شده که در آب محلولند بر اثر واکنش مورد نظر به نمکهای نامحلول در آب تبدیل می شوند و ته نشین می گردند. ترکیباتی که بدین منظور به کار می روند عبارتند از:

1- آهک      2- سودا (سدیم بی کربنات)      3- سود سوزآور (سدیم هیدروکسید)

4- فسفاتها (تری سدیم فسفات): در این روش کلسیم موجود در آب با راندمان بسیار خوبی رسوب می کند.

از روش های دیگر می توان، به روش تعویض یونی و روش کیلاتاسیون با EDTA اشاره کرد.

واحدهای به کار رفته در سختی آب

از آنجایی که غلظت نمکهای حل شده در آب سخت، معمولاً بسیار کم می باشد و بیش از 0.01N نیست از این رو استفاده از واحد نرمالیه مشکل می باشد. برای بیان سختی آب از واحد میلی اکی والان گرم در لیتر<sup>1</sup>، meq،

1- Milli equivalent per liter

استفاده می کنند که معادل یک هزارم نرمالیه می باشد. واحد دیگری که بیشتر مورد استفاده قرار می گیرد  $1 \text{ ppm}$  می باشد که به صورت  $\text{ppm}$  کربنات کلسیم بیان می کنند.  $\text{ppm}$  کربنات کلسیم یعنی وزن کربنات کلسیم بر حسب میلی گرم در یک لیتر آب. کربنات کلسیم جزء اصلی تشکیل دهنده سختی آب می باشد. کربنات کلسیم دارای وزن مولکولی ۱۰۰ بوده و وزن اکی والان آن نیز 50 است. برای تبدیل  $\text{meq}$  به  $\text{ppm}$  کربنات کافی است آن را در 50 ضرب نمود. برای مثال  $5 \text{ meq.l}^{-1}$  سختی کل برابر با  $250 \text{ ppm}$  کربنات کلسیم است.

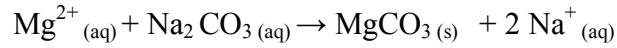
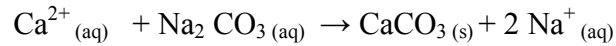
نکته: به طور کلی سختی آب به صورت  $\text{ppm}$  کربنات کلسیم بیان می شود با وجود اینکه ممکن است سختی زائیده یون منیزیم باشد.

مواد لازم: محلول سدیم کربنات 0.1 نرمال، تیترازول کلریدریک اسید 0.2 نرمال، شناساگر متیل اورانژ، آب مقطر.

وسایل لازم: استوانه مدرج 100 میلی لیتری، کپسول چینی بزرگ، پی پت 25 و 10 میلی لیتری، ارلن مایر 50، 250 میلی لیتری، بورت 50 میلی لیتری، بهم زدن شیشه ای، قیف شیشه ای، کاغذ صافی، سه پایه، مثلث نسوز. روش آزمایش:

الف- اندازه گیری سختی دائم: بوسیله استوانه مدرج، 100 میلی لیتر آب شیر را داخل یک کپسول چینی ریخته و توسط پی پت دقیقاً 20 میلی لیتر محلول سدیم کربنات 0.1 نرمال به آن اضافه کنید و مخلوط را حرارت دهید تا خشک شود. پس از اینکه کاملاً خشک شد حدود 20 میلی لیتر آب مقطر عاری از  $\text{CO}_2$  به رسوب اضافه کنید و با بهم زن شیشه ای هم بزنید. کربنات سدیم اضافی در آب حل می شود و کربناتهای کلسیم و منیزیم به صورت نامحلول باقی می ماند. حال این محلول را صاف کنید و کپسول چینی را با آب مقطر بشویید و محلول شستشو را نیز صاف کنید. به محلول زیر صافی سه تا چهار قطره معرف متیل اورانژ (نارنجی متیل) اضافه کرده و با اسید کلریدریک دقیقاً 0.2 نرمال تیترا کنید. حجم اسید مصرف شده را یادداشت کنید. ( $V_1^{CC}$ ) واکنش های انجام شده به صورت زیر است:

مرحله اول:



حال با پی پت 20 میلی لیتر از همان محلول کربنات کلسیم را در ارلن 50 میلی لیتری بریزید و سه تا چهار قطره معرف متیل اورانژ اضافه کرده و با اسید کلریدریک 0.2 نرمال تیترا کنید. حجم اسید مصرف شده را یادداشت کنید.

 $(V_2^{CC})$ 

محاسبات:

جدول زیر را تنظیم و کامل کنید:

جدول محاسبات

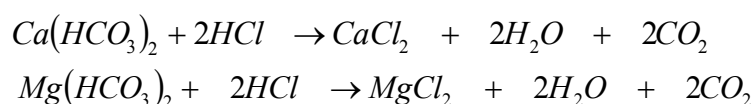
	حجم نمونه آب اولیه (ml)
	نرمالیتة اسید کلریدریک
	حجم اسید کلریدریک مورد نیاز برای ترکیب با سدیم کربنات اضافی $(V_1^{CC})$
	حجم اسید کلریدریک مورد نیاز برای ترکیب با سدیم کربنات اولیه $(V_2^{CC})$
	حجم اسید کلریدریک مصرف شده جهت رسوب دادن املاح کلسیم و منیزیم در نمونه آب اولیه (ml)
	حجم اسید کلریدریک مصرف شده جهت رسوب دادن املاح کلسیم و منیزیم در یک لیتر آب (ml)
	مقدار میلی اکی والان گرم های اسید مصرف شده جهت رسوب دادن املاح کلسیم و منیزیم در یک لیتر آب

چون تعداد میلی اکی والان گرم های HCl مصرفی معادل مجموع تعداد میلی اکی والان گرم های کلسیم و منیزیم (سختی دائم) است، بنابراین خواهیم داشت:

$$(\text{وزن میلی اکی والان منیزیم} + \text{وزن میلی اکی والان کلسیم}) \times \text{مجموع تعداد میلی اکی والان های کلسیم و منیزیم} = \text{سختی دائم}$$

ب- اندازه گیری سختی موقت: به وسیله استوانه مدرج، 100 میلی لیتر آب شهر را داخل ارلن مایر 250 میلی لیتری بریزید. و به آن سه تا چهار قطره معرف متیل اورانژ اضافه کنید. سپس با اسید کلریدریک 0.2 N تیترو کنید. حجم اسید مصرف شده را یادداشت کنید. ( $V^{CC}$ ) در این تیترو کردن ها با افزودن یک قطره اضافی HCl رنگ زرد محلول داخل ارلن به نارنجی تبدیل می شود.

واکنش های انجام شده:



محاسبات:

روش محاسبه تعیین سختی موقت مشابه روش محاسبه سختی دائم است. با این تفاوت که در محاسبات باید  $V$  جایگزین  $(V_2 - V_1)$  شود.

پرسش ها:

- 1- فرمول شیمیایی واکنش هایی که در اثر افزایش سدیم کربنات به آب شیر و جوشاندن آن اتفاق می افتد، بنویسید.
- 2- فرمول شیمیایی واکنش هایی را که در تیترو کردن محلول زیر صافی در آزمایش اندازه گیری سختی دائم، اتفاق می افتد، بنویسید.
- 3- سختی موقت، دائم و کل را محاسبه کنید و مشخص کنید آب شیر جزء کدامیک از آنها با توجه به طبقه بندی ارائه شده قرار می گیرد.
- 4- چرا در محاسبه سختی دائمی در مرحله شستشوی رسوبات کپسول، از آب مقطر فاقد  $CO_2$  استفاده کرده اید؟
- 5- سختی یک نمونه آب طبیعی که فقط کربنات کلسیم دارد، 200 ppm است. مولاریته کربنات کلسیم در این محلول چقدر است؟

آزمایش 9- کروماتوگرافی<sup>1</sup>

هدف آزمایش: آشنایی با کروماتوگرافی و جداسازی مخلوط کاتیون ها به روش کروماتوگرافی روی کاغذ و محاسبه  $R_f$  کاتیون ها.

تئوری:

بدون تردید، کاربرد ترین شیوه جداسازی تجزیه ای، کروماتوگرافی است. این روش کار در تمامی شاخه های علوم، کاربرد پیدا کرده است. لغت کروماتوگرافی از کلمات یونانی **chromo** به معنی رنگ و **graphein** به معنی نقشه کشیدن گرفته شده است. این روش در سال 1906 به وسیله یک گیاه شناسی روسی به نام تسوت<sup>2</sup> کشف شد. او برای جداسازی رنگدانه های گیاهی مختلف نظیر کلروفیل ها و زانتوفیل ها محلولی از این ترکیبات (مخلوط حلال و رنگدانه ها) را از درون یک ستون شیشه ای پر شده از پودر کربنات کلسیم عبور داد و مشاهده کرد که نوارهای رنگی بر روی ستون ظاهر شدند که نام انتخاب شده برای این روش را توجیه می کند. این روش هم اکنون به عنوان کروماتوگرافی ستونی شناخته شده است. در حال حاضر کروماتوگرافی نه تنها برای جدا سازی ترکیبات رنگی بلکه برای جدا سازی ترکیبات بی رنگ و یون ها نیز به کار می رود. تاثیر شگرف روش های مختلف کروماتوگرافی روی علوم، توسط جایزه نوبل سال 1952 که به ای. ج. پی. مارتین<sup>3</sup> و آر. ال. ام. سینج<sup>4</sup> به خاطر اکتشافات آنها در همین زمینه اعطا گردید، تایید شد.

بطور کلی کروماتوگرافی روش فیزیکی برای جداسازی مواد از یکدیگر به شمار می رود که در آن ترکیبات جدا شده بین دو فاز پخش می شوند. یکی از این دو فاز به عنوان فاز ثابت<sup>5</sup> انتخاب می شود که دارای سطح وسیعی بوده و فاز دیگر، فاز متحرک<sup>6</sup> می باشد که از بین و یا در طول فاز ثابت در حرکت است. فاز ثابت می تواند جامد یا مایع و فاز متحرک می تواند مایع یا گاز باشد.

فاز متحرک اجزای یک نمونه را با سرعتهای متفاوت براساس تمایل نسبی به جذب یا عبور هر جزء بر روی فاز ساکن از هم جدا می کند. مثلاً جسمی که با شدت کمتری روی جاذب نگه داشته شده از وضعیت اولیه خود به

1. Chromatography      2. Tswott    3- A.J.P.Martin    4- R. L. M.Synge  
5. Stationary            6. Mobile- Fluid

سرعت دور می شود، در حالیکه جسمی که نسبت به بقیه اجزای مخلوط محکمتر جذب جسم جاذب شده است، آهسته تراز بقیه از محل خود تغییر می کند که در نتیجه تفاوت سرعت حرکت اجسام بر روی جاذب، اجزا از هم جدا می شوند. معمولاً کروماتوگرافی را به چند نوع تقسیم می کنند ولی انواع کروماتوگرافی در دو اصل با هم مشترک هستند. بدین معنی که در تمام انواع مختلف کروماتوگرافی فاز متحرک و فاز ثابت وجود دارد. براساس نوع فاز متحرک و فاز ثابت (ساکن) کروماتوگرافی را به انواع مختلف تقسیم بندی می کنند که چند نمونه از آنها عبارتند از:

### جدول 2- بعضی از انواع کروماتوگرافی

نام	نوع فاز متحرک	نوع فاز ساکن
کروماتوگرافی گاز- مایع	گاز	مایع
کروماتوگرافی گاز- جامد	گاز	جامد
کروماتوگرافی مایع- مایع (تقسیم یا مایع)	مایع	مایع
کروماتوگرافی مایع- جامد (جذب سطحی)	مایع	جامد

بحث ما در این آزمایش کروماتوگرافی روی کاغذ است که از نوع کروماتوگرافی مایع- جامد می باشد که فاز ثابت (جامد) کاغذ مخصوص کروماتوگرافی و فاز متحرک (مایع) یک حلال است. در عمل، نمونه ای از محلول که اجزای آن باید جدا شوند را به صورت یک نقطه روی کاغذ مخصوص کروماتوگرافی قرار داده و سپس لبه کاغذ را در حلال فرو می بریم بطوریکه نقطه یا نقاط نمونه محلولی را که گذاشته ایم کمی بالاتر از سطح مایع قرار داشته باشد به محض اینکه حلال کاغذ را خیس نماید، بنابر خاصیت لوله های موئین، حلال در کاغذ بالا می رود و به همراه خود مخلوط نمونه را نیز بالا می برد. هر جزء نمونه حلالیت متفاوتی در فاز متحرک دارند و بنابراین با سرعتهای مختلفی نیز به سمت بالا حرکت می کنند و در نتیجه، این امر سبب جداسازی اجزای نمونه می گردد. حلالی که در این آزمایش استفاده می شود شامل آب، کلریدریک اسید و استن می باشد.

در یک سیستم با حلال معین و فاز ثابت یکسان و در دمای ثابت، هر جزء را می توان با یک مقدار ثابت

$R_f$  (Rate of flow) مشخص کرد.  $R_f$  به صورت زیر تعریف می شود:



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

$R_f$  برای هر جزء، مقدار معینی است که به نوع کاغذ، حلال و دما بستگی دارد.

اجزای جدا شده پس از جدا شدن باید شناسایی شوند. یکی از روش های شناسایی استفاده از معرفهای شیمیایی است. معرفهای شیمیایی یا شناساگرها به طور مستقیم بر روی کاغذ کروماتوگرافی تاثیر داده می شوند. در اثر این ترکیب رنگ ظاهر می شود که نماینده جزء خاصی است. می توان از معرفهای مختلف استفاده کرد که هر یک از این معرفها فقط با یک جسم واکنش رنگی می دهد یا معرفی به کار برد که رنگهای متفاوتی با اجسام مختلف تولید می کند. در صورتیکه معرفهای مختلف رنگ یکسان با تمام اجزای یک مخلوط تولید کند، می توان روش دیگری به کار برد. به این ترتیب که  $R_f$  اجسام معین را در شرایط مساوی به دست آورده و سپس با آنچه که از آزمایش نتیجه شده است، مقایسه کرد.

مواد لازم: کلرید ریک اسید غلیظ، استون، فریک کلراید، مس سولفات، نیکل کلراید، آمونیاک، دی متیل گلی اکسیم، آب مقطر.

وسایل لازم: خط کش، مداد، کاغذ کروماتوگرافی، بشر 500 و 50 میلی لیتری، لوله موئین، استوانه مدرج 50 میلی لیتری.

در این آزمایش می خواهیم مخلوط یون های آهن (III) ( $Fe^{3+}$ )، مس ( $Cu^{2+}$ )، نیکل (II) ( $Ni^{2+}$ ) و کبالت (II) ( $Co^{2+}$ ) را از هم جدا کنیم.

شناسایی آهن: یون های آهن روی کاغذ مرطوب رنگ زنگ ایجاد می کنند که مستقیماً مرئی است و نیاز به معرف ندارد. روش دیگر شناسایی  $Fe^{3+}$  به این ترتیب است که با ترکیب فروسیانید پتاسیم  $K_4Fe(CN)_6$  تولید رسوب بسیار نامحلول به رنگ آبی تیره  $K_3Fe[Fe(CN)_6]$  می کند.

شناسایی مس:

وجود یون های مس ( $\text{Cu}^{2+}$ ) را می توان به وسیله رنگ آبی تیره کمپلکس که در اثر ترکیب با آمونیاک تشکیل می شود، یعنی کمپلکس  $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$  آشکار کرد.

روش دیگر شناسایی  $\text{Cu}^{2+}$  استفاده از یون فروسیانید  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$  می باشد که تولید کمپلکس قرمز مایل به قهوه ای با ساختار نامشخص می نماید.

شناسایی نیکل: یون های  $\text{Ni}^{2+}$  با تشکیل کمپلکس قرمز با دی متیل گلی اکسیم آشکار خواهند شد.

روش دیگر شناسایی  $\text{Ni}^{2+}$  استفاده از یون فروسیانید می باشد که تولید کمپلکس سبز بسیار کم رنگ با ساختار نامشخص می نماید.

شناسایی کبالت: به دو روش انجام می شود:

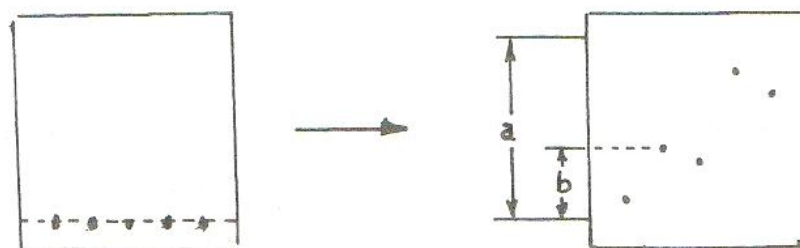
الف- در اثر حرارت کاغذ روی هیتر لکه حاوی این یون آبی رنگ می شود

ب- با یون فروسیانید رسوب سبز کم رنگ با ساختار نامشخص می دهد.

روش کار آزمایشگاهی:

در زیر هود حلال زیر را تهیه کنید:

برای تهیه حلال در یک بشر 50 میلی لیتری، 2 میلی لیتر آب مقطر، پس 4 میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ و در انتها 19 میلی لیتر استن اضافه کنید. سپس حلال تهیه شده را در یک بشر 500 میلی لیتری بریزید و دهانه بشر را محکم به وسیله یک فیلم پلاستیکی ببندید و مدتی ساکن قرار دهید تا داخل بشر از بخار حلال اشباع شود و جداسازی بهتر انجام شود. یک کاغذ صافی با ابعاد مناسب (با در نظر گرفتن ابعاد بشر محتوی حلال) در نظر بگیرید و یک خط با مداد (خودکار یا خود نویس به کار نبرید) به فاصله 2cm از لبه کاغذ بکشید. این خط مشخص کننده خط مبدأ است. با استفاده از لوله موئین که دهانه آن کمی باریک شده یک قطره از هر یک از پنج محلول لیست زیر را به روی خط مبدأ منتقل کنید (مطابق شکل 14) برای هر محلول یک لوله موئین تمیز به کار برید.



شکل 14 - کاغذ کروماتوگرافی قبل از قرار گرفتن در حلال و بعد از آن

محلول ها عبارتند از:

1- محلول شامل ترکیب  $\text{Fe}^{3+}$

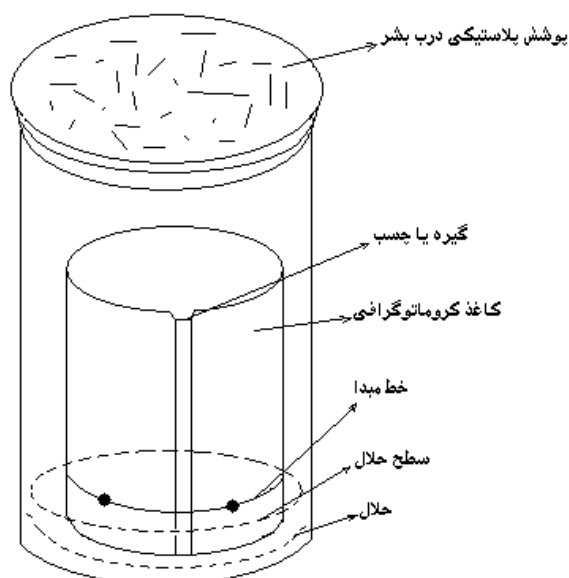
2- محلول شامل ترکیب  $\text{Cu}^{2+}$

3- محلول شامل ترکیب  $\text{Ni}^{2+}$

4- محلول شامل ترکیب  $\text{Co}^{2+}$

5- نمونه مجهول (شامل یک، دو، سه یا هر چهار یون)

پس از قرار دادن یک قطره از هر محلول روی کاغذ کروماتوگرافی بگذارید خشک شود. از سشوار نیز می توان برای خشک کردن سریع استفاده کرد. کاغذ کروماتوگرافی را به شکل استوانه در آورید بطوریکه دو لبه آن روی هم نیاید. به وسیله گیره ای دو لبه را به هم متصل کنید و داخل بشر طوری قرار دهید که خط مبدأ بالای سطح حلال قرار گیرد (مطابق شکل 15).



شکل 15- طرز قرار دادن کاغذ کروماتوگرافی در داخل بشر

پوشش پلاستیکی درب بشر را مجدداً قرار دهید و منتظر شوید تا حلال به حدود 6 تا 7 سانتی متر بالاتر از خط مبدا حرکت کند. 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 با مداد دور هر نقطه رنگی که ظاهر شد دایره بکشید و فاصله مرکز هر یک از لکه ها را تا خط مبدا و همچنین فاصله خط مبدا را تا بالاترین نقطه که حلال رسیده است، توسط خط کش مدرج و با دقت یک میلی متر اندازه بگیرید و در جدول زیر وارد کنید.

شماره مجهول ...

فاصله ای که حلال نسبت به خط مبدا طی کرده است (mm) ...

فاصله ای که هر یک از نمونه های حل شده نسبت به خط مبدا طی کرده است (mm) ...

در این آزمایش برای شناسایی سایر اجزا جدا شده (به جز آهن که به رنگ زنگ آهن است) از معرفهای ویژه ای استفاده می شود. مثلاً برای شناسایی  $\text{Cu}^{2+}$  ابتدا چند میلی لیتر محلول آمونیاک ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) توسط ظرف مخصوص روی کاغذ صافی اسپری کنید که در نتیجه آن نقاط حاوی یون  $\text{Cu}^{2+}$  به رنگ آبی در خواهد آمد. برای

شناسایی  $\text{Ni}^{2+}$  عمل اسپری کردن کاغذ کروماتوگرافی را با محلول دی متیل گلی اکسیم انجام دهید. نقاط حاوی یون  $\text{Ni}^{2+}$  به رنگ قرمز در خواهند آمد.

برای شناسایی کبالت از ترکیب پتاسیم فروسیانید استفاده می شود. نقطه حاوی این یون به رنگ سبز در خواهد آمد. کاغذ کروماتوگرافی را خشک کنید و دور نقاط رنگی جدیدی که بدست آمده است دایره‌های بکشید و  $R_f$  مربوط به این نقاط را محاسبه کنید و جدول را کامل کنید.

جدول محاسبات

شماره	رنگ	فاصله از مبدا (میلی متر)	مقدار $R_f$
1			
2			
3			
4			
5			

پرسش ها:

- 1- درجه حرارت چه تأثیری بر  $R_f$  دارد ؟ چرا؟
- 2- آیا نوع کاغذ کروماتوگرافی بر روی  $R_f$  تأثیری دارد ؟ چرا؟
- 3- مقدار  $R_f$  به چه عواملی بستگی دارد؟
- 4- اگر غلظت لکه هایی که روی کاغذ می گذارید زیاد باشد، چه حالتی پیش می آید؟
- 5- به جز کاغذ چه ماده دیگری می تواند به عنوان فاز ساکن در کروماتوگرافی عمل کند؟
- 6- کروماتوگرافی کاغذی یک روش کیفی است یا کمی ؟ توضیح دهید.
- 7- معادله واکنش های شناسایی یون های  $\text{Cu}^{2+}$  و  $\text{Fe}^{3+}$  را نوشته و موازنه کنید.

## آزمایش 10- خواص تجمعی محلول‌ها- تعیین جرم مولکولی از طریق کاهش نقطه انجماد

هدف آزمایش: آشنایی با نزول نقطه انجماد و چگونگی تأثیر مواد غیر الکترولیت بر آن و تعیین جرم مولکولی اجسام با استفاده از کاهش نقطه انجماد.

تئوری:

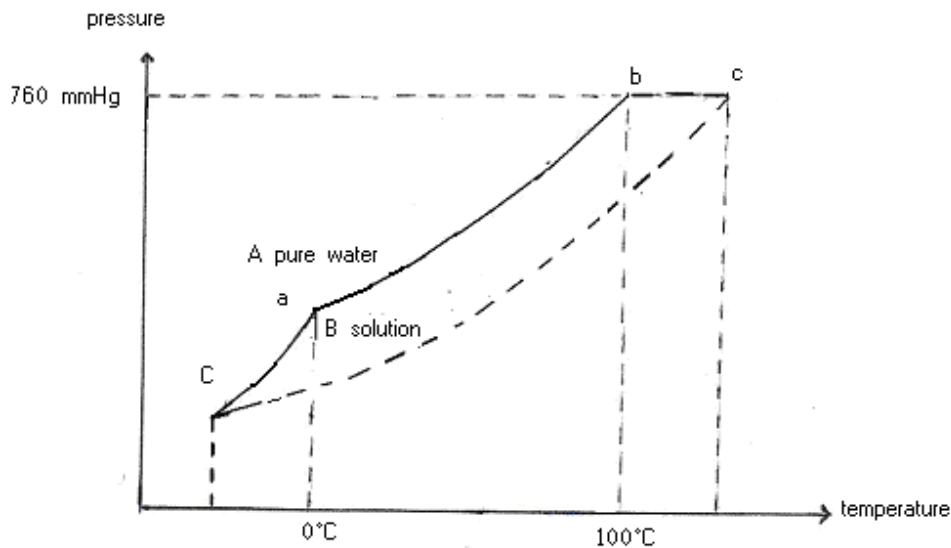
وقتی جسمی در حلالی حل می‌شود و با حلال واکنش شیمیایی نمی‌دهد، در غلظتهای کم از جسم حل شده، تغییر نقطه جوش، نقطه انجماد، فشار بخار و فشار اسمزی محلول، همگی بستگی به مقدار جسم حل شده در حلال دارد. این چهار خاصیت، عموماً به خواص کولیگاتیو یا خواص جمعی معروف هستند و به ماهیت ذرات حل شونده بستگی ندارند. این خاصیت در مورد محلول‌های حقیقی وقتی صادق می‌باشد که محلول‌های رقیق آنها را مطالعه کنیم. در مورد اجسام قطبی و یونی انحراف از این قانون بیشتر به چشم می‌خورد زیرا نیروی الکتریکی بین یون‌ها مانع از حرکت آزادانه اجزای محلول می‌شود.

مفهوم انجماد: با سرد کردن هر مایع، حرکت مولکول‌های آن به تدریج کاهش می‌یابد و سرانجام در دمای معینی، انرژی جنبشی تعدادی از مولکولها به اندازه ای کم می‌شود که نیروهای بین مولکولی می‌توانند آنها را در یک شبکه بلوری نگه دارند. در اینحالت محلول شروع به انجماد می‌کند. نقطه انجماد نرمال هر مایع دمایی است که در آن دما، مایع و جامد تحت فشار کل  $1\text{atm}$  در حال تعادلند.

گرچه یکی از ساده‌ترین روش‌هایی که می‌توان جرم مولکولی اجسام را تعیین کرد، استفاده از طیف سنجی جرمی است ولی از خواص جمعی محلول‌ها مانند کاهش فشار بخار، صعود نقطه جوش، کاهش نقطه انجماد و فشار اسمزی و... هم می‌توان جرم مولکولی را اندازه گرفت.

در اثر انحلال جسمی در یک حلال فشار بخار حلال کاهش می‌یابد و لذا باعث کاهش نقطه انجماد آن می‌شود. از موارد استفاده از این موضوع کاربرد ضد یخ در رادیاتور اتومبیل در مواقع یخبندان در زمستان است. کاهش نقطه انجماد، افزایش نقطه جوش و کاهش فشار بخار هم در مورد محلول‌های آبی و هم محلول‌های غیر آبی صادق است. به عنوان مثال، محلول اتیلن گلیکول حل شده در آب، همان رفتاری را نشان می‌دهد که محلول آسپیرین حل شده در سیکلوهگزان دارد.

تغییر فشار بخار آب و یخ با درجه حرارت بوسیله منحنی A در شکل ۱۶ نشان داده شده است.



شکل ۱۶ - تغییرات فشار بخار آب خالص و محلول با درجه حرارت

نقطه a نقطه انجماد آب و قسمتی از منحنی که با ac مشخص شده است رابطه فشار بخار و درجه حرارت را برای یخ نشان می دهد.

افزودن یک جسم حل شونده به آب فشار بخار آب را پایین می آورد. رابطه بین تغییر فشار بخار محلول با درجه حرارت بوسیله منحنی B در شکل زیر نشان داده شده است. نقطه انجماد محلول (آب و جسم حل شده) نقطه ای است که منحنی B منحنی یخ را قطع می کند. (نقطه C). در این نقطه فشار بخار معادل فشار بخار محلول شده و یخ و محلول می توانند مجاور هم وجود داشته باشند. در تمام درجات حرارت بالاتر، فشار بخار یخ بیشتر از فشار بخار محلول بوده بنابراین یخ نمی تواند وجود داشته باشد. از این رو افزودن یک جسم حل شونده به آب فشار بخار آب را پایین می آورد. وقتی فشار بخار یک مایع با فشار بخار محیط برابر شد، می جوشد. در این نقطه سرعت فرار مولکول ها از مایع به گاز باعث تشکیل جبابهایی شده که همان پدیده جوش خوانده می شود. نقطه جوش معمولی (وقتی فشار 760 mmHg است) برای آب 100 °C است. (نقطه b در شکل) چون فشار بخار یک محلول آبی پایین تر از فشار بخار آب است، بنابراین باید دمای محلول را تا درجه حرارتی بالاتر از 100 °C بالا برد تا فشار بخار آن 760 mmHg بشود.

از این رو نقطه جوش معمولی به وسیله افزودن یک جسم به حلال افزایش می یابد. (جوش محلول در نقطه  $d$  رخ می دهد) این نسبتها را می توان بدین صورت تعریف کرد:

هر گاه یک مول از هر غیر الکترولیت به  $1000 \text{ g}$  آب افزوده شود نقطه انجماد را  $1.86^\circ\text{C}$  کاهش داده و نقطه جوش را  $0.52^\circ\text{C}$  افزایش می دهد. بنابراین نزول نقطه انجماد هر محلول آبی غیر الکترولیت را می توان بوسیله ضرب غلظت بر حسب مولالیت در  $1.86$  بدست آورد و به همین ترتیب اگر مولالیت را در  $0.52$  ضرب کنیم، صعود نقطه جوش بدست می آید.

مقدار  $1.86$  را ثابت نزول نقطه انجماد مولال برای آب می نامند و با  $K_f$  نشان می دهند.  $K_f$  برای حلال های مختلف مقادیر متفاوتی دارد. مادامی که این مقدار معلوم است می توان محاسبات بالا را انجام داد و نقطه انجماد هر محلول غیر الکترولیت را تعیین کرد. شبیه همین توضیح برای ثابت صعود نقطه جوش مولال،  $K_b$ ، و برای صعود نقطه جوش بکار می رود. در جدول زیر مقادیر  $K_f$  و  $K_b$  برای چند نوع حلال داده شده است.

جدول 3- ثابتهای صعود نقطه جوش و نزول نقطه انجماد حلال

$K_f(^{\circ}\text{C m}^{-1})$	نقطه ذوب نرمال $^{\circ}\text{C}$	$K_b(^{\circ}\text{C m}^{-1})$	نقطه جوش نرمال $^{\circ}\text{C}$	حلال
1.855	0.000	0.512	100.000	آب
5.12	5.5	2.53	80.2	بنزن
3.90	16.6	3.07	118.5	اسید استیک
6.90	80.2	5.65	218.0	نفتالین
40.0	178.4	5.95	208.3	کامفور

مواد لازم: نفتالین، گوگرد

وسایل لازم: بشر  $250$  میلی لیتری، لوله آزمایش متوسط، حلقه، پایه و گیره های مربوط، چراغ الکلی یا بونزن،

ترمومتر  $0-100^\circ\text{C}$



روش کار آزمایشگاهی:

در یک لوله آزمایش در حدود 10 گرم (با دقت 0.005 گرم) نفتالین بریزید. لوله آزمایش را در داخل بشر تقریباً پر از آبی که روی حلقه نگه دارنده قرار دارد، بگذارید. توجه نمایید که سطح آب داخل بشر بایستی از سطح نفتالین داخل لوله کمی بالاتر باشد. آب را تا حدود  $90^{\circ}\text{C}$ - $85^{\circ}\text{C}$  حرارت دهید. سپس حرارت را قطع کنید. توجه نمایید اگر آب جوش آید، قسمتی از نفتالین به همراه بخار آب تبخیر و خارج می گردد. نقطه انجماد نفتالین  $80^{\circ}\text{C}$  است، لذا در دمای  $85^{\circ}\text{C}$  که بالاتر از نقطه انجماد آن است ذوب خواهد شد. پس از ذوب نفتالین توسط یک گیره لوله آزمایش را از بشر خارج کرده و با دماسنجی که در داخل آن قرار دارد، هم بزنید تا خنک شود. موقعی که به دمای انجماد جامد می رسیم تشکیل بلورها شروع می شود. در این شرایط دما ثابت می ماند تا قسمت اعظم جسم (نفتالین) منجمد شود. دمای انجماد را با دقت  $0.2^{\circ}\text{C}$  یادداشت کنید.

عمل ذوب و سرد کردن را تکرار کنید تا مقدار ثابتی برای نقطه انجماد به دست آوردید.

حال در حدود 1g پودر گوگرد را با دقت 0.005 توزین کرده و در یک لوله آزمایش بریزید. پس گوگرد را به نفتالین موجود در لوله آزمایش اضافه کنید و لوله را در حمام آبگرم حرارت دهید و محتوای آن را هم بزنید تا مایع شود. مانند دفعه قبل وقتی دما به  $90^{\circ}\text{C}$ - $85^{\circ}\text{C}$  برسد، حرارت را قطع کنید. بعد از اینکه محلول یکنواخت شد لوله آزمایش را بیرون آورید و در حالیکه هم می زنید بگذارید خنک شود. نقطه انجماد را با دقت  $0.3^{\circ}\text{C}$  اندازه گیری کرده و یادداشت کنید. آزمایش را تکرار کنید تا حداقل دوجواب مشابه به دست آورید و با اطمینان نتایج را در جدول محاسبات یادداشت کنید.

در هنگام آزمایش به نکات زیر توجه کنید:

- 1- لوله آزمایش را مستقیماً با شعله حرارت ندهید زیرا بخار نفتالین آتشگیر است. برای این منظور بشر را تقریباً پر از آب کرده و روی چراغ بونزن قرار دهید و سپس لوله آزمایش را داخل آن قرار دهید.
- 2- پس از پایان کار مخلوط گوگرد- نفتالین را در ظرفشویی نریزید بلکه آن را در ظرف مخصوصی که به این منظور در آزمایشگاه وجود دارد، خالی کنید.
- 3- از آنجایی که مخلوط گوگرد- نفتالین غیر قطبی است لذا برای شستن لوله حاوی این مخلوط از یک حلال غیر قطبی مانند استون استفاده کنید.

محاسبات:

چون میزان کاهش نقطه انجماد بستگی به تعداد ذرات اجسام حل شونده دارد، بنابراین به تعداد مول های اجسام حل شونده بستگی خواهد داشت. تعداد مول های اجسام حل شونده در جرم معینی از حلال بر حسب مولالیت بیان می گردد. مولالیت یک محلول عبارت است از تعداد مول های جسم حل شونده در 1000 گرم از حلال یا تعداد میلی مول های جسم حل شونده در هر گرم از حلال. بنابر آنچه گفته شد، اگر مقدار معینی از یک جسم در مقدار مشخصی از حلال حل شود، نقطه انجماد محلول پایین تر از نقطه انجماد حلال خالص خواهد بود و یا

$$\Delta t_f = t_f^0 - t_f = K_f \cdot m \quad (1)$$

در این رابطه:

 $t_f^0$ : نقطه انجماد حلال کاملاً خالص $t_f$ : نقطه انجماد محلول $K_f$ : ثابت کاهش نقطه انجماد حلال که از مشخصات حلال است. $m$ : مولالیت یا تعداد مول های حل شونده در 1000 گرم از حلال $\Delta t_f$ : کاهش نقطه انجماد، حاصل از گوگرد در نفتالین را اندازه گیری کنید.

جدول محاسبات

وزن اولیه نفتالین (g)	نقطه ذوب نفتالین (1)	نقطه ذوب نفتالین (2)	نقطه ذوب متوسط
وزن گوگرد (g)	نقطه ذوب گوگرد + نفتالین (1)	نقطه ذوب گوگرد + نفتالین (2)	نقطه ذوب متوسط گوگرد + نفتالین

نکته: در مورد محلول هایی که شامل مواد حل شونده غیر فرار یونی هستند بایستی در رابطه (1) ضریب وانتهوف (i) را وارد کنیم. ضریب وانتهوف در مورد محلول های رقیق این مواد برابر با عده یون ها در واحد فرمولی آن ماده است ولی در مورد محلول های غلیظ به دلیل جاذبه بین یون ها کمی با این عدد اختلاف دارد.

$$\Delta t_f = t_f^0 - t_f = i \cdot K_f \cdot m$$

رابطه بین جرم مولکولی جسم حل شونده و مولالیت به صورت زیر است:

$$M = \frac{g(\text{solute}) \cdot 1000}{m \cdot g(\text{solvent})} \quad (2)$$

در رابطه فوق،  $g(\text{solute})$ ، وزن جسم حل شونده بر حسب گرم،  $g(\text{solvent})$ ، وزن حلال بر حسب گرم،  $m$ ، مولالیت و  $M$ ، جرم مولکولی جسم حل شونده می باشد.

به این نکته توجه داشته باشید که جرم مولکولی یا جرم مولار برابر است با ضربی از جرم اتمی گوگرد یعنی 32.06.

پرسش ها:

- 1- نقطه فوق انجماد (supper cooling) را تعریف کنید.
  - 2- نزول نقطه انجماد محلول ۱ مولال پتاس، الکل و کلرید کلسیم را با هم مقایسه کنید.
  - 3- از حل کردن X گرم از یک نمک فلز دو ظرفیتی کلرید ( $MCl_2$ ) با جرم مولکولی 112، در 15 میلی لیتر آب مقطر، نزول نقطه انجماد 3 درجه است.
- الف- عدد وانتهوف را مشخص کنید.
- ب- مقدار X را محاسبه کنید.

## رفرنس

- ۱- آزمایشگاه شیمی عمومی ، محمد رزمجو، ۱۳۷۵، مرکز دانشگاه صنعتی امیر کبیر
- ۲- دستور کار آزمایشگاه شیمی عمومی ۱ ، دکتر محمد رضا سعیدی- سیروس خواجه پور، ۱۳۷۶ ، مرکز

## نشر دانشگاهی

- ۳- شیمی عمومی ۱ ، مورتیمر ، ۱۳۸۵، مرکز نشر علوم دانشگاهی
- ۴- شیمی عمومی ۲ ، مورتیمر، ۱۳۸۵، مرکز نشر علوم دانشگاهی