



دستورکار آزمایشگاه شیمی عمومی

دانشکده شیمی

فهرست مطالب

| صفحه | مطالب |
|------|---|
| ۳ | تذکرات |
| ۷ | عملیات آزمایشگاهی |
| ۱۲ | تعاریف |
| ۱۵ | آزمایش ۱ استیو کیومتری |
| ۱۹ | آزمایش ۲ تیتراسیون اسید و باز |
| ۲۴ | آزمایش ۳ تجزیه محلول پر اکسید هیدروژن |
| ۲۷ | آزمایش ۴ تجزیه کمی نمونه سولفات |
| ۳۲ | آزمایش ۵ تجزیه کیفی کاتیونهای نقره، جیوه، روی و کادمیوم |
| ۳۶ | آزمایش ۶ عناصر قلیایی و قلیائی خاکی |

تذکرات لازم

- ۱- به منظور نتیجه گیری بهتر در آزمایشگاه دستور کار مربوط به آن روز را دقیقاً مطالعه کرده و در صورت امکان برای اطلاع بیشتر در مورد آزمایش مورد نظر از منابع دیگر نیز استفاده نمائید.
- ۲- در هنگام ورود به آزمایشگاه یک دفترچه یادداشت به همراه داشته باشید و شرح آزمایش، مشاهدات عملیات، محاسبات و... را در آن بنویسید.
- ۳- بدون روپوش و عینک ایمنی در آزمایشگاه حاضر نشوید.
- ۴- در هنگام کار با صحبت‌های بی‌مورد مانع کار دیگران و مختل شدن نظم آزمایشگاه نشوید.
- ۵- در پایان هر آزمایش میز کار و وسایل بکار گرفته شده را کاملاً تمییز و مواد اولیه مورد استفاده را بجای خود برگردانید.
- ۶- چون وسایل آزمایشگاهی متعلق به دوره خاصی نیست و باید سالهای متمادی مورد استفاده سایر دانشجویان قرار گیرد در نگهداری آنها دقت را بکار برید، بدیهی است چنانچه وسیله‌ای در اثر بی احتیاطی خراب یا شکست شود دانشجو موظف به تهیه آن وسیله خواهد بود.

تهیه و تنظیم گزارش کار

هر دانشجو بطور انفرادی برای هر جلسه آزمایش بایستی یک گزارش کار تهیه نموده و حداکثر تا جلسه بعدی تحویل مسئول آزمایشگاه بدهد و بدون تحویل بموقع آن حق شرکت در جلسه بعدی را نخواهد داشت این گزارش کار شامل مواد زیر خواهد بود:

- ۱- مقدمه‌ای در مورد آزمایش که شامل عنوان و بحث مختصری در مورد تئوری آزمایش می

باشد.

۲- شرح مختصری در مورد آزمایش و ذکر مشکلات مشاهده شده در طول آزمایش

۳- بحث روی نتایج به دست آمده و بررسی خطاهای آزمایش

۴- شرح موارد کاربرد آزمایش و پیشنهاد برای روشهای دیگر.

ارزشیابی

نمره آزمایشگاهی دانشجو براساس طرز کار حضور فعال وی در آزمایشگاه میزان بحث علمی

دانشجو در طول آزمایش با مسئولان آزمایشگاه و چگونگی تنظیم و ارائه گزارش کار خواهد بود.

توجه - در صورت غیبت غیر موجه در آزمایشگاه نمره مربوط به آن جلسه صفر خواهد بود و

در صورتی که غیبت غیر موجه بیشتر از یک چهارم کل جلسات ادامه یابد واحد آزمایشگاهی ناتمام

خواهد ماند.

پیشگیری های لازم

در موقع ورود به آزمایشگاه ابتدا با محل و طرز کار وسایل ایمنی نظیر جعبه کمکهای اولیه

وسایل آتش نشانی و... آشنا شوید تا در صورت لزوم بتوانید بدون اتلاف وقت شخصا از آنها استفاده

نمائید. هرگز در موقع جوشاندن لوله آزمایش را بطرف خود و همکارانتان نگیرید.

احتیاط های لازم برای ایمنی

۱- نظر به اینکه در تمام مدت آزمایش سلامتی شما بستگی به طرز کار و رعایت قوانین

آزمایشگاهی دارد لذا سعی کنید از دست زدن به کارهای غیر مجاز خودداری نمائید رعایت قوانین

آزمایشگاه که در زیر به آن اشاره شده است از حوادث و خطرات احتمالی جلوگیری می نماید.

۲- کلیه حوادثی را که اتفاق می افتد فوراً به مسئول آزمایشگاه حتی اگر هم جزئی بود گزارش دهید. از دست زدن به ظروف شیشه‌ای داغ خودداری کنید زیرا این ظروف گرمای خود را به کندی از دست می دهند.

۳- در موقع جوشاندن لوله آزمایش را بطرف خود و همکارانشان نگیرد زیرا ممکن است در حین گرم کردن مایع داخل لوله بشدت پاشیده شود.

۴- در موقع رقیق کردن سولفوریک اسید غلیظ به آهستگی و یا بهم زدن اسید را وارد آب مینمائید و از ریختن آب بر روی اسید خودداری کنید زیرا گرمای تولید شده در این حالت زیاد بوده و باعث تبخیر ناگهانی آب گشته و موجب پاشیدن اسید به خارج می گردد.

۵- اسید یا باز را اگر در محلی ریخته شد، به طریق زیر خنثی کنید: در صورتیکه لباس به اسید آغشته شده بود با آمونیاک رقیق آنرا خنثی کنید و اگر به باز آغشته شد با اسید استیک رقیق و سپس با آمونیاک رقیق خنثی کنید در صورتیکه اسید یا باز بر روی میز و یا زمین ریخت، با مقداری زیادی آب آنرا بشویید برای از بین بردن مواد خورنده پوست از مقدار زیاد آب استفاده کنید و از مسئول آزمایشگاه کمک بخواهید.

۶- همیشه وسط لوله نزدیک به چوب پنبه را با پارچه‌ای گرفته و با حرکت چرخشی و چرب کردن لوله آنرا در داخل چوب پنبه بنمائید.

۷- وقتی که می خواهید لوله شیشه‌ای را داخل سوراخ چوب پنبه بنمائید می بایست سر لوله را چرب نموده و چوب پنبه را تر بنمائید (در صورتیکه استفاده از آب برای آزمایش مجاز نباشد از تر کردن چوب پنبه خودداری کنید) در موقع داخل کردن لوله قسمت نزدیک چوب پنبه را گرفته و با حرکت چرخشی آنرا بداخل سوراخ چوب پنبه فرو کنید. به همین طریق می توانید قیف، دماسنج و غیره را وارد سوراخ چوب پنبه نمائید.

۸- هیچ کدام از مواد یا محلولهای شیمیائی را نجشید زیرا احتمال دارد که سمی بودن مواد یا محلولها بر روی شیشه آنها قید نشده باشد در صورت خوردن مواد شیمیائی فوراً به مسئول آزمایشگاه مراجعه نمائید.

۹- هر گاه می خواهید بوی محلولی را بفهمید از تنفس مستقیم بخارات مزبور خودداری نمائید بلکه در فاصله معین بخارات مزبور را با دست به طرف بخارات بینی هدایت کرده و استشمام نمائید.

۱۰- آزمایشهایی را که تولید مواد و یا بخارات می کنند. میبایست در زیر هود انجام گیرد این عمل باعث جلوگیری از پخش گاز و سموم در آزمایشگاه می گردد.

۱۱- در تمام مدت در آزمایشگاه از روپوش استفاده نمائید تا از پاره شدن و آلودگی شیمیایی لباسهای شما جلوگیری شود.

قوانین آزمایشگاه

۱- پس از پایان کار کلیه وسایل و ظروف مورد استفاده را خشک و تمیز کرده و تحویل دهید، میز کار آزمایشگاه را خوب شسته و تمیز نمائید.

۲- کلیه مواد دور ریختنی و کاغذهای صافی و یا معرف را در کانالهای دستشوئی نریزید محلولهای غیر لازم را در دستشوئی ریخته بلافاصله با آب بشوئید زیرا اسیدها و نمکهای نقره و مس و جیوه خاصیت خوردگی داشته و باعث از بین رفتن لولهها مخصوصاً لولههای سربی می گردد.

۳- شیشه‌های محلولهای عمومی که محل معینی دارند را همیشه در جای خود بگذارید و از انتقال آنها خودداری نمائید برای حمل محلولها از لوله‌های آزمایش تمیز و برای مواد جامد از بشر، شیشه، ساعت و یا کاغذ چهار گوش استفاده کنید.

۴- قبل از برداشتن مواد از شیشه آنرا با دقت بخوانید.

۵- از معرف‌ها به اندازه مورد احتیاج بردارید.

۶- هیچ گاه مواد شیمیائی استفاده شده را به شیشه اصلی باز نگردانید.

۷- پیپت و یا قطره چکان خود را به داخل شیشه‌های محلول فرو نبرید.

۸- هیچگاه در شیشه‌های محلول را روی میز نگذارید چون امکان آلودگی دارد که انتقال آن

باعث آلودگی محلول می گردد.

۹- استوانه مدرج و شیشه‌ها را گرم نکنید چون به آسانی می شکنند در موقع گرم کردن محلولها

در لوله آزمایش نباید قسمت سطح بالای محلول را حرارت دهید زیرا باعث شکستن لوله می شود

ظرف های چینی مقاومت زیادی در مقابل حرارت داشته و می توان از آنها در حرارتهای زیاد استفاده

نمود. در موقع حرارت دادن مستقیم ظروف آنها را به طور متناوب گرم نمایید و از حرارت دادن شدید

در ابتدا خودداری نمائید.

عملیات آزمایشگاهی

۱- روش استفاده از چراغ گاز

الف- روشن کردن چراغ گاز بونزن

اساس کار در تمام چراغها یکسان است و تنها از نظر ظاهر و تنظیم کار و هوا با هم مختصر تفاوتی دارند قسمتهای مختلف یک چراغ گاز در (شکل ۲) شرح داده شده:

۱- ابتدا کبریتی را در کنار دهانه لوله چراغ روشن کنید.

۲- شیر اصلی را باز کنید.

۳- به وسیله استوانه محرک تنظیم ورود هوا شعله گاز را منظم نمائید تا جریان هوا اکسیژن کافی به گاز برساند.

ترکیب گاز - گاز طبیعی شامل $95/2\%$ متان CH_4 و اتان C_2H_6 و $1/3\%$ هیدروکربورهای دیگر ازت و $2/0\%$ دی اکسید کربن CO_2 است.

ساختمان شعله:

در یک شعله سه قسمت متمایز تشخیص داده می شود

الف- قسمت مخروطی شکل داخل به رنگ قرمز که دمای آن حدود $520-300$ می باشد در این قسمت گازهائی مانند منواکسید CO و H و کربن حاصل از تجزیه (هیدروکربون) موجود است چون این گازها هنوز قابل سوختن هستند چنانچه یک لوله شیشه‌ای مطابق (شکل الف) قرار دهیم این گازها در اثر شعله می سوزند چون منواکسید کربن هیدروژن و کربن احیاء کننده هستند. این قسمت از شعله را منطقه احیا می نامند، اگر یک میله فلزی را در این قسمت برای چند ثانیه قرار دهید کمی سیاه می شود.

ب- قسمت مخروطی میانی که قسمت الف را پوشانده و رنگ آن متمایل به آبی است. در این قسمت اکسیژن کافی به مواد سوختنی می رسد و درجه حرارت آن حدود 1100 درجه سانتی گراد است.

ج- قسمت مخروط بیرونی که سفید رنگ (آبی خیلی روشن) و درجه حرارت ۱۵۱۰-۱۵۰۰ و آن را منطقه اکسیداسیون می‌نامند. چون اکسیژن هوا در این قسمت فراوان است و واکنشهای سوختن کامل صورت می‌گیرد و در نتیجه حداکثر درجه حرارت در این قسمت (بالای شعله) است.

۳- طرز استفاده از محلولهای شیشه‌ای

در موقع حمل محلولهای شیمیایی مواظب اطرافیان خود باشید و بیشتر از احتیاج خود بردارید هرگز مواد شیمیایی را به شیشه اصلی بازنگردانید هیچ گاه در شیشه‌های محلول را روی میز نگذارید پیت و قطره چکان را داخل محلول خود نکنید، وقتی محلول یا ماده شیمیایی بیرون ریخت فوراً آن را تمیز نمائید.

۴- شستشوی ظرف شیشه‌ای

اغلب ظروف به آسانی تمیز می‌شوند ابتدا ظروف را با صابون سپس با آب و در آخر با آب مقطر بشوئید لوله آزمایش را با برس بشوئید و مواظب باشید که فلز سربرس بیرون نباشد در صورتی که لوله آزمایش را با آب تمیز نکردید به ترتیب می‌توان از نیتریک اسید رقیق غلیظ و سولفوریک اسید و نیز آب استفاده نمود.

۵- جدا کردن رسوب

رسوب را از محلول به سه طریق میتوان جدا نمود:

۱- صاف نمودن: ساده ترین نوع استفاده از قیف و کاغذ صافی می باشد در صورتیکه دانه‌های رسوب خیلی ریز باشد بطوریکه از کاغذ صافی رد شود باید آنرا در محلول خود مدتی به حال خود گذاشت و یا اینکه آنرا گرم نمود، این عمل باعث درشت شد دانه‌های رسوب می گردد برای شستشوی رسوب بهتر است چندین بار با مقادیر کمی آب بشوئید.

۲- دکانت کردن (سرریز کردن): اگر رسوب در محلول به صورت معلق باشد ابتدا آن را مدتی به حال خود می گذارید تا ته نشین شود سپس محلول زلال روی رسوب را با دقت خارج می نمائید سپس به رسوب آب اضافه می کنید و پس از مدتی دوباره محلول روی رسوب را خارج می نمائید این عمل می بایست چندین بار تکرار گردد.

۳- سانتریفوژ: بهترین روش صاف نمودن استفاده از سانتریفوژ است در این عمل نیروی گریز از مرکز جانشین نیروی نقل شده و رسوب بخوبی از محلول جدا می گردد.

۶- استفاده از ترازو:

در موقع استفاده از ترازو به نکات زیر توجه نمائید:

- ۱- برای آزاد کردن ترازو دکمه مربوطه استفاده می کنید ولی به آن ضربه وارد نیاورید.
- ۲- در هنگام گذاردن و برداشتن وزنه و یا ظرف به داخل کپه‌های ترازو کپه نباید آزاد باشد.
- ۳- هیچ گاه مواد را به طور مستقیم به داخل ترازو نگذارید برای این منظور کاغذ یا بشر و یا بوتله‌های چینی استفاده کنید.
- ۴- هیچ گاه ظروف را در حالت داخل و حتی گرم وزن ننمائید چون جریان هوای ایجاد شده باعث نوسان کپه‌های ترازو می گردد.
- ۵- برای توزین دقیق همیشه پس از پایان هر توزین در ترازو را ببندید.

۶- برای هر تغییر در میزان کردن ترازو از مسئول آزمایشگاه کمک بخواهید.

تبصره:

اندازه‌های استوانه‌های مدرج خیلی دقیق نبوده و باید برای آزمایشهای خیلی دقیق از این گونه ظروف استفاده نشود. برای آزمایشهای شیمیایی نباید از استوانه‌های مدرج استفاده نمود و یا آن را حرارت داد زیرا به آسانی می‌شکنند برای مقادیر کم از استوانه‌های مدرج کوچک می‌بایست استفاده نمود.

طرز خواندن سطح مایع: برای خواندن مایع اغلب می‌بایست سطح پائین مایع را خواند چشم باید هم سطح مایع باشد گزاردن یک کاغذ در پشت ظرف به خواندن صحیح می‌کند.

تعاریف

غلظت محلولها:

غلظت یک جسم حل شدنی^۱ را در محلولهای می توان به روش های مختلف بیان کرد.

۱- درصد وزنی:

مقدار گرم جسم حل شدنی را در ۱۰۰ گرم از محلول ۱۰ درصد H_2SO_4 حاوی ۱۰ گرم

H_2SO_4 و ۹۰g آب می شود.

۲- مول جزئی (x) یک ترکیب در یک محلول عبارت است از نسبت تعداد مولهای همان

ترکیب بر تعداد کل مولهای موجود در محلول

۳- ملاریته (M):

ملاریته یک محلول عبارت است از تعداد مولهای جسم حل شدنی در لیتر محلول؛ مثلاً از

افزایش آب به ۶ مول H_2SO_4 ($6 \times 98/80 = 588/48$ g) و رساندن حجم آن به یک لیتر می توان

محلول 6M اسید سولفوریک تهیه کرد. برای تهیه محلول لازم است مقدار مشخص از جسم را در

داخل بالن ژوژه قرار داده و با افزایش آب مقطر حجم آن را به خط نشانه رساند (به طوری که سطح

مقطر محلول مماس بر خط نشانه باشد).

۴- نرمالیه (N)

نرمالیه عبارتست از تعداد هم ارز گرم های^۳ جسم حل شدنی در یک لیتر محلول. وزن هم ارز

گرم هر ترکیب بستگی به فعل و انفعالی دارد که در آن شرکت کرده است؛ مثلاً اگر اسید سولفوریک

¹ Solute

² Mole fraction

³ Equivalent grams

در واکنش خنثی کردن به کار رود وزن هم ارز گرم آن معادل نصف وزن ملکولی آن است. پس یک مول برابر ۲ هم ارز گرم و یا محلول آن 2N است و یا محلول $KMnO_4$ که در فعل و انفعال اکسیداسیون - احیاء شرکت می کند، وزن هم ارز آن معادل $\frac{1}{5}$ وزن مولکولی آن می باشد در واقع:

$$\text{ظرفیت (یا تغییر ظرفیت)} = \frac{\text{وزن مولکولی}}{\text{وزن هم ارز}}$$

۵- ملالیت (m)

ملالیته یک محلول عبارتست از تعداد مولهای جسم حل شدنی در ۱۰۰۰ گرم حلال. بنابراین محلول 1m اسید سولفوریک را می توان از افزایش ۹۸/۰۸ گرم اسید سولفوریک به ۱۰۰۰ گرم آب تهیه کرد و حجم نهایی محلول هم مورد نظر نیست. از این رو محلولهای یک ملال ترکیبات مختلف دارای حجمهای متفاوتی نیز می باشند. ملالیته محلولهای خیلی رقیق را می توان تقریباً معادل مولاریته آن ها به حساب آورد.

تجزیه حجمی:

غلظت محلولهای داده شده (N,M) چنانچه مشخص باشد می توان تعداد هم ارز گرم و تعداد مولهای آن را محاسبه کرد یعنی:

$$V.M = \text{تعداد مولهای جسم حل شدنی در نمونه}$$

$$V.N = \text{تعداد هم ارز گرم جسم حل شدنی در نمونه}$$

که برحسب لیتر می باشد و محاسبه این فعل و انفعالها چنانچه غلظت محلولها برحسب نرمالیت بیان شود بسیار ساده خواهد بود زیرا یک هم ارز گرم از یک ماده دقیقاً با یک هم ارز گرم از

ماده دیگر ترکیب خواهد شد؛ از این رو یک هم ارز گرم از ماده ۱ با یک هم ارز گرم از ماده ۲ ترکیب می شود و $n_1 = n_2$ است.

نظر به این که n_1 برای ماده ۱ برابر است با حاصل ضرب به نرمالیتته ۱ در حجم آن (برحسب لیتر)

$$N_1 = V_1 N$$

و به همین دلیل برای ماده ۲ برابر است با: $n_2 = V_2 N_2$

پس می توان رابطه زیر را نتیجه گرفت: $N_1 V_1 = N_2 V_2$

که در این معادله به خصوص تفاوتی نمی کند که V برحسب چه واحدی باشد (لیتر و میلی لیتر و غیره)

معرفها^۱

معرف ها عبارتند از ترکیبات آلی با ساختمان پیچیده که رنگ محلول آنها در pHهای مختلف تغییر می کند؛ برای مثال متیل اورانژ در محلولهای با pH پائین تر از ۳/۱ قرمز رنگ و در محلولهای با pH بالاتر از ۴/۵ زرد رنگ و این معرف در حد فاصل pH ۴/۵-۳/۱ مخلوطی از قرمز و زرد می باشد. معرف ها اسیدها و بازهای ضعیفی هستند که به شدت رنگین می باشند و فقط کافی است که چند قطره از محلول آنها به کار رود. از این رو اسیدیته محلول با افزایش چند قطره آن تغییر مهمی نخواهد کرد.

¹ Indicators

آزمایش ۱

استئوکیومتری

مواد لازم:

کلرات پتاسیم: یک گرم

دی اکسید منگنز: نیم گرم

مخلوط نامعلوم: یک گرم

استئوکیومتری عبارتست از روابط جرمی در فرمول‌ها و فعل و انفعالات شیمیائی. شما در این آزمایش استئوکیومتری کلرات پتاسیم را بررسی کرده و از نتایج آن برای تجزیه مخلوط کلرور پتاسیم و کلرات پتاسیم استفاده می‌کنید. ترکیب کلرات پتاسیم شامل پتاسیم، کلر، اکسیژن می‌باشد و وقتی که آنرا به شدت حرارت دهند تجزیه شده تمام اکسیژن آن خارج می‌شود پتاسیم و کلر هم به فرم ترکیب کلرور پتاسیم باقی می‌مانند. اگر مخلوطی از کلرات پتاسیم و کلرور پتاسیم را حرارت دهید مقدار کمبود وزن مربوط به اکسیژن خارج شده از کلرات پتاسیم می‌باشد. بدین جهت می‌توانید مقدار کلرات پتاسیم موجود در مخلوط اولیه را محاسبه کنید.

برای کند کردن عمل تجزیه شدن باید به آن دی اکسید منگنز (کاتالیزور) اضافه کرد مقدار دی

اکسید منگنز ثابت باقی خواهد ماند.

روش کار:

الف: به لوله آزمایش خشک و تمیز مقدار کمی (نیم گرم) دی اکسید منگنز اضافه کنید لوله آزمایش را به اضافه دی اکسید منگنز با ترازوی الکتریکی توزین کنید به همان لوله آزمایش ۱ گرم کلرات پتاسیم اضافه کرده و مجدداً با همان ترازو توزین کنید. لوله آزمایش را به آرامی تکان داده تا خوب مخلوط شوند سپس آن را به گیره‌ای که به پایه متصل است با زاویه‌ای ۴۵ درجه ببندید. سپس به آرامی توسط چراغ گاز حرارت دهید پس از ذوب شدن جسم جامد شعله را زیاد کرده و به شدت حدود ۱۰ دقیقه حرارت دهید حال لوله را بگذارید خنک شود و دوباره توزیع کنید مشاهدات قسمت الف را پر کنید.

ب: به یک لوله آزمایش خشک و تمیز دیگر نیم گرم دی اکسید منگنز اضافه کرده و آن را با ترازوی الکتریکی توزین کنید، مخلوط نامعلوم را از کارشناس آزمایشگاه بگیرید و حدود یک گرم از این مخلوط را به لوله آزمایش اضافه کرده و مجدداً توزین کنید پس از مخلوط کردن مواد در لوله همان طوری که در قسمت الف شرح داده شد حرارت دهید و پس از سرد شدن دوباره توزین کنید مشاهدات قسمت ب را پر کنید.

مشاهدات:

الف) وزن لوله آزمایش + کاتالیزور:

وزن لوله آزمایش + کاتالیزور + کلرات پتاسیم:

وزن لوله آزمایش + کاتالیزور + باقیمانده:

ب) وزن لوله آزمایش + کاتالیزور:

وزن لوله آزمایش + کاتالیزور + مخلوط نامعلوم:

وزن لوله آزمایش + کاتالیزور + باقیمانده:

نتایج:

الف) وزن اکسیژن آزاد شده:

وزن کلرور پتاسیم باقیمانده:

تعداد اتم گرم‌های اکسیژن آزاد شده:

تعداد مولهای KCl:

تعداد اتم گرم‌های K در نمونه اولیه:

تعداد اتم گرم‌های C در نمونه اولیه:

تعداد اتم گرم‌های O در نمونه اولیه:

فرمول ساده کلرات پتاسیم:

ب) وزن مخلوط نامعلوم:

وزن اکسیژن متصاعده:

تعداد اتم گرم‌های اکسیژن آزاد شده:

تعداد مولهای کلرات پتاسیم تجزیه شده:

وزن کلرات پتاسیم در نمونه نامعلوم:

درصد وزنی کلرات پتاسیم در نمونه نامعلوم:

قید شماره نمونه نامعلوم (مجهول)

سوالات

- ۱- چرا در این آزمایش لازم نیست کاتالیزور را توزین کنید؟
- ۲- فرض کنید که در قسمت الف این آزمایش حرارت کافی برای تجزیه کلرات پتاسیم نداده باشید در نتیجه قسمت الف چه تغییراتی ایجاد میشود؟
و اگر همین اشکال برای قسمت ب باشد چه تاثیری در جواب قسمت ب دارد؟ با دلیل مطلب را توجیه کنید.
- ۳- فرض کنید که در قسمت الف این آزمایش مقداری از کاتالیزور هم اکسیژن خود را از دست بدهد در این صورت چه تاثیری در نتایج کار الف و ب خواهد داشت؟ توضیح دهید.
- ۴- اگر مقدار ۰/۵۷۹۴ گرم از اکسید فلز M تجزیه شود مقدار ۰/۰۴۰۰ گرم از اکسیژن خود را از دست می‌دهد در تجزیه کامل مخلوطی که شامل ۳۵ درصد وزنی فلز و ۶۵ درصد وزنی اکسید فلز می‌باشد چند درصد وزنی کم می‌شود.
- ۵- هنگامی که اکسید K_2O در اکسیژن حرارت داده میشود تعداد اکسیژن‌های آن بالا می‌رود و اکسید دیگری تشکیل میشود ساده ترین فرمول اکسید حاصل را در صورتی که جرمش ۱۵۱ درصد جرم اکسید اولیه باشد تعیین کنید.

آزمایش ۲

تیتراسیون اسید باز

مواد لازم:

NaOH تقریباً معادل ۱ نرمال

M1 محلول فنل فتالین

۷۵ میلی لیتر H_2SO_4 با نرمالیه نامعلوم

۷۵ میلی لیتر H_2SO_4 استاندارد (تقریباً $0.1N=0.05M$)

۳۰۰ میلی لیتر آب مقطر

یک هم ارزگرم از هر اسید یک هم ارزگرم از هر باز را خنثی می کند، در این آزمایش اسیدی به نرمالیه نامعلوم به شما داده می شود که نرمالیه آن را به وسیله تیتراسیون تعیین می کنید. یعنی با اندازه گیری حجمی از آن برای خنثی کردن حجم مشخصی از یک باز با غلظت معلوم لازم است. برای آنکه دریابید در چه نقطه‌ای عمل خنثی شدن اتفاق می افتد، می توانید معرفی مانند فنل فتالین را که تغییر رنگ آن از بی رنگ، در محیط اسیدی به صورتی (در محیط بازی) است به کار برید چنانچه اگر به طور مداوم محلول باز به محلول اسید در حضور فنل فتالین اضافه شود نقطه‌ای که رنگ صورتی ثابت ظاهر شود نقطه خنثی شدن است در این نقطه که معمولاً آن را نقطه پایان عمل می نامند تعداد هم ارزگرم های اسید و باز ترکیب شده با یکدیگر مساوی است. با اندازه گیری حجم های هر دو محلول و دانستن نرمالیه یکی از آنها می توان نرمالیه دیگری را محاسبه کرد.

ابتدا در این آزمایش محلول هیدروکسید سدیم (باز) را تهیه می‌کنید و نرمالیتته دقیق آن را به وسیله تیتراژ کردن با محلول اسید استاندارد به دست می‌آورید، سپس همین محلول باز را برای تعیین کردن نرمالیتته اسید مجهول مورد استفاده قرار می‌دهید.

روش کار:

الف) بورتی مطابق دستور آماده کنید یک بشر ۵۰ میلی لیتری را تمیز و خشک کنید و سپس حدود سه چهارم آن را از محلول اکسید سولفوریک استاندارد که غلظت آن روی شیشه‌اش نوشته شده است پر کنید بورت را یکبار با آب مقطر و دوبار با مقدار کمی حدود ۵ میلی لیتر از اسید استاندارد بشویید.

سپس بورت را از محلول اسید پر کنید دقت کنید که حباب هوا در شیر بورت نباشد (شیر بورت را باز کنید تا حباب هوا خارج می‌شود) حجم اولیه بورت را با دقت یک دهم میلی لیتر یادداشت کنید. ۱۵ میلی لیتر از محلول اسید را به یک ارلن تمیز اضافه کنید و روی آن علامت بگذارید به همین ترتیب به دو ارلن تمیز دیگر مقدار ۱۵ میلی لیتر اسید اضافه کرده و آنها را با دو و سه علامت گذاری کنید. به هر یک از ارلن‌ها در حدود ۳۵ میلی لیتر آب مقطر (بوسیله استوانه مدرج) و دو قطره محلول فتالئین اضافه کنید.

محلولی به این ترتیب تهیه کنید (تقریباً ۰/۱M) بوسیله استوانه مدرج ۲۵ میلی لیتر محلول سود یک مولار را از شیشه برداشته و به آن ۱۷۵ میلی لیتر آب مقطر اضافه کنید آنرا به هم بزنید تا کاملاً مخلوط شود اسید را از بورت خارج کنید، بورت را یک بار با آب مقطر و دوبار با مقادیر ۵ میلی لیتر محلول سود رقیق بشویید، بورت را با سود رقیق پر کنید، منتهی اولین محلول را فقط برای تشخیص تقریبی نقطه پایان عمل برای دو محلول دیگر بکار برید محلول سود را به ارلن اول اضافه کنید و به

شدت تکان دهید (با دست راست بالای ارلن را بگیرد و بچرخانید همزمان با این کار با دست چپ شیر بورت را کنترل کنید) تا رنگ صورتی ثابت ظاهر شود اگر قطعه کاغذ سفید زیر ارلن مایر بگذارید رنگ محلول را بهتر تشخیص خواهید داد حجم بورت را یادداشت کنید سپس محلول دو و سه اسید استاندارد را به دقت بدین ترتیب تیتراژ کنید ابتدا شیر بورت را باز کنید تا نه دهم حجم سود مصرفی (مقدار سود مصرف شده برای محلول شماره ۱) را در ارلن بریزید و در ضمن آنرا تکان دهید قطره قطره سود اضافه کنید تا رنگ صورتی ثابت ایجاد شود حجم بورت را یادداشت کنید.

ب) از کارشناس آزمایشگاه محلول اسید سولفوریک نامعلوم را بگیرید بورت را یکبار با آب مقطر و دوبار با مقدار ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک مجهول بشوئید سپس آنرا با اسید سولفوریک مجهول پر کنید. پس از آنکه ارلن‌ها را با آب مقطر شستشو دادید هر یک از ارلن‌ها مقدار ۱۵ میلی - لیتر اسید سولفوریک نامعلوم بریزید و دو قطره معرف و ۲۵ میلی لیتر آب مقطر اضافه کنید و مطابق قسمت الف محلول اسید را با محلول سود تیتراژ کنید نرمالیه اسید نامعلوم را به کارشناس آزمایشگاه گزارش کنید.

مشاهدات:

الف) نرمالیه محلول اسید استاندارد:

حجم اولیه بورت برای اسید:

حجم نهایی بورت برای اسید:

حجم اولیه بورت برای باز:

حجم نهایی بورت برای باز:

ب) حجم اولیه بورت برای اسید نامعلوم:

حجم اولیه بورت برای باز:

حجم نهایی بورت برای باز:

نتایج:

الف) حجم اسید به کار رفته:

تعداد هم ارزگرم های اسید مصرفی:

حجم باز مصرفی:

نرمالیتته باز:

میانگین نرمالیتته باز:

ب) حجم باز مصرفی:

هم ارزگرم های باز مصرفی:

حجم اسید نامعلوم:

نرمالیتته اسید نامعلوم:

میانگین نرمالیتته اسید نامعلوم:

سوالات:

- ۱- توضیح دهید که چرا بورت را قبل از هر بار استفاده کردن یک بار با آب مقطر و دوبار با محلولی که باید از آن پر شود شستشو می دهید.
- ۲- چه مقدار خطا (از نظر درصد و جهت کم و یا زیاد شدن) در آخرین نرمالیتیه گزارش شده ایجاد می شود اگر در قسمت الف حجم اولیه بورت برای محلول اسید در هر سه آزمایش به میزان ۰/۱ بالاتر بوده باشد یعنی بجای ۱۵ mL شما ۱۵/۱ mL اسید برداشته باشید ولی در محاسبات ۱۵ mL حساب کرده‌اید.
- ۳- چه مقدار خطا (درصد و جهت کم یا زیاد شدن را بگوئید) در آخرین نرمالیت گزارش شده ایجاد می شود اگر در قسمت الف حجم اولیه بورت محلول باز در هر سه آزمایش به میزان ۰/۱ mL بالاتر بوده باشد یعنی در هر سه آزمایش ۰/۱ mL بیشتر باز مصرف کرده‌اید ولی در محاسبات حجم کمتر به حساب آورده‌اید.
- ۴- به طور مختصر شرح دهید که اگر شما دو بورت بیشتر در اختیار داشتید و چگونه دو روش کار این آزمایش تغییر می دادید.

آزمایش ۳

تجزیه محلول پر اکسید هیدروژن

اغلب محلولهای تجارتي پراکسید هیدروژن در حدود ۳٪ وزنی می باشد.

یعنی ۳ گرم آب اکسیژنه خالص در ۱۰۰ گرم از محلول آن شما در این آزمایش محلول مجهول پراکسید هیدروژن را با محلول پرمنگنات پتاسیم تیترومی کنید پرمنگنات پتاسیم در محیط اسیدی آب اکسیژنه را به O_2 اکسید کرده و خودش به بی‌رنگ احیاء می شود پس اگر محلول اکسیدی آب اکسیژنه را قطره قطره به پرمنگنات پتاسیم اضافه کنیم این قطرات تا وقتی که تمام آب اکسیژنه مصرف شود بی‌رنگ است با دانستن غلظت محلول پرمنگنات پتاسیم و حجم لازم برای آن ترکیب شدن با مقدار معینی آب اکسیژنه می‌توانید تعداد مولهای آب اکسیژنه اکسید شده را محاسبه کنید اگر وزن محلول اولیه آب اکسیژنه معلوم باشد درصد وزنی آنرا می‌توانید محاسبه کنید.

روش کار

بورت را مطابق دستور آماده کنید. با استفاده از قیف و بشر کوچک خشک و تمیز بورت را از محلول استاندارد پرمنگنات پتاسیم پر کنید (غلظت دقیق پرمنگنات روی شیشه آن نوشته شده است). یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری تمیز را با ترازوی الکتریکی دقیقاً وزن کنید پس از اضافه کردن ۱۰ میلی لیتر از محلول مجهول پراکسید هیدروژن بوسیله سیلندر مدرج به ارلن مایر فوراً آنرا توزین کنید به محلول آب اکسیژنه در حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر و ۱۵ میلی لیتر اسید سولفوریک رقیق اضافه کنید و ارلن را بچرخانید تا مخلوط شود.

حجم اولیه بورت را با دقت ۰/۱ میلی لیتر یادداشت کنید (حجم اولیه بورت همان است که تنظیم کرده‌اید مثلاً برای بورتی که پر از محلول شده است حجم اولیه صفر است) محلول را با اضافه کردن پرمنگنات به ارلن مایر و چرخاندن آن تیترا کنید اضافه کردن پرمنگنات پتاسیم را تا وقتی که رنگ آن به سختی از بین برود ادامه دهید. سپس قطره قطره پرمنگنات اضافه کنید و ارلن را بچرخانید تا زمانی که به ازای یک قطره پرمنگنات رنگ صورتی به مدت یک دقیقه ثابت بماند اگر یک قطعه کاغذ سفید زیر ارلن بگذارید رنگ را بهتر تشخیص می‌دهد حجم ثانویه را در بورت یادداشت کنید (حجم ثانویه بورت همان است که پس از پایان تیتراسیون می‌خوانید) نیتراسیون را بار دیگر روی همان محلول مجهول تکرار کنید.

مشاهدات

وزن ارلن مایر:

وزن ارلن مایر + محلول:

ملاریته محلول پرمنگنات پتاسیم:

حجم اولیه در بورت:

حجم ثانویه در بورت:

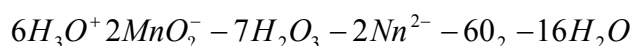
نتایج:

معادله موازنه شده‌ای برای احیاء پرمنگنات پتاسیم توسط آب اکسیژنه در محیط اسیدی بنویسید و آنرا جهت محاسبه تعداد مولهای آب اکسیژنه در نمونه به کار برید درصد وزنی آب اکسیژنه را در نمونه محاسبه کنید.

قید شمار نمونه مجهول:

سوالات:

- ۱- اگر نقطه پایان عمل بالاتر از مقدار واقعی خوانده شود یعنی حجم پرمنگنات پتاسیم کمتر از آنچه که مصرف شده گزارش شود چه تاثیری در درصد وزنی که گزارش کرده‌اید دارد؟
- ۲- چگونه می‌توانید یک واقعیت را بررسی کنید که دانشجویانی که کند کار میکنند نتایج کارشان (درصد H_2O_2 گزارش شده) در این آزمایش معمولاً کمتر از سایر همکلاسی‌های زرننگ و کارآمد می‌باشد.
- ۳- بر مبنای دید و مشاهداتشان در این آزمایش ملاریته تقریبی محلول و پر اکسید هیدروژنی که تجزیه کرده‌اید چقدر است؟
- ۴- ابتدا خاطر جمع شوید که معادله زیر موازنه است سپس توضیح دهید که چه چیز در این معادله غلط است.



آزمایش ۴

تجزیه کمی نمونه سولفات

مواد لازم:

۲۰۰ میلی لیتر آب مقطر

۱ میلی لیتر در محلول ۳ مولار اسید کلریدریک

۲۵ میلی لیتر محلول ۰/۲۵ مولار محلول

۰/۰۵ گرم سولفات مجهول

کاغذ صافی ریز (باند آبی)

تجزیه کمی یک نمونه سولفات

یک روش برای تعیین مقدار یک یون در یک نمک محلول این است که هر مقدار معینی از آن نمک را در آب حل کرده و سپس آن یون را به فرم یک نمک غیر محلول رسوب داد. نمک غیر محلول را می توان از صافی گذراند و خشک و وزن نمود از وزن رسوب حاصل وزن یون مورد نظر را در نمونه اصلی می توان محاسبه کرد در این آزمایش یک نمونه را برای تعیین مقدار سولفات آن از طریق رسوب داده سولفات باریم ($BaSO_4$) تجزیه می کنید، که بر مبنای مقدار سولفات باریم رسوب شده می توان درصد یون SO_4 را در نمونه اولیه محاسبه کرد.

منابع اصلی خطا در یک چنین تجزیه ای عبارتند از (۱) رسوب غیر کامل (۲) رسوب مواد دیگر همراه با رسوب مورد نظر (۳) تجزیه و رسوب نهایی در موقع خشک کردن برای کاهش خطای نوع اول یون باریم را به مقدار زیاد به محلول اضافه می کنیم و محلول را برای مدت کافی تا مرحله قبل از

جوشیدن حرارت می‌دهیم تا واکنش تشکیل رسوب به حالت تعادل برسد. نگه داشتن محلول در دمای بالا به تشکیل ذرات بزرگتر کمک می‌کند، به طوری که عمل صاف کردن و شستن آسانتر می‌گردد. تشکیل ذرات احتمال جذب یونهای خارجی را به سطح رسوب نیز کاهش می‌دهد. برای کاهش خطای نوع دوم یعنی رسوب نکردن مواد دیگر همراه با BaSO_4 باید به محلول اسید افزود (به منظور این که نمکهای محلول تر در محلول باقی بمانند و کربناتها و هیدر اکسیدها، ته نشین نشوند و رسوب نهایی باید خیلی خوب با آب شستشو شود).

خطای نوع سوم هم به شرطی که رسوب و کاغذ با دقت سوزانده شوند تا BaSO_4 به وسیله کربن کاغذ صافی احیاء نشود به حداقل می‌رسد.

روش کار:

یک قطعه کاغذ توزین تمیز را بطور دقیق تا 0.001 گرم وزن کنید تقریباً 0.5 گرم سولفات مجهول به آن اضافه کرده و دوباره وزن کنید سپس سولفات مجهول به آن اضافه کرده و دوباره وزن کنید. سپس سولفات توزین شده را در یک بشر 200 mL بریزید و تا یک سوم حجم بشر به آن آب مقطر بیافزائید و پس از اضافه کردن یک میلی لیتر اسید رقیق HCl محتویات بشر را تا نزدیک جوش حرارت دهید.

اکنون با استفاده از استوانه مدرج به آرامی 25 mL محلول کلروباریم 0.25 مولار را به بشر اضافه کنید (برای این کار بهتر است میله همزن به کار برید) شعله را کم کنید تا هنگام افزایش کلرور باریم فقط روشن باشد سپس شعله چراغ را کنار کشیده و اجازه دهید بشر تا حدی خنک شود تا بتوانید قسمت بالایی آن را با دست گرفته صاف کنید البته هر چه محلول داغتر صاف شود بهتر است.

ضمن عمل صاف کردن یک بوته چینی تمیز را پس از خشک کردن به مدت پنج دقیقه روی مثلث سیمی توسط چراغ حرارت دهید تا کاملاً خشک شود. پس از خشک شدن آنرا بوسیله ترازوی الکتریکی وزن کنید.

برای عمل صاف کردن لازم است کاغذ صافی ریز بافت (باند آبی) انتخاب نموده و مطابق دستور آنرا روی قیف بگذارید و چند میلی لیتر آب مقطر توسط پیست روی آن عبور دهید تا کاغذ صافی به قیف بچسبد.

سپس با استفاده از میله به هم زن ابتدا محلول روی رسوب و سپس رسوب را به داخل کاغذ صافی هدایت کنید (دقت کنید که سطح محلول همواره پایین تر از لبه بالای کاغذ صافی باشد) پس از تمام شدن محلول و رسوب داخل بشر باید با پیست آب مقطر رسوب‌های چسبیده شده به جدار داخلی بشر را نیز به قیف منتقل کرد و این کار باید ادامه یابد تا بشر و میله به همزن تمیز شود لبه فوقانی کاغذ صافی را تا کرده و با دقت از قیف جدا کرده و سپس در داخل بوته وزن شده قرار دهید، بوته سرباز را روی مثلث سیمی قرار داده و به آرامی حرارت دهید بهتر است که عمل حرارت دادن به نحوی انجام شود که کاغذ بدون اینکه شعله ور گردد به ذغال تبدیل شود پس از سیاه شدن کاغذ، بوته را به شدت حرارت دهید تا سولفات باریم سفید تولید شود پس از ۵ دقیقه حرارت بیشتر آن را خشک کرده وزن کنید (از وزن نهایی یک هزارم گرم برای خاکستر کاغذ صافی کسر نمایید)

مشاهدات:

وزن نمونه سولفات:

وزن بوته چینی:

وزن بوته چینی + رسوب سولفات باریم:

نتایج:

درصد یون سولفات در نمونه مجهول را محاسبه کنید:

قید شماره نمونه مجهول:

سوالات:

۱- فرض کنید که سه نوع خطای ذکر شده در مقدمه آزمایش را نداشته‌اید به فرض این که در توزین نمونه سولفات 0.05% گرم اشتباه توزین کرده باشید میزان اطمینان شما (درصد خطا در مورد درصد یون سولفات گزارش شده چقدر است)؟

۲- به علت خطاهای ۱ و ۲ و ۳ ذکر شده در مقدمه آزمایش درصد سولفاتی که گزارش کرده‌اید در

چه جهاتی تغییر می‌کند؟

۳- چرا بوته چینی خالی را قبل از اینکه توزین کنید حرارتی می‌دهید؟

۴- چرا لازم است کلرور باریم را به آرامی به محلول اضافه کنید؟

۵- اگر خاکستر کاغذ صافی را به حساب نیاورید چه تاثیری در مقدار درصد سولفات خواهد

داشت؟

۶- تجزیه مخلوطی از سولفات سدیم و سولفات پتاسیم نشان می‌دهد که درصد سولفات آن

60% وزنی است، مقدار درصد اجزای مخلوط اولیه (سولفات سدیم و سولفات پتاسیم) را محاسبه

کنید؟

آزمایش شماره ۵

تجزیه کیفی یونهای: $Ag^+, Hg^{2+}, Hg_2^{2+}, Zn^{2+}, Ca^{2+}$

در تجزیه کیفی یک مخلوط مجهول از ترکیبات مختلف با یک سری آزمایش شما وجود یا عدم وجود یونهای فوق را تعیین می‌کنید.

برای تشخیص و شناسایی اینکه چه واکنش‌هایی را باید انجام داد و به چه ترتیب باید آنها را اجرا کرد. ابتدا باید خواص این یونها را به طور جداگانه با توجه به واکنشهای متعدد هر یک مورد بررسی قرار دهید، سپس با دانشی که از این راه به دست آورید می‌توانید یک شمای تجزیه‌ای بسازید تا به کمک آن بتوانید محلول مجهولی را که شامل مخلوطی از این یونهاست بشناسید.

تذکر: بعضی از یونهایی که در این آزمایش مورد استفاده قرار می‌گیرند مخصوصاً یونهای جیوه یک ظرفیتی جیوه دو ظرفیتی و کادمیم، و نقره کاملاً سمی هستند و باید خیلی مواظب باشید بخصوص بریدگی‌های دستان را از این مخلوط‌ها محفوظ نگه‌دارید و قبل از خروج از آزمایشگاه دستهایتان را خوب بشوئید.

الف) نیم میلی لیتر از هر یک از محلولهای معلوم مربوط به کاتیونهای فوق را در یک لوله آزمایش ریخته و در جا لوله‌ای برای خودتان مشخص نمائید و با اضافه کردن ۲ قطره اسید کلریدریک رقیق آنها را آزمایش کنید، مشاهده نمائید که کدامیک از محلولها تولید کلریدهای نامحلول می‌کنند لوله‌هایی را که ایجاد رسوب شده سانتریفوژ کنید.

به رسوبهایی که در آزمایش قسمت الف حاصل شده است محلول آمونیاک رقیق به مقدار یک میلی لیتر اضافه کنید اگر رسوب حل شد سعی کنید که دوباره یون مربوطه را با اسید کلریدریک رقیق

رسوب نمائید، در این صورت از حل کردن رسوب در آمونیاک و تشکیل مجدد رسوب می‌توانید برای جدا کردن کلورهای نامحلول استفاده کنید.

به لوله‌هایی که در قسمت الف با اسید کلریدریک رسوب نداده‌اند، قطره قطره سود غلیظ به آن اضافه کنید و مشاهده نمایید که آیا هیدروکسید نامحلول تشکیل می‌شود یا نه و بعد اگر رسوب هیدروکسید تشکیل شد مقدار زیادتری از سود به آن اضافه کنید و لوله آزمایش را خوب تکان دهید تا ببینید که کدامیک از هیدروکسیدها آمفوتر هستند (یعنی در سود زیاد حل می‌شود) اینک اگر آمفوترسیم مشاهده شد به آن قطره قطره اسید کلریدریک اضافه کنید و سعی کنید که هیدروکسید دوباره رسوب کند، البته تشکیل رسوب مجدد بسادگی قابل مشاهده و کنترل نیست بهتر است هنگام اضافه کردن اسید کلریدریک از بهم زدن محلول لوله آزمایش خودداری نمائید این رسوب ناپایدار در حضور کاغذ معرف بهتر مشاهده می‌شود. (حد فاصل دو رنگ شدن کاغذ به خاطر اسید و باز یعنی مرز خنثی رسوب ناپایدار دیده می‌شود)

ضمناً آمفوترسیم می‌تواند برای جدا کردن هیدروکسیدهای آمفوتر توسط عمل کردن آنها با مقدار زیادتری سود و سانتیفوژ کردن محلول حاصل مورد استفاده قرار گیرد.

رسوب هیدروکسیدهای غیر آمفوتر تشکیل شده در قسمت بالا را دوباره در اسید کلریدریک حل نمائید و به هر کدام چند قطره از محلول کلرواستانو که دارای عامل احیاء کننده است بیافزایید، اگر عمل احیاء انجام بگیرد رسوب ایجاد می‌شود که سانتیفوژ می‌تواند آن را جدا کرده و محلول رسوب نداده را با اضافه کردن سود بیشتر مجدداً به صورت هیدروکسید رسوب بگیرید، وجود یون قلع دو ظرفیتی و چهار ظرفیتی در کار شما ایجاد اشکال نمی‌کند.

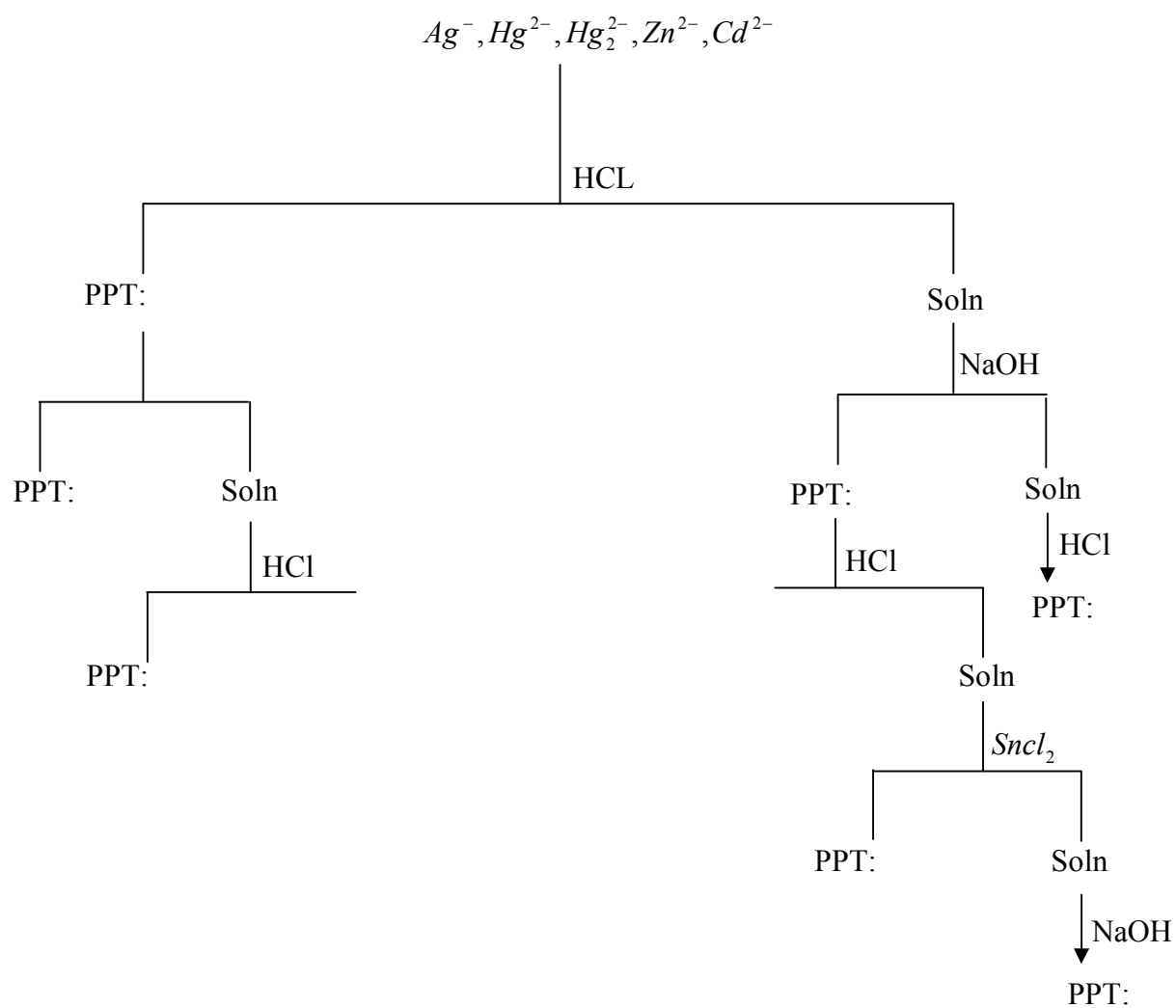
ب) اینک براساس تجارت به دست آمده فوق شمای تجزیه‌ای زیر را کامل نموده و دریافت نمونه مجهول تعداد کاتیونهای موجود را گزارش دهید.

نتایج:

۱- کامل کردن شمای تجزیه‌ای کامل معلوم

۲- چه یونهایی بطور تحقیق در نمونه مجهول شما وجود داشته است.

۳- قید شمار مجهول



پرسش ها

- ۱- فرض کنید که شما جسم ناشناخته‌ایکه شامل Ag^+ و Zn^{2+} باشد دارید، معادلات شیمیائی مخصوص در تجزیه واکنشهایی که در تجزیه اتفاق می‌افتد با موازنه بنویسید.
- ۲- فرض کنید مجهول شما فقط شامل Hg^{2+} می باشد معادلات شیمیائی را مخصوص واکنشهایی که در تجزیه انجام می‌شود با موازنه بنویسید.
- ۳- برای تشخیص در موارد زیر از کدام عامل منحصر بفرد می‌توان استفاده کرد؟

الف) $ZnCl_2$ از $AgCl$

ب) Hg_2Cl_2 از $AgCl$

ج) $CdCl_2$ از Hg_2Cl_2

د) $CdCl_2$ از $ZnCl_2$

آزمایش شماره ۶

عناصر قلیائی و قلیائی خاکی

از خصوصیات عناصر قلیایی این است کاتیون‌های آنها کلرور، سولفور و کربنات و یا فسفات-های محلول ایجاد می‌کنند، لذا روشهای تجزیه کیفی وقتی که معرفهای پی در پی اضافه می‌شود در محلول باقی مانده به صورت یون‌های محلول باقی می‌مانند.

این یونها را معمولا به وسیله طیفشان در شعله در حضور اسید کلریدریک به عنوان عامل تبخیر کننده تشخیص داده می‌شوند.

بنابراین آزمایش شعله قبل از جدا کردن گروه‌ها انجام می‌شود. این آزمایش نسبت به مقادیر خیلی جزئی عناصر حساس است از این رو لازم است محلول از آلوده شدن به عناصر قلیائی به هنگام افزایش معرف‌های رسوب دهنده حذف شود. برای مثال فقط افزایش HCl جهت رسوب دادن کلورهای نامحلول جایز نیست بلکه اسید مصرفی باید برای وجود احتمالی یون سدیم کنترل شود.

در شمای تجزیه کنونی فقط عناصر قلیایی به حساب آمده است. از خصوصیات عناصر قلیایی خاکی این است که کاتیون‌های آنها کلرور یا سولفورهای محلول ایجاد می‌کنند. به غیر از بریلیوم (در شمای کنونی وجود ندارد) و می‌توان آنها را از عناصر قلیایی به صورت رسوب کربنات و فسفات جدا کرد این کربناتهای راسب شده را در بافر اسید استیک حل کرده، سه عنصر قلیایی خاکی را به واسطه اختلاف حلالیت کروماتها و اگزالاتهایشان به طور پی در پی رسوب می‌دهیم.

توضیح: بافر اسید استیک یعنی محلولی از اسید استیک سدیم با غلظت‌های تقریبا مشابه pH را تقریبا ثابت نگه می‌دارد یعنی در مقابل تغییرات غلظت اسید مقاومت می‌کند.

روش کار:

کلیه مشاهداتتان را در دفتر گزارش کار یادداشت کنید.

الف) آزمایش عناصر قلیایی:

یک قطعه سیم نیکروم (نیکل و کروم) به طول ۱۵ سانتی متر همراه با چوب پنبه بعنوان عایق در اختیار بگیرید محلولی از حل کردن چند میلی گرم کربنات سدیم در دو سه میلی لیتر آب مقطر تهیه کنید و به آن یک میلی لیتر اسید کلریدریک شش مولار اضافه کنید.

سر سیم نیکروم را درون محلول فرو برید سپس آن را درون قسمت آبی شعله چراغ بگیرید و رنگ شعله را یادداشت کنید سیم نیکروم را با حرارت دادن شدید آن روی شعله چراغ تمیز کنید سپس میله را پس از داغ کردن در محلول نمونه سدیم فرو برید و تست کنید. رنگ شعله را یادداشت کنید. آزمایش شعله را برای پتاسیم با تهیه محلولی از نمک پتاسیم به صورت نترات و اسید کلریدریک شش مولار تکرار کنید.

شعله را از پشت شیشه کبالت با ضخامت دوپل نگاه کنید این شیشه رنگ شعله پتاسیم را عبور می دهد ولی رنگ شعله سدیم را عبور نمی دهد توجه داشته باشید که شعله پتاسیم پس از عبور از شیشه کبالت ناپایدار است و بسادگی می توان آن را ندید. رنگ شعله پتاسیم پس از عبور از شیشه کبالت بنفش رنگ می باشد.

ب) آزمایش عناصر قلیایی خاکی: یونهای کلسیم، باریم استرانسیم و منیزیم:

توجه: از آنجا که جوشانیدن محلول در لوله آزمایش توسط شعله مستقیم چراغ بدون آنکه محتویات لوله بیرون بریزد مشکل است به شما توصیه می شود که هنگام شروع آزمایش یک بشر را تا نیمه آب کنید و بگذارید گرم شود و بجوشد و از آن به عنوان حمام آب جوش استفاده کنید بدین

ترتیب در مواقعی که حرارت لازم است لوله‌های آزمایش را درون آب جوش قرار دهید و مستقیماً آن‌ها را حرارت ندهید.

در چهار لوله آزمایش نشانه دار مقدار نیم میلی لیتر (حدود ده قطره) از محلولهای زیر بریزید.

(کلرورهای باریم، استرانسیم، کلسیم، منیزیم)

به هر یک از لوله‌ها یک قطره آمونیاک رقیق جهت بازی شدن محیط ده قطره کربنات آمونیم نیم

مولار اضافه کنید به رسوب ایجاد شده توجه کنید.

به هر یک از محلولهای فوق رسوب نداده‌اند چهار قطره از محلول فسفات دی آمونیم یک مولار

اضافه کنید رسوب حاصل یک فسفات آمونیم با فرمول MPO_4NH_4 می باشد که مختص کاتیون

قلیائی حاکی است. و به لوله‌ای که در آن رسوب فسفات ایجاد نشده است چهار قطره اسید پیکریک

اضافه کنید تا رسوب زرد رنگ پیکرات قلیایی حاصل گردد.

هر یک از لوله‌هایی را که رسوب کربنات تشکیل شده است سانتریفیوژ کنید محلول روی

رسوب را دور بریزید و به باقیمانده قطره قطره اسید استیک سه مولار اضافه کنید تا تمام رسوب در

کمترین مقدار اسید حل شود معادل نصف قطرات محلول استات آمونیم اضافه کردی و گرم کنید.

سپس قطره قطره کرومات پتاسیم بیافزائید تا رسوب $MCrO_4$ به طور کامل تشکیل شود. رسوبهای

$MCrO_4$ تشکیل شده را در اسید کلریدریک شش مولار حل کنید و محلول حاصل را تست شعله

می‌نمائید.

در مواردی که رسوب ایجاد نمی‌شود قطره قطره آمونیاک سه مولار را اضافه کنید تا محلول

خنثی شود (رنگ محلول از نارنجی به زرد تغییر نماید) سپس یک حجم الکل معادل حجم اولیه

محلول (نیم میلی لیتر) اضافه کنید و آنرا به آرامی گرم کنید و رسوب زرد کمرنگ و پایدار در مقابل

گرما که مربوط به استرانسیم می باشد را مشاهده کنید در صورتیکه هیچ رسوبی تشکیل نشد در حدود

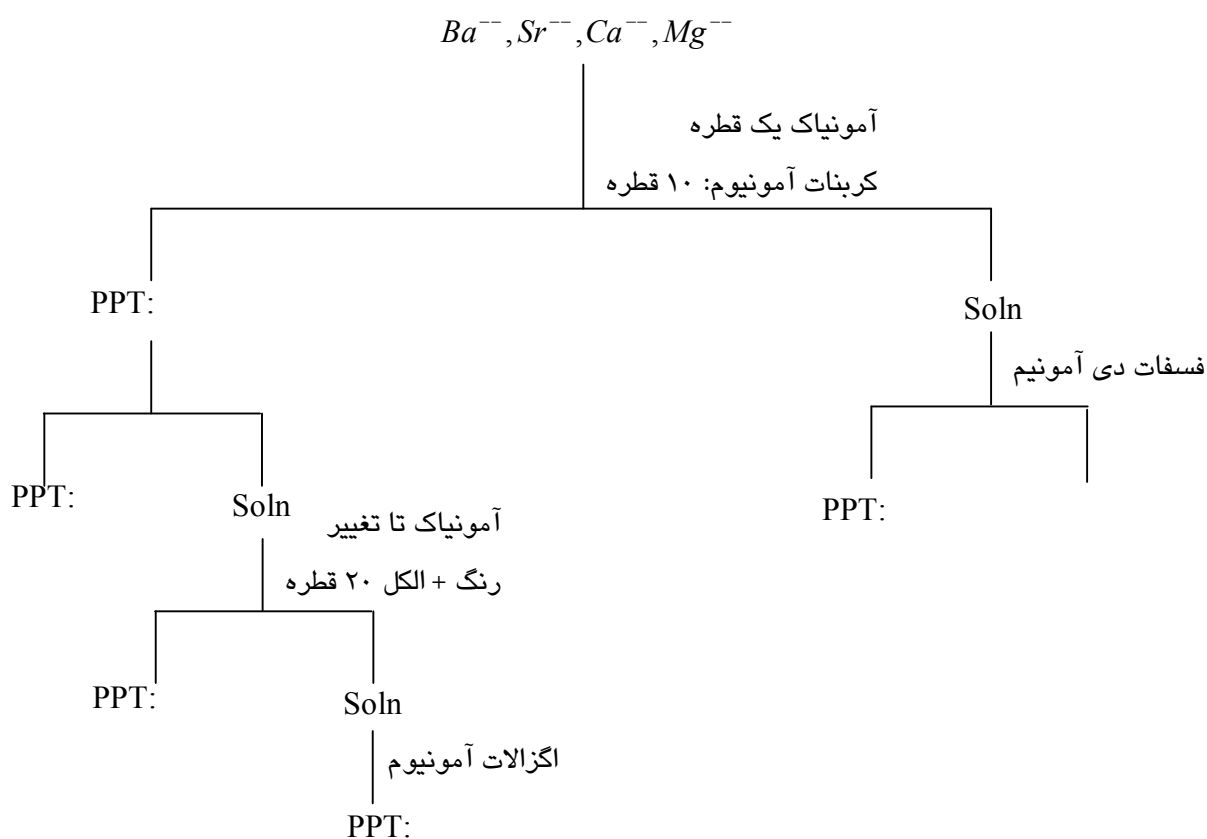
پنج قطره اگزالات آمونیم به محلول اضافه کنید و آنرا تا نقطه جوش حرارت دهید و رسوب را مشاهده کنید.

ج) محلولهای مجهول را که احتمالا شامل یونهای باریم، استرانسیم، کلسیم و منیزیم می باشد تجزیه کنید و براساس مشاهداتتان در قسمت ب شمای تجزیه را با نوشتن فرمولها و رنگهای کلیه مواد کامل کنید.

نتایج

شمای کامل معلوم را رسم نمائید

با چند شماره مجهول کاتیونهای مشاهده شده را گزارش کنید.



سوالات

- ۱- چرا برای آزمایش شعله معمولا اسید کلریدریک بکار می‌برند نه اسید سولفوریک
- ۲- K_{sp} برای هیدروکسید منیزیم برابر 8.9×10^{-12} می‌باشد. محاسبه کنید که آیا از اضافه شدن یک قطره آمونیاک ۱۵ مولار به ده قطره کلرور منیزیم ۰/۱ مولار رسوب تشکیل می‌شود یا نه.
- توضیح: ضریب حلالیت عبارتست از حاصل ضرب غلظت‌های یونی یک جسم کم حل شونده در آب مثلا برای هیدروکسید منیزیم برابر است با $K_{so} = [Mg^{2+}][OH^-]^2$
- ۳- معادله موازنه شده‌ای برای حل کردن کربنات قلیایی خاکی MCO_3 در اسید استیک را بنویسید. چرا به جای اسید کلریدریک اسید استیک به کار می‌برید.
- ۴- بر مبنای فعل و انفعال زیر تشریح کنید چرا اضافه کردن آمونیاک راسب شدن کرومات‌های قلیایی خاکی نیمه محلول را تشدید می‌کند.

