



دانشگاه شهرستان

دانشکده علوم

## دستور کار

از هایشگاه شیمی تجزیه

خاکشناسی

تهیه و تنظیم: دکتر دلالی - صباحی

شهریور ۸۰

## فهرست

- ۱ - تهییه محلولها و استاندارد کردن آنها
- ۳ - تیتراسیونهای اسید و باز
- ۶ - تیتراسیونهای اکسیداسیون - احیا
- ۷ - تیتراسیونهای وزن سنجی
- ۸ - تیتراسیونهای کمپلکسومتری
- ۱۰ - تعیین سختی آب

## مقررات آزمایشگاه:

۱. ساعت مقرر باید به آزمایشگاه وارد شوید، تا پنج دقیقه تأخیر مجاز است و از ورود افرادی که بیش از این مدت تأخیر داشته باشند، جلوگیری خواهد شد.
۲. برای هر جلسه آزمایش وقت لازم درنظر گرفته شده و بایستی سعی شود که در رأس ساعت آزمایش تمام شود.
۳. برای هر جلسه پوشیدن روپوش سفید برای تمام لحظات که در آزمایشگاه هستید و زدن عینک در موقع سوزاندن رسوب و کار با کوره اجباری است.
۴. در هر هفته ابتدای جلسه آزمایشگاه پانزده دقیقه اول یک امتحان کتبی به عمل خواهد آمد.
۵. هر جلسه غیبت به منزله نمره صفر برای آن جلسه است.
۶. در تمام مدت آزمایش از حرف زدن بی مورد با همکاران خودداری شود.
۷. خروج از آزمایشگاه بدون اجازه مسئول آزمایشگاه اکیداً ممنوع است.
۸. دانشجو بایستی بسیار تمیز کار کند و از ریختن کاغذ پاره و سایر اشیاء بر روی میز و زمین خودداری نماید و در موقع ترک آزمایشگاه باید میز خود را تمیز کرده و شیشه های محتوی مواد را سرجای خود بگذارد.
۹. هنگام بروز سوانح (آتش سوزی، تماس بدن با مواد سوزاننده و سمی و غیره و...) دستی پاچه نشوید و مطابق دستورالعمل هایی که در صفحات بعد مشاهده خواهید کرد، عمل کنید.
۱۰. هر دانشجو به صورت انفرادی کار می کند و گزارش کار هر هفته را اول هفته بعد بایستی تحويل دهد.

## مقابله با حوادث و نکات ایمنی در آزمایشگاه

در صورت بروز حادثه فوراً مسئول آزمایشگاه را مطلع نمایید و مطالب زیر را درنظر داشته باشید.

۱. مکان نزدیکترین پمپ آتشنشانی و جعبه کمکهای اولیه آزمایشگاهی را به خاطر

داشته باشید.

۲. هیچ‌گاه دستیپاچه نشوید و با کمال خونسردی با حوادث مواجه شوید.

۳. برای خاموش کردن آتش هیچ‌گاه از آب استفاده نکنید، بلکه با استفاده از سیلندر

انیدریدکربنیک آن را خاموش کنید.

۴. اگر لباستان آتش گرفت به هیچ وجه با دویدن و جست و خیز به آتش دامن نزنید بلکه

با قرار دادن پارچه و با استفاده از پمپ انیدریدکربنیک آن را خاموش کنید.

۵. درمورد تماس با مواد شیمیایی خطرناک به سرعت موضع تماس را با مقدار زیاد آب یا

هر ماده شستشو دهنده مناسب بشویید.

۶. در صورت تماس بدن با اسیدها، آن موضع را ابتدا با آب زیاد بشویید و سپس با محلول

بی کربنات سدیم رقیق آن را شستشو دهید.

۷. در صورت تماس بدن با مواد قلیایی ابتدا با آب زیاد و سپس با محول یک درصد اسید

استیک آن موضع را شستشو دهید.

۸. اگر ماده‌ای داخل چشمتان رفت، ابتدا با آب سرد شستشو دهید سپس اگر جسم اسید

باشد، محلول رقیق بی کربنات و اگر جسم قلیا باشد، محلول ۱٪ اسید بوریک بکار

برید.

## نحوه نوشتتن گزارش کار

لطفاً در موقع نوشتتن گزارش کار به نکات زیر توجه فرمایید:

۱. گزارش کار را تمیز، خوانا و بدون قلم خورده‌ای جدا از هم مانند کاغذ کلاسور و یا امثال آن بنویسید.

۲. در صفحه اول فقط مطالب زیر را به ترتیب بنویسید:

نام آزمایش، نام و نام خانوادگی همکار یا همکاران، تاریخ انجام آزمایش و تاریخ ارائه گزارش.

۳. در صفحات بعد مطالب را با عناوین جداگانه به ترتیب زیر بنویسید:

(الف) هدف: باید گویای تمام کاری باشد که در آزمایشگاه برای آن انجام داده‌اید (به طور مختصر و حداکثر دو سطر).

(ب) مقدمه و تئوری: که باید در ارتباط با آزمایش انجام گرفته و هدف آزمایش باشد. به طور مثال وقتی آزمایش انجام گرفته در مورد تهیه آب اکسیژنه و بررسی خواص آن است در مورد روش‌های مختلف تهیه آب اکسیژنه و خواص آن باشد.

(پ) روش کار

ت) نتایج خام بدست آمده: نتایجی که در طی آزمایش بدون هیچ گونه محاسبه به دست می‌آید.

ث) محاسبات نتایج) با توجه به نتایج خام بدست آمده محاسبات برای تعیین ژارامتر مطلوب انجام گیرد.

ج) پاسخ به پرسش‌ها: در این قسمت به پرسش‌هایی که در دستور کار آمده پاسخ داده شود.

ج) بحث و نتیجه گیری: در این قسمت با توجه به نتایج حاصل از محاسبات و هدف آزمایش نتیجه گیری کرده و علت‌های رسیدن و نرسیدن به هدف و علت استفاده از مواد و شرایط در طی آزمایش توضیح داده شود.

ح) منابع و مراجع مورد استفاده: که باید به ترتیب دارای مشخصات زیر باشد:  
در مورد کتاب: نام نویسنده یا نویسنده‌گان، نام کتاب، شماره چاپ، نام ناشر، سال نشر، شماره صفحه.

L. M. Harwood and C. J. Moody "Experimental Organic Chemistry" مانند:  
Blackwell Scientific Publications.  
در مورد ژورنال: نام نویسنده یا نویسنده‌گان، نام ژورنال، سال نشر، شماره مجله، شماره صفحه.  
M. Kamil, N. A. Khan, M. S. Alam and M. Ilyas, phytochemistry, مانند:  
26, 1171 (1987).

بسمه تعالیٰ

### الف) تهیه محلولها

تهیه محلولها با مشخصات ویژه در آزمایشگاه بسیار مهم است زیرا نمی‌توان محلولها را با غلظت دلخواه از بازار تهیه کرد، معمولاً "محلولهای با فرمالیتہ بالا" توسط شرکت‌های تولیدی تهیه می‌شود و در اختیار متقاضیان قرار می‌گیرد. علاوه بر آن خریداری محلولهای رقیق مقرن به صرفه نیست.

نمک‌های تجارتی جامد هستند و اطلاعات مندرج روی ظرف آنها به قرار زیر است:

وزن مولکولی: M

فرمول نمک: F

درصد خلوص: a

برای تهیه  $V_{cc}$  محلول به غلظت  $C_M$  از این نمک‌ها وزنی برابر با  $X$  در فرمول زیر از آن نمک را در

$$X = \frac{M \times C_M \times V}{10a} \quad \text{فرمول را اثبات کنید.}$$

اطلاعات موجود روی ظرف حاوی محلولهای تجارتی به قرار زیر است.

وزن مولکولی: M

فرمول: F

درصد خلوص: a

وزن واحد حجم: d

با استفاده از اطلاعات روی ظرف و فرمول زیر می‌توان غلظت محلول را محاسبه کرد.

$$C_M = \frac{10 \times a \times d}{M}$$

در نهایت با استفاده از رابطه رقت می‌توان هر حجم از غلظت دلخواه را تهیه کرد به این ترتیب که

این رابطه حجم لازم از محلول غلیظ برای تهیه محلول رقیق را تعیین می‌کند.

E

$V_1$  از محلول غلظت را در بالون ژوژه با حجم  $V_2$  که مقداری آب در آن ریخته شده به آرامی می

ریزیم و سپس آن را به حجم می رسانیم با غلظت  $C_{M2}$  بدست می آید.

$$C_{M1} \times V_1 = C_{M2} \times V_2$$

(ب) تیتراسیون (سنجه حجمی)

#### مفاهیم و ابسته:

تیتر کردن از روش‌های 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، آنقدر ادامه دارد تا مقدار آن از نظر اکی والان برابر مقدار جسم حل شده شود.

روش تیتر کردن: در عمل تیتر کردن محلول استاندارد از یک بورت به محلولی که باید غلظت آن اندازه

گرفته شود می افزایند و این عمل تا وقت ادامه دارد که واکنش بین محلول استاندارد و تیتر شونده کامل شود سپس با استفاده از حجم و غلظت محلول استاندارد و حجم محلول تیتر شونده غلظت محلول را حساب می کنند. نقطه اکی والان نقطه ای است که در آن مقدار محلول استاندارد افزوده شده از نظر شیمیابی برابر با مقدار جسم مورد نظر در محلول مجھول است. این نقطه را نقطه پایان عمل از نظر تئوری نیز می گویند. مثلاً "نقطه اکی والان در عمل تیتر کردن  $\text{NaCl}$  با نقره نیترات و قی مشخص می شود که برای هر وزن فرمولی  $\text{Cl}^-$  در محیط یک وزن فرمولی  $\text{Ag}^+$  وارد محیط عمل شده باشد و یا در تیتر کردن سولفوریک اسید با سدیم هیدروکسید و قی برای یک وزن فرمولی اسید دو وزن فرمولی باز وارد محیط عمل شود نقطه اکی والان پدید خواهد آمد. نقطه اکی والان در عمل بوسیله یک تغییر فیزیکی (مثلاً تغییر رنگ) شناخته می شود. نقطه ای که این تغییر رنگ در آن روی می دهد نقطه پایان تیتر

F

کردن نامیده می شود. اختلاف حجم محلول استاندارد مربوط به نقطه پایان و نقطه اکی والان را معمولاً

برحسب درصد حساب می کنند و آن را اشتباه تیتر کردن می نامند.

### شناسآگرهاي شيميايی:

برای تعیین نقطه پایان در حین تیتر کردن از ترکیبات مشخصی استفاده می شود که در نزدیکی نقطه تعادل در اثر تغییر غلظت مواد تیتر شونده شروع به تغییر رنگ می کنند. این ترکیبات را ان迪کاتور یا شناسآگر می گویند. اگر به محلول تیتر شونده چند قطره از یک شناسآگر اضافه شود و پس از پایان عمل تغییر رنگ در محلول ایجاد شود چنین ان迪کاتوری را ان迪کاتور داخلی یا درونی می گویند.

### أنواع تیتر کردن:

برحسب واکنشهایی که بین محلول تیتر شونده و استاندارد صورت می گیرد. تجزیه های حجمی به دو دسته تقسیم می شوند.

الف) روش هایی که بر اساس ترکیب یونها هستند. یعنی تغییر ظرفیت در فعل و انفعالات مربوط به آن صورت نمی گیرد این روشها عبارتند از:

۱- واکنشهای خنثی شدن یا واکنشهای اسید و باز

۲- واکنشهای رسوبی

۳- واکنشهایی که تولید ترکیبات کمپلکس می کنند.

ب) روشهایی که بر اساس انتقال الکترون هستند واکنشهای اکسایش و کاهش

## تیتر کردن واکنشهای خنثی شدن یا واکنشهای اسید و باز:

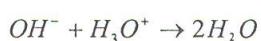
یکی از کارهای عادی شیمی تیتر کردن اسیدها و بازها است. تیتر کردن عبارت است از تعیین

مقدار اسید و باز موجود در یک محلول که با افزایش تدریجی یک باز به غلظت مشخص یا بر عکس انجام

می‌گیرد. موقعی که محلول یک باز که دارای یونهای  $\text{OH}^-$  است به محلول اسید اضافه می‌کنیم، واکنش

خنثی شدن انجام می‌شود و همانطور که قبلاً گفته شد این واکنش در حقیقت عبارت است از ترکیب

یونهای هیدروونیم با یونهای هیدروکسید (اسید قوی و باز قوی)



معمولًاً عمل به این ترتیب انجام می‌گیرد که حجم مشخص (V) از محلول اسید که نرمالیته آن مجهول

است (N) انتخاب کرده و به کمک یک بورت مدرج به تدریج محلول یک باز با نرمالیته مشخص (N') به

آن اضافه می‌کنند. عمل خنثی شدن وقتی کامل است که مقدار اکی والان گرمehای باز مصرفی برابر با

مقدار اکی والان گرمehای اسید موجود در محلول است. اگر حجم باز مصرف شده برابر V باشد تعداد

اکی والان گرمehای باز (N.V) برابر با تعداد اکی والان گرمehای اسید (N.V') است یعنی:

$$N.V = N'.V'$$

و بدین ترتیب نرمالیته اسید محاسبه می‌شود.

برای اینکه عمل تیتر کردن به دقت انجام شود، باید عمل افزایش محلول باز درست در موقعی

متوقف گردد که تساوی فوق برقرار شود. لذا باید وسیله‌ای جهت تعیین پایان عمل در دست داشت،

برای محاسبات بسیار دقیق باید از PH متر استفاده شود.

PH متر یک دستگاه الکتریکی است که تغییرات PH محیط را مشخص می‌کند و اساس آن مبتنی بر

قابلیت هدایت الکتریکی محلول است ولی روش معمولی و همگانی برای این منظور شناساگرها

شیمیایی است. شناساگرها شیمیایی در PHهای مختلف بین ۰ تا ۱۴ رنگ‌های متفاوتی دارند. جدول

زیر نام چند شناساگر معمولی و گستره تغییر رنگ (PH) هر یک را نشان می‌دهد.

کردن نامیده می شود. اختلاف حجم محلول استاندارد مربوط به نقطه پایان و نقطه اکی والان را معمولاً بر حسب درصد حساب می کنند و آن را اشتباه تیتر کردن می نامند.

### شناساگرهای شیمیایی:

برای تعیین نقطه پایان در حین تیتر کردن از ترکیبات مشخصی استفاده می شود که در نزدیکی نقطه تعادل در اثر تغییر غلظت مواد تیتر شونده شروع به تغییر رنگ می کنند. این ترکیبات را اندیکاتور یا شناساگر می گویند. اگر به محلول تیتر شونده چند قطره از یک شناساگر اضافه شود و پس از پایان عمل تغییر رنگ در محلول ایجاد شود چنین اندیکاتوری را اندیکاتور داخلی یا درونی می گویند.

### أنواع تيتر كردن:

بر حسب واکنشهایی که بین محلول تیتر شونده و استاندارد صورت می گیرد. تجزیه های حجمی به دو دسته تقسیم می شوند.

الف) روش هایی که بر اساس ترکیب یونها هستند. یعنی تغییر ظرفیت در فعل و انفعالات مربوط به آن صورت نمی گیرد این روشها عبارتند از:

۱- واکنشهای خنثی شدن یا واکنشهای اسید و باز

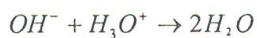
۲- واکنشهای رسوبی

۳- واکنشهایی که تولید ترکیبات کمپلکس می کنند.

ب) روش هایی که بر اساس انتقال الکترون هستند واکنشهای اکسایش و کاهش

## تیتر کردن واکنشهای خنثی شدن یا واکنشهای اسید و باز:

یکی از کارهای عادی شیمی تیتر کردن اسیدها و بازها است. تیتر کردن عبارت است از تعیین مقدار اسید و باز موجود در یک محلول که با افزایش تدریجی یک باز به غلظت مشخص یا بر عکس انجام می‌گیرد. موقعی که محلول یک باز که دارای یونهای  $\text{OH}^-$  است به محلول اسید اضافه می‌کنیم، واکنش خنثی شدن انجام می‌شود و همانطور که قبلاً گفته شد این واکنش در حقیقت عبارت است از ترکیب یونهای هیدرونیم با یونهای هیدروکسید (اسید قوی و باز قوی)،



معمولًاً عمل به این ترتیب انجام می‌گیرد که حجم مشخص (V) از محلول اسید که نرمالیته آن مجهول است (N) انتخاب کرده و به کمک یک بورت مدرج به تدریج محلول یک باز با نرمالیته مشخص (N') به آن اضافه می‌کنند. عمل خنثی شدن وقتی کامل است که مقدار اکی والان گرمهای باز مصرفی برابر با مقدار اکی والان گرمهای اسید موجود در محلول است. اگر حجم باز مصرف شده برابر V باشد تعداد اکی والان گرمهای باز (N'.V) برابر با تعداد اکی والان گرمهای اسید (N.V) است یعنی:

$$N.V = N'.V'$$

و بدین ترتیب نرمالیته اسید محاسبه می‌شود.

برای اینکه عمل تیتر کردن به دقت انجام شود، باید عمل افزایش محلول باز درست در موقعی متوقف گردد که تساوی فوق برقرار شود. لذا باید وسیله‌ای جهت تعیین پایان عمل در دست داشت، برای محاسبات بسیار دقیق باید از PH متر استفاده شود.

PH متر یک دستگاه الکتریکی است که تغییرات PH محیط را مشخص می‌کند و اساس آن مبتنی بر قابلیت هدایت الکتریکی محلول است ولی روش معمولی و همگانی برای این منظور شناساگرهاشیمیابی است. شناساگرهاشیمیابی در PHهای مختلف پین ۰ تا ۱۴ رنگ‌های متفاوتی دارند. جدول زیر نام چند شناساگر معمولی و گسترده تغییر رنگ (PH) هر یک را نشان می‌دهد.

روی با از دست دادن دو الکترون اکسید می شود و عدد اکسایش آن از صفر به دو افزایش می باید و در واکنش زیر یون روی کاهش می باید و عدد اکسایش آن از ۲ به صفر می رسد.

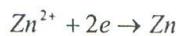


تمایل عناصر به شرکت در واکنش اکسایش- کاهش با یکدیگر فرق می کند و معمولاً "این تمایل را با یک واکنش استاندارد، مانند واکنش اکسایش هیدروژن می سنجند.



برای محاسبه میل نسبی عناصر به اکسایش و کاهش از پتانسیل الکترود استاندارد آنها استفاده می شود یک اکسید الان ماده اکسینده یا کاهنده در واکنش به ترتیب عبارتست از مقدار ماده ای که یک مول الکترون می گیرد یا می دهد. بنابراین یک جسم اکسینده یا کاهنده ممکن است مقادیر جرمی مختلفی برای یک اکسید الان داشته باشد که بستگی به نوع واکنش دارد.

روی با از دست دادن دو الکترون اکسید می شود و عدد اکسایش آن از صفر به دو افزایش می یابد و در واکنش زیر یون روی کاهش می یابد و عدد اکسایش آن از ۲ به صفر می رسد.



تمایل عناصر به شرکت 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 و کاهش از پتانسیل الکترود استاندارد آنها استفاده می شود

پیک اکسینه و ماده اکسینه پا کاهنده در واکنش به ترتیب عبارتست از مقدار ماده ای که یک مول

الکترون می گیرد یا می دهد. بنابراین یک جسم اکسنده یا کاهنده ممکن است مقادیر جرمی مختلفی برای

یک اکی والان داشته باشد که بستگی به نوع واکنش دارد.

I

مور (تشکیل رسوب ثانوی) را نام برد. در این اندازه گیری از محلول استاندارد نقره نیترات استفاده می‌گردد و تشکیل رسوب ثانوی با رنگ مشخص اساس تعیین ختم تیتراسیون در این روش است.

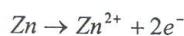
### تیتراسیونهای کمپلکسومتری

پایه و اساس این تیتراسیونها بر تولید کمپلکس بین فلزات و عوامل کمپلکس کننده قرار دارد. در رابطه با مواد غذایی مهمترین کاربرد این روش اندازه گیری سختی آب آشامیدنی می‌باشد. اصولاً "هر کمپلکس تشکیل شده است از یک اتم یا یون فلزی که در مرکز کمپلکس قرار گرفته و در اطراف آن یونهایی با بار مخالف یا مولکولهای بدون بار قرار گرفته اند. این مولکولها یا یونها را لیگاند می‌گویند. پیوند بین فلز و این لیگاندها از نوع کوئوردیناسیون می‌باشد و فلز به صورت گیرنده زوج الکترون آزاد لیگاند عمل می‌کند. اسیدهای آمینه از ترکیبات آلی هستند که به عنوان کمپلکس کننده مورد استفاده فراوان دارند. معروفترین این ترکیبات اتیلن دی آمین تتراستیک اسید نمی‌باشد که به اختصار آن را

EDTA می‌نامند.

### تیتر کردن اکسایش و کاهش:

وقتی عنصری یک یا چند الکترون از دست می‌دهد این عنصر اکسید می‌شود و عمل را اکسایش می‌گویند و بالعکس در عمل کاهش همیشه عنصری که احیا شده است یک یا چند الکترون بدست می‌آورد. بنابراین اکسایش از دست دادن الکترون و کاهش به دست آوردن الکترون است. در عمل اکسایش، عدد اکسایش عنصر بالا می‌رود و در کاهش پایین می‌آید.



مثالاً در واکنش

## چند شناساگر اسید- باز مهم

تغییر رنگ		گسترده انتقال	نام متداول
باز	اسید		
زرد	قرمز	۱/۲-۲/۸	آبی تیمول
آبی	زرد	۸/۰-۹/۶	
زرد	قرمز	۲/۹-۴/۰	زرد متیل
زرد	قرمز	۳/۱-۴/۴	نارنجی متیل
آبی	زرد	۳/۸-۵/۴	سبز بروموزول
زرد	قرمز	۴/۲-۶/۳	قرمز متیل
قرمز	زرد	۴/۸-۶/۴	قرمز کلروفنول
آبی	زرد	۶/۰-۷/۶	آبی برموتیمول
قرمز	زرد	۶/۴-۸/۰	قرمز فنول
زرد - نارنجی	قرمز	۶/۸-۸/۰	قرمز خنثی
ارغوانی	زرد	۷/۴-۹/۰	ارغوانی کروزول
زرد	قرمز	۱/۲-۲/۸	
قرمز	بیرنگ	۸/۰-۹/۶	فنول فتالین
آبی	بیرنگ	۹/۳-۱۰/۵	تیمول فتالین
بنفش	بیرنگ	۱۰/۱-۱۲/۰	زرد آلیزارین

### تیتراسیون های رسوبی:

روشهای حجمی که بر مبنای تشکیل نمکهای کم محلول قرار دارند را تیتراسیونهای رسوبی می

نامند. این روشهای به طور معمول جهت تجزیه نقره و همچنین اندازه گیری یونهای کلر، برم، ید و

تیوسیانات مورد استفاده قرار می گیرند. اکثر کاربردهای این روشهای بر مبنای استفاده از محلول

استاندارد نقره نیترات قرار دارند. از مهمترین تیتراسیونهای رسوبی می توان اندازه گیری کلر به روش

## تهیه محلول‌ها و استاندارد کردن آنها

### تهیه محلول رقیق HCl

چگالی HCl غلیظ  $1/19 \text{ g/mol}$  است با استفاده از این عدد و با توجه به اینکه درصد وزنی آن  $37\%$  می‌باشد، مولاریت آنرا تعیین کنید.

#### ۱- تهیه HCl، (۶M) از اسید غلیظ

توسط مزور یا بورت مقدار  $12/5$  میلی لیتر از اسید فوق را به داخل بالون  $25$  میلی لیتری منتقل کنید سپس آنرا با آب مقطر به حجم برسانید. (توضیح: بهتر است اول کمی آب مقطر در بالون بریزید (حدود  $10 \text{ ml}$ ) سپس  $12/5$  میلی لیتر را به آن اضافه کنید و به حجم برسانید.)

#### پرسش:

- ۱- نرمالیته اسید را حساب کنید.
- ۲- علت اینکه بهتر است مقداری آب در بالون وجود داشته باشد و بعد اسید اضافه شود چیست؟

#### ۲- تهیه HCl، (۱M) از اسید (۶M)

توسط مزور یا بورت مقدار  $16/6$  میلی لیتر از اسید (۶M) را برداشته و آنرا به بالون  $100$  میلی لیتری که محتوی  $50$  میلی لیتر آب مقطر می‌باشد اضافه کنید و با آب مقطر تا خط نشانه به حجم برسانید.

#### ۳- (الف) تهیه HCl، (۱M) از اسید (۰/۰M)

بوسیله پت مقدار  $10 \text{ ml}$  از اسید (۰/۰M) را برداشته و آنرا به بالون  $100$  میلی لیتری منتقل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید.

#### ب) تهیه HCl، (۰/۰M) از (۰/۲M)

۲۰ml از اسید (۱M) را به بالون ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید سپس آنرا تا خط نشانه با آب مقطر به

حجم برسانید.

ج) تهیه HCl، (۰/۳M) از (۱M)

۳۰ میلی لیتر از اسید (۱M) را به بالون ۱۰۰ میلی لیتر منتقل نموده و با آب مقطر تا خط نشانه به

حجم برسانید.

د) تهیه HCl، (۰/۲۵M) از (۱M)

۲۵ml از اسید (۱M) را به بالون ۱۰۰ میلی لیتری منتقل نموده و با آب مقطر به حجم برسانید

۴- استاندارد کردن اسیدهای تهیه شده در مرحله ۳

مواد لازم: HCl تهیه شده - ۰/۲۵ گرم از  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (قبلاب) به مدت ۱ ساعت در دمای ۱۱۰°

خشک شود) شناساگر متیل اورانز

### روش کار:

در یک اrlen ۲۵۰ میلی لیتری ۰/۲۵ گرم سدیم کربنات توزین شده را انتقال دهید و در ۷۵-۵۰

میلی لیتر آب مقطر حل کنید. سپس دو قطر از شناساگر بیفرازید. HCl را در بورت ۵۰ میلی لیتر تمیز

بریزید (توجه کنید که حباب هوا در بورت یا سوزن بورت محبوس نشود)

ارلن را روی یک تکه سفید قرار دهید و به آرامی اسید را به آن اضافه کنید و مرتب اrlen را

بچرخانید تیتراسیون را ادامه دهید تا رنگ شناساگر زرد کم رنگ شود. دیواره اrlen را با کمی آب مقطر

بشویید و تا ایجاد رنگ نارنجی تیتراسیون را ادامه دهید. حجم مصرفی را یاداشت کنید.

تیتراسیون را حداقل ۲ بار تکرار کنید و با استفاده از میانگین حجم مصرفی به عنوان حجم نقطه اکی

والان غلظت اسید را محاسبه کنید. (بر حسب نرمالیته)

### تهیه محلول NaOH از ماده جامد

- ✓ ۱) ۱ گرم NaOH جامد را در یک بشر وزن کرده و در مقدار کمی آب حل کنید و به بالون ۲۵ میلی لیتری منتقل کنید. بشر را با مقدار کمی آب شستشو دهید و به محلول درون بالون اضافه کنید و آن را به حجم برسانید. غلظت این محلول را حسآب کنید.
- الف - ۱۰ میلی لیتر از محلول (۱) را با مزور به یک بالون ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب به حجم برسانید. غلظت تقریبی محلول را حسآب کنید.
- ب - ۲۰ میلی لیتر از محلول (۱) را با مزور به یک بالون ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید. غلظت تقریبی محلول را حسآب کنید.
- ج - ۱۵ میلی لیتر از محلول (۱) را با مزور به یک بالون ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید. غلظت تقریبی محلول را حسآب کنید.
- د - ۲۵ میلی لیتر از محلول (۱) را توسط مزور به یک بالون ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید. غلظت تقریبی محلول را حسآب کنید.

### NaOH استاندارد کردن محلول

- ۳۰ میلی لیتر محلول پتاسیم هیدروژن فتالات (۱M) را به اrlen ۲۵۰ میلی لیتری انتقال دهید.
- میلی لیتر آب مقطر و ۲ قطره شناساگر فل فتالئن به آن اضافه کنید.
- محلول داخل اrlen را توسط NaOH تهیه شده تیتر کنید.
- با اولین قطره که ایجاد تغییر رنگ ثابت از بی رنگ به صورتی می نماید حجم را یادداشت کنید.
- تیتراسیون را حداقل یک بار دیگر تکرار کنید.
- به کمک رآبشه اکی والان غلظت سود را حسآب کنید.

تیتراسیونهای اسید و باز

### تعیین غلظت HCl مجهول

- ۱۰ میلی لیتر از نمونه مجهول را در اrlen کوچک بریزید و با ۱۰ میلی لیتر آب مقطر آن رقیق کنید و دو قطره شناساگر فنا فتالئن اضافه کنید و با NaOH استاندارد تیتر کنید.
- تیتراسیون را یکبار هم در حضور شناساگر متیل اورانٹ انجام دهید.

(توجه: برای مقایسه و تشخیص نقطه پایانی از محلول شاهد استفاده کنید یعنی یک قطره سود لوله آزمایش تمیز بر بزید و به آن آب و دو قطره شناساگر اضافه کنید.)

پرسش:

- ۱- غلظت اسید مجهول را به دست اورید.
- ۲- PH این اسید مجهول چقدر است؟
- ۳- منحنی تیتراسیون نظری را به صورت  $PH = f(v)$  رسم کنید.

### تعیین غلظت $\text{NaOH}$ مجهول

۱۰ میلی لیتر محلول  $\text{NaOH}$  مجهول را به ارن کوچک منتقل کنید و با ۱۰ میلی لیتر آب مقطر رقیق کنید و دو قطره شناساگر فل فتالین بیافزاید و با  $\text{HCl}$  استاندارد تیتر کنید. یکبار دیگر تیتراسیون در حضور شناساگر متیل اورانٹ انجام دهید. (محلول شاهد جهت مقایسه: ۱ قطره  $\text{HCl}$  و آب دو قطره و شناساگر)

پرسش:

- ۱- غلظت باز مجهول را بر حسب مولاریته به دست آورید.
- ۲- PH باز مجهول را محاسبه کنید.
- ۳- منحنی تیتراسیون نظری را به صورت  $\text{PH} = f(v)$  رسم کنید.

### تعیین غلظت $\text{H}_3\text{PO}_4$ مجهول

۱۰ میلی لیتر از نمونه مجهول را به ارن کوچک منتقل کنید و یک قطره شناساگر متیل اورانٹ بیافزاید. و آن را تغییر رنگ نارنجی به زرد تیتر کنید. حجم مصرفی را یادداشت کنید. یک قطره شناساگر فل فتالین بیافزاید و تیتراسیون را تا تغییر رنگ محلول به ارغوانی ادامه دهید. باز هم حجم مصرفی را یادداشت کنید.

پرسش:

- ۱- غلظت نمونه مجهول را بر حسب مولاریته به دست آورید.
- ۲- منحنی تیتراسیون را با استفاده از PH متر رسم کنید. غلظت نمونه را از این روش نیز به دست آورید.

### تیتراسیونهای اکسیداسیون - احیا

#### تیتراسیونهای اکسیداسیون - احیا

۱۰ میلی لیتر از نمونه مجھول را در حضور شناساگر فتل فالائین تابی رنگ شدن آن با اسید کلریدریک  $\text{N}/10$  تیتر کنید. در این لحظه یک قطره شناساگر متیل اورانٹ اضافه کنید و تا تغییر رنگ محلول از زرد به صورتی تیتراسیون را ادامه دهید. مولاریته مجھول را با استفاده از هر دو نقطه پایانی به دست آورید.

پرسش:

- ۱- نمودار فرضی این تیتراسیون رارسم کنید.
- ۲- استفاده از دو شناساگر در این آزمایش به چه دلیل است؟

### تیتراسیونهای اکسیداسیون - احیا

#### تیتراسیونهای اکسیداسیون - احیا

۱۰cc اسید اکسالیک با غلظت معلوم را در یک اrlen بریزید و به آن ۱۰ قطره اسید سولفوریک غلیظ و دو قطره پرمنگنات اضافه کنید و تابی رنگ شدن محلول روی شعله گرم کنید در این لحظه آن را با پرمنگنات مجھول تا پایدار ماندن رنگ صورتی تیتر کنید حجم مصرفی را یادداشت کنید و غلظت پرمنگنات را بر حسب مولاریته و نرمالیته محاسبه کنید. (با استفاده از این روش می توان پرمنگنات تهیه شده در آزمایشگاه را استاندارد کرد).

پرسش:

- ۱- چرا بر خلاف تیتراسیونهای قبلی نمونه معلوم را در arlen و مجھول را در بورت ریختید؟
- ۲- چرا قبل از شروع تیتراسیون دو قطره از پرمنگنات را در arlen می ریزید و آن را گرم می کنید؟
- ۳- معادله واکنش انجام شده را بنویسید و موازنہ کنید.

### تیتراسیونهای اکسیداسیون - احیا

۰/۰ گرم از سولفات آهن ناخالص را در مقداری آب حل کنید و در بالون ژوژه  $50\text{cc}$  به حجم برسانید. ۱۰ میلی لیتر از آن را در یک arlen بریزید و ۲۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ( $\text{N}/2$ ) نیز به آن بیافزایید و با پرمنگنات معلوم تا ظهور رنگ صورتی تیتر کنید حجم مصرفی را یادداشت کنید و در صد سولفات آهن را در نمونه ناخالص محاسبه کنید.

پرسش:

- ۱- معادله واکنش را بنویسید و موازنه کنید.
- ۲- از اسید سولفوریک به چه دلیل استفاده می شود؟

تعیین ارزش حجمی  $H_2O_2$

(ارزش حجمی آب اکسیژنه حجم گازی است که از واحد حجم آن متضاعف می شود.)

۱۰ میلی لیتر از نمونه آب اکسیژنه مجھول را در اrlen مایر بریزید و به آن ۱۰ قطره اسید سولفوریک غلیظ بیافزایید و تا ظهور رنگ ارغوانی با پرمنگات معلوم تیتر کنید حجم مصرفی را یادداشت کنید و غلظت آب اکسیژنه را بر حسب مولاریته و نرمالیته محاسبه کنید.

پرسش:

- ۱- فرمول واکنش انجام شده را بنویسید و موازنه کنید.
- ۲- ارزش حجمی نمونه مجھول آب اکسیژنه را محاسبه کنید.

رسونی  
تیتراسیونهای وزن سنجی

تعیین غلظت  $Cl^-$  مجھول

۱۰ میلی لیتر از محلول حاوی یون  $Cl^-$  با غلظت مجھول را در یک اrlen مناسب بریزید و ۱ میلی لیتر محلول کرومات ۵٪ به آن اضافه کنید. در صورت نیاز محلول سدیم بی کربنات بیافزایید تا PH محلول حدود ۶.۵-۷ گردد. با آب مقظر حجم کل را به ۴۰ میلی لیتر برسانید و تا ظهور رنگ زرد مایل به نارنجی با محلول (۱M/۰) نیترات نقره تیتر کنید. غلظت نمونه مجھول را بر حسب مولاریته و نرمالیته محاسبه کنید.

پرسش:

- ۱- تنظیم PH در این آزمایش به چه دلیل مهم است؟
- ۲- کرومات در این تیتراسیون چه نقشی دارد؟
- ۳- چرا محلول نمونه را قبل از تیتر کردن رقیق می کیم؟

۸۳.۹.۱۷

### تعیین درصد خلوص نمونه ناخالص $\text{NiCl}_2$

۱/ ۰ گرم از نمونه ناخالص نیکل (II) کلرید را در آب م قطره حل کنید (اگر خوب حل نشد چند قطره کلریدریک اسید به آن اضافه کنید) و در بالون روزه ۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید. ۲۵ میلی لیتر از نمونه را در یک بشر بریزید و ۱۰ میلی لیتر محلول الکلی دی متیل گلی اکسیم ۱٪ به آن بیافزایید. قطره قطره آمونیاک ۱۰٪ به محلول اضافه کنید و هم بزنید تا بوی آمونیاک به مشام برسد. (PH = ۹). بشر محتوی رسوب را مدت نیم ساعت در حمام بخار قرار دهید و بعد از سرد شدن محتويات پسر، آن را صاف کنید و با آب م قطره شستشو دهید. رسوب را به مدت نیم ساعت در اتو ۱۱۰°C قرار دهید نا خشک شود. وزن رسوب را گزارش کنید.

پرسش:

- ۱- وزن نیکل موجود در نمونه چقدر است؟
- ۲- درصد خلوص نمونه نیکل (II) کلرید چقدر است؟
- ۳- واکنش تشکیل رسوب نیکل با دی متیل گلی اکسیم را بنویسید.
- ۴- اگر برای خشک کردن رسوب از دمای بالا استفاده شود چه اشکالی پیش می آید؟

### تیتراسیونهای کمپلکسومتری

#### تعیین غلظت محلول $\text{Ni}^{2+}$ مجھول

۱۰ میلی لیتر از نمونه مجھول را در اrlen مایر بریزید و با ۳۰ میلی لیتر آب م قطره رقیق کنید. کمی شناساگر مورکسید و ۱۰ میلی لیتر آمونیم کلرید (M) به آن بیافزایید و قطره قطره آمونیاک غلیظ اضافه کنید تا رنگ محلول زرد شود (PH = ۷). با EDTA استاندارد (M = ۰/۰۱) تیتر کنید رنگ محلول تغییر کند. در این لحظه با افزایش ۵ میلی لیتر آمونیاک غلیظ محیط را کاملاً "قیابی" کنید (PH = ۱۰) و تیتراسیون را تا تغییر رنگ زرد به بنفش ادامه دهید. کمپلکس نیکل با EDTA کند تشکیل می شود بنابراین نزدیک نقطه پایانی EDTA را قطره قطره اضافه کنید. غلظت نمونه مجھول را بر حسب مولاریته محاسبه کنید.

پرسش

- ۱- این تیتراسیون برچه اساسی انجام می گیرد؟
- ۲- فرمول باز EDTA را رسم کنید و بنویسید که چگونه با  $\text{Ni}^{2+}$  کمپلکس می دهد.

### تعیین غلظت مخلوط $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Mg}^{2+}$

#### - استاندارد کردن a

۱۰ میلی لیتر از محلول معلوم العیار ( $0.01\text{N}$ )  $\text{Zn}^{2+}$  را با ۵ میلی لیتر تامپون آمونیاکال مخلوط کنید و در حضور شناساگر اریوکروم بلک تی تا تغییر رنگ محیط از بنفش به آبی با EDTA تهیه شده تیتر کنید. غلظت EDTA را بر حسب مولاریته بدست آورید.

#### - تعیین غلظت نمونه بجهول b

روی ۱۰ میلی لیتر از نمونه آزمایشی (۵-۱۰) میلی لیتر تامپون آمونیاکال بریزید و در حضور کمی شناساگر اریوکروم بلک تی تا تغییر رنگ محلول از بنفش به آبی با EDTA استاندارد شده تیتر کنید. حجم مصرفی EDTA را یادداشت کنید. غلظت ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) را بر حسب مولاریته محاسبه کنید.

#### پرسش

۱- تامپون آمونیاکال چگونه تهیه می شود؟

۲- روشی برای اندازه گیری  $\text{Ca}^{2+}$  ارائه دهید.

## تعیین سختی آب

### انواع سختی آب:

الف) املاحی نظیر بیکربناتها که املاح نایابداری هستند و در آن را بالا رفتن دمای آب تحریمه می شوند و بصورت کربنات رسوب می کنند (مانند بی کربناتهای کلسیم و منیزیم) بنابراین بعد از چند دقیقه جوشاندن مقداری از املاح رسوب می کنند و از محلول خارج می شوند و سختی آب کاهش می یابد این نوع سختی که مربوط به وجود بی کربناتهای کلسیم و منیزیم می باشد سختی موقت نامیده می شود.

ب) نمکهای دیگر کلسیم و منیزیم مانند سولفاتها، کلریدها، نیترات‌ها در اثر جوشیدن به صورت محلول مانند و برای حذف یا کاهش آنها باید از مواد شیمیایی استفاده کرد این املاح سختی دائم آب هستند.

## تعیین سختی موقت آب

۲۵ میلی لیتر از آب شهر را در حضور معرف متیل اورانٹ تا تغییر رنگ محلول از زرد به صورتی با کلریدریک اسید (N/۱۰) تیتر کنید.

با توجه به حجم مصرفی سختی موقت آب را بر حسب میلی اکی والان گرم در لیتر محاسبه کنید.

## تعیین سختی کل آب

۲۵ میلی لیتر آب شهر را در یک اrlen بریزید در حدود ۲ میلی لیتر محلول تامپون آمونیاکال و چند قطره شناساگر سیاه اریوکروم تی به آن بیافزایید تا رنگ محلول بنفش (مایل به قرمز) شود با EDTA تا تغییر رنگ محلول از بنفش به آبی تیتر کنید حجم مصرفی را یادداشت کنید.

با توجه به حجم مصرفی EDTA سختی کل آب را بر حسب میلی اکی والان گرم در لیتر محاسبه کنید.

با کم کردن مقدار سختی موقت از سختی کل، سختی دائم آب به دست می آید که با استفاده از آن و

جدول زیر می توان نوع آب شهر را تعیین نمود.

نوع آب	سختی دائم آب بر حسب میلی اکی والان گرم در لیتر
ملایم	<۴
متوفی	۴-۸
سخت	۸-۱۲
خیلی سخت	>۱۲

## فهرست منابع

- |                                 |                            |
|---------------------------------|----------------------------|
| تألیف: چارلن مورتیمر            | ۱- شیمی عمومی              |
| تألیف: اسکوک وست                | ۲- مبانی شیمی تجزیه        |
| تألیف: دکتر محمدحسین پورنقی آذر | ۳- آشنایی با شیمی تجزیه    |
| تألیف: دکتر محمدحسین سرورالدین  | ۴- اصول شیمی تجزیه کشاورزی |
| تألیف: محمدعلی زنجانچی          | ۵- آزمایشگاه شیمی تجزیه ۱  |
| تألیف: غلامحسین طیفی            | ۶- شیمی تجزیه عملی         |