



جزوه آزمایشگاهی شیمی عمومی عملی (رشته داروسازی)

شعبه بین المللی ارس، دانشگاه علوم پزشکی تبریز

مدرس: دکتر احد باویلی تبریزی

کارشناس: آقای محمد شهریور

فهرست مطالب

آزمایش ۱) تعیین چگالی (جرم حجمی یا دانسیته) مواد جامد یا مایع

آزمایش ۲) تشخیص اجسام با استفاده از ویژگیهای فیزیکی (حلالیت، نقطه جوش و ذوب)

آزمایش ۳) یافتن ثابت عمومی گازها

آزمایش ۴) بررسی اثر غلظت بر سرعت واکنش

آزمایش ۵) بررسی اثر حرارت بر سرعت واکنش

آزمایش ۶) بررسی قانون بقای جرم و واکنشهای اکسیداسیون- احیا

آزمایش ۷) سنتز کمپلکس ها

آزمایش ۸) تعیین ثابت تعادل یک واکنش

آزمایش ۹) خالص سازی آب ها با استفاده از رزین ها

تشخیص اجسام با استفاده از ویژگیهای فیزیکی

ویژگیهای یک ماده به آن دسته از مشخصات یک ماده گفته می شود که ما را قادر می سازد آن را شناخته و از موارد دیگر متمایز کنیم. شناسائی مستقیم برخی از مواد با بررسی اولیه آنها انجام پذیر است. به عنوان مثال رنگ، اندازه، شکل، بافت و یا بو و مزه مواد بسادگی می تواند برای شناسایی آنها مورد استفاده قرار گیرد. بدین ترتیب مس بر اساس رنگ خود از دیگر فلزات متمایز می شود.

ویژگیهای فیزیکی، آن دسته از مشخصاتی هستند که بدون تغییر ماهیت ماده قابل مشاهده هستند. هر چند در مورد ویژگیهای همچون مزه، بو و رنگ نسبت دادن مقدار کمی مشخص، مشکل است ولی در مورد برخی از ویژگیهای فیزیکی مانند نقطه ذوب، نقطه جوش، حلالیت، دانسیته، ویسکوزیته و ضریب انعکاس این مقادیر می توانند بصورت کمی گزارش شوند. به عنوان مثال نقطه ذوب مس $1087^{\circ}C$ است و دانسیته g/cm^3 ۸.۹۶ می باشد. آشکار است هر کدام از مقادیر فوق برای یک ماده مشخص، ثابت و منحصر بفرد هستند که این امر امکان شناسائی مواد را تنها با اندازه گیری دقیق چند مورد از این ویژگیها فراهم می آورد.

اطلاعات مربوط به این ویژگیها در کتابها جمع آوری شده است.

در این آزمایش شما از ویژگیهای نقطه ذوب، جوش، حلالیت و دانسیته برای شناسایی ماده استفاده خواهید کرد. حلالیت یک ماده در یک حلال در یک دمای مشخص، ماکزیمم مقداری از آن ماده است که در یک حجم مشخص (اغلب ۱۰۰ml یا ۱۰۰۰ml) از یک حلال حل می شود که مقادیر برای هر ماده ای در جداول بصورت مقدار گرم به ازاء ۱۰۰ml حلال آورده شده است و حلال اغلب آب است.

دانستیه یک ماده بصورت جرم واحد هر ماده تعریف می شود و بصورت جرم بر حسب واحد حجم بیان می شود:

$$d = m/v$$

نقطه ذوب دمائی است که حالت مایع و جامد از یک ماده در حالت تعادل هستند. عبارتی نقطه ذوب دمائی تعادلی است که جامد شروع به ذوب شدن می کند. نقطه ذوب برای هر ماده خالص مقدار مشخصی بوده و می تواند از ویژگیهای هر ماده بشمار آید.

نقطه جوش دمائی است که حالت مایع و بخار از یک ماده در حالت تعادل هستند. عبارتی نقطه جوش دمائی تعادلی است که مایع شروع به بخار شدن می کند. یک ماده زمانی می جوشد که حبابهای بخار در درون آن تشکیل شود و به سطح آمده و بترکند. هر مایع در تماس با اتمسفر زمانی می جوشد که فشار بخار آن برابر با فشار اتمسفر گردد. عبارتی حالت بخار و مایع یک ماده در فشار ۷۶۰ mmHg در حال تعادل هستند. واضح است که نقطه جوش یک ماده به فشار اتمسفر وابسته خواهد بود. مایع در فشار اتمسفر بالاتر، در دمائی بالاتری خواهد جوشید و بالعکس. بدین ترتیب نقطه جوش مواد در فشار مشخص نیز بعنوان کمیتی ثابت از هر ماده می تواند در شناسایی آنها مورد استفاده قرار گیرد.

وسایل و مواد لازم:

لوله آزمایش، گیره لوله آزمایش، ارلن، استوانه مدرج، پی پت، لوله موئین، ترمومتر، چوب پنبه، لوله خمیده، بشر، میله و پایه، سه پایه و توری نسوز، سنگ جوش، سیکلو هگزان، اتیل الکل، نفتالین، استون، آب مقطر.

آزمایش شماره ۱- تعیین چگالی (جرم حجمی یا دانستیه^۱) مواد جامد یا مایع

تئوری - جرم یک شیئی بستگی به جنس و اندازه آن دارد. چگالی نسبت جرم به حجم می باشد. به عبارتی دیگر، چگالی جرم واحد حجم برای هر جسم است. و چون حجم اجسام با دما تغییر می کند، چگالی مواد در دمای معین مقداری ثابت است.

$$d = m/v$$

در رابطه بالا، d نمایشگر چگالی، m نمایشگر جرم و v نمایشگر حجم است.

واحد چگالی برای مواد جامد و مایع g/cm^3 و برای گازها g/l است. هدف از انجام این آزمایش، تعیین چگالی مواد جامد یا مایع است.

مواد لازم- قطعه هایی از ماده جامد- مقداری از مایع مورد آزمایش - آب مقطر.

وسایل لازم- ترازوی دقیق- استوانه مدرج $25ml$ - پی پت $25ml$ - پیکنومتر- بورت $50ml$

روش آزمایش- برای تعیین چگالی یک جسم باید وزن و حجم مقدار معینی از آن را تعیین کنید.

الف- تعیین چگالی مایع

اندازه گیری چگالی یک مایع، بسته به دقت مورد نیاز، می تواند با وسایل مختلف انجام گیرد.

۱- تعیین چگالی مایع با استفاده از استوانه مدرج

یک استوانه مدرج ۲۵ml خشک را با دقت ± 0.001 g وزن کنید. در آن تا خط نشانه ای که حجم ۲۰ ml را نشان می دهد، از مایع مورد آزمایش با دمای $t^{\circ}C$ بریزید (طرز خواندن صحیح سطح مایع در ظرف مدرج در آزمایش شماره ۹ توضیح داده شده است).

و باز آن را با همان دقت قبلی وزن کنید. برای دقت بیشتر در اندازه گیری حجم، بهتر است از پی پت یا بورت استفاده کنید. در این صورت یک بشر کوچک ۵۰ ml خشک را وزن کنید. پی پت یا بورت را با مایع مورد آزمایش شستشو دهید ۲۰ ml از آن را به وسیله پی پت یا بورت در بشر بریزید و دوباره وزن کنید. اکنون با دانستن وزن و حجم مایع، می توانید چگالی آن را حساب کنید.

۲- تعیین چگالی دقیق مایع (با استفاده از پیکنومتر)

دقیق ترین وسیله برای این آزمایش پیکنومتر است. ابتدا پیکنومتر خالی و خشک، سپس پیکنومتر پر از آب مقطر با دمای $t^{\circ}C$ و سرانجام پیکنومتر پر از مایع مورد آزمایش با همان دما را با دقت ± 0.001 g وزن کنید (شکل شماره ۱). وزن آنها را به ترتیب ، و بنامید.

قبل از ریختن مایع مورد آزمایش در پیکنومتر، آن را با خود مایع شستشو دهید تا قطره های آب در آن باقی نمانده باشد.



(a)

پیکنومتر خالی



(b)

پیکنومتر پر از آب مقطر



(c)

پیکنومتر پر از

شکل شماره ۱- روش استفاده از پیکنومتر

چگالی آب مقطر، در دمای $t^{\circ}C$ را در جدول شماره ۱ بیابید.

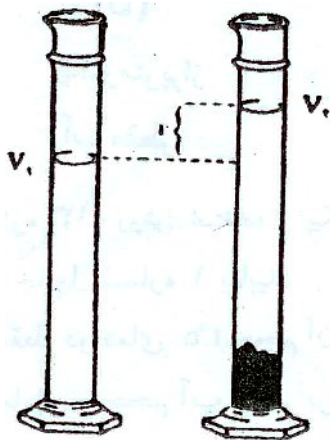
با داشتن وزن و چگالی آب مقطر در دمای $t^{\circ}C$ حجم آن را در این دما می توانید محاسبه کنید. و چون حجم مایع در مورد آزمایش با حجم آب مقطر برابر است حجم بدست آمده برابر حجم مایع مورد آزمایش نیز هست. توجه داشته باشید که هنگام پر کردن پیکنومتر باید لوله موئین آن نیز پر از مایع باشد بنابراین هنگام پر کردن پیکنومتر، چند قطره از مایع باید بیرون بریزد. پیش از توزین، جدار بیرونی پیکنومتر را کاملاً خشک کنید.

جدول شماره ۱- چگالی آب مقطر در دماهای مختلف

وزن یک میلی لیتر آب	دما $^{\circ}C$	وزن یک میلی لیتر آب	دما $^{\circ}C$	وزن یک میلی لیتر آب	دما $^{\circ}C$
۰/۹۹۷۸۰	۲۲	۰/۹۹۹۴۰	۱۳	۱/۰۰۰۰۰	۴
۰/۹۹۷۵۶	۲۳	۰/۹۹۹۲۷	۱۴	۰/۹۹۹۹۹	۵
۰/۹۹۷۳۲	۲۴	۰/۹۹۹۱۳	۱۵	۰/۹۹۹۹۷	۶
۰/۹۹۷۰۷	۲۵	۰/۹۹۸۹۷	۱۶	۰/۹۹۹۹۳	۷
۰/۹۹۶۸۱	۲۶	۰/۹۹۸۸۰	۱۷	۰/۹۹۹۸۸	۸
۰/۹۹۶۵۴	۲۷	۰/۹۹۸۶۲	۱۸	۰/۹۹۹۸۱	۹
۰/۹۹۶۲۶	۲۸	۰/۹۹۸۴۳	۱۹	۰/۹۹۹۷۳	۱۰
۰/۹۹۵۹۷	۲۹	۰/۹۹۸۲۳	۲۰	۰/۹۹۹۶۳	۱۱
۰/۹۹۵۶۷	۳۰	۰/۹۹۸۰۲	۲۱	۰/۹۹۹۵۲	۱۲

ب- تعیین چگالی یک جامد

حدود ۵g از جسم را با دقت ± 0.001 g وزن کنید. در یک استوانه مدرج ۲۵ml خشک، تا خط نشانه معینی آب بریزید و حجم آن را () یادداشت کنید. قطعه های جامد را به آرامی در استوانه مدرج بیندازید به طوری که کاملاً در آب فرو روند. ببینید سطح آب مقابل کدام خط نشانه است و حجم آب را () یادداشت کنید. (شکل شماره ۲).



شکل شماره ۲- روش اندازه گیری حجم یک جسم با استفاده از استوانه مدرج

برگ گزارش کار - آزمایش شماره ۱

نام	
نام همکار	
شماره مجهول	گروه

الف - محاسبه چگالی مایع:

$$\text{دمای آزمایش} = t^{\circ} \text{C}$$

$$\text{وزن پیکنومتر خالی} = \quad = \quad \text{g}$$

$$\text{وزن مایع مورد آزمایش} = \quad - \quad = \quad \text{g}$$

$$\text{وزن آب مقطر} = \quad - \quad = \quad \text{g}$$

$$\text{حجم مایع مورد آزمایش} = \text{حجم آب مقطر} = \frac{\quad}{\text{آب (در دمای } \quad ^{\circ} \text{)}} = V = \quad \text{ml}$$

$$d \text{ مایع} = \frac{\quad}{\quad} = \quad \text{g/ml}$$

ب - محاسبه چگالی جامد:

$$\text{جرم جامد مورد آزمایش} = m = \quad \text{g}$$

$$\text{حجم جامد مورد آزمایش} = \quad - \quad = \quad \text{ml}$$

$$d \text{ جامد} = \frac{\quad}{\quad} = \quad \text{g/cm}$$

آزمایش ۲

تخیص اجسام با استفاده از ویژگیهای فیزیکی (حلالیت، نقطه جوش و ذوب)

وسایل و مواد مورد نیاز:

لوله آزمایش، گیره لوله آزمایش، ارلن، استوانه مدرج، پی پت، لوله مویین، ترمومتر، چوب پنبه، لوله خمیده،

بشر، میله و پایه، سه پایه و توری نسوز، سنگ جوش

سیکلو هگزان، اتیل الکل، نفتالین، استون، آب مقطر

روش کار:

حلالیت:

میزان حلالیت نفتالن را در ۳ حلال آب، سیکلو هگزان و اتیل الکل بدست آورید. برای این منظور مقدار کمی

از کریستالهای نفتالن را به حدود ۲ تا ۳ میلی متر از هر کدام از حلال های فوق در ۳ لوله آزمایش مجزای

خشک و تمیز بریزید و تا حد امکان سعی کنید مقدار ماده و حلال در هر سه لوله یکسان باشد. سپس چوب

پنبه ای بر روی لوله آزمایش قرار داده و بطور ملایم تکان دهید. تیره شدن و عدم شفاف بودن حلال و مه آلود

شده حلال، دلیل بر عدم حلالیت است. حال با توجه به هر کدام از لوله های آزمایش نتایج خود را مبنی بر

حلالیت، حلالیت نسبی یا عدم انحلال نفتالن در هر کدام از حلالهای مورد آزمایش گزارش کنید.

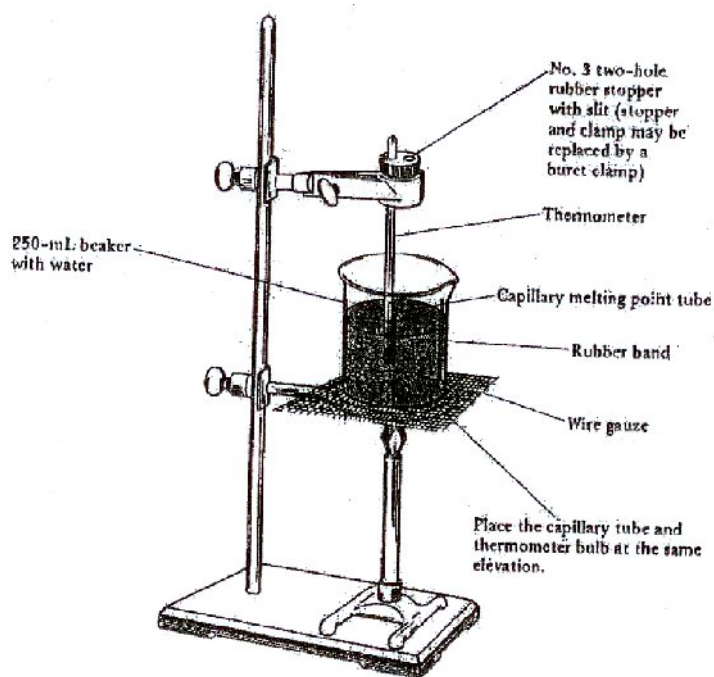
در آزمایش دیگر، در ۳ لوله آزمایش تمیز و خشک دیگر، روش فوق را تکرار کنید با این تفاوت که بجای

نفتالین ۴ تا ۵ قطره استون اضافه کنید. توجه داشته باشید تشکیل دو لایه مجزا دلیلی بر عدم حلالیت است.

یافته های خود را گزارش دهید. حال آزمایش فوق را با نمونه تکرار کنید.

نقطه ذوب (جامدات):

یک لوله موئین برداشته و یک انتهای آنرا با احتیاط با استفاده از چراغ گاز مسدود کنید. دقت کنید سر لوله کاملاً بسته شده باشد. این عمل با چرخاندن لوله موئین بر روی حرارت براحتی انجام پذیر است. مقدار کمی از نمونه را با انتهای لوله آزمایش روی یک تکه کاغذ خرد و نرم کنید. با ضربات آهسته انتهای باز لوله موئین بر روی جامد نرم شده، مقداری از نمونه را به درون لوله موئین وارد کنید. لوله موئین را از طرف انتهای بسته آن درون لوله شیشه ای طویل بیاندازید. این عمل موجب می شود ماده درون لوله موئین در انتهای بسته آن جمع شود. این عمل را چند بار تکرار کنید تا ارتفاع ماده جمع شده در انتهای لوله به ۵mm برسد. حال تجهیزاتی مانند شکل زیر درست کنید.



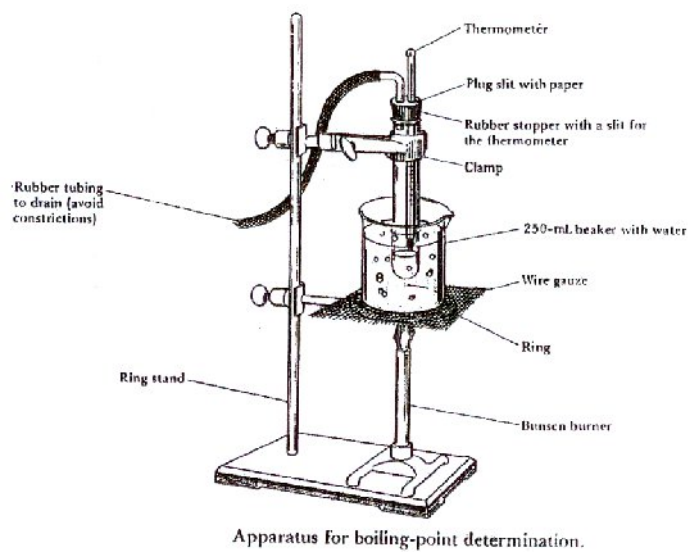
Apparatus for melting-point determination.

یک حلقه لاستیکی در حدود ۵cm بالاتر از حباب ترمومتر و خارج از سطح مایع قرار دهید. به دقت لوله موئین را زیر حلقه لاستیکی با انتهای بسته آن در پائین قرار دهید. ترمومتر را همراه با لوله موئین به درون

بشری پر از آب وارد کنید بطوریکه کل نمونه موجود در لوله موئین در درون مایع قرار گیرد ولی ترمومتر نباید با ته بشر تماس داشته باشد و انتهای باز لوله موئین خارج از آب قرار گیرد. در حالیکه آب را با میله شیشه ای هم می زنید، آن را به آهستگی حرارت دهید. در ضمن نمونه درون لوله موئین را تحت نظر داشته باشید. در لحظه ای که جامد ذوب می شود دما را ثبت کنید. همچنین گستره دمای ذوب را یادداشت کنید. گستره دمای ذوب، گستره ای است بین دمایی که ماده شروع به ذوب می کند و دمایی که در آن همه ماده ذوب میشود. توجه داشته باشید بالاترین دمای قابل دسترس در حمام آب 100°C بوده و اگر نمونه شما تا زمان جوش آب حمام ذوب نگردید برای نقطه ذوب آن دمای بالاتر از 100°C گزارش کنید.

۴- دمای جوش (مایعات):

برای تعیین دمای جوش، از همان ماده ای که برای اندازه گیری دانستیه استفاده کرده اید استفاده کنید. 3ml از ماده را داخل یک لوله آزمایش خشک و تمیز بریزید. لوله آزمایش را با چوب پنبه ای که دارای دو سوراخ برای قرار دادن ترمومتر و یک لوله آزمایش خمیده می باشد، بپوشانید. یک یا دو سنگ جوش کوچک را به درون لوله آزمایش بیندازید تا از جوشیدن نمونه مطمئن شوید. ترمومتر را طوری قرار دهید که حدود 1cm بالاتر از سطح مایع مجهولتان قرار بگیرد. لوله آزمایش را با گیره ای روی پایه محکم کنید و لوله خمیده را با استفاده از یک شیلنگ به سینک بیاندازید (شکل زیر). آب را به آهستگی حرارت داده و تغییرات دمایی را زیر نظر بگیرید. دما در نقطه جوش ثابت خواهد شد. نقطه جوش را ثبت کنید.



۵- تعیین نمونه مجهول

حالات نمونه مجهول را در حلالهای آب، اتانول و سیکلوهگزان تعیین کرده و دانستیه، نقطه ذوب (در مورد مواد جامد) و نقطه جوش (اگر نمونه مایع باشد) را اندازه گیری نمایید. حال با استفاده از جدول زیر و براساس نتایج بدست آمده نمونه را شناسایی کنید.

Physical properties of pure substances

Substance	Density(g/ml)	Melting (°)	Boiling point (°)			
Acetanilide	1.22	114	304	SP	SP	S
Acetone	0.79	-96	56	s	s	s
Benzophenone	1.15	48	306	i	s	s
Bromoform	2.89	8	146-150	i	s	s
2,3Butanedione	0.98	-2.4	88	s	s	s
t-Butyl alcohol	0.79	25	83	s	s	s
Cadmium nitrate 4 O	2.46	59	132	s	i	s
	1.49	-63.5	61	i	s	s
Cyclohexane	0.78	6.5	81.4	i	s	s
p-Dibromobenzene	1.83	86.9	219	i	s	s
p-Dichlorobenze	1.46	53	174	i	s	s
m-Dinitrobenzene	1.58	90	291	i	s	s
Diphenyl	0.99	70	255	i	i	s
Diphenylamine	1.16	53	302	i	sp	s
Diphenylmethane	1.00	27	265	i	s	s
Ether, ethyl propyl	1.37	-79	64	s	s	s
Hexane	0.66	-94	69	i	i	s
Isopropyl alcohol	0.79	-98	83	s	s	s
Lauric acid	0.88	43	255	i	i	s
Magnesium nitrate. 6 O	1.63	89	330	s	i	s
Methyl alcohol	0.79	-98	65	s	sp	s
M	1.34	-97	40.1	i	s	s
Naphthalene	1.15	80	218	i	s	sp
-Naphthol	1.10	94	288	i	i	s
Phenyl benzoate	1.23	71	314	i	s	s
propionaldehyde	0.81	-81	48.8	s	i	s
Sodium acetate. 3 O	1.45	58	123	s	i	sp
Stearic acid	0.85	70	291	i	s	sp
Thymol	0.97	52	232	sp	s	s
Toluene	0.87	-95	111	i	s	s
p-Toluidine	0.97	45	200	sp	s	s
Zinc chlorid	2.91	283	732	s	i	

s= soluble; sp= sparingly soluble; i= insoluble

b= Toxic. Most organic compounds used in the lab are toxic.

Boils with decomposition

آزمایش ۳

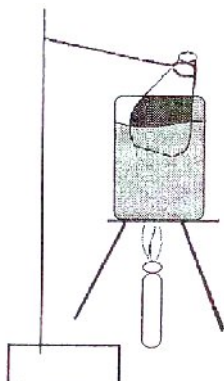
یافتن ثابت عمومی گازها

تجربیات صورت گرفته منجر به بیان قانون کلی زیر در مورد گازها می گردد: $PV = nRT$ که در آن:

P =pressure (atm), V =volume (lit), n =moles, T =temp. (k)

در اینصورت R ثابت گازهای ایده آل و واحد آن $L.atm/mol.k$ می باشد. گازی که در تمام شرایط از این معادله پیروی نماید، ایده ال یا کامل نامیده می شود.

روش آزمایش: ابتدا یک بالن تمیز و خشک 250 ml را تهیه کرده و وزن دقیق آنرا بتهنایی و نیز بهمراه درپوش آلومینیومی آن بدست آورید (بترتیب و). برای یافتن حجم دقیق ارلن آنرا از آب مقطر تا لبه ارلن پر کرده و توزین نمایید (). از روی و نیز چگالی آب مقطر در دمای آزمایشگاه (جدول صفحه 5 جزوه) می توان حجم دقیق ارلن (حجم اشغالی توسط گاز = حجم گاز) را بدست آورد. سپس توسط پیپت دقیقاً 2 ml کلروفرم به ارلن ریخته و درپوش ارلن را گذاشته و توسط سوزن چند سوراخ ریز در درپوش ایجاد نمایید. ارلن را در داخل حمام آب گرم (مطابق شکل زیر) قرار داده و با گیره ببندید. در اثر حرارت تمام مایع داخل ارلن به بخار تبدیل شد و فضای داخل ارلن را پر می نماید البته مقدار کمی از آن از منفذ دهانه خارج می شود. تبخیر زمانی پایان می پذیرد که هیچ حبابی از کف ارلن خارج نشود. در این حالت تا یک دقیقه نیز ارلن را حرارت دهید و نیز دمای آب بشر را توسط دماسنج اندازه بگیرید (فشار نیز برابر فشار آزمایشگاه می باشد). حال ارلن را از آب بیرون آورده و آن را زیر آب سرد بگیرید تا کلروفرم بخار شده مایع گردد. جداره آنرا با دستمال تمیز خشک کرده و توزین نمایید (). اختلاف و وزن گاز درون ارلن می باشد. با در نظر گیری جرم مولکولی کلروفرم ($119/38$ گرم) و با استفاده از رابطه زیر مقدار R را محاسبه نمایید.



آزمایش ۴ بررسی اثر غلظت بر سرعت واکنش

تئوری- برای واکنش $A + B \longrightarrow C$ بعد از لحظه صفر (لحظه صفر زمانی است که واکنش انجام نشده است) غلظت A و یا B کاهش و غلظت C افزایش می یابد. بنابه تعریف سرعت یک واکنش عبارت است از تغییر غلظت یکی از مواد اولیه و یا مواد تشکیل شده در واحد زمان. بطور کلی یکی از ویژگیهای مهم هر واکنش، سرعت انجام آن است. سرعت برخی واکنشهای شیمیایی بسیار زیاد و غیر قابل کنترل می باشد و برخی دیگر آنقدر سرعت کمی دارند که انجام آنها سالها وقت می خواهد.

دانستن این موضوع که یک واکنش شیمیایی از لحاظ تئوری امکان پذیر است یا نه با استفاده از قوانین ترمودینامیک^(۱) ممکن است. اما ترمودینامیک درباره سرعت واکنش نمی تواند پیشگویی کند، این مسأله مربوط به سینتیک^(۲) شیمیایی (سرعت واکنشهای شیمیایی) است.

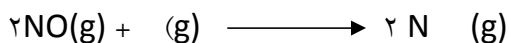
بررسی سرعت انجام واکنشهای شیمیایی این امکان را به ما می دهد که بتوانیم سرعت واکنش را به اندازه دلخواه تنظیم و کنترل کنیم. از نظر صنعت بازده و سرعت تهیه محصول بسیار مهم است و واکنش شیمیایی باید به گونه ای پیش برود که از نظر اقتصادی مقرون به صرفه باشد. بطور کلی واکنشهای شیمیایی را به دو

صورت می توان تقسیم بندی کرد:

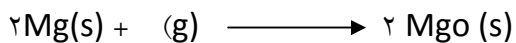
۱-Thermodynamics

۲-Kinetic

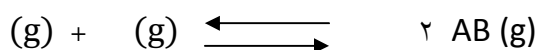
الف- واکنشهای همگن - که در یک فاز تنها صورت می گیرد. مانند



ب- واکنشهای ناهمگن - که در مرز بین دو فاز صورت می گیرد. مانند



اگر واکنش فرضی زیر را در نظر بگیریم:



باید توجه کنیم که برخورد کلیه ملکولهای و منجر به تولید محصول نخواهد شد. برای اینکه برخورد و تولید محصول نماید دو شرط وجود دارد:

الف- برخورد ملکولها باید در راستای مناسبی انجام شود.

ب- ملکولها باید حداقل انرژی لازم برای انجام واکنش را داشته باشند، زیرا ممکن است برخورد آنقدر آرام باشد که ملکولها بدون تغییر بازگردند. برای یک برخورد موثر باید حاصل جمع انرژی ملکولهای برخورد کننده از یک مقدار حداقل بیشتر و یا مساوی با آن باشد.

بطور کلی عواملی که در سرعت واکنشها موثر هستند عبارتند از:

۱- طبیعت مواد

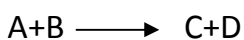
۲- غلظت

۳- دما

۴- کاتالیزور

۵- سطح تماس در مورد واکنشهای ناهمگن

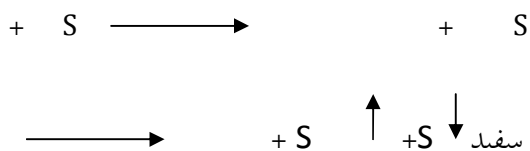
سرعت واکنش همواره به غلظت موادی که بر هم اثر می کنند بستگی دارد. زیرا افزایش غلظت مواد اولیه سبب افزایش تعداد برخوردهای بین مولکولها می گردد و در نتیجه تعداد برخوردهای موثر نیز افزایش می یابد و به دنبال آن سرعت واکنش زیاد می شود. پس سرعت واکنش متناسب با غلظت است. مثلاً در واکنش:



$$V(\text{سرعت واکنش}) = K[A][B]$$

غلظتها معمولاً بر حسب مول در لیتر (مولاریته M) بکار می روند. K ثابت سرعت یا ثابت مخصوص سرعت نامیده می شود که چنانچه دما تغییر نکند مقدار آن ثابت خواهد بود و با تغییر دما مقدار K نیز تغییر می کند. معادله های سرعت واکنشهای شیمیایی که غلظتهای مواد واکنش دهنده را به سرعت واکنش مربوط می سازد، معمولاً بطور کلی تجربی بدست می آیند.

در واکنش بین محلول اسید سولفوریک و محلول تیوسولفات سدیم رسوب گوگرد شیری رنگ تولید می شود. زمان لازم از شروع واکنش (مخلوط شدن دو محلول) تا پیشرفت واکنش به میزان معین به غلظت مواد شرکت کننده در واکنش بستگی دارد.



با تغییر دادن غلظت مواد شرکت کننده در این واکنش می توان اثر غلظت بر سرعت را بررسی کرد. توجه کنید که شما در این آزمایش فقط غلظت یکی از مواد شرکت کننده یعنی تیوسولفات سدیم را تغییر می دهید.

مواد لازم- محلول تیوسولفات سدیم 35 g/lit - محلول اسید سولفوریک 15% - آب مقطر

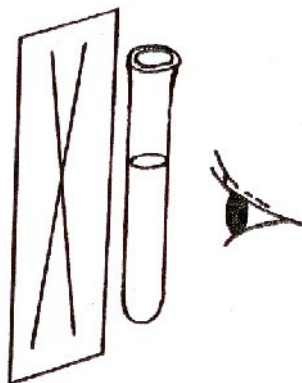
وسایل لازم- سه بورت 50ml - ۷ لوله آزمایش - کرومومتر - کاغذ سفید که با مداد یک علامت ضربدر روی آن رسم کرده اید.

روش آزمایش

در سه بورت به ترتیب حدود 25 ml آب مقطر، 25 ml محلول تیوسولفات سدیم و 40 ml محلول اسید سولفوریک بریزید. ۶ لوله آزمایش را از ۱ تا ۶ شماره گذاری کنید و در آنها مطابق جدول موجود در برگ گزارش کار از محلول اسید تیوسولفات و آب مقطر بریزید. با مداد یک علامت ضربدر روی یک کاغذ سفید رسم کنید.

در لوله آزمایش هفتم 6 ml از محلول اسید سولفوریک بریزید، همه آنها را یک مرتبه به محتوی لوله آزمایش شماره ۱ بیفزایید و به سرعت لوله را بهم بزنید، سپس لوله را مقابل علامت ضربدر قرار دهید. از روبرو به لوله آزمایش نگاه کنید شکل شماره ۳. زمان شروع واکنش (مخلوط شدن دو محلول) تا زمان محو شدن علامت ضربدر (ندیدن علامت ضربدر) را با کرومتر اندازه بگیرید.

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



شکل شماره ۳- شیوه نگاه کردن به لوله آزمایش مقابل علامت ضربدر

نکته های قابل توجه:

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

محاسبه و نتیجه گیری:

با توجه به این که سرعت واکنش نسبت عکس با زمان دارد، مثلا وقتی می گوئیم سرعت یک واکنش شیمیایی زیاد است یعنی زمان انجام آن کم است و با توجه با این که تعداد مولکولهای وارد واکنش شده تا زمان ناپدید شدن علامت ضربدر در هر شش آزمایش برابر هستند، می توانیم برای رسم نمودار به جای عدد واقعی سرعت، عکس زمان - را که متناسب با سرعت است و همچنین بجای عدد واقعی غلظت مقدار $\frac{1}{+}$ را که متناسب با غلظت است بکار ببریم.

نمودار تغییر غلظت (—) بر حسب (-) را روی کاغذ میلی متری رسم کنید و شیب خط را بدست آورید. برای رسم نمودار، غلظت را روی محور X ها و سرعت را روی محور Y ها ببرید.

برگ گزارش کار - آزمایش شماره ۴

نام	
نام همکار	
شماره مجهول	گروه

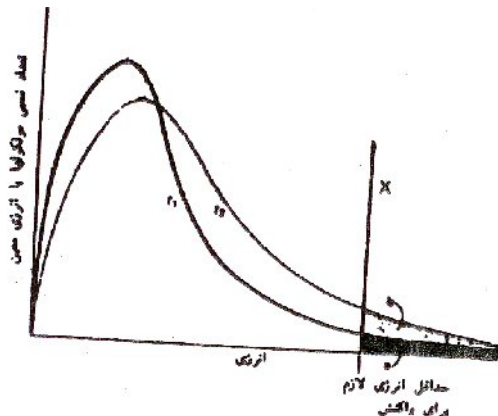
شماره لوله آزمایش	حجم محلول تیوسولفات سدیم a ml	حجم آب مقطر b ml	غلظت محلول تیوسولفات سدیم	زمان برحسب ثانیه	سرعت (-) واکنش
۱	۶	۰			
۲	۵	۱			
۳	۴	۲			
۴	۳	۳			
۵	۲	۴			
۶	۱	۵			

$tga =$ (شیب خط)

آزمایش شماره ۵- بررسی اثر حرارت بر سرعت واکنش

تئوری- همانطور که در تئوری آزمایش شماره ۵ گفته شد، یکی از عوامل موثر در سرعت واکنشهای شیمیایی دما است. سرعت واکنشهای شیمیایی عملاً با ازدیاد دما افزایش می یابد(چه واکنش گرماگیر باشد و چه گرمازا)، زیرا بر اثر افزایش دما سرعت متوسط ملکولها افزایش می یابد و بدیهی است که این امر تعداد برخوردهای موثر را زیاد می کند و بر سرعت واکنش تاثیر زیادی می گذارد و به طوری که افزایش هر $10^{\circ}C$ دما سرعت را تقریباً دو برابر می کند. این قاعده، یک قاعده تقریبی است و در واقع بازای افزایش 10 درجه سانتی گراد دما، سرعت واکنش دو تا سه برابر می شود.

در شکل شماره ۴ دو منحنی توزیع انرژی ملکولی در دماهای $(10 +) =$ و حداقل انرژی لازم برای انجام واکنش (بصورت خط عمودی X) نشان داده شده است.



شکل شماره ۴- توزیع انرژی ملکولی در دماهای ،

با مقایسه منحنیها مشاهده می کنیم که در دمای سطح زیر منحنی $(a+b)$ تقریباً ۲ برابر سطح زیر منحنی (a) در دمای است. با توجه به این که سطح زیر منحنی نشان دهنده تعداد مولکولهایی است که قادر است به انجام هستند، نتیجه می گیریم که سرعت تقریباً ۲ برابر افزایش می یابد.

برای انجام این آزمایش، می توان از اثر محلول اسید سولفوریک بر محلول تیوسولفات سدیم و آزاد شدن رسوب شیری رنگ گوگرد استفاده کرد و زمان لازم از شروع واکنش (لحظه مخلوط شدن دو محلول) تا پیشرفت آن به میزان معین را در دماهای مختلف اندازه گرفت.

مواد لازم- محلول تیوسولفات سدیم ۳۵ g/lit- محلول اسید سولفوریک ۱۵٪

وسایل لازم- دو بورت ۱۲-۵۰ ml لوله آزمایش- کرومومتر- حمام آبی

روش آزمایش

در دو بورت به ترتیب حدود ۴۰ ml محلول اسید سولفوریک و محلول تیوسولفات سدیم بریزید. ۶ لوله آزمایش را از ۱ تا ۶ شماره گذاری کنید و در هر کدام ۶ ml از محلول تیوسولفات سدیم بریزید. در ۶ لوله آزمایش دیگر، در هر کدام، ۶ ml از محلول اسید سولفوریک بریزید.

همه لوله آزمایشها را درون حمام آبی قرار دهید. توجه کنید سطح آب درون حمام آبی باید از سطح محلول درون لوله ها بالاتر باشد. دمای حمام آبی را روی دمای معینی (مثلاً 20°C) تنظیم کنید.

پس از این که دمای حمام آبی به دمای مورد نظر رسید ۵ دقیقه صبر کنید سپس محتوی یکی از لوله های اسید سولفوریک را یک مرتبه در لوله آزمایش شماره ۱ بریزید، به سرعت بهم بزنید و لوله آزمایش را مقابل کاغذ سفیدی که یک علامت ضربدر روی آن رسم کرده اید بگیرید (شکل شماره ۴۱ آزمایش شماره ۵). زمان شروع واکنش (مخلوط شدن دو محلول) تا زمان محو شدن علامت ضربدر (ندیدن علامت ضربدر) را با کرومومتر اندازه بگیرید.

دمای دستگاه حمام آبی را هر بار ۱۰ درجه بالا ببرید. آزمایش را برای بقیه لوله ها تکرار کنید و هر بار زمان را یادداشت کنید.

نتایج بدست آمده را در جدول موجود در برگ گزارش کار بنویسید.

نکته های قابل توجه:

۱- اگر دستگاه حمام آبی (بن ماری) در دسترس نباشد می توانید کلیه لوله های آزمایش را به همراه یک دماسنج (C ۱۰۰-۰) در یک بشر بزرگ قرار دهید. بشر را تا نیمه آب کنید. بطوری که سطح آب از سطح محلولهای درون لوله ها بالاتر باشد و بشر را به کمک شعله گاز گرم کنید.

محاسبه و نتیجه گیری

با توجه به این که سرعت نسبت عکس با زمان دارد و با توجه به این که تعداد مولکولهای وارد واکنش شده تا ناپدید شدن علامت ضربدر، در هر شش آزمایش برابر هستند، می توانیم بجای عدد واقعی سرعت، برای رسم منحنی، از مقدار¹ (عکس زمان) که متناسب با سرعت است استفاده کنیم.

الف- نمودار تغییر سرعت - بر حسب دما (که یک منحنی نمایی است) را روی کاغذ میلی متر رسم کنید.

برای رسم نمودار دما را روی محور X ها و سرعت - را روی محور Y ها ببرید.

ب- نمودار تغییر لگاریتم زمان را بر حسب عکس دما درجه کلوین (که باید خط راست باشد) را روی کاغذ میلی متری رسم کنید و شیب خط را بدست آورید.

برای رسم نمودار - را روی محور Xها و لگاریتم زمان را روی محور Yها ببرید.

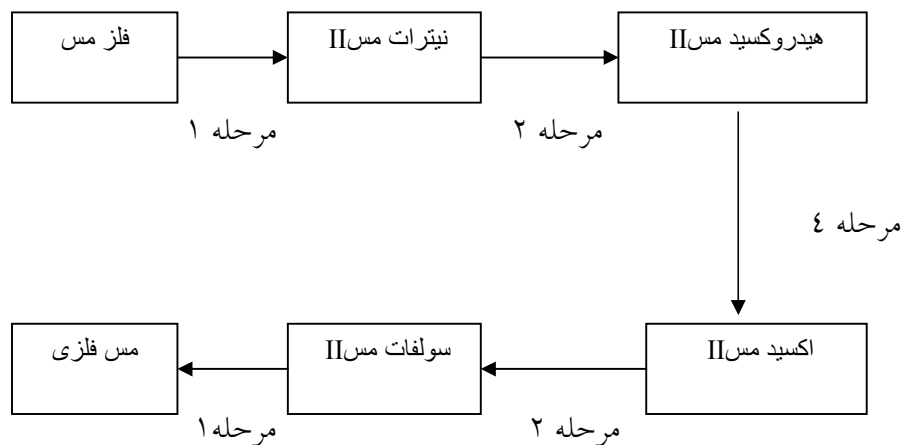
هر دو نمودار را به همراه برگ گزارش کار تحویل دهید.

آزمایش ۶

بررسی قانون بقای جرم و واکنشهای اکسیداسیون – احیا

تئوری- هدف از انجام این آزمایش بررسی قانون بقای جرم است. براساس این قانون، جرم مواد در واکنشهای شیمیایی تغییر نمی کند بلکه مواد از نوعی به نوع دیگر تبدیل می شوند، یعنی اصول استوکیومتری در واکنشها حاکم است. هنگام انجام این آزمایش، با برخی فنون آزمایشگاهی مانند رسوب گیری، صاف کردن رسوب، خشک کردن رسوب، توزین رسوب و... نیز آشنا خواهید شد.

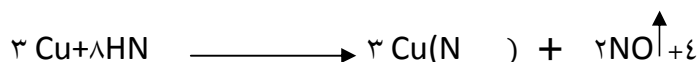
در این آزمایش، فلز مس را به بعضی از ترکیبهای آن تبدیل می کنید. در شکل شماره ۳۱ مراحل مختلف آزمایش نشان داده شده است.



شکل شماره ۳۱- مراحل مختلف آزمایش بقای جرم

همانطور که در شکل شماره ۳۱ نشان داده شده است، فلز مس بعد از طی ۵ مرحله بازیابی می شود.

مرحله ۱- با افزودن محلول اسید نیتریک بر فلز مس محلول نیترات مس II بدست می آید.



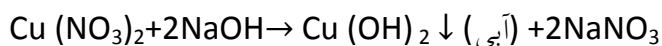
باید توجه داشت که علاوه بر واکنش بالا انجام واکنشهای فرعی دیگری نیز ممکن است، که موجب تشکیل

نیترات مس II و یکی از گازهای نیتروژن دار ($\text{NO}_2, \text{N}_2\text{O}, \dots, \text{N}_2, \text{NH}_3$) می شوند مانند

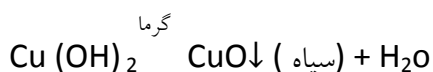


از آنجایی که با افزودن اسید نیتریک بر مس مخلوطی از گازهای نیتروژن دار تولید خواهد شد، باید حل کردن مس در اسید زیر هود انجام شود.

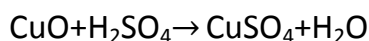
مرحله ۲- با افزودن محلول هیدروکسید سدیم به محلول نیترات مس II ابتدا اضافی اسید نیتریک ختشی می شود و سپس رسوب آبی رنگ هیدروکسید مس II تولید می شود.



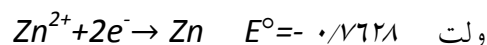
مرحله ۳- هیدروکسید ها عموماً قابل تبدیل به اکسید و آب می باشند. شرایط این تبدیل بستگی به پایداری هیدروکسید دارد. اگر هیدروکسید مس II را در محلول آبی، روی شعله گاز (چراغ بونزن) گرم کنید، در دمای جوش آب تجزیه می شود و رسوب سیاه رنگ اکسید مس تولید می کند.



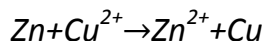
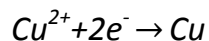
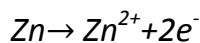
مرحله ۴- بر اثر افزودن اسید سولفوریک بر اکسید مس II رسوب اکسید حل می شود و محلول آبی رنگ سولفات مس (II) به دست می آید.



مرحله ۵ - در این مرحله به محلول سولفات مس (II) فلز روی اضافه می شود . جا به جایی بین مس و روی انجام می گیرد و فلز مس آزاد می شود . علت این جابجایی با مراجعه به جدول تانسینون برای E° و نیمه واکنش های مس و روی روشن می شود .



از مقایسه مقدار پتانسیل کاهش این دو نیمه واکنش ، مشاهده می شود که مس در مقابل روی تمایل بیشتری به کاهش و روی تمایل بیشتری به اکسید شدن دارد .

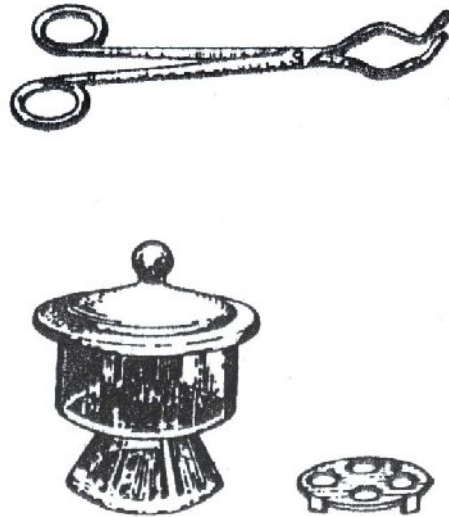


بنابراین روی حل می شود و کاتیون مس به صورت مس فلزی آزاد می شود .

رسوب گیری :

یکی از کارهایی که در این آزمایش انجام می گیرد ، صاف کردن رسوب با استفاده از کاغذ صافی است که یکی از متداول ترین فنون آزمایشگاهی است . برای به دست آوردن وزن دقیق رسوب ، ابتدا یک برگ کاغذ صافی را به مدت ۱۰ الی ۱۵ دقیقه داخل اون^۱ (اتوو) در دمای $100 - 105^{\circ}\text{C}$ قرار دهید . سپس

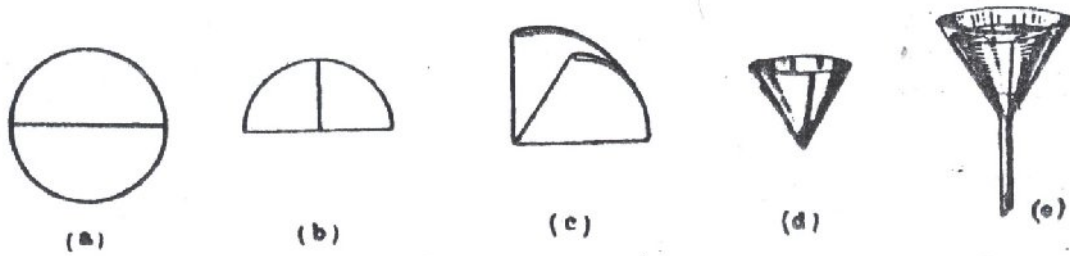
کاغذ را به وسیله گیره آزمایشگاهی شکل شماره (۵-a) از داخل اون بردارید و در دسیکاتور (ظرف خشک کننده) شکل شماره (۵-b) بگذارید .



شکل شماره ۵- دسیکاتور و گیره

دسیکاتور ظرفی است شیشه ای و درب دار که در فضای پایینی آن یک نوع ماده جاذب آب (معمولاً $CaCl_2$) قرار می دهند . بعد از بستن در دسیکاتور ، دیگر هوا وارد آن نمی شود . به این ترتیب ، جسمی که در داخل دسیکاتور قرار دارد ، بخار آب موجود در هوا را جذب نمی کند . کاغذ را بعد از خارج کردن از اون داخل دسیکاتور قرار دهید تا در مدتی که سرد می شود و به دمای آزمایشگاه می رسد ، بخار آب را جذب نکند .

بعد از چند دقیقه که کاغذ سرد شد ، آن را روی کفه ترازو قرار دهید و وزن کاغذ را با دقت $\pm 0.001g$ یادداشت کنید . دوباره کاغذ را داخل اون قرار دهید و پس از ۵ دقیقه به روش قبل توزین کنید . این کار را تکرار کنید و هر بار وزن کاغذ را یادداشت کنید ، تا وقتی که در دو بار متوالی ، وزن یکسان (یا حداکثر اختلاف $\pm 0.001g$) به دست آورید ، یعنی کاغذ به وزن ثابت برسد . وزن کاغذ را یادداشت کنید .

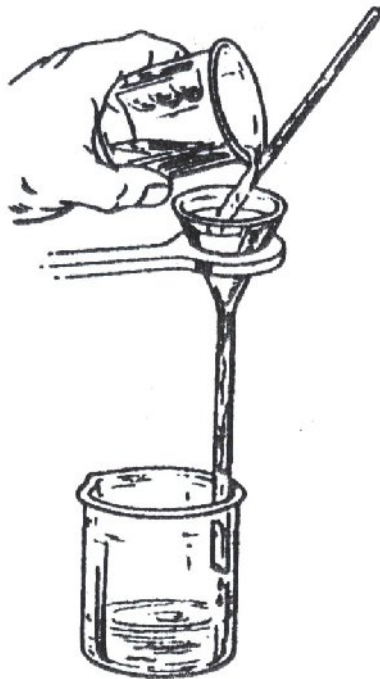


شکل شماره ۶ - مراحل تا کردن کاغذ صافی برای رسوب گیری

اکنون مانند مراحل شکل شماره ۶ کاغذ صافی را تا کنید و داخل قیف شیشه ای قرار دهید و با آب فشان (پی ست) کمی آب مقطر روی آن بپاشید تا کاغذ به قیف بچسبد.

سپس با استفاده از میله شیشه ای، هر بار مقدار کمی از مخلوط ((رسوب و محلول)) شیشه ای به

داخل کاغذ صافی منتقل شود (شکل شماره ۷)



شکل شماره ۷ - روش صاف کردن رسوب

صاف کردن را تا زمانی که کلیه محتویات بشر به داخل کاغذ صافی منتقل شود ادامه دهید . چنانچه کمی از رسوب به دیواره بشر چسبیده باشد ، با میله شیشه ای آن را بسایید و با آب مقطر بشر را بشوید و باز هم محتویات آن را به قیف منتقل کنید ، به طوری که در پایان ، در بشر اصلا رسوبی باقی نمانده باشد .

قیف محتوی کاغذ صافی را که رسوب روی آن جمع آوری شده است ، داخل اون در دمای $100-105^{\circ}\text{C}$ قرار دهید . پس از ۱۰ الی ۱۵ دقیقه کاغذ را به همراه رسوب با دقت ($\pm 0.001\text{g}$) توزین کنید (مثل روش توزین کاغذ صافی که قبلا گفته شده است) خشک کردن و توزین را تا رسیدن به وزن ثابت تکرار کنید . با داشتن وزن کاغذ صافی و وزن « کاغذ صافی و رسوب » می توانید وزن رسوب را به دست آورید .

مواد لازم : یک قطعه فلز مس – محلول اسید نیتریک $3N$ – محلول اسید هیدروکسید سدیم $1N$ – آب مقطر – محلول اسید سولفوریک $3N$ – فلز روی

وسائل لازم : بشر 250ml ، ۲ عدد ، استوانه مدرج 250ml ، ۲ عدد – هم زن شیشه ای – کاغذ صافی – قیف شیشه ای – کاغذ pH – چراغ گاز آزمایشگاهی (چراغ بونزن) ترازو با دقت $\pm 0.001\text{g}$ – اون – دسیکاتور – آیفشان

روش آزمایش برای هر مرحله به طور مجزا توضیح داده می شود .

مرحله اول – تهیه نترات مس:

دقیقا حدود 0.32g از پودر مس در بشر کوچک توزین شده و در حدود 10ml اسید نیتریک $3N$ روی هات پلیت حل شود بعد از انحلال در بالن به حجم رسانده شود 10ml آن برای آزمایشات بکار رود. ((یک قطعه فلز مس را که وزن آن برای شما نا مشخص است از مسئول آزمایشگاه تحویل بگیرد و آن را در یک بشر

۲۵۰ml قرار دهید. حدود ۱۰ml اسید نیتریک ۳N به وسیله استوانه مدرج به آن بیفزایید و کمی گرم کنید (زیر هود) و صبر کنید تا تمام مس حل شود).

مرحله دوم: تهیه هیدروکسید مس

به محلول نترات مسی که تهیه کرده اید به تدریج به وسیله استوانه مدرج محلول هیدروکسید سدیم نرمال بیفزایید و به هم بزنید تا ابتدا اسید اضافی خنثی شود و سپس هیدروکسید مس رسوب کند، افزودن محلول هیدروکسید سدیم را آن قدر ادامه دهید تا دیگر با افزودن هیدروکسید سدیم رسوبی تشکیل نشود. صبر کنید تا رسوب ته نشین شود. به محلول زلال بالای رسوب چند قطره هیدروکسید سدیم بیفزایید. اگر در محل چکیدن قطره ها رسوب مشاهده شد باز هم کمی هیدروکسید سدیم به محلول بیفزایید. این کار را تکرار کنید تا در محل چکیدن قطره های هیدروکسید سدیم رسوب مشاهده نشود. به این ترتیب از کامل شدن رسوب هیدروکسید مس مطمئن شوید.

مرحله سوم - تبدیل هیدروکسید مس به اکسید مس

محلول و رسوب به دست آمده را بجوشانید تا رنگ رسوب سیاه رنگ شود. (هیدروکسید به اکسید تبدیل شود) پس از اینکه تغییر رنگ مشاهده نشد باز هم ۲ تا ۳ دقیقه به جوشاندن ادامه دهید. سپس رسوب را روی کاغذ صافی صاف کنید (طرز صاف کردن و جمع آوری رسوب در قسمت تئوری توضیح داده شده است). با توجه به اینکه در این قسمت آزمایش، وزن رسوب خواسته نشده است و فقط جمع آوری رسوب مورد نظر است، توزین کاغذ صافی و رسوب ضرورتی ندارد.

مرحله چهارم - تهیه سولفات مس

کاغذ صافی محتوی رسوب اکسید مس را در یک بشر 250 ml تمیز قرار دهید . روی آن به وسیله استوانه مدرج 10 ml محلول اسید سولفوریک $3N$ بریزید . بشر را به آرامی حرارت دهید و با هم زن شیشه ای بهم بزنید تا اسید سولفوریک با رسوب تماس پیدا کند ، همه رسوب حل شود و محلول سولفات مس تشکیل گردد .

یک برگ کاغذ صافی ، در یک قیف شیشه ای قرار دهید ، کاغذ را کاملا با آب مرطوب کنید و محلول سولفات مس را در یک بشر تمیز صاف کنید . بشر محتوی کاغذ صافی و محلول سولفات مس را چندین بار با اب مقطر بشوید و آب شستشو را نیز صاف کنید تا تمام محلول مس به بشر دوم منتقل شود.

مرحله پنجم - بازیابی مس :

در محلول سولفات مس درون بشر یک قطعه فلز روی (حدود 0.5 g) بیاندازید ، روی بشر یک شیشه ساعت قرار دهید ، گاهی آن را به آرامی به هم بزنید (بشر را تکان دهید) و صبر کنید تا رنگ آبی محلول سولفات مس از بین برود . پس از بی رنگ شدن محلول و قطع شدن خروج حباب های گاز 2 ml دیگر محلول اسید سولفوریک به آن بیافزایید و صبر کنید تا دیگر خروج گاز مشاهده نشود . در صورت خروج حباب های گاز ، باز هم افزودن 2 ml اسید سولفوریک را تکرار کنید تا دیگر خروج گاز مشاهده نشود . به این ترتیب از حل شدن کامل فلز روی مطمئن شوید .

محلول بالای مس آزاد شده را سرریز کنید (دکانته کنید) . به رسوب مقداری آب مقطر بیافزایید و دوباره عمل سرریز کردن را تکرار کنید . بعد رسوب را روی یک برگ کاغذ صافی که قبلا آن را خشک و وزن کرده اید (m_1) (روش کار در قسمت رسوب گیری توضیح داده شده است) صاف کنید .

آن قدر رسوب و کاغذ صافی را با آب مقطر بشویید تا آب زیر صافی و کاغذ صافی دیگر اسیدی نباشد (به ویژه توجه کنید که لبه های کاغذ صافی به خوبی شسته شود) اگر کاغذ اسید سولفوریکی باشد ، زمانی که آن را برای خشک شدن در اون قرار می دهید ، کربونیزه می شود . کاغذ صافی و رسوب را در اون و در دمای $100-105^{\circ}\text{C}$ خشک و توزین کنید تا زمانی که به وزن ثابت برسد (m_2)

نکته های قابل توجه

- ۱- به دلیل طولانی بودن این آزمایش ، بهتر است آزمایش را در ۲ جلسه آزمایشگاهی انجام دهید . جلسه اول تا رسیدن به مرحله به دست آوردن سولفات مس و افزودن فلز روی ، جلسه دوم تا پایان آزمایش.
- ۲- هنگام قرار دادن کاغذ صافی و رسوب مس در اون ، مراقب باشید مس مدت زیاد و در دمای بالا در اون نماند
- ۳- هنگام ترکیب شدن اسید نیتریک با فلزها ، مخلوطی از گازهای نیتروژن دار تولید می شود که نسبت درصد آن ها متفاوت است . برای نوشتن فرمول واکنش ، گازی که معمولا نسبت درصد آن زیاد تر است نوشته می شود .
- ۴- هنگام برداشتن کاغذ صافی محتوی پودر مس از داخل اون و قرار دادن آن در کفه ترازو مراقب باشید که مس از داخل کاغذ بیرون نریزد .
- ۵- به جای استفاده از تکه های فلز روی در مرحله (۵) آزمایش ، می توان از پودر روی نیز استفاده کرد . در این صورت واکنش مرحله (۵) به سرعت انجام می شود .

محاسبه و نتیجه گیری

با در دست داشتن وزن کاغذ صافی (m_1) و وزن کاغذ صافی و مس (m_2) وزن مس را محاسبه کنید
وزن مس اولیه باید تقریبا برابر وزن مسی باشد که شما به دست آورده اید .

برگ گزارش کار - آزمایش شماره ۶

نام	
نام همکار	
شماره مجهول	گروه

$$m_1 = \text{وزن کاغذ صافی} \quad g$$

$$m_2 = \text{وزن کاغذ صافی و رسوب مس} \quad g$$

$$m = m_2 - m_1 = \text{وزن مس} \quad g$$

آزمایش شماره ۷: سنتز کمپلکس ها

۱) سنتز پتاسیم هگزا نیترو و کبالتات (III) $K_3[CO(NO_2)_6]$

مقدار ۰/۵ گرم کبالت (II) کلرید شش آبه $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ را وزن نموده و در ۵ ml آب مقطر حل نمایید .
بر روی محلول حاصل ۲ g پتاسیم نیتريت اضافه نمایید و به ملایمت کمی حرارت دهید . حال ۲/۵ ml اسید
استیک اضافه کنید تا رسوب زرد رنگ کمپلکس $K_3[CO(NO_2)_6]$ تشکیل گردد . محصول حاصل را صاف
کرده و در دمای $120^\circ C$ در داخل آون خشک نمایید .

M: $K_3[CO(NO_2)_6] = 452/257 g$, $CoCl_2 \cdot 6H_2O = 237/93g$

الف. راندمان سنتز کمپلکس را حساب نمایید .

ب. ساختمان کمپلکس را رسم نموده و هیبریداسیون آن را مشخص نمایید .

بررسی واکنش های کبالت:

۱- مقداری کمی از نمک کبالت (II) را در آب مقطر حل نموده و بر روی آن از محلول سود $0.1N$ اضافه
کنید . رسوب آبی رنگ حاصل را کمی حرارت داده و سپس بر روی آن از محلول سود بیفزایید . تغییرات
حاصله را به همراه واکنش های لازم توضیح دهید

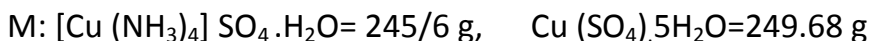
۱- مقداری کمی از نمک کبالت (II) را در آب مقطر حل نموده و بر روی آن مقداری آمونیوم تیوسیانات
اضافه کنید . محلول به رنگ آبی تند در می آید فرمول واکنش را بنویسید .

۲- مقداری کمی از نمک کبالت (II) را در آب مقطر حل نموده و بر روی آن مقداری آمونیوم تیوسیانات
اضافه کنید . محلول به رنگ آبی تند در می آید . فرمول واکنش را نوشته و نتیجه را با قسمت (۱) مقایسه
نمایید .

۳- مقداری کمی از نمک کبالت (II) را در آب مقطر حل نموده و بر روی آن مقداری پتاسیم تیوسیانات اضافه کرده و سپس ۳ ml دی اتیل اتر (اتر) به آرامی اضافه کنید . حال با افزودن ۲ml از محلول کلریدریک اسید ۲M ، محلول را اسیدی کنید بدون آنکه آن را به شدت به هم بزنید . تغییرات مشاهده شده را توضیح دهید .

۲) سنتز کمپلکس تتراآمین مس (II) سولفات مونوهیدرات $[Cu(NH_3)_4]SO_4 \cdot H_2O$

مقدار ۰/۲۵ گرم سولفات مس متبلور ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) را به صورت پودر ریز در ۷ml محلول آمونیاک ۱۵٪ حل کرده و در صورت نیاز صاف نمایید . روی محلول به دست آمده ۴ ml اتانول به آرامی افزوده و آن را برای کریستالیزاسیون در سرما قرار دهید . کریستال های تشکیل شده را به توسط قیف بوخنر صاف نمایید و بلورها را ابتدا با ۶ ml محلول ۱:۱ آمونیاک غلیظ - اتانول سپس با ۳ ml اتانول و در پایان با ۳ ml اتر شستشو دهید و بلورها را در دمای آزمایشگاه خشک کنید.



الف) راندمان سنتز کمپلکس را حساب نمایید .

ب) ساختمان کمپلکس را رسم نموده و هیبریداسیون آن را مشخص نمایید .

۳) سنتز کوپریک آمونیوم سولفات هگزا هیدرات $(NH_3)_2Cu(SO_4) \cdot 6H_2O$

مقدار ۰/۰۱ مول سولفات مس (کات کبود) و ۰/۰۱ مول آمونیوم سولفات را به صورت پودر ریز در ۷ ml آب مقطر در داخل کریستالیزور کوچک حل کرده و در صورت نیاز به ملایمت حرارت دهید تا نمک ها حل گردند . محلول را برای تشکیل بلور تا جلسه بعد کنار بگذارید . بلورهای آبی رنگ حاصل را صاف کرده و خشک نمایید . راندمان سنتز را حساب نمایید .

عملیات تکمیلی :

۱. مقدار کمی از سولفات مس متبلور را درون آزمایش حرارت دهید تا بی رنگ شود . بر روی جسم سفید حاصل مقداری آب مقطر اضافه کنید تا آبی رنگ شود . بر روی محلول آبی رنگ قطره قطره از محلول آمونیاک ۶M اضافه کنید. مشاهدات خود را توضیح دهید

۲. مقدار کمی از نمک مضاعف را در داخل لوله آزمایش به آرامی حرارت دهید . علت تغییر رنگ را توضیح دهید . گاز خروجی از دهانه لوله را با کاغذ pH شناسایی کنید . جسم سیاه باقی مانده در ته لوله بر اثر حرارت بیشتر قرمز می شود . فرمول واکنش های انجام یافته را بنویسید .

۳. مقداری کمی از بلور کمپلکس آمونیاکی مس را در آب مقطر در لوله آزمایش حل کرده و محتوای آن را دو قسمت کنید . به لوله آزمایش اول محلول سود و به دومی هیدروژن سولفید* وارد کنید .

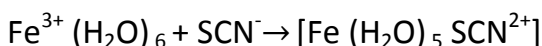
مشاهدات خود را با نوشتن واکنش های انجام یافته توضیح دهید (* تهیه هیدروژن سولفید : ۲-۱ گرم آهن (II) سولفید را در لوله آزمایش ریخته و روی آن ۵-۸ ml هیدروکلریک اسید ۲۰٪ اضافه نمایید . H₂S تولیدی را به کمک لوله باریک به لوله آزمایش حاوی آب مقطر وارد کرده و در آن حل

(نمایید.)

آزمایش ۸) تعیین ثابت تعادل یک واکنش

زمانی که یک واکنش شیمیایی اتفاق می افتد عموماً به طور کامل انجام نمی گیرد . بلکه سیستم به سمت شرایطی می رود که در آن واکنش دهنده ها و محصولات همزمان در کنار هم وجود داشته و غلظت آنها نسبت به زمان ثابت است . به چنین سیستم هایی ، سیستم های در حال تعادل گفته می شود . میزان انجام واکنش در این سیستم ها با عبارت ثابت تعادل بیان می شود . ثابت تعادل در یک دمای مشخص از ویژگیهای هر تعادل شیمیایی بوده و به صورت نسبت غلظت محصولات به غلظت واکنش دهنده ها (هرگونه به توان ضریب استوکیومتری آن گونه در معادله شیمیایی) بیان می گردد . بدین ترتیب ترکیب واکنش در این سیستمها در یک دمای مشخص از قانون تعادلات شیمیایی پیروی می کند و موجب می شود غلظت واکنش دهنده ها و محصولات از مقادیر خاصی پیروی کند .

در این آزمایش ، ویژگیهای واکنش تعادلی بین یون آهن (Fe^{3+}) و تیوسیانات (SCN^-) مورد بررسی قرار خواهد گرفت .



(۱) (قرمز) (بی رنگ) (بی رنگ)

زمانی که محلول حاوی یونهای Fe^{3+} و یونهای تیوسیانات با همدیگر مخلوط می شوند ، واکنش فوق انجام گرفته و کمپلکس یون رنگی ($FeSCN^{2+}$) که قرمز رنگ می باشد بوجود می آید . در نتیجه انجام واکنش ، یون های فوق مصرف شده و در نتیجه غلظت تعادلی یونهای Fe^{3+} و SCN^- بسیار کمتر از غلظت اولیه آن ها خواهد بود . به طوری که به ازای هر مول $FeSCN^{2+}$ تشکیل شده یک مول Fe^{3+} و یک مول SCN^- واکنش می دهند . مطابق قانون تعادلات شیمیایی ، ثابت تعادل K_c برای واکنش زیر به صورت زیر تعریف می شود .

$$K = \frac{[()]}{[] []} \quad (2)$$

مقدار K_c در دمای مشخص ثابت است که واکنش در مخلوط حاوی Fe^{3+} و SCN^- چه مقداری بوده است. در واقع هدف ما در این آزمایش پیدا کردن ثابت تعادل K_c برای واکنش فوق برای غلظت های اولیه مختلف از واکنش دهنده با میانگین گیری کردن از آنها و در نهایت نشان دادن ثابت بودن آن در شرایط متفاوت می باشد.

برای رسیدن به هدف فوق محلولی حاوی غلظتهای مشخصی از Fe^{3+} و SCN^- با هم مخلوط میشوند و غلظت $FeSCN^{2+}$ تشکیل شده به روش اسپکتروسکوپی و با استفاده از رگ قرمز می توان غلظت تعادلی Fe^{3+} و SCN^- را محاسبه و در نهایت با جایگذاری در معادله تعادل K_c را محاسبه کرد. مراحل زیر برای محاسبه تعادلی واکنش دهنده ها انجام می گیرد:

۱- محاسبه تعداد مولهای اولیه واکنش دهنده ها:

(mole/1000ml) غلظت محلول اولیه \times (ml) حجم محلول اولیه واکنش دهنده = تعداد مولهای اولیه واکنش دهنده

۲- محاسبه تعداد مولهای $FeSCN^{2+}$ تشکیل شده:

تعداد مولهای واکنش داده از مواد اولیه = تعداد مولهای تشکیل شده از محصولات

۳- محاسبه تعداد مولهای اولیه مواد واکنش دهنده در حال تعادل

تعداد مولهای $FeSCN^{2+}$ - تعداد مولهای اولیه واکنش دهنده ها = تعداد مولهای اولیه در حال تعادل

۴- محاسبه غلظت گونه ها در حال تعادل

حجم نهایی محلول / تعداد مول گونه ها = غلظت هر گونه

۴- محاسبه ثابت تعادل K_c :

وسایل و مواد لازم :

لوله آزمایش ، بشر ۱۰۰ml ، همزن شیشه ای

اسید نیتریک ۱M ، نترات آهن $10^{-3}M(III)$ ، تیوسیانات پتاسیم $2.00 \times 10^{-3} M$ ، آب مقطر .

روش کار :

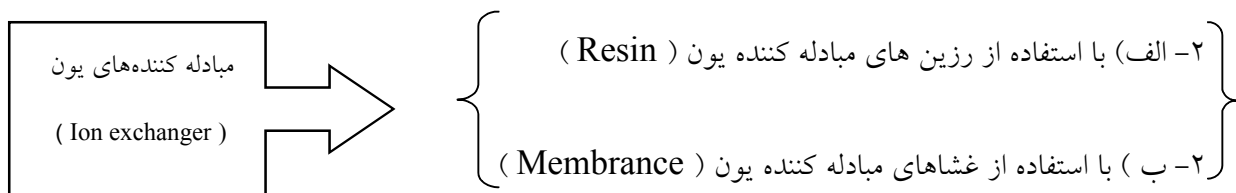
۵ لوله آزمایش برداشته و آن ها را به ترتیب از ۱ تا ۵ برچسب بزنید . ۳۰ml محلول $2.00 \times 10^{-3} M$ $Fe(NO_3)_3$ را در $HNO_3(1M)$ تهیه کرده و درون یک بشر بریزید . ۵ml از این محلول را به درون هر یک از لوله های آزمایش بریزید . سپس در حدود ۲۰ml محلول $2.00 \times 10^{-3} M$ $KSCN$ تهیه کرده و درون بشر ۱۰۰ml بریزید . حال به ترتیب مقدار ۱ ، ۲ ، ۳ ، ۴ و ۵ نامگذاری شده اند ریخته و پس از این کار با افزودن مقدار مواد مورد نیاز از آب به درون هر یک از لوله های آزمایش ، حجم آن ها را به ۱۰۰ml برسانید . مقدار هر یک از معرف های اضافه شده به هر یک از لوله های آزمایش در جدول زیر خلاصه شده است :

	Test tube No.				
	1	2	3	4	5
Volume $Fe(NO_3)_3$ solution (ml)	5	5	5	5	5
Volume $KSCN$ solution (ml)	1	2	3	4	5
Volume H_2O (ml)	4	3	2	1	0

محتویات هر یک از لوله های آزمایش را با شیشه همزن مخلوط کنید تا محلول یکنواختی حاصل شود. مقدار کمی از محتویات هر یک از لوله های آزمایش را در داخل سل اسپکترو فتومتر قرار داده و جذب آن را در طول موج 447nm اندازه گرفته و غلظت آن را از روی دستگاه خوانده و ثابت تعادل را در شرایط مختلف محاسبه کنید.

آزمایش ۹: خالص سازی آب ها با استفاده از رزین ها

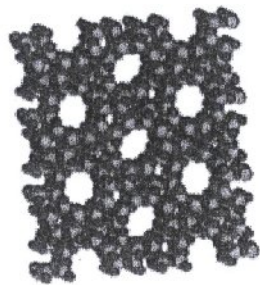
- دلیل خالص سازی آب ها
- روش های خالص سازی آب ها
- ۱- آب مقطر گیری (Distilled water)
- ۲- یون زدائی (De-ionized water)



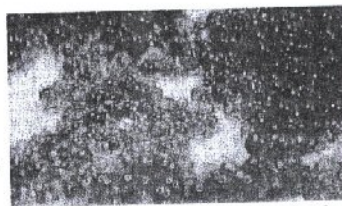
فرایند مبادله یون : بر اساس مبادله یون بین یونهای موجود در محلول و یونهای با علامت مشابه در سطح جامد با وزن مولکولی بالا و اصولا نامحلول استوار است .

انواع مبادله کننده ها :

- ۱- مبادله کننده های یونی معدنی : از قبیل خاک ها و زئولیت ها
- ۲- مبادله کننده های یونی آلی (سنتزی) : در نیمه سال های ۱۹۳۰ برای نم کردن آب ، یون زدائی آب و تخلیص محصول تولید شدند و اخیرا کاربردهای کلی در جداسازی تجزیه ای یونها پیدا کرده اند

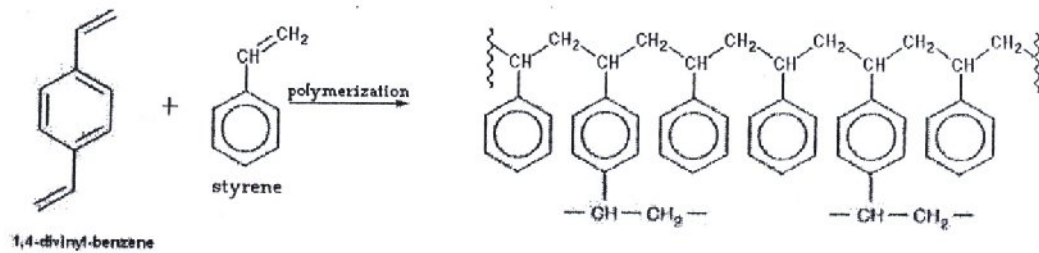


Zeolite



Resin

رزین های سنتزی از کوپلیمریزاسیون استایرن و دی وینیل بنزن تهیه می شوند :

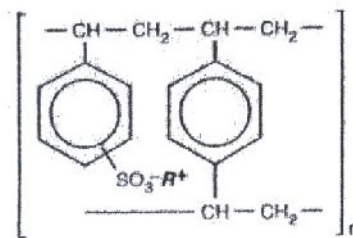


آن ها بر دو نوع اساسی می باشند

- ۱- مبادله کننده کاتیونی : عامل فعال رزین دارای کاتیون قابل مبادله با محلول می باشد
- ۲- مبادله کننده های آنیونی : عامل فعال رزین دارای آنیون قابل مبادله با محلول می باشد .

نیز بر پایه گروه عاملی شان به چهار دسته تقسیم می گردند :

- ۱- اسید قوی : نوعا شامل گروه سولفونیک ($-SO_3H$) می باشد

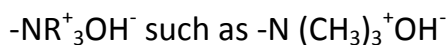


Sulfonated styrene - divinylbenzene



- ۲- اسیدی ضعیف : غالبا شامل گروه کربوکسیلیک ($-COOH$) می باشد .

- ۳- بازی قوی : شامل گروههای آمین کواترنر (مثل گروه تری متیل آمونیوم) می باشد



۴- بازی ضعیف شامل گروههای آمین نوع اول ، دوم یا سوم می باشد

ظرفیت رزین : تعداد گروههای فعال موجود در واحد وزن رزین خشک بنام ظرفیت مبادله کنندگی رزین نامیده می شود و بر حسب میلی اکی والان گرم یون مبادله شونده بر یک گرم رزین خشک (meq/g) بیان می گردد . با افزایش ظرفیت رزین قدرت مبادله کنندگی آن افزایش می یابد .

روش کار :

۱- دقیقاً حدود یک گرم از رزین مرطوب را توزین نموده و به مدت حدود ۱ ساعت در اون در دمای $100^\circ C$ خشک کنید . وزن رزین خشک باقی مانده را به دست آورید .

۲- تعیین ظرفیت رزین : دقیقاً حدود ۱ گرم از رزین مرطوب را توزین نموده و با ۲۰ ml محلول $HCl(0/1N)$ برداشته و در حضور شناساگر سرخ متیل تا تغییر رنگ از رنگ قرمز به زرد با سود $0/1N$ تیترا نمایید . ظرفیت رزین را حساب کنید .

۳- بررسی اثر رزین در کاهش سختی آب شهر :

۳.الف) دقیقاً حدود ۰/۵ گرم از رزین مرطوب را توزین نموده و بر روی آن ۵۰ ml آب شهر افزوده و به مدت ۱۵ دقیقه روی همزن مغناطیسی به هم بزنید . سپس دقیقاً ۲۵ ml از آب نرم شده را برداشته و به ارلن مایر مناسب منتقل کنید . بر روی آن با نوک اسپاتول از شناساگر سیاه اریوکروم و حدود ۱۰ ml تامپون آمونیاکال و نیز حدود ۳ ml تری اتانول آمین افزوده و با محلول EDTA ای $0/025 M$ تا تغییر رنگ از بنفش به آبی تیره تیترا نمایید . سختی آب شهر را از طریق فرمول زیر محاسبه نمایید .

۳- ب) دقیقا ۲۵ ml از آب شهر را برداشته و به ارلن مایر مناسب منتقل کنید . بر روی آن با نوک اسپاتول از شناساگر سیاه اریوکروم و حدود ۱۰ ml تامپون آمونیاکال و نیز حدود ۳ ml تری اتانول آمین افزوده و با محلول EDTA ای ۰/۰۲۵M تا تغییر رنگ از بنفش به آبی تیره تیترا نمایید . سختی آب شهر اولیه را محاسبه نمایید .