l

آزمایشگاه شیمی تجزیه 1

گزارش کار آزمایش شماره 2

« تجزیه وزنی یون نیکل »

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی حسنعلی ده

تاریخ آزمایش : 23/7/1391

تاریخ تحویل گزارش کار: 30/7/1390

استاد: جناب آقای دکتر پوراعتدال

جواب نهایی:

# مقدمه

# هدف آزمایش:

# محاسبه عملی mg/mlمقدار نیکل موجود در یک محلول به روش تجزیه ی وزنی.

# تئوری آزمایش :

# با توجه به اینکه مبحث تئوری این آزمایش با آزمایش قبلی یکی می باشد مجددا همان تئوری بیان شده است.البته با کمی توضیح در مورد عنصر نیکل.

این روش برای موادی که ترکیب شیمیایی آنها معین است، بکار می‌رود. در این روش ، نمونه مورد نظر را از بقیه اجزا به صورت رسوبی که ترکیب شیمیایی آن معلوم است جدا کرده ، پس از خشک و وزن کردن با ترازوی حساس ، درصد وزنی آن را حساب می‌کنیم.

**شرایط تهیه یک رسوب مناسب**

استوکیومتری: واکنشگر رسوب دهنده و جسم مورد نظر به نسبت وزنی معین و طبق فرمول شیمیایی با هم ترکیب می‌شوند، به عبارت دیگر واکنش آنها باید کمی باشد.

پایدار بودن: وزن رسوب در شرایط آزمایش باید ثابت بماند. مثلا نباید فرار یا قابل تجزیه بوده ، قابلیت ترکیب با اجزای موجود در هوا و یا جذب آنها را داشته باشد.

خالص بودن و خوب صاف شدن: رسوبهای کلوئیدی که به سختی صاف می‌شوند، برای وزن سنجی مناسب نیستند.

**انواع رسوبها از لحاظ فیزیکی**

وضع فیزیکی رسوبها به اندازه ، شکل و بار الکتریکی ذرات بستگی دارد.

رسوبهای بلوری: رسوبهای بلوری ، درشت بوده ، برای صاف کردن مناسب هستند. بنابراین بهترین رسوب برای وزن سنجی هستند.

رسوبهای لخته‌ای: رسوبهای لخته‌ای مانند رسوب که شبیه شیر منعقد شده بوده ، ذرات ریز بهم چسبیده و ذرات درشتتری ایجاد می‌کنند و در اثر شستشو با آب (عمل والختی) ، دوباره به ذرات ریز تبدیل می‌شوند.

رسوبهای ژلاتینی: مانند فریک هیدروکسید هستند. قطر ذرات این رسوبها خیلی کوچک است، بنابراین از صافی رد می‌شوند و بعضی از آنها نیز سوراخهای صافی را مسدود کرده ، باعث کندی عمل صاف کردن می‌شوند.

**فرایند تشکیل رسوب**

تشکیل رسوب ، هم یک پدیده شیمیایی و هم یک پدیده فیزیکی است. پدیده شیمیایی تشکیل رسوب شامل واکنش شیمیایی واکنشگر و نمونه مورد نظر است. پدیده فیزیکی ، شامل هسته‌زایی و رشد بلور (دو مرحله) است.

هسته‌زایی: تشکیل اولیه ذرات کوچک فاز جامد در فاز مایع را که از رسوب مورد نظر به حالت اشباع رسیده باشد، هسته‌زایی می‌نامند.

رشد بلور: رسوب کردن یونهای محلول روی ذرات اولیه را که سبب درشت شدن رسوبها می‌شود، رشد بلور می‌نامند.

**ناخالصیهای موجود در رسوب**

ناخالصیهای همرسوبی و انواع آن

همراهی مواد ناخالص محلول با رسوب تشکیل شده را همرسوبی می‌نامند و انواع آن عبارتند از:

جذب سطحی :در این حالت ، ناخالصی فقط در سطح رسوب جذب می‌شود. مانند جذب سطحی یونهای نقره توسط رسوب کلرید نقره. رسوبهای کلوئیدی به دلیل جاذبه الکتریکی بارهای مخالف ، بیشتر خاصیت جذب سطحی دارند.

احتباس :در این حالت ، ناخالصیها در داخل رسوب هستند، یعنی فاز رسوب در حین تشکیل ، مقداری از مواد ناخالص یا محلول اولیه را در بین ملکولهای خود به دام می‌اندازد. حتی با شستشو هم نمی‌توان آنها را از هم جدا کرد.

در برگیری :در این روش ، ناخالصیهایی که سیستم و ساختمان بلوری آنها با رسوب یکی است، همراه با ذرات رسوب ، متبلور می‌شوند.

**ناخالصیهای پس رسوب**

در این حالت ، پس از تشکیل رسوب ، ترکیب دیگری که در شرایط آزمایش کم محلول است، رسوب کرده ، لایه‌ای از ناخالصیها روی رسوب اولیه را می‌پوشاند. به عنوان مثال در جدا کردن کلسیم از منیزیم توسط رسوب دادن با یون اکسالات ، رسوب کلسیم اکسالات به آرامی تشکیل می‌شود. اگر محلول ، مدتی بیش از اندازه لازم بماند، مقدار کمی منیزیم اکسالات روی کلسیم اکسالات رسوب می‌کند.

**نکات مهم در رسوب گیری**

* محلول جسم مجهول باید رقیق باشد و عامل رسوب دهنده قطره قطره به آن اضافه شود و همراه با همزدن محلول باشد. در این صورت تشکیل رسوب به آرامی صورت خواهد گرفت و احتباس کمترین مقدار را خواهد داشت.
* رسوب تشکیل شده را قبل از صاف کردن باید در حدود ده دقیقه روی حمام بخار آب ، گرما داد. با این عمل ذرات ریزتر به علت حلالیت بیشتر دوباره حل شده ، روی ذرات درشت‌تر رسوب می‌کنند. در نتیجه ذرات رسوب ، درشت‌تر شده ، سبب تقلیل جذب مواد خارجی بوسیله رسوب می‌شود.

**حلالیت و حاصلضرب حلالیت یک رسوب**

حلالیت رسوبها کم بوده ، رفتار آنها در آب مانند الکترولیتها است، یعنی وقتی رسوب AB که دارای یک یون فلزی و یک آنیون یک ظرفیتی است، در آب تشکیل می‌شود. محلول از یونهای A و B اشباع می‌شود. مقدار رسوب حل شده را برحسب واحد مول در لیتر بیان می‌کنند و حاصلضرب غلظتهای A و B را حاصلضرب حلالیت رسوب ( ) می‌نامند.

صحت روش وزن سنجی ، به حلالیت رسوب تشکیل شده بستگی دارد.

**عوامل موثر بر حلالیت**

* اثر یون مشترک :

افزایش یک الکترولیت که دارای یک یون مشترک با رسوب است، سبب کم شدن حلالیت می شود.

* اثر PH محیط :

اگر به رسوبی که نمک یک اسید ضعیف است، یک اسید قویتر اضافه کنیم، مقداری از رسوب حل می‌شود. تشکیل هر رسوب باید در PH مناسب آن صورت گیرد. با کنترل PH یک محلول که شامل چند کاتیون است، می‌توان آنها را به صورت رسوب هیدروکسید جدا کرد.

* اثر حلال :

مواد قطبی در حلالهای قطبی بیشتر حل می‌شوند و مواد غیر قطبی در حلالهای غیر قطبی. برای رسوب دادن اغلب یونها ، می‌توان با افزودن یک حلال آلی امتزاج پذیر با آب ، حلالیت آنها را کاهش داده ، به صورت رسوب ، آنها را جدا کرد.

* بجز این عوامل که توضیح داده شد عواملی مثل الکترولیتها ، عوامل کمپلکس کننده ، هیدرولیز ، دما ، فشار و اندازه ذرات در حلالیت رسوبها تأثیر دارند.

**مراحل وزن سنجی**

1. تشکیل رسوب

2. صاف کردن

3. شستشو

4. خشک کردن در دمای مناسب

5. سرد کردن تا دمای محیط

6. توزین و محاسبه

**نیکل**

[](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%BE%D8%B1%D9%88%D9%86%D8%AF%D9%87:Nickel_chunk.jpg)**تاریخچه**

کانی مخصوصی که به ظاهر شبیه مس بود و برای معدن داران [آلمانی](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A2%D9%84%D9%85%D8%A7%D9%86" \o "آلمان) بسیار معروف بود٬برای سبزکردن شیشه به کار می‌رفت .اما کوششهای مداوم برای جدا کردن مس از آن ناموفق ماند و گمان می‌رفت که شیطان آزادانه این کانی را رنگ کرده است تا معدن‌داران گول بزند بنابراین آن را Kupfer nickel نامیدند .در آلمانی نیکل یعنی شیطان پست. در سال ۱۷۵۱ کرونشتد از سوپد این کانی را آزمایش کرد (امروزه این کانی را نیکولیت می نامند)و موفق شد یک اکسید فلزی سبز از این کانی تهیه کند و از احیای این اکسید فلز سفید رنگ به دست آورد. او این فلز را نیکل نامید.

**مشخصات**

نیکل عنصری است فلزی با عدد اتمی ۲۸ و نماد علمی Ni در گروه VII و در دوره چهارم جدول تناوبی جای دارد. جرم اتمی ۵۸٫۷۱، ظرفیتها ۲ و۴ . دارای پنج ایزتوپ پایدار است.

**خواص**

نیکل یک فلز سفید نقره‌ای است که به‌خوبی جلا می‌گیرد. از گروه آهن‌ها است که سخت و قابل انعطاف بوده، هادی جریان الکتریسیته می‌باشد و به‌راحتی با گوگرد و آرسنیک ترکیب می‌شود. با توجه به اینکه نیکل، دوام زیادی در هوا داشته، اکسیده نمی‌شود، برای تولید سکه‌های پول، فلز کاری برنج و آهن و همچنین برای ساخت ابزار آلات شیمیایی در آلیاژهای خاص مانند نقره آلمانی کاربرد دارد و معمولاً با کبالت همراه هست که هر دوی آنها در آهن‌های شهاب سنگی یافت می‌شوند. نیکل برای آلیاژهایی که بوجود می‌آورد، بسیار با ارزش می‌باشد. معمولترین حالت اکسیداسیون نیکل ، 2+ است و این در حالی است که نیکل 3+ و 1+ نیز به ندرت مشاهده می‌شوند.

**محل کشف و پیدایش**

اکثر نیکلهای بدست آمده از دو نوع معدن بدست آمده‌اند، اولی خاکهای آجری رنگ بوده که مهمترین معدن سنگ نیکل هستند و دومی [سولفید](http://fa.wikipedia.org/w/index.php?title=%D8%B3%D9%88%D9%84%D9%81%DB%8C%D8%AF&action=edit&redlink=1&preload=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%B3%D8%AA%D8%AE%D9%88%D8%A7%D9%86%E2%80%8C%D8%A8%D9%86%D8%AF%DB%8C&editintro=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%AF%DB%8C%D8%AA%E2%80%8C%D9%86%D9%88%D8%AA%DB%8C%D8%B3&summary=%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%DB%8C%DA%A9+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D9%86%D9%88+%D8%A7%D8%B2+%D8%B7%D8%B1%DB%8C%D9%82+%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF%DA%AF%D8%B1&nosummary=&prefix=&minor=&create=%D8%AF%D8%B1%D8%B3%D8%AA+%DA%A9%D8%B1%D8%AF%D9%86+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D8%AC%D8%AF%DB%8C%D8%AF" \o "سولفید (صفحه وجود ندارد)) موجود در [ماگمای](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%85%D8%A7%DA%AF%D9%85%D8%A7" \o "ماگما) زمین می‌باشد. منطقه [Sud-bury](http://fa.wikipedia.org/w/index.php?title=Sud-bury&action=edit&redlink=1&preload=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%B3%D8%AA%D8%AE%D9%88%D8%A7%D9%86%E2%80%8C%D8%A8%D9%86%D8%AF%DB%8C&editintro=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%AF%DB%8C%D8%AA%E2%80%8C%D9%86%D9%88%D8%AA%DB%8C%D8%B3&summary=%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%DB%8C%DA%A9+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D9%86%D9%88+%D8%A7%D8%B2+%D8%B7%D8%B1%DB%8C%D9%82+%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF%DA%AF%D8%B1&nosummary=&prefix=&minor=&create=%D8%AF%D8%B1%D8%B3%D8%AA+%DA%A9%D8%B1%D8%AF%D9%86+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D8%AC%D8%AF%DB%8C%D8%AF" \o "Sud-bury (صفحه وجود ندارد)) در [انتاریو](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A7%D9%86%D8%AA%D8%A7%D8%B1%DB%8C%D9%88" \o "انتاریو)، [انتاریو](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A7%D9%86%D8%AA%D8%A7%D8%B1%DB%8C%D9%88) کانادا 30% نیکل جهان را تولید می‌کند. معادن دیگر در روسیه [استرالیا](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A7%D8%B3%D8%AA%D8%B1%D8%A7%D9%84%DB%8C%D8%A7" \o "استرالیا)، [کوبا](http://fa.wikipedia.org/wiki/%DA%A9%D9%88%D8%A8%D8%A7)، [دومینکن](http://fa.wikipedia.org/w/index.php?title=%D8%AF%D9%88%D9%85%DB%8C%D9%86%DA%A9%D9%86&action=edit&redlink=1&preload=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%B3%D8%AA%D8%AE%D9%88%D8%A7%D9%86%E2%80%8C%D8%A8%D9%86%D8%AF%DB%8C&editintro=%D8%A7%D9%84%DA%AF%D9%88:%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87/%D8%A7%D8%AF%DB%8C%D8%AA%E2%80%8C%D9%86%D9%88%D8%AA%DB%8C%D8%B3&summary=%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF+%DB%8C%DA%A9+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D9%86%D9%88+%D8%A7%D8%B2+%D8%B7%D8%B1%DB%8C%D9%82+%D8%A7%DB%8C%D8%AC%D8%A7%D8%AF%DA%AF%D8%B1&nosummary=&prefix=&minor=&create=%D8%AF%D8%B1%D8%B3%D8%AA+%DA%A9%D8%B1%D8%AF%D9%86+%D9%85%D9%82%D8%A7%D9%84%D9%87+%D8%AC%D8%AF%DB%8C%D8%AF)، [نروژ](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%86%D8%B1%D9%88%DA%98) و [اندونزی](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A7%D9%86%D8%AF%D9%88%D9%86%D8%B2%DB%8C) می‌باشند. با این وجود این باور وجود دارد که بیشتر نیکل موجود در [زمین](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%B2%D9%85%DB%8C%D9%86" \o "زمین) در [هسته](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%87%D8%B3%D8%AA%D9%87" \o "هسته) این سیاره [تمرکز](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%AA%D9%85%D8%B1%DA%A9%D8%B2" \o "تمرکز) یافته است.

**طرز تهیه**

کانیهای نیکل بر دو دسته هستند :سولفید و اکسید، کانی سولفید دو سوم مصرف جهان را به خود اختصاص داده است .کانیهای سولفید به کمک شناوری وتصفیه به اکسید نیکل ته نشین شده پالایش می‌شوند.

اکسید نیکل هم به کمک پالایش هیدرو متالوژی نظیر شستشو با آمونیاک پالایش می‌شوند.

**شکلهای قابل دسترس**

الکترولیتی٬شمش٬دانه۲ساچمه٬گرد٬نوار٬بلورهای منفرد

**احتیاط**

نیکل را نباید بیشتر از 0.05 mg/cm3 در مجاورت ترکیبات حلال قرار داد. همچنین به نظر می‌رسد که دود و سولفید نیکل، سرطان زا باشد. نیکل کربنیک یک گاز بسیار سمی است. تماس نیکل با پوست افراد حساس ممکن است ایجاد آلرژی کند. مقداری مجاز نیکل مصرفی در محصولاتی که با دست انسان تماس دارد، مطابق اتحادیه اروپایی می‌باشد. بر اساس یک گزارش منتشر شده در مجله Nature در سال 2002، محققین دریافته‌اند که مقدار نیکل موجود در سکه‌های یک و دو Euro بیشتر از حد استاندارد است. به نظر می‌رسد که این عمل بدلیل واکنشهای گالوانیک رخ می‌دهد.

**کاربردها**

آلیاژ٬پوششهای محافظ [آبکاری](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D8%A2%D8%A8%DA%A9%D8%A7%D8%B1%DB%8C" \o "آبکاری) برقی٬پوشش قالب گیری برقی٬باتریهای ذخیره‌ای قلیایی٬سلول سوخت اکترود٬کاتالیزور برمتانیزه کردن گازهای سوختی و هیدروژن دهی روغنهای گیاهی٬نیکل در آب نیکل‌کاری تهیه آلیاژهای فولاد نیکل٬[ورشو](http://fa.wikipedia.org/wiki/%D9%88%D8%B1%D8%B4%D9%88_%28%D8%A2%D9%84%DB%8C%D8%A7%DA%98%29)٬نیکل-کروم و کنستنتان کاربرد دارد.شیمی آلی به عنوان کاتالیزور پس از احیا کردن به روشهای ویژه به کار می‌رود.

# C:\Users\Mahdie\Desktop\FilterPaper_M.jpg

# وسایل مورد نیاز

# محلول شامل یون نیکل، آب مقطر، آمونیاک، اسید کلرید، دی متیل گلی اکسیم(DMG)، بشر، حمام آب گرم، بالن حجمی، قیف، ارلن، کاغذ صافی، ترازو، اتوکلاو.

# روش انجام آزمایش

# ابتدا محلول مورد نظر را در یک بالون حجمی 100 میلی لیتری به حجم رسانده شد. سپس به اندازه 25.0 میلی لیتر به عنوان نمونه مورد آزمایش در یک بشر ریخته شد(البته توجه شود که تمام موارد به طور هم زمان در یک بشر دیگر نیز انجام شد، به عبارتی تعداد تکرار آزمایش 2 بار می باشد). حال 1 میلی لیتر HCl به محلول اضافه گردید تا محلول کمی اسیدی گردد(همان موضوع رسوب گیری در حداقل PH ممکن).پس از آن 100میلی لیتر آب مقطر به محلول اضافه گردید و حمام آب گرم قرار داده شد تا گرم شود. پس از اینکه کمی گرم شد به آن 20 میلی لیتر دی متیل گلی اکسیم به محلول اضافه گردید(نکته قابل بیان اینکه DMG در آب حل نمی گردد).سپس اندک اندک به محلول آمونیاک اضافه گردید(دلیل اندک اندک ریختن برای دانه درشت شدن رسوب است) تا محیط قلیایی گردد(با قلیایی شدن محیط DMG پرتون از دست داده و با نیکل واکنش رسوبی می دهد) یعنی PH از 3 به بالا.( چون آمونیاک بوی خاصی دارد، لازم به آزمایش خاصی جهت مشخص شدن بازی بودن محلول لازم نیست، کافی است بوی آمونیاک در محلول حس شود).

# C:\Users\Mahdie\Desktop\autoclave2.jpgپس از این مراحل محلول به مدت 45 دقیقه در حرارت ملایم در حمام آب گرم قرار داده شد، تا هضم رسوب به صورت کامل انجام گیرد. سپس محلول از روی حرارت برداشته شد تا کمی سرد شود.رسوب مشاهده شده به رنگ قرمز می باشد.

# در اینجا نیازی به کروزه نمی باشد زیرا رسوب در کوره قرار نمی گیرد(زیرا مانند حالت قبلی نیست که رسوب آبدار نمی باشد). ابتدا وزن دو کاغذ صافی به طور جداگانه اندازه گیری و ثبت شد. سپس ابزار صافی به طور کامل بسته شد(کاغذ صافی روی قیف بر روی ارلن)، بعد از آن اندک اندک محلول و رسوب بر روی کاغذ صافی ریخته شد. پس از جدا سازی کامل رسوب توسط آب مقطر شست وشو داده شد تا ناخالصی ها جدا گردد.به محلول زیر کاغذ صافی مجددا آمونیاک اضافه گردید تا در صورتی که هنوز رسوبی وجود دارد ته نشین گردد.

# پس از جداسازی رسوب، کاغذ صافی به همراه رسوب درون آن به درون اتوکلاو قرار داده شد تا خشک گردند. بعد از اینکه کاملا خشک شدند، مجددا وزن آنها اندازه گیری شد تا با تفاضل مقدار اولیه از آن مقدار رسوب بدست آید.

# حال براحتی مقدار mg/ml نیکل محاسبه میگردد.

# محاسبات

# وزن ابتدایی کاغذ صافی 1: 1.1381 gr

# وزن کاغذ صافی 2: 1.0904 gr

# وزن ثانویه کاغذ صافی 1: 1.1428 gr

# وزن ثانویه کاغذ صافی 2: 1.1012

# رسوب شماره 1:

# رسوب شماره 2:

# مقدار نیکل موجود در 25 میلی لیتر نمونه

# محاسبه مقدار نیکل موجود در 100 میلی لیتر محلول.کافی است از نسبت استفاده کنیم:

# *در 100 میلی لیتر محلول*

# عوامل خطا

# دقت اندازه گیری دستگاه ها.

# دقت اندازه گیری آزمایش کننده.

# باقی ماندن اندکی رسوب در بشر و دیواره قیف.

مراجع

# مبانی شیمی تجزیه، داگلاس.ای.اسکوگ-دونالد.ام.وست-اف.جمز.هالر-استانلی.آر.کروچ، دکتر عبدالرضا سلاجقه-ویدا توسلی-دکتر هوشنگ خلیلی، جلد اول، انتشارات مرکز نشر دانشگاهی.

# H.A.latiainen AND W.E.HARIS, CHEMICHAL ANALYSIS, 2ND ED.