

مجموعه گزارش کار شیمی تجزیه

نام آزمایش: تیتراسیون های کمپلکس سنجی

Shimiomd.blog.ir

هدف آزمایش: اندازه گیری منیزیم با اتیلن دی آمین تترا استیک اسید

وسایل آزمایش: ارلن - پیپت مدرج - پیپت حبابدار - شعله - بالن ۲۵۰ میلی لیتری

مواد آزمایش: کلسیم کربنات - محلول اسید کلرید - آب مقطر - آمونیاک آمونیم کلرید - اریوکروم

بلک تی - اتیلن دی آمین تترا استیک اسید - کمپلکس منیزیم اتیلن دی آمین تترا استیک اسید

تئوری آزمایش:

تیتراسیون های تشکیل کمپلکس

واکنشگر های تشکیل کمپلکس کاربرد وسیعی در تیتراسیون کاتیون ها دارند. مفید ترین این واکنش گر ها ترکیبات آلی با چندین گروه الکترون دهنده اند که تشکیل پیوند های کوالانسی چند گانه با یون های فلزی را می دهند.

واکنش های تشکیل کمپلکس

اکثر یون های فلزی با زوج الکترون دهنده ها واکنش می دهند تا ترکیبات کئوردینانسیون با یون های کمپلکس تشکیل دهند. یا لیگاند باید حداقل یک زوج الکترون غیر مشترک مفید برای تشکیل پیوند داشته باشد. آب آمونیاک و یون های هالید لیگاند های معدنی متداول هستند.

تعداد پیوند های کوالانسی را که یک کاتیون تمایل دارد با الکترون دهنده ها تشکیل دهد عدد کئوردینانسیون آن می نامند. مقادیر نوعی برای اعداد کئوردینانسیون دو چهار و شش است. گونه های تشکیل دهنده آن در نتیجه ی کئوردینانسیون می توانند از نظر الکتریکی مثبت خنثی و منفی باشند.

روش های تیترا سنجی مبتنی بر تشکیل کمپلکس که گاهی روش های کمپلکس سنجی نامیده می شوند بیش از یک قرن است که به کار رفته اند و توسعه قابل ملاحظه ی واقعی آنها در استفاده عای تجزیه ای از دهه ۱۹۴۰ شروع شد و بر کاربرد دسته ای از ترکیبات کوئوردینانسی خاص به نام کی لیت قرار گرفت. یک کی لیت زمانی حاصل می شود که یک یون فلزی با دو گروه دهنده یا بیشتر از یک لیگاند تک کوئوردینانس می شود تا ناجور حلقه های پنج یا شش عضوی تشکیل دهد. کمپلکس مس با گلیسین که در بند قبل به آن اشاره شد مثالی از این نوع است. در اینجا مس هم با اکسیژن گروه کربوکسیلات و هم با نیتروژن گروه آمین پیوند دارد.

لیگاندی که یک گروه دهنده دارد مانند آمونیاک یک دندان ای خوانده می شود در حالی که گلیسین که دو گروه مفید برای تشکیل پیوند کوالانسی دارد دو دندان ای است. عوامل کی لیت ساز سه دندان ای چهار دندان ای پنج دندان ای و شش دندان ای نیز شناخته شده اند.

اتیلن دی آمین تترا استیک اسید (EDTA) یک لیگاند شش دندان ای است.

لیگاند های چند دندان ای به ویژه آنهایی که چهار یا شش گروه دهنده دارند دو مزیت نسبت به لیگاند های یک دندان ای به عنوان تیترا کننده دارند. اولاً لیگاند های چند دندان ای واکنش کاملتری با

کاتیون ها می دهند و در نتیجه نقاط پایانی تیزتری به وجود می آورند. ثانيا واکنش آنها با یون های فلزی به طور معمول در یک فرایند یک مرحله ای انجام می شود در حالی که تشکیل کمپلکس با لیگاند های یک دندان ای معمولا با تشکیل دو یا چند گونه یا واسط همراه است.

شرح آزمایش:

EDTA (الف) استاندارد کردن

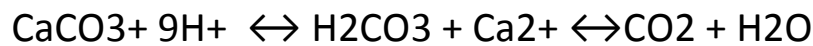
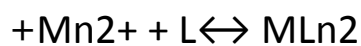
۲۵. / گرم کلسیم کربنات را درون ارلن می ریزیم و با اسید کلرید حل می کنیم. ۵-۴ میلی لیتر آب مقطر (به علت کم بودن محلول برای جوشاندن) به ارلن اضافه می کنیم و محلول را می جوشانیم (به علت ناپایدار بودن کلسیم بی کربنات و تبدیل آن به گاز کربن دی اکسید و آب). محلول را سرد می کنیم و به بازن ۲۵۰ میلی لیتری منتقل می کنیم. بازن را به حجم می رسانیم. ۱۰ میلی لیتر از محلول را برداشته درون ارلن می ریزیم و به آن ۲ میلی لیتر کمپلکس منیزیم اتیلن دی آمین تترا استیک اسید، ۵۰ میلی لیتر آب مقطر، ۵ میلی لیتر آمونیاک - آمونیم کلرید (بافری که همیشه با هر چیزی به نسبت یک به یک واکنش می دهد و این نسبت تغییرپذیر نیست به نسبت یک به یک واکنش می دهد) به آب می شود. آآنجام ضافه می کنیم. درون درون ارلن می ریزیم. به آن به آبی شود. آزم = ۵ و ۳-۲ قطره شناساگر اریو بلک اضافه می کنیم. درون بورت هم اتیلن دی آمین تترا استیک اسید می ریزیم و تیتراسیون را انجام می دهیم تا زمانی که رنگ محلول از قرمز تبدیل به آبی شود. آزمایش را ۲ بار انجام می دهیم و حجم مصرفی را یادداشت می کنیم و از آنها میانگین می گیریم.

Mg²⁺ (ب) اندازه گیری

بازن حاوی مجهول را به حجم می رسانیم. ۲۵ میلی لیتر از محلول را توسط پیپت حبابدار برمی داریم و درون ارلن می ریزیم. به محلول ۲ میلی لیتر آمونیاک - آمونیم کلرید و ۳-۲ قطره اریو کروم بلک اضافه می کنیم. درون بورت هم اتیلن دی آمین تترا استیک اسید می ریزیم و تیتراسیون را آغاز می کنیم تا زمانی که رنگ محلول از قرمز تبدیل به آبی شود. آزمایش را ۲ بار انجام می دهیم و

از حجم مصرفی میانگین می گیریم. سپس با استفاده از روابط استوکیومتری تعداد میلی مولهای منیزیم را بدست می آوریم.

محاسبات:



قسمت اول:



$$mCaCO_3 = 0.253 \text{ g} \quad fw = 100.78 \quad V_1 = 9.08 \quad V_2 = 9.5 \quad V = 9.29$$

$$F \times 9.29 = 0.253 / 100.78 \times 1000 \times 10 / 250$$

$$FEDTA = 0.010807$$

قسمت دوم:

$$V_1 = 21.5$$

$$V_2 = 21.6$$

$$V = 21.55$$

$$۰,۲۳۲۸۹ = ۲۱,۵۵ \times ۰,۰۱۰۸۰۷$$

میلی مولهای منیزیم در ۲۵ میلی لیتر مجهول

$$۰,۹۳۱۵۶۴ = ۲۵ / ۱۰۰ \times ۰,۲۳۲۸۹$$

میلی مولهای منیزیم در ۱۰۰ میلی لیتر مجهول

خطاگیری:

مقدار تجربی: ۰,۹۴

مقدار واقعی: ۱

$$\% ۶- = ۱۰۰ \times ۱ / (۱ - ۰,۹۴)$$

نام آزمایش: تیتراسیون رسوبی

Shimiomd.blog.ir

هدف آزمایش: تعیین کلرید به روش مور

وسایل آزمایش: ارلن - بورت - پیپت حبابدار ۲۵ میلی لیتری - پیپت فیلر - استوانه مدرج - گیره و

پایه - بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری

مواد آزمایش: محلول نیترات - محلول استاندارد سدیم کلرید - معرف کرومات - کلسیم

کربنات

تئوری آزمایش:

تیتراسیون رسوبی

این تیتراسیون بر اساس تشکیل سریع رسوب می باشد و بیشتر برای تعیین غلظت هالوژنها به کار می رود. در این صورت اغلب از نیترات تقره به عنوان عامل رسوب دهنده استفاده می شود. این نوع تیتراسیونها را آرژانتومتری نیز می نامند. معروفترین روشهای تیتراسیون رسوبی عبارتند از: ۱- روش موهر ۲- روش فاجان ۳- روش ولهارد. روش موهر: شامل تیتراسیون یون کلر یا برم با نیترات تقره استاندارد در pH حدود خنثی و مجاورت یون کرومات به عنوان معرف است. در پایان رسوب قرمز آجری کرومات تقره ظاهر می گردد. روش فاجان: یون کلر به وسیله یون تقره در مجاورت یک معرف که دارای خاصیت فلوروسانس است (مانند فلوروشین) تیترا می شود. در پایان تیتراسیون معرف جذب سطح رسوب شده و رنگ قرمز حاصل می شود. معرف به کار رفته چند قطره از محلول الکلی فلورسئین یا محلول آبکی نمک سدیم آن می باشد. روش ولهارد: برای تیتراسیون یون

تقره، محلول استاندارد تیوسیانات در مجاورت یون فریک به عنوان معرف به کار می‌رود. برای جلوگیری از هیدرولیز یون آهن تیتراسیون بایستی در محیط اسیدی نسبتاً قوی صورت گیرد. محصول نهایی تیوسیانات فرو است که رنگ قرمز دارد. امروزه در اغلب تیتراسیونهای رسوبی، برای تعیین نقطه پایانی از یک دستگاه همانند پتانسیومتری، هدایت سنجی و یا اسپکتروفتومتری استفاده می‌شود. محلولهای نیترا ت تقره، عمومیتزین معرفها برای استفاده در تیتراسیونهای رسوبی می‌باشند.

تیتراسیونهای تشکیل رسوب

تشکیل رسوب را می‌توان به عنوان اساس تیتراسیون به کار برد مشروط بر اینکه پس از افزایش میزان استوکیومتری از جسم تیتراکننده راهی مناسب برای تعیین مقدار وجود داشته باشد همچنین لازم است که پس از افزایش تیتراکننده سیستم سریعاً به حال تعادل برسد اگر چه روش‌های تیتراسیون رسوبی توسعه‌ی زیادی یافته‌اند ولی تیتراسیون یونهای هالید (کلرید و برمید) با تقره ۱+ از مهمترین آنها به شمار می‌روند

اهمیت تیتراسیون‌ها تشکیل رسوب در اندازه‌گیری یون‌های کلرید و برمید و یون تقره به قدری زیاد است که به تیتراسیون‌های تقره سنجی نیز معروف است در این تیتراسیون‌ها نیترا ت تقره استفاده میشود و در طول زمان تیتراسیون یک رسوب ایجاد می‌گردد.

استاندارد کردن تقره نیترا ت

تعیین فاکتور نیترا ت تقره برای اینکار از سدیم کلرید که تشکیل رسوب سفید می‌دهد استفاده می‌شود پتاسیم کرومات به عنوان شنا سا گر که با تقره تشکیل رسوب قرمز آجری می‌دهد. پایان

تیتراسیون کلسیم کربنات محلول را در اطراف خنثی بافر می کند چون واکنش باید در محیط خنثی یا قلیایی ضعیف انجام شود .

تعیین یون کلرید به روش مور

نکات روش مور : روش مور را می توان برای اندازه گیری تقره کلرید ها و برومید ها به کاربرد برای اندازه گیری یدیدها تیوسیانات ها به دلیل پدیده ی جذب مفید نمی باشد روش تیتراسیون همیشه یکسان است به طوری که همیشه محلول نیترات تقره درون بورت ریخته میشود این روش تیتراسیون باید در محیط خنثی و یا قلیایی ضعیف و در دمای محیط انجام شود.

شرح آزمایش:

این آزمایش شامل ۲ قسمت است:

قسمت اول: استاندارد کردن نیترات تقره

در ابتدا ۲۵ میلی لیتر محلول سدیم کلرید را درون ارلن می ریزیم و به آن ۱ میلی لیتر معرف کرومات اضافه می کنیم. درون بورت هم محلول نیترات تقره می ریزیم و تیتراسیون را انجام می دهیم. محلول درون بورت را پیوسته باید بچرخانیم تا از جذب یونها در سطح رسوب جلوگیری به عمل آید. در ابتدا رسوب سفید رنگی تشکیل می شود ولی تیتراسیون را تا کرمی شدن رسوب ادامه می دهیم و حجم مصرفی را یادداشت می کنیم. این آزمایش را دوبار انجام داده و از حجم مصرفی نیترات تقره میانگین می گیریم.

برای تصحیح تیتراسیون از محلول شاهد استفاده می کنیم. برای تهیه محلول شاهد درون ارلن ۵۰ میلی لیتر آب مقطر (به اندازه مخلوط محلول های نیترات تقره و سدیم کلرید) و ۱ میلی لیتر معرف

کرومات و ۰,۵ گرم رسوب کلسیم کربنات می ریزیم. درون بورت هم محلول نیترات نقره می ریزیم و حجم مصرفی نیترات نقره را برای محلول شاهد یادداشت می کنیم. این آزمایش را ۲ بار انجام می دهیم و از حجم مصرفی میانگین می گیریم. سپس برای بدست آوردن حجم تصحیح شده، حجم میانگین محلول نیترات نقره را از حجم میانگین محلول شاهد آن کم می کنیم و مولاریته نیترات نقره را در ۲۵ میلی لیتر سدیم کلرید بدست می آوریم.

نکته: (اضافه کردن رسوب کلسیم کربنات به این دلیل است که رسوب بی اثر حل نشدنی در تیتراسیون باشد که در تشخیص رنگ به ما کمک کند. در واقع محلول شاهد تمام ویژگی های تیتراسیون نقره نیترات را دارد بجز یون کلرید.)

قسمت دوم: تعیین کلرید در ۱۰۰ میلی لیتر مجهول

در ابتدا محلول مجهول را درون یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری به حجم رسانده و خوب هم می زنیم. سپس ۲۵ میلی لیتر از آن را درون ارلن می ریزیم و ۱ میلی لیتر معرف کرومات اضافه می کنیم. درون بورت هم نیترات نقره می ریزیم. تیتراسیون را انجام می دهیم تا زمانی که رسوب سفید رنگ تبدیل به رسوب کرمی رنگ شود. حجم مصرفی را یادداشت می کنیم. این آزمایش را ۲ بار انجام می دهیم و از حجم ها میانگین می گیریم. سپس برای بدست آوردن حجم تصحیح شده، حجم مصرفی میانگین نیترات نقره را از حجم مصرفی محلول شاهد کم می کنیم.

حال مولاریته و حجم تصحیح شده نیترات نقره را داریم. در نقطه هم ارزی تعداد میلی مولهای نیترات نقره برابر تعداد میلی مولهای کلرید است که در عدد $۱۰۰/۲۵$ ضرب می کنیم تا تعداد میلی مولهای کلرید در ۱۰۰ میلی لیتر مجهول بدست آید.

محاسبات:

قسمت اول:

$$V_1=24.3 \quad V_2=24.5 \quad V=24.4$$

$$v_1=0.2 \quad v_2=0.3 \quad v_s=0.25 \quad V \quad V_t=24.4-0.25=24.15$$

$$V_t M_{Ag} = 25 \text{ ml} \times 0.1 \text{ mmol / 1 ml} \quad M_{Ag} = 2.5 / 24.15 = 0.10352$$

قسمت دوم:

$$V_1=10 \quad V_2=10.1 \quad V=10.05 \quad v_s=0.25$$

$$V_t = 10.05 - 0.25 = 9.8$$

$$M_{Ag} V_t = 0.10352 \times 9.8 = 1.014496 \times 100 / 25 = 4.057984$$

نام آزمایش: تیتراسیون اسید- باز

هدف آزمایش: اندازه گیری کربنات و بی کربنات در یک محلول

وسایل آزمایش: ارلن - بورت - پیپت فیلر - پیپت حبابدار - گیره و پایه - شناساگر فنول فتالین و بروموکروزول سبز - اسید هیدروکلریک اسید - محلول سدیم کربنات - بالن ژوژه - شعله

تئوری آزمایش:

کربنات:

در شیمی به یک استر یا یک نمک اسید کربنیک، کربنات می گویند.

ساختار و پیوندها:

یون کربنات، یک آنیون چند اتمی با فرمول تجربی CO_3^{2-} است. جرم مولکولی کربنات $60/01$ ام یو (دالتون) است. این مولکول از یک اتم کربن که به وسیله ۳ اتم اکسیژن با چیدمان سه وجهی فرا گرفته شده، تشکیل شده و تقارن مولکولی D_{3h} دارد. یون کربن دارای یک بار قراردادی -2 است و بار مزدوج یون هیدروژن کربنات (H_3O^-)، که خود بار مزدوج کربنیک اسید (H_2CO_3) است، می باشد.

ساختار لوویس پیوندهای کربنات با دو پیوند یگانه C-O و یک پیوند دوگانه C=O نمایش

داده می شود. این ساختار به خوبی بیانگر پیوندها نیست:

ساختار رزونانسی کربنات هم بدین شکل است:

در واقع CO_3^{2-} سه پیوند C-O برابر و هم اندازه دارد:

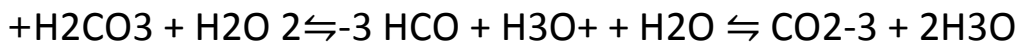
بی کربنات:

در شیمی آلی به یک شکل میانه از پروتون زدایی کربنیک اسید بی کربنات یا هیدروژن کربنات می گویند. بی کربنات در دستگاه تنظیم پهاش بدن نقشی حیاتی دارد. بی کربنات ها باعث سختی آب هم می شوند.

ساختار:

ساختار بی کربنات:

یون بی کربنات یا یون هیدروژن کربنات یک آنیون با فرمول تجربی HCO_3^- و جرم مولکولی $61/01$ آم یو (دالتون) است. این مولکول از یک اتم کربن که به وسیله ۳ اتم اکسیژن که یکی از آنها با یک هیدروژن پیوند دارد و با چیدمان سه وجهی فرا گرفته شده، تشکیل شده دارد. یون کربن دارای یک بار قراردادی ۱- است و باز مزدوج کربنیک اسید (H_2CO_3) و اسید مزدوج کربنات (CO_3^{2-}) می باشد که در واکنش های زیر با آن به تعادل شیمیایی می رسد:



اندازه گیری مخلوط کربنات و بی کربنات:

اگر محلول سدیم کربنات از ابتدا در حضور معرف متیل اورانژ تیترا شود مطابق معادله ی زیر دو مول

HCl به ازای یک مول Na_2CO_3 مصرف می گردد.

ولی در حضور معرف متول فتالین مقدار HCl مصرف شده نصف مقدار قبلی خواهد بود.

بنابراین می توان گفت که در حضور مثل فتالین فقط نصف سدیم کربنات تیتر می شود

$$\text{Mg co}_3\text{2-}=10.2 \times 0.0941 \times 0.5 \times 60 \times 5 = 143.973 \quad \text{mg HCO}_3\text{--}=(15-10.2) \times 0.0941 \times 0.5 \times 60 \times 5 = 67.752$$

منحنی تیتراسیون اسید کربنیک توسط محلول سود عکس نمودار سنجش سدیم کربنات توسط

HCL را نشان می دهد.

شرح آزمایش:

این آزمایش شامل دو قسمت است:

قسمت اول: استاندارد کردن اولیه HCl

در ابتدا ۲۵ میلی لیتر محلول Na_2CO_3 را در یک ارلن می ریزیم و به آن ۳-۲ قطره معرف فنول فتالین اضافه می کنیم که محلول ارغوانی رنگی بدست می آید. درون بورت هم اسید HCl می ریزیم و تیتراسیون را انجام می دهیم تا زمانی که محلول بی رنگی مشاهده شود. این آزمایش را ۲ بار انجام می دهیم و از حجم مصرفی اسید میانگین می گیریم و طبق فرمول $M_1V_1=M_2V_2$ در نقطه هم ارزی تعداد میلی مولهای کربنات با تعداد میلی مولهای اسید برابر است و مولاریته اسید را بدست می آوریم.

قسمت دوم: اندازه گیری تعداد میلی مولهای کربنات و بی کربنات در ۱۰۰ میلی لیتر مجهول

این قسمت شامل ۳ بخش است:

بخش اول: در ابتدا مجهول را در یک بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری به حجم رسانده و خوب هم می زنیم. سپس ۲۵ میلی لیتر از آن را در یک ارلن می ریزیم و به آن معرف فنول فتالین اضافه می کنیم. درون بورت هم HCl می ریزیم و تیتراسیون را انجام می دهیم تا زمانی که محلول ارغوانی تبدیل به محلول بی رنگی شود. حجم مصرفی اولیه (a1) را یادداشت می کنیم.

نکته: چون بی کربنات در حضور معرف فنول فتلئین تغییر رنگ نمی دهد و تیتراسیون قابل دیدن نیست این بخش از آزمایش برای بی کربنات انجام نمی شود و با معرف بروموکروزول سبز هم کربنات و هم بی کربنات قابل تیتراژ کردن است.

بخش دوم: ۲۵ میلی لیتر مجهول را درون ارلن می ریزیم و به آن ۳-۲ قطره معرف بروموکروزول سبز اضافه می کنیم. محلول آبی رنگی بدست می آید که با HCl تیتراسیون را انجام می دهیم تا محلول زرد رنگی مشاهده شود. سپس ارلن را حرارت می دهیم تا به جوش آید. اگر رنگ زرد ثابت ماند یعنی تیتراسیون به پایان رسیده ولی اگر رنگ محلول تغییر کرد یعنی تیتراسیون کامل انجام نشده است. ابتدا باید ارلن را سرد کرد سپس ۲-۱ قطره اسید به آن اضافه کرد. حجم مصرفی کل اسید (a1+b1۲) را یادداشت کرده و (b1) را بدست می آوریم.

بخش سوم: در ارلن ۲۵ میلی لیتر مجهول می ریزیم و در ابتدا به آن معرف فتلئین اضافه می کنیم و با اسید تیتراسیون را انجام می دهیم تا محلول بی رنگی بدست آید. حجم مصرفی (a2) را یادداشت می کنیم. سپس به محلول بی رنگ درون ارلن معرف بروموکروزول سبز اضافه می کنیم محلول آبی رنگی بدست می آید. سپس بدون آنکه به بورت اسید اضافه کنیم تیتراسیون را انجام می دهیم تا محلول زرد رنگی بدست آید. محلول را حرارت می دهیم و در صورت ثابت ماندن رنگ زرد حجم مصرفی کل (a2+b2۲) را یادداشت می کنیم و (b2) را بدست می آوریم.

نتیجه: از a1 و a2 بدست آمده میانگین می گیریم. در نقطه هم ارزی تعداد میلی مولهای اسید برابر تعداد میلی مولهای کربنات است که در ۱۰۰/۲۵ ضرب می کنیم تا تعداد میلی مولهای کربنات در ۱۰۰ میلی لیتر مجهول بدست آید.

از b_1 و b_2 نیز میانگین می گیریم و طبق فرمول تعداد میلی مولهای بی کربنات را بدست می آوریم که در $100/25$ ضرب می کنیم تا تعداد میلی مولهای بی کربنات در 100 میلی لیتر مجهول بدست آید.

محاسبات:

قسمت اول:

$$V_1=12.8 \quad V_2=12.5 \quad V=12.65$$

$$\text{ml Na}_2\text{CO}_3 \times 0.05 \text{ mmol} / 1\text{ml} = V\text{MHCl} \quad \text{MHCl}=0.0988 \times 25$$

قسمت دوم:

$$a=9.3 \quad a_2=9.1 \quad a=9.2$$

$$\text{تعداد میلی مولهای کربنات MHCl} . a=0.0988 \times 9.2 \times 100/25=3.63636$$

$$a_1+b_1=23.2 \quad b_1=4.6 \quad 2a_2+b_2=23.35 \quad b_2=5.15 \quad b=4.8752$$

$$\text{تعداد میلی مولهای بیکربنات MHCl} . b=0.0988 \times 4.875 \times 100/25=1.926877$$

خطاگیری:

$$\% 17,5 = 100 \times \{3 \div (3 - 3,6)\}$$

$$\% 51,828 = 100 \times \{3 \div (3 - 1,926877)\}$$

تیتراسیون وزن سنجی

Shimiomd.blog.ir

هدف آزمایش: اندازه گیری نیکل به روش وزن سنجی

وسایل آزمایش: بالن ژوژه - بشر ۶۰۰ میلی لیتری - شعله - دماسنج - حمام بخار آب - کاغذ صافی -

قیف - هم زن

مواد آزمایش: محلول نیکل - محلول اسید کلرید ۱:۱ - محلول دی متیل گلی اکسیم - محلول آمونیاک

رقیق

تئوری آزمایش:

وزن سنجی یک نمونه به روش رسوبگیری

نگاه کلی

این روش برای موادی که ترکیب شیمیایی آنها معین است، بکار می رود. 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 می کنیم.

شرایط تهیه یک رسوب مناسب

استوکیومتری

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

پایدار بودن

وزن رسوب در شرایط آزمایش باید ثابت بماند. مثلاً 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. مانند

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 و اکسیداسیون 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 هم‌سویی 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 یونها A و B اشباع می‌شود. مقدار رسوب حل شده را بر حسب 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 می‌شود.

• اثر PH محیط :

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

• اثر حلال :

مواد قطبی در حلالهای قطبی بیشتر حل می شوند و مواد غیر قطبی در حلالهای غیر قطبی. برای رسوب دادن اغلب یونها، می توان 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

۱. تشکیل رسوب

۲. صاف کردن

۳. شستشو

۴. خشک کردن در دمای مناسب

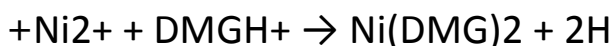
۵. سرد کردن تا دمای محیط

۶. توزین و محاسبه

شرح آزمایش:

در ابتدا مجهول را که درون بالن ژوژه است را با آب مقطر به حجم می رسانیم. ۵۰ میلی لیتر از آن را درون یک بشر ۶۰۰ میلی لیتری می ریزیم و به آن ۵ میلی لیتر اسید کلرید ۱:۱ اضافه می کنیم. محلول درون بشر را با آب مقطر رقیق می کنیم تا حجم محلول درون بشر به ۲۰۰ میلی لیتر برسد. دماسنج را درون بشر حاوی محلول قرار می دهیم و محلول را تا رسیدن به دمای ۷۰-۸۰ درجه گرم می کنیم. سپس ۲۰ میلی لیتر دی متیل گلی اکسیم و قطره قطره آمونیاک رقیق به آن اضافه می کنیم و مدام هم می زنیم. بشر را درون حمام بخار آب به مدت ۳۰-۲۰ دقیقه قرار می دهیم و به مدت ۱ ساعت رسوب را می گذاریم تا هضم شود. ابتدا کاغذ صافی را وزن و سپس رسوب را روی کاغذ صافی توزین شده صاف می کنیم. رسوب را می شویم تا کلرید به طور کامل از رسوب جدا شود. برای اطمینان از خروج کامل کلرید از رسوب مقداری از محلول زیر قیف را با تکره نیترات تست می کنیم. اگر محلول کدر شد یعنی رسوب حاوی کلرید است و باید دوباره رسوب را شستشو داد. سپس رسوب را حرارت می دهیم تا خشک شود و آن را وزن می کنیم. وزن رسوب را از کاغذ صافی کم می کنیم و طبق روابط استوکیومتری میلی مولهای نیکل را در ۱۰۰ میلی لیتر مجهول بدست می آوریم.

محاسبات:



۶۸۴g وزن کاغذ صافی ۱,۰۶۳g وزن رسوب+ کاغذ صافی ۳۷۹g وزن رسوب

۱۱۶,۱۲g وزن مولی دی متیل گلی اکسیم ۵۸,۷g وزن مولی نیکل

اسپکتروفتومتری

Shimiomd.blog.ir

در روشهای اسپکتروفتومتری (طیف سنجی)، تاثیر محلولها بر امواج الکترومغناطیسی مورد مطالعه قرار میگیرد. محدوده طیف الکترومغناطیس میتواند از اشعه ماوراء بنفش تا امواج رادیویی باشد.

مقدار نور جذب شده توسط محلول، تابع قوانین Lambert و Beer است و از رابطه $A = \epsilon \cdot l \cdot c$ محاسبه می شود. طبق قانون بیر، هر گاه یک اشعه نور تک رنگ از درون محلولی با رنگ مکمل عبور کند، مقدار نور جذب شده توسط محلول، با غلظت آن نسبت مستقیم دارد. طبق قانون لامبرت، مقدار نور جذب شده توسط لایه های مختلف محلول همواره ثابت بوده و با شدت نور تابیده شده بستگی ندارد. بر اساس قوانین بیر و لامبرت رابطه بین غلظت محلول و نور جذب شده به صورت خطی است و معمولاً در محدوده ای که جذب با غلظت رابطه خطی دارد، تعیین غلظت مواد انجام می شود. اگر غلظت نمونه و استاندارد به هم نزدیک باشد و غلظت آنها هم در محدوده خطی باشند، می توان با استفاده از تناسب محاسبات را انجام داد.

دستگاه اسپکتروفتومتر از دو بخش اسپکترومتر و فتومتر تشکیل شده است. اسپکترومتر بخشی است که نور منوکروم را ایجاد کرده و دارای منبع نور، عدسی، شکافها، منوکروماتور (صافی یا منشور) می باشد. بخش فتومتر دارای اسباب سنجش نور است.

با اسپکتروفتومتر آشنا شویم (سفری با سرعت نور بین آینه ها):

اسپکتروفتومتر یا طیف سنج، دستگاهی است که شدت نور را به صورت تابعی از طول موج اندازه گیری می کند. این کار با انکسار پرتو نور به طیف طول موج ها و آشکار سازی شدت ها با دستگاه بار دار و نمایش نتایج به صورت گراف انجام می شود. در حقیقت این روش با استفاده از میزان جذب نور، تعیین غلظت می کند. این روش قابلیت اندازه گیری نمونه های فوق العاده کوچک را داشته لذا از آن برای تجزیه و تحلیل عناصر مولکول های DNA , RNA استفاده می شود.

نور از بسته های بسیار کوچکی به نام فوتون تشکیل شده است که انرژی هر یک از آن ها به محض برخورد به یک الکترون منتقل می شود. تنها هنگامی انتقال رخ می دهد که انرژی فوتون ها برابر با انرژی مورد نیاز برای انتقال الکترون به لایه انرژی بعدی باشد. این پروسه که در آزمایش های محاسبه کیفیت و کمیت DNA موجود در محلول ها استفاده می شود، پایه طیف بینی جذبی را تشکیل می دهد. به طور کلی نور با طول موج و انرژی خاص به نمونه تابانده شده و مقدار مشخصی از انرژی آن جذب می شود. سپس با اندازه گیری انرژی رد شده از نمونه توسط یک فوتودتکتور، مقدار جذب تعیین می شود. اسپکتروفتومتر دستگاه پیچیده ای است که شدت نور را به صورت تابعی از طول موج است اندازه گیری می کند. در این دستگاه نور توسط یک منبع نور تولید شده و پس از گذشتن از میان نمونه مورد نظر نور، به صورت طیفی منتشر می شود سپس به وسیله سنسورها آشکار سازی شده و به صورت نتایج قابل کاربردی ترجمه می شود. خروجی اسپکتروفتومتر همیشه نموداری از شدت نور نسبت به طول موج است. داده هایی که برای تولید نمودار گردآوری شده، در جدولی از شدت نور و طول موج ذخیره می شود. مقدار گراف بیان کننده مقدار عبور یا مقدار جذب است.

اسپکتروفتومترهای امروزی دیجیتالی بوده و به وسیله میکروپروسور کنترل می شوند.

اجزا اسپکتروفتومتر:

چهار بخش اصلی در اسپکتروفتومتر وجود دارد: منبع نور، نمونه، آشکار ساز و مفسر. منبع نور می تواند نور مرئی، مادون قرمز یا ماوراء بنفش باشد. پس از منبع نور یک تک فام ساز

(مونوکروماتور) وجود دارد تا نور تولید شده را فیلتر و توسط یک منشور یا توری پراش طول موج‌های خاصی را انتخاب کند. پس از گذشتن نور تولید شده از داخل نمونه و جذب بخشی از آن، پس از گذشتن از مجموعه‌ای از لنزها، شکاف‌ها، آینه‌ها و فیلترها به سنسورها رسیده و پس از تفسیر شدن به صورت نموداری در خروجی قرار می‌گیرد.

قانون بیر-لامبرت:

وقتی یک دسته امواج تک رنگ نورانی را از یک محیط وارد یک محیط یکنواخت دیگر می‌شود قسمتی از آن منعکس و قسمتی از آن جذب محیط دوم شده و قسمتی دیگر از آن خارج می‌شود. رابطه بین شدت نور تابش شده و نور خروجی در سال ۱۷۶۰ توسط لامبرت بدست آمد و بیر در سال ۱۷۶۲ درستی آن را درباره محلول‌ها بررسی نمود و نتیجه گرفت که این رابطه در مورد محلول‌ها نیز صادق است.

بر طبق قانون لامبرت افت نسبی شدت نور نسبت به ضخامت محیط جاذب نور، با شدت نور تابش شده متناسب است.

مسیر نور:

در حال حاضر دو منبع نور UV و VIS برای اسپکتروفتومتر وجود دارد. متداول‌ترین منبع نور برای تولید نور مرئی یک لامپ هالوژن تنگستن با طول موجی بین ۲۰۰ و ۳۴۰ نانومتر است. چنانکه در شکل ۱ دیده می‌شود نور از میان نمونه عبور کرده و از طریق شکافی وارد اسپکتروفتومتر می‌شود.

شکاف نازک باعث پراکنده شدن نور و پخش به خارج می‌شود. از آنجا که دستگاه‌ها تنها یک باریکه نور دارند، در بیشتر موارد طول موج پرتو خوانده شده از نمونه دستخوش تغییر واقع می‌شود و برای اصلاح این امر از آینه‌های مقعر استفاده می‌شود. بدین ترتیب که نور توسط آینه‌ای مقعر به

شبکه پراکننده کننده منعکس شده و دوباره به آینه مقعر دیگری منعکس می‌شود. این آینه کانونی نور را به سمت آشکار ساز متمرکز می‌کند.

آینه‌هایی که امروزه مورد استفاده قرار می‌گیرند به سه دسته تقسیم می‌شوند. اولین دسته از شیشه ساخته شده و برای خواندن جذب در طول موج‌های UV بیشتر از ۳۴۰ نانومتر استفاده می‌شود. دسته دوم از سیلیس گداخته یا کوارتز ساخته شده و به علت شفافیت بسیار زیاد می‌تواند در اندازه‌گیری جذب طیف‌های (UV-VIS 200 تا ۸۰۰ نانومتر) استفاده شود و آخرین نوع آینه‌های یک بار مصرف است که انواع مختلفی دارد. یک نمونه از آن از پلی متا اکریلیت بوده و تنها برای اندازه‌گیری طول موج‌های ۲۸۰ تا ۸۰۰ نانومتر استفاده می‌شود.

طبق آخرین تحقیقات آزمایشگاهی، منبع UV می‌تواند لامپ هیدروژنی فشار بالا یا لامپ دوتریوم باشد. هنگامی که میزان جذب در طیف UV اندازه‌گیری می‌شود، لامپ دیگر خاموش می‌شود و زمانی که اندازه‌گیری جذب در نور مرئی انجام می‌شود بر عکس این مساله اتفاق می‌افتد که دلیل این امر جلوگیری از تداخل طول موج‌های غیر ضروری در نور منتشر شده از نمونه است.

آشکار ساز:

در انتهای مسیر نور، آشکار ساز وجود دارد که وظیفه آن اندازه‌گیری شدت نور تابیده شده از آینه‌ها و انتقال اطلاعات به کنتوری است که آن‌ها را ثبت و مقدار را بر روی LCD به اپراتور نمایش دهد. امروزه دو نوع آشکار ساز در اسپکتروفتومترهای UV/VIS متداول است: فوتوتیوب و فوتومالٹی پلایر تیوب. فوتوتیوب یا فوتوسل با تولید یک جریان الکتریکی عمل می‌کند. وقتی یک فوتون به کاتد سلول ضربه بزند، الکترون به سمت آند رانده شده و بدین ترتیب جریان الکترونی به وجود می‌آید که مقدار آن به میزان انرژی فوتون بستگی دارد. تیوب فوتومالٹی پلایر که بسیار حساس‌تر است به قانون اثر فوتوالکتریک پلانک استناد دارد. فوتون‌ها به سطح حساس تیوب ضربه زده و الکترون‌های اولیه را به حرکت در می‌آورد، با برخورد این الکترون‌ها با سطح بعدی

الکترون‌های ثانویه نیز رها می‌شوند. این روال به همین ترتیب ادامه پیدا کرده تا به آند برسند و جریان الکتریکی راه بیفتند. جریان تولید شده چندین بار تقویت شده تا بتوان انرژی بسیار پایین یک فوتون را آشکارسازی و ثبت کرد.

دستگاه بار دار (CCD):

آشکارساز در بیشتر اسپکتروفتومترها یک دستگاه بار دار خطی (CCD) است. CCD نوعی سنسور است که نور را حس می‌کند و از مدارهای مجتمعی مشتمل بر جفت خازن‌های کوپل شده حساس به نور تشکیل شده است. این خازن‌ها شدت نور دریافتی را حس کرده و آن را به سیگنال الکتریکی تبدیل می‌کند. آشکارساز خطی CCD مشابه دامنه طول موج‌ها در اسپکتروفتومتر دستی است. هر پیکسل در CCD نشان دهنده طول موج خاصی از نور است و فوتون‌های جذب شده بیشتر، سیگنال‌های الکتریکی بیشتری تولید می‌کنند. بنابراین سیگنال‌های الکتریکی خروجی CCD در هر پیکسل، برابر نسبت شدت نور در طول موج متناظر است.

مفسر:

اسپکتروفتومترها می‌توانند خروجی خود را به صورت‌های مختلف نمایش دهند، اما متداول‌تر است که آن را به کامپیوتر وصل کرده و برای آنالیز داده‌ها از نرم افزار استفاده کنند و آن را به صورت قابل کاربردی مانند نموداری از مقدار عبور یا مقدار جذب بر حسب طول موج نمایش می‌دهند.

انواع دیگر اسپکتروفتومتر:

تک پرتو و دو پرتو:

اسپکتروفتومترها به دو دسته تقسیم می‌شوند: تک پرتو و دو پرتو. اسپکتروفتومترهای تک پرتو اولین نسل اسپکتروفتومترها بوده و تمام نور از بین نمونه عبور می‌کنند. در این نوع برای

اندازه‌گیری شدت نور تابشی باید به این نکته توجه داشت. این اسپکتروفوتومترها ارزان‌تر هستند چرا که بخش‌های کمتری داشته و سیستم آن‌ها پیچیدگی کمتری دارند. نسل جدیدتر اسپکتروفوتومترها نوع دو پرتو است. در این نوع نور قبل از اینکه به نمونه برسد به دو پرتو مجزا تفکیک می‌شود که این مسئله یک امتیاز تلقی می‌شود زیرا خواندن منبع و نمونه به صورت همزمان انجام می‌شود. در برخی از اسپکتروفوتومترهای دو پرتوی، دو آشکارساز وجود دارد بدین ترتیب امکان اندازه‌گیری همزمان پرتوهای نمونه و مرجع فراهم می‌شود. سایر اسپکتروفوتومترهای دو پرتوی که تنها یک آشکارساز دارند از برشگر پرتو استفاده می‌کنند که این وسیله در هر لحظه یک پرتو را سد کرده و آشکارساز اندازه‌گیری پرتو نمونه و مرجع را به صورت یک در میان انجام می‌دهد.

نور مرئی:

محدوده نور مرئی حدود ۴۰۰-۷۰۰ نانومتر است. اسپکتروفوتومترهای ناحیه مرئی دقت و صحت متغیری دارند. برخی از آن‌ها آشکارساز CCD با پیکسل‌های کافی برای قرائت هر ۱۰nm را دارند، در حالیکه برخی دیگر می‌توانند در هر نانومتر چندین قرائت انجام دهند. این اسپکتروفوتومترها می‌توانند از منابع نور سیمایی، هالوژن، LED یا ترکیبی از این منابع مثل LED تقویت شده با رشته‌های تنگستن استفاده کنند.

نور ماوراء بنفش:

اسپکتروفوتومتر UV علاوه بر اینکه در طیف سنجی مایعات بسیار متداول است، برای گازها و همچنین جامدات نیز استفاده می‌شود. نمونه را در محفظه مستطیلی مخصوص که معمولاً یک سانتی متر پهنا دارد قرار می‌دهند. این محفظه که کاوت (cuvette) نامیده می‌شود می‌تواند شکل پلاستیک، شیشه یا کوارتز داشته باشد. پلاستیک و شیشه، UV را جذب می‌کنند از اینرو تنها می‌توان آن‌ها را برای اسپکتروفوتومتری نور مرئی استفاده کرد.

نور مادون قرمز:

اسپکتروفوتومتر مادون قرمز در شناسایی مولکولی و ارتعاشات وابسته به ساختار آن استفاده می شود. ساختارهای شیمیایی متفاوت، به دلیل تفاوت در انرژی های مربوط به هر طول موج، راه های مختلفی در پاسخ به طول موج های مختلف دارند. به عنوان مثال مادون قرمزهای برد متوسط، تمایل به لرزش دورانی دارد، در حالیکه مادون قرمز نزدیک (با انرژی بالاتر) تمایل به لرزش هارمونیک مولکولی مانند جنبش دارد.

در اسپکتروفوتومترهای IR متداول یک پرتو مادون قرمز مستقیماً به نمونه می تابد و تمام طول موج های طیف نسبت به پرتو مرجع اندازه گیری می شود. به منظور تولید طیفی با کیفیت بالا، باید پهنای طیف ورودی به آرامی اسکن شود. اسپکتروسکوپی IR با روش بسط تبدیل فوریه اصلاح می شود. قلب اسپکتروفوتومترهای IR تداخل سنج میشلسون است که در شکل نشان داده شده است.

نور تابش شده از منبع IR به سمت سلول های نمونه هدایت می شود. نیمی از پرتو تابشی از آینه ثابت بازتابیده شده و نیم دیگر آن از آینه ای که مرتباً در فاصله ای حدود دو و نیم میکرومتر حرکت می کند منعکس می شود. هنگامی که دوباره دو پرتو در آشکارساز با هم ترکیب می شوند و تداخل به وجود می آید، حدود دو ثانیه یک اسکن از فاصله ورودی گرفته شده و در کامپیوتر ذخیره می شود. به همین ترتیب چندین اسکن دیگر نیز به طور همزمان به آن اضافه می شود. با توجه به نوسانات و ارتعاشات حرارتی در آزمایشگاه بدیهی است که این امر ناممکن است. پس به منظور حل این مشکل از لیزر هلیم - نئون برای تاباندن به تداخل سنج میشلسون استفاده می شود و تداخل لیزر به عنوان فرکانس مرجع به کار گرفته می شود. کارایی FTIR از دستگاه های معمولی بیشتر است که می توان تنها با مقدار کمی از نمونه و در زمانی کوتاه به طیفی عالی دست یافت.

استفاده از اسپکتر و فوتومتر:

اسپکتر و فوتومترها مستقیماً برای اندازه‌گیری شدت نور در طول موج‌های مختلف استفاده می‌شود و می‌تواند نماینده درصد نور تابشی مخابره شده یا جذب شده باشد. با استفاده از این اطلاعات و مقایسه آن با دانسیته‌ها و داده‌های به دست آمده می‌توان اسپکتر و سکویی را به عنوان یک ابزار استفاده کرد. مقایسه طیف‌ها برای تعیین غلظت جسم حل شده موجود در حلال مثال خوبی است. بدین ترتیب که با ثبت نور ارسال و دریافت شده در طول موجی خاص و بررسی طول موج جذب شده توسط حلال می‌توان به غلظت آن پی برد. سپس آنالیز محلول با غلظت ناشناخته، با داده‌های معلوم مقایسه شده و به کمک تناسب غلظت محاسبه می‌شود. این عمل برای محلول‌هایی که در آن‌ها چندین نوع حلال وجود دارد نیز قابل استفاده است و البته به دقت بیشتری در آنالیز طول موج‌ها احتیاج دارد. با توجه به حساسیت اسپکتر و فوتومتر FTIR مناسب‌ترین و رضایت‌بخش‌ترین روش آماده‌سازی نمونه، تبخیر ساده محلول نمونه در صفحه‌ای از نمک KBr و دست‌یافتن به طیف‌های فیلم نازک باقی‌مانده است. این روش طیفی بسیار خوب با خط‌مبداء مسطح به وجود می‌آورد.

شکل زیر ساختار اپتیک دستگاه اسپکتر و فوتومتر را نشان می‌دهد:

اسپکتر و فوتومترهایی که منبع نور ندارند اما طیف‌های مبنی بر نور وارده را تولید می‌کنند می‌توانند با روشی مشابه برای تعیین منبع نور استفاده شوند. می‌توان منحنی طیف‌های به دست آمده از منبع نوری نامعلوم (یا ترکیبی از منابع) را با اطلاعات منحنی‌های منبع نور مشخصی مقایسه کرد و منبع نور ناشناخته را شناسایی کرد.

از دیگر کاربردهای اسپکتروفوتومتر می‌توان به تعیین ثابت موازنه واکنش‌های یونی که در محلول‌های آبی انجام می‌شود اشاره کرد. در ابتدا طیف‌های محلولی که تنها شامل یک واکنش دهنده است اندازه‌گیری می‌شود. سپس دیگر واکنش دهنده‌ها به آن اضافه می‌شود و پس از هر بار افزایش، طیف سنجی صورت می‌گیرد. این روش در صورتی به صورت مطلوب کار می‌کند که طول موج جذب شده توسط محصول مقداری مشخص باشد. از آنجا که بیشتر محصولات از اضافه کردن چندین واکنشگر به دست می‌آیند، زمانی که محلول اشباع شده و واکنش موازنه می‌شود نورهای بیشتری جذب شده و افزایش نور جذب شده برابر ثابت موازنه است.

در هنگام نصب دستگاه اسپکتروفوتومتر باید به نکات زیر توجه داشت:

- ۱- اسپکتروفوتومتر باید روی سطحی سفت و در محیطی خشک و تمیز نصب شود.
- ۲- به جهت امکان جریان هوا در اطراف اسپکتروفوتومتر، باید بین دستگاه و دیوارهای اطراف ۵۰ میلی‌متر فاصله باشد.
- ۳- کابل برق دستگاه به پریز گراند شده با ولتاژ مناسب وصل شود.
- ۴- پس از اتصال آداپتور AC به برق، خروجی آن باید به گونه‌ای به دستگاه وصل شود که منبع ذخیره DC در مسیر آن قرار گیرد.
- ۵- در صورتی که خود دستگاه فاقد پرینتر است، باید از طریق پورت مخصوص آن را به پرینتر وصل کرد.
- ۶- پس از روشن کردن دستگاه مدتی صبر کرده تا دستگاه گرم شده و به پایداری حرارتی و الکترونیکی برسد.

تعیین میزان آهن آرد به روش اسپکتروفتومتری

Shimiomd.blog.ir

نام آزمایش: تعیین میزان آهن آرد به روش اسپکتروفتومتری

هدف آزمایش:

دامنه کاربرد: این روش برای اندازه گیری آهن در غلات و آردهای حاصل از آنها - آردهای غنی شده و آماده شده برای پخت و فرآورده های آنها کاربرد دارد.

وسایل و مواد آزمایش:

خاکستر آرد - اسید کلریدریک - بن ماری - آزیتاتور - کاغذ صافی - بالن ژوژه - محلول استاندارد آهن - محلول هیروکسیل آمین - محلول تامپون استات

محلول ارتوفنانترولین

تئوری آزمایش:

عنوان: اسپکتروفتومتری

هدف: آشنایی با دستگاه اسپکتروفتومتر

تئوری: اسپکتروفتومتر ناحیه مرئی Spectrophotometer

تعریف اسپکتروفتومتری:

اسپکتروفتومتری یک روش تجزیه دستگاهی است که در آن تابش الکترومغناطیسی در ناحیه مرئی و ماورا بنفش جذب ماده می شود، و از روی شدت جذب مقدار ماده تعیین می شود.

روشهای طیف سنجی بر اساس برهم کنش تابش الکترومغناطیسی با ماده بنیان گذاری شده است و چون امواج الکترومغناطیس، حاصل کاهش سرعت ذرات با بار الکتریکی است بنابراین توسط ماده جذب شده و سبب افزایش سرعت ذرات می گردد. علاوه بر این انرژی نورانی در برهم کنش با ماده و جذب آن توسط ماده، باعث برانگیختن ماده به ترازهای انرژی بالاتر می گردد. بنابراین بسته به شدت و قدرت انرژی وارده به ذره با ماده برهم کنش کرده و پدیده خاصی را سبب می گردد که اساس اندازه گیریهای نظیر اسپکتروفتومتری را تشکیل می دهد. و می تواند شامل کلیه نواحی طیف الکترومغناطیس از اشعه گاما و ناحیه مرئی تا امواج رادیویی باشد. در این رابطه، روشهای جذب، نشر، شکست، پراش (Diffraction) و پلاریزه شدن نور را می توان مورد توجه قرار داد که مهم ترین آنها روشهای اسپکتروفتومتری جذبی و نشری و فلورسانس است.

طول موج نور مرئی بیشتر و در نتیجه انرژی آن کمتر از UV است. در اثر تابش نور به ماده در آن نقل و انتقالات الکترونی صورت می گیرد، eها تحریک شده و به سطوح انرژی بالاتر می روند. بسته به ساختمان شیمیایی جسم، نقل و انتقالات الکترونی مختلفی می تواند صورت گیرد، و محل جذب بستگی به ساختمان شیمیایی ماده دارد. بنابراین از g_{max} برای شناسایی مواد استفاده می شود که طول موجی است که در آن حداکثر جذب صورت می گیرد و برای تعیین غلظت جسم مجهول g_{max} را به نمونه می تابانیم. مقدار جذب از قوانین جذب Bear & Lambert پیروی می کند و از رابطه $A=e \cdot l \cdot c$ محاسبه می شود.

معمولا در محدوده‌ای که جذب با غلظت رابطه خطی دارد، تعیین مقدار انجام می‌شود. اگر غلظت نمونه و استاندارد به هم نزدیک باشد و غلظت‌ها هم در محدوده خطی باشند، می‌توان با استفاده از تناسب محاسبات را انجام داد.

اجزاء و قسمت‌های مختلف دستگاه اسپکتروسکوپ

اسپکتروفتومتر از دو بخش اسپکترومتر و فتومتر تشکیل شده است. اسپکترومتر بخشی است که نور منوکروم را ایجاد کرده و دارای منبع نور، عدسی، شکاف‌ها، منوگروماتور (صافی، منشور یا (Grating system)) می‌باشد. بخش فتومتر دارای اسباب سنجش نور می‌باشد.

۱- منبع نورانی: منبع نور مورد استفاده در اسپکتروفتومتر بسته به ناحیه مورد استفاده، متفاوت می‌باشد. برای نورهای مرئی از لامپ تنگستن استفاده می‌شود که نورهایی با طول موج بین ۳۵۰ تا ۸۰۰ نانومتر ایجاد می‌کند. و برای نورهای ماوراء بنفش (UV) از لامپ جیوه، هیدروژن استفاده می‌شود. این لامپ‌ها در ناحیه بین ۲۰۰ تا ۶۰۰ نانومتر بکار می‌روند. در دستگاه‌های پیشرفته‌تر هر دو نوع لامپ وجود دارد.

۲- عدسی‌ها: (آینه‌ها): برای کنترل کردن مسیر نور، وجود عدسی لازم است. به جای عدسی‌ها از آینه‌هایی که به شکل نیم‌دایره یا محدب ساخته شده‌اند می‌توان استفاده نمود.

۳- شکاف‌ها (slits): در هر اسپکتر و فتومتر دو شکاف وجود دارد: یکی را شکاف ورودی و دیگری را خروجی می‌گویند. شکاف‌ها رل مهمی در جدا کردن نور دلخواه با طول موج مشخص دارند. به همین جهت اندازه این شکاف‌ها بسیار مهم هستند. بیشتر دستگاه‌ها پیچی دارند که اندازه این شکاف‌ها را می‌توان بر حسب احتیاج تغییر داد. هر چه طول این شکاف‌ها بیشتر باشد پهنای نور عبوری (band-pass) بیشتر بوده و دامنه طول موج آن نیز زیاد می‌باشد و به عبارت دیگر نورهای دیگری که مورد نیاز نیستند عبور می‌کنند. این نور اضافی را Stray light می‌نامند

۴- منو کروماتور (monochromators): اشعه نورانی پس از عبور از عدسی‌ها و شکاف مقدار و مسیر آن‌ها کنترل شده سپس به دستگاهی که می‌تواند نور پلی کروم را به منو کروم تبدیل کند وارد می‌شود. پس نوری با طول موج مشخص و انتخابی به وجود می‌آورند. دو نوع منو کروماتور وجود دارد منشور و Grating.

۵- محل نمونه: ظرف محتوی نمونه را سل یا کووت (cuvett) می‌نامند که از جنس شیشه، کوارتز یا پلاستیک است. برای اندازه گیری شدت رنگ محلول‌ها و بلانک بکار می‌رود. سل‌های شیشه‌ای و پلاستیکی برای ناحیه مرئی به کار می‌رود و در ناحیه ماوراء بنفش از سل کوارتز استفاده می‌شود. طول سل‌ها معمولاً ۱ سانتی متر است و سل‌هایی با طول ۱cm/۰ تا ۱۰cm نیز موجود می‌باشد. محل

قرار گرفتن نمونه بسته به اینکه دستگاه جایگاه جدا برای رفرنس (بلانک) دارد یا نه، Single beam و Double beam نام دارد. و کووت‌ها بر حسب نوع شیشه و شکل چند نوع می‌باشند.

۱- کووت‌های مکعبی: سطح مقطع این کووت‌ها مربع بوده و از جنس شیشه خالص (برای نورهای مرئی) و کوارتز (برای نور ماوراء بنفش) می‌باشند. شیشه نور مرئی را از خود عبور می‌دهد ولی نور ماوراء بنفش را به مقدار زیادی جذب می‌کند. کووت‌های مکعب، گران و کارکردن و تمیز نگه داشتن آن‌ها دقت بسیار لازم دارد.

۲- کووت‌های گرد: سطح مقطع این دسته از کووت‌ها گرد بوده و برای کارهای روزمره آزمایشگاهی بکار می‌روند. با همه دقتی که در ساختن کووت‌ها می‌شود، مکرر دیده می‌شود که آیا A دو کووت مشابه، یکسان نیست. برای جلوگیری از استفاده کووت‌های ناجور باید آن‌ها را کالیبره نمود.

برای کالیبره کردن کووت‌ها محلولی را که نسبتاً پایدار است مثل هموگلوبین با غلظت ۵۰ میلی گرم در صد میلی لیتر تهیه می‌نمایند. باید T این محلول در طول موج ۵۴۰nm برابر $0.03 \pm 0.05\%$ باشد. راه دیگر اینست که به جای کالیبره کردن کووت‌ها از یک کووت برای شاهد و استاندارد دو نمونه استفاده کنند.

۶- دتکتور (نور سنج): نور پس از عبور از عدسی‌ها و شکاف‌ها و منوگروماتور به محلول لوله آزمایش رسیده و از آنجا به نورسنج می‌رود. اسباب منوگروماتور، نور دلخواه و با طول موج مشخص را به لوله آزمایش می‌تاباند. رنگ این نور مکمل رنگ محلول است. اگر رنگ محلول سبز-آبی (مثل تعیین مقدار گلوکز بوسیله ارتو تولوئیدین) به طول موج ۴۹۵-۴۷۵nm باشد رنگ

فیلتر - منشور یا گریٹینگ باید نارنجی یا نزدیک آن با طول موج بین 620nm - 600 باشد. چون رنگهای نارنجی مکملش سبز - آبی است. بنابراین وقتی منو کروماتور رنگ مکمل رنگ محلول را به لوله آزمایش می تاباند مقداری از آن به وسیله محلولی که در لوله وجود داشته و بستگی به غلظت مواد مورد آزمایش دارد، جذب شده و بقیه آن به نور سنج می رسد. نور سنج با تبدیل انرژی نورانی به انرژی الکتریکی قادر است که مقدار جذب این نور را به وسیله محلول و یا درصد ترانس - می تانس آن اندازه گیری نماید. دکتورها شامل انواع فتوشیمیائی، فتوالکتریکی و حرارتی می باشد که در ناحیه مرئی و ماوراء بنفش از دکتورهای فتوالکتریکی مانند فتوولتتیک و فتوتیوب و فتومولتی پلایر تیوب استفاده می شود.

۷- رکورد (الکترونیک سنج) در اسپکتروفتومتر احتیاج به دستگاهی است که جریان الکتریکی دکتور را اندازه بگیرد. دو سیستم گالوانومتر و نول پوینت وجود دارد که در اسپکتروفتومترهایی که دارای نواحی مرئی باشند معمولاً از یک گالوانومتر یا صفحه دیجیتالی استفاده می شود. دیاگرام زیر، طرح یک اسپکتروفتومتر ساده را نشان می دهد.

گالوانومتر دکتور نمونه عدسی شکاف منو کروماتور شکاف عدسی منبع نور

طرز کار:

۱- پس از اتصال به برق مدتی باید صبر کرد تا دستگاه گرم شود

۲- طول موج ماکزیمم را روی دستگاه تنظیم می نمایند.

۳- در شرایطی که جا سلی دستگاه، خالی است با در باز یا بسته (بستگی به نوع دستگاه دارد) صفر ترانس می تانس را تنظیم می کنیم.

۴- بلانک آبی و بلانکهای دیگر را در جا لوله ای دستگاه گذاشته آن را روی صددرد T و یا صفر A تنظیم می کنند.

۵- نمونه‌ها را در سل ریخته و مقدار جذب آن‌ها را می‌خوانیم.

۶- سل‌ها حتما باید تمیز بوده و قطرات محلول اطراف آن باید با دستمال کاغذی پاک شود.

مواد لازم: FeSCN محلول / آب مقطر

وسایل لازم: بالن ژوژه / دستگاه اسپکتروفتومتر / دستمال کاغذی

روش آزمایش:

ابتدا محلولهای ۳ و ۶ و ۷/۵ و ۹ و ۱۰ ppm تیوسیانات را آماده می‌کنیم و سپس دستگاه را روشن کرده و طول موج را بر روی ۴۸۰ تنظیم می‌کنیم و توسط محلول شاهد درصد جذب را بر روی صفر تنظیم می‌کنیم. سپس سل را بیرون آورده و درصد جذب را بر روی ۱۰۰٪ تنظیم می‌کنیم. حال دستگاه کالیبره شده است. یکی یکی محلول‌ها را درون سل می‌ریزیم و درون دستگاه قرار می‌دهیم و در دستگاه را می‌بندیم و درصد جذب را می‌خوانیم و در آخر محلول مجهول را هم درون دستگاه قرار می‌دهیم و با رسم نمودار غلظت مجهول مورد نظرمان را بدست می‌آوریم.

موارد خطا:

نکات زیر را باید درباره کووت‌ها رعایت کرد:

۱- هرگز قسمت پایین کووت را با دست نمی‌گیرند چون نور از این قسمت کووت عبور می‌کند.

۲- کووت را دوبار با محلول مورد آزمایش آبکشی می‌نمایند.

۳- موقع استفاده از کووت‌ها آن‌ها را با پارچه نرمی که پرز ندهد پاک می‌کنند در صورت امکان از

کاغذهای مخصوص پاک کردن عدسی استفاده می‌نمایند.

۴- محلول داخل کووت باید عاری از حباب هوا باشد.

۵- کووت را طوری در اسپکتروفتومتر قرار می‌دهند که علامت مخصوص روی کووت به طرف خواننده باشد.

۶- معمولاً از همان مسیری که کووت را در اسپکتروفتومتر قرار داده‌اند از همان مسیر هم آن را خارج می‌کنند.

۷- وقتی از دستگاه استفاده نمی‌شود دریچه روی محفظه کووت را می‌بندند.

۸- کووت‌ها را با محلول تمیز کننده قوی نمی‌شویند. حتی در محلولهای ضعیف نیز به مدت طولانی قرار نمی‌دهند.

۹- در صورت اجبار داخل کووت را با سوآپ پنبه‌ای تمیز می‌کنند.

۱۰- از کووت‌های کالیبره نشده استفاده نمی‌کنند.

۱۱- باید اندازه کووت و حجم محلول اندازه گیری مناسب باشد...

دستگاه اسپکتروفتومتری UV-VIS

این دستگاه برای آنالیز غلظت عناصر موجود در محلول‌ها مانند مس، وانادیوم و... مورد استفاده قرار می‌گیرد. مبنای اندازه‌گیری عناصر عبور پرتو نور از محلول و جذب آن توسط محلول و اندازه‌گیری شدت پرتو پس از جذب می‌باشد، که مطابق قانون بیر-لامبر متناسب با غلظت است. برای آنالیز عناصر ابتدا محلول‌های مورد نظر رقیق شده و به هر محلول وابسته به عنصر مورد نظر معرف خاصی اضافه می‌شود. اضافه شدن این معرف‌ها باعث تشکیل کمپلکس‌های رنگی در محلول می‌شود که شدت رنگ ایجاد شده با غلظت عنصر در محلول متناسب است. این دستگاه دارای یک لامپ تنگستن یا سدیم است که پرتو تولیدی توسط این لامپ‌ها به نمونه موجود در ظرف مخصوص نمونه گیر تابیده می‌شود که با اندازه‌گیری شدت پرتو عبوری از ظرف میزان جذب و در نتیجه غلظت عنصر مورد نظر معلوم می‌شود. امروزه استفاده از اسپکتروفتومتر در اندازه‌گیری

پارامترهای مختلف بدلیل قیمت مناسب، سهولت کاربری، دقت و صحت زیاد بویژه در آنالیز مواد غذایی و آب و فاضلاب جایگاه ویژه‌ای یافته است. اما مزایای فوق خصوصاً صحت نتایج در گرو استفاده از اسپکتروفتومتر پیشرفته و دقیق خواهد بود که در ذیل به برخی از نیازمندیهای ضروری در اسپکتروفتومتر اشاره می‌گردد.

سیمای نوری دستگاه اسپکتروفتومتر

بر اساس تئوریهای جدید نباید بخش متحرک زیادی در قسمت نوری فتومترها موجود باشد چرا که ممکن است تجهیزات فوق بدلیل حرکت مداوم فرسوده شده و بدلیل حساسیت زیاد و امکان ایجاد خطاء دستگاه مرتباً از حالت کالیبراسیون خارج شود که در این حالت خطاء تجزیه با این سیستمها افزایش می‌یابد. در اسپکتروفتومترهای فارو ۱۰۰ و ۳۰۰ مرک آلمان این اصل کاملاً رعایت شده است.

۲- شناسایی خودکار سل اندازه گیری

طول سل اندازه گیری نیز از متغیرهای دیگری است که با تغییر اندازه آن فرمول محاسبه غلظت باید نسبت به این تغییر تصحیح گردد در غیر اینصورت نتیجه با خطایی فاحش همراه خواهد بود. برای رفع این مشکل نیز فتومترهای سری فارو مجهز به سیستم شناسایی خودکار اندازه سل بوده و با تغییر نوع سل محاسبات بصورت خودکار تصحیح می‌گردد.

۳- کدورت نمونه

یکی از دلایل خطاء در سیستمهای فتومتری کدورت نمونه است البته کدورتی که با چشم چندان قابل تشخیص نیست اما در اندازه گیری مقادیر کم نمونه‌ها در حد PPM و PPb باعث خطاء میشود چرا که کدورت نمونه سبب جذب بخشی از نور عبوری از نمونه می‌گردد که در محاسبات به جای جذب نمونه لحاظ می‌گردد. تکنولوژی پیشرفته اسپکتروفتومترهای مرک آلمان اجازه می‌دهد جذب نمونه

در سه طول موج مختلف اندازه گیری شود و از آنجا ئیکه جذب ناشی از کدورت مستقل از طول موج است بنابراین دستگاه بصورت خودکار جذب ناشی از کدورت را محاسبه و آنرا در محاسبات اندازه گیری غلظت تصحیح می نماید.

۴- تنظیمات خودکار اسپکتروفتومتر

یکی دیگر از منشاءهای خطا در اندازه گیری با اسپکتروفتومتر تنظیماتی است که کاربر برای انتخاب نوع آزمون یا آماده کردن دستگاه برای اندازه گیری پارامتری خاص انجام می دهد. در صورتی که کاربر خسته باشد امکان خطا از این ناحیه افزایش می یابد. برای رفع این معضل فتومترهای سری فارو مجهز به اسکنر بارکد می باشد.

تمام کیت های تولیدی مرک برای سیستم های فتومتری در خود بارکدی به همراه دارند که چنانچه قبل از اندازه گیری در دستگاه قرار داده شود دستگاه خودکار برای آن اندازه گیری تنظیم شده و دیگر به هیچ تنظیم دستی نیاز نیست. در عین حال این ویژگی اجازه می دهد کاربرهایی که تخصصی در آنالیز با فتومتر ندارند بتوانند بر راحتی از این سیستم استفاده نمایند.

۵- عدم نیاز به محلول شاهد

یکی از ویژگی های منحصر بفرد فتومترهای سری فارو مرک آلمان سیستم نوری و تکرار پذیری بی نظیر آن است. این ویژگی ها سبب شده است تا دستگاه نیازی به صفر شدن (Zeroing) با محلول شاهد نداشته باشد. در بسیاری از آزمایش ها شاهد آب مقطر بعلاوه واکنشگرها بوده و مطابق روش تهیه نمونه آماده می شود. این بدان معناست که تعدادی از تست های هر کیت بدون آنکه به آن خیلی توجه شود برای صفر کردن با شاهد مصرف می شود در نتیجه هزینه هر تست برای رقباي مرک در اصل می تواند تا دو برابر بیش از آن چیزی که بیان می شود باشد در حالیکه فتومترهای مرک هزینه این صفر کردن با شاهد را برای شما پس انداز می کند. و ممکن است بعد از مدتی از این پس انداز قیمت خرید دستگاه فتومتر برگردد.

۶- کالیبراسیون اسپکتروفتومتر

یکی از نیازمندیهای اساسی در انجام آنالیز با اسپکتروفتومتر کالیبره بودن دستگاه و تست کیتها می باشد و این کالیبراسیون باید به سهولت و حتی توسط خود کاربر انجام شود. راه حل برآورده کردن این نیازمندی از قبل در اسپکتروفتومتر فارو مرک آلمان در قالب سیستم AQA (Analytical Quality Assurance) دیده شده است. با استفاده از استانداردهای قابل ردیابی به یک استاندارد اولیه شما می تواند از وجود خطاء و منشاء آن در سیستم آنالیز مطلع شوید.

شرح آزمایش:

ابتدا CC_5 اسید کلریدریک را داخل بوتله حاوی خاکستر ریخته و آن با آذیتاتور هم می زنیم سپس بوتله را روی بن ماری قرار داده تا اسید تبخیر شود مجدداً CC_2 اسید کلریدریک به بوتله اضافه کرده و ۵ دقیقه دیگر روی بن ماری قرار می دهیم سپس مواد داخل بوتله را داخل یک بالزن CC_{100} صاف می کنیم و به حجم می رسانیم.

ml_{20} از نمونه خاکستر را داخل بالزن 50 ریخته و ml_{2} هیروکسیل آمین به آن اضافه کرده و 10 دقیقه صبر می کنیم تا کاملاً احیا شود. بعد از 10 دقیقه ml_{10} محلول تامپون و ml_{2} محلول ارتوفنانترولین به آن اضافه می کنیم و بالزن را به حجم می رسانیم و کوت اسپکترومتر را از محلول پر کرده و داخل دستگاه قرار می دهیم و طول موج دستگاه را روی nm_{510} تنظیم می کنیم سپس میزان جذب نور را از دستگاه می خوانیم.

گزارش کار اندازه گیری یون مس

Shimiomd.blog.ir

نام آزمایش: تیتراسیون یدومتری

هدف آزمایش: اندازه گیری یون مس

وسایل آزمایش: بالن ژوژه - ترازو - ارلن مایر - بورت - پیپت حبابدار - پیپت فیلر

مواد آزمایش: پتاسیم یدات - پتاسیم یدید - محلول اسید سولفوریک - محلول چسب نشاسته - محلول

تیوسولفات - پتاسیم تیوسیانات

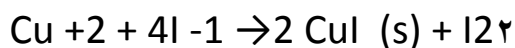
تئوری آزمایش:

یدومتری

یون یدید یک عامل کاهنده ی نسبتاً موثری است که به طور وسیعی برای تجزیه ی اکسنده ها به کار می رود.

به طور کلی به واکنش هایی که در آن ید اکسید می گردد، یعنی ید از محلول یدیدها آزاد می گردد یدومتری گویند. روشهای زیادی بر اساس خواص کاهندگی یون یدید استوارند. ید که محصول واکنش است، معمولاً با محلول استاندارد تیوسولفات تیترا می شود.

عناصر زیادی را می توان به روش یدمتری تعیین نمود. یکی از این عناصر، مس است. در این روش از واکنش زیر جهت احیا و رسوب دادن مس استفاده می کنند.



حال مقدار ید آزاد شده توسط محلول تیوسولفات تعیین می‌شود و از روی مقدار تیوسولفات مصرفی (با استفاده از روابط استوکیومتری)، به مقدار واکنش دهنده ی اولیه ی مورد نظر (در اینجا یون مس) دست می‌یابند. واکنش ید با تیوسولفات به وسیله ی معادله ی زیر داده شده است:



نقطه ی پایانی تیتراسیون به سادگی توسط محلول نشاسته مشخص می‌شود. لحظه ی مناسب برای اضافه کردن شناساگر وقتی است که رنگ محلول از قهوه ای به زرد کم‌رنگ تغییر می‌کند. پایان تیتراسیون هنگامی است که محلول بیرنگ می‌شود.

همچنین یدومتری دقیق‌ترین و قابل اعتمادترین روش اندازه گیری اکسیژن محلول در آب می‌باشد. این روش یک روش تیتراسیونی است که بر اساس خواص اکسیدکنندگی اکسیژن محلول انجام می‌گیرد. با افزایش به محلول قلیایی شده آب، هیدروکسید منگنز با اکسیژن محلول آب ترکیب شده، ایجاد می‌کند. با مصرف تمام اکسیژن موجود، محلول اسیدی می‌شود. با افزودن یدید، در محیط اسیدی با یون یدید، وارد واکنش شده، ید آزاد می‌کند. مقدار ید آزاد شده توسط محلول تیوسولفات تعیین می‌شود و از روی مقدار تیوسولفات مصرفی (با استفاده از شناساگر نشاسته)، مقدار اکسیژن موجود در آب محاسبه می‌شود.

شرح آزمایش:

این آزمایش شامل ۲ قسمت است:

قسمت اول: استاندارد کردن تیوسولفات

در ابتدا در حدود ۸۹۱۷/ گرم پتاسیم یدات استاندارد شده را در یک بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری می‌ریزیم. به آن ۱۸۰ سی سی آب مقطر اضافه می‌کنیم تا پتاسیم یدید کاملاً درون آب مقطر حل شود. سپس بالن را تا خط نشانه به حجم می‌رسانیم. ۲۵ میلی لیتر از محلول را توسط پیپت جابدار درون

یک ارزن مایه می ریزیم و به آن ۱ گرم پتاسیم یدید و ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک اضافه می کنیم. رنگ محلول تیره رنگ می شود. درون بورت تیوسولفات می ریزیم و تیتراسیون را انجام می دهیم تا رنگ محلول زرد کم رنگ شود. سپس به آن ۲ میلی لیتر چسب نشاسته (که به عنوان معرف در این واکنش شرکت دارد) اضافه می کنیم که باعث آبی رنگ شدن محلول می شود. تیتراسیون را تا محو شدن رنگ آبی و بی رنگ شدن محلول ادامه می دهیم. این قسمت را ۲ بار انجام می دهیم از حجم ها میانگین می گیریم. در نقطه هم ارزی تعداد میلی مولهای یون یداد برابر با $1/6$ تعداد میلی مولهای تیوسولفات است و از این رابطه مولاریته تیوسولفات را بدست می آوریم.

قسمت دوم: اندازه گیری یون مس

ابتدا بالن ژوژه حاوی مجهول را به حجم می رسانیم. ۲۵ میلی لیتر از آن را با یک پیپت حبابدار درون یک ارزن مایه می ریزیم. ۱ گرم پتاسیم یدید را ابتدا با کمی آب مقطر محلول و سپس به آن اضافه می کنیم. درون بورت نیز تیوسولفات می ریزیم و تیتراسیون را انجام می دهیم تا رنگ محلول زرد کم رنگ شود. سپس خیلی سریع به محلول ۲ میلی لیتر چسب نشاسته و ۱ گرم پتاسیم تیوسیانات اضافه می کنیم (زیرا وجود یون یدید در محلول که در معرض هوا واکنش داده سبب تیره شدن رنگ محلول می شود و پایان تیتراسیون را با مشکل مواجهه می کند). رنگ محلول آبی می شود. تیتراسیون را تا محورنگ آبی و شیری رنگ شدن محلول ادامه می دهیم. حجم مصرفی تیوسولفات را یادداشت می کنیم. این قسمت را ۲ بار انجام می دهیم و از حجم ها میانگین می گیریم. در نقطه هم ارزی تعداد میلی مولهای تیوسولفات برابر تعداد میلی مولهای یون مس است و تعداد میلی مولهای یون مس را بدست می آوریم. حاصل را در عدد $100/25$ ضرب می کنیم تا تعداد میلی مولهای یون مس در ۱۰۰ میلی لیتر بدست آید.

محاسبات:

قسمت اول:

$$V1 = 23.6$$

$$V2 = 24.1$$

$$V \text{ S2O3}^{2-} = 23.85$$

$$\text{KIO}_3 = 214 \text{ وزن مولی}$$

$$g \text{ KIO}_3, 92$$

$$-M \text{ S2O3}^{2-} \cdot V \text{ S2O3}^{2-} \frac{6}{1} = 10/1 \times 1000 \times (92 \div 214)$$

$$M \text{ S2O3}^{2-} \times 23.85 \frac{6}{1} = 10/1 \times 1000 \times (214 \div 92)$$

$$M \text{ S2O3}^{2-} = 0.10815$$

قسمت دوم:

$$V1 = 12.6$$

$$V2 = 12.8$$

$$V \text{ S2O3}^{2-} = 12.7$$

$$\text{S2O3}^{2-} - \text{تعداد میلی مولهای} = \text{Cu}^{2+} + \text{تعداد میلی مولهای}$$

$$-M \text{ S2O3}^{2-} \cdot V \text{ S2O3}^{2-} = \text{در } 25 \text{ میلی لیتر مجهول } \text{Cu}^{2+} + \text{تعداد میلی مولهای}$$

$$0,49402 = 25/100 \times 1,3735 = 12,7 \times 0,10815$$

گزارش کار پتانسیومتری آهن پتانسیومتری دیفرانسیلی آهن

Shimiomd.blog.ir

نام آزمایش

تیتراسیون آهن (II) با سریم (IV)

عنوان

تیتراسیون آهن (II) با سریم (IV)

هدف

اندازه گیری درصد آهن در یک ترکیب از طریق تیتراسیون پتانسیومتری آهن (II) با محلول

استاندارد سریم آمونیوم نترات

مواد لازم

تیترا شونده: آهن (II) با غلظت ۰,۱ مولار

تیترا کننده: محلول ۰,۱ مولار سریم آمونیوم نترات

وسایل لازم

مگنت، بشر، بالن ژوژه، پیپت حبابدار، بورت، پایه بورت، همزن مغناطیسی، الکتروود شناساگر

پلاتین، الکتروود مرجع

تئوری:

به معنای سنجش و اندازه گیری پتانسیل است. در شاخه ای از شیمی به نام الکتروشیمی، بحث از پیل الکتروشیمیایی است. پیل الکتروشیمیایی دستگاهی است که انرژی واکنش شیمیایی را که در شرایط معمولی اغلب به صورت انرژی گرمایی آزاد می شود، به انرژی الکتریکی قابل استفاده تبدیل می نماید و مانند سدهای هیدروالکتریک، مانع از به هدر رفتن انرژی می شود. دو الکتروود و یک پل نمکی، تشکیل یک پیل را می دهند. در واقع دو الکتروود به دلیل رقابت برای تبادل الکترون، تمایل متفاوت برای گرفتن الکترون دارند و این تفاوت گرفتن الکترون، در شرایط مناسب سبب انتقال الکتروسیسته می شود. این جریان الکتروسیسته دارای یک ولتاژ یا پتانسیل خاص می باشد که با دستگاه ولت سنج قابل اندازه گیری است.

اول از همه باید در مورد پتانسیل سلول بدانیم. پتانسیل سلول الکتروشیمیایی به صورت اختلاف بین دو پتانسیل الکتروود های کاتد و آند تعریف می شود، یعنی

$$\text{پتانسیل الکتروود آند} - \text{پتانسیل الکتروود کاتد} = \text{پتانسیل سلول}$$

پتانسیل الکتروود به صورت پتانسیل سلولی تعریف می شود که متشکل از الکتروود مورد نظر و الکتروود استاندارد هیدروژن است.

پتانسیل استاندارد الکتروود یک خاصیت مهم برای توصیف سیستمهای اکسایش-کاهش است. این

پتانسیل های استاندارد به دما و به غلظت یون مورد نظر از الکتروود بستگی دارند.

نرنست شیمیدان آلمانی، نوعی رابطه میان ولتاژ یک سلول و شرایطی که سلول در آن شرایط عمل می کند، کشف کرد. ولتاژ یک سلول در شرایط استاندارد به صورت E_0 (که البته صفر در بالای E قرار می گیرد) بیان می شود. این شرایط عبارتند از محلول ۱ مولار مواد در دمای ۲۵ درجه سانتیگراد و فشار ۱۰۱/۳۲۵ پاسکال. حال اگر ولتاژ یک سلول در شرایط غیر استاندارد E از روی ولت سنجی که در مدار قرار گرفته است، بخوانیم، می توانیم رابطه ی زیر را برای این پیل بنویسیم:

$$E = E_0 - (RT/nF) \ln$$

(غلظت مواد واکنش دهنده / غلظت محصولات)

مقدار R ثابت عمومی گازها می باشد. N تعداد الکترونهاي انتقال یافته در معادله ی موازنه شده ای است که نشان می دهد در سلول چگونه تغییری حاصل شده است. F ضریب تبدیل از ولت به ژول بر مول و مساوی ۹۶۴۸۵ است. نماد ln معرف لگاریتم طبیعی است که می توان آن را با $\log 2,30$ جایگزین نمود. بنابراین معادله ی نرنست به صورت زیر تغییر می کند:

$$E = E_0 - (0.05916/n) \log$$

(غلظت مواد واکنش دهنده / غلظت محصولات)

از آنجا که در معادله ی نرنست، هم غلظت محصولات و هم غلظت واکنش دهنده ها دیده می شود، از این معادله و از طریق اندازه گیری پتانسیل می توان به غلظت یونهاي موجود در محلول پی برد. یکی از مواد استفاده ی مهم در این زمینه، ساخت pH سنج بر این اساس است. هر واکنشی که شامل یونهاي هیدروژن است، دارای پتانسیل وابسته به غلظت $+H$ است. این اصل در یک pH سنج به کار می رود.

روش آزمایش

در ابتدای کار بورت را با محلول استاندارد سریک آمونیوم نیترات ۰,۱ مولار صفر می کنیم. سپس ۲۵ میلی لیتر از محلول استاندارد را که توسط کارشناس آزمایشگاه تهیه شده است را درون یک بشر میریزیم و آنرا توسط آب مقطر به حجم میرسانیم (ابتدای کار درون بشر یک عدد مگنت قرار می دهیم)

سپس ۲ عدد الکتروود شناساگر پلاتین و الکتروود کالومل را طوری قرار که با محلول تماس داشته باشد. پس از انجام همه این کارها ۰,۵ میلی لیتر به ۰,۵ میلی لیتر سریک آمونیوم نیترات را به محلول داخل بشر اضافه میکنیم و به ازاء هر افزایش محلول استاندارد، اختلاف پتانسیل (E) را قرائت میکنیم و طبق روش معمول تا ۱۰ میلی لیتر بعد از نقطه هم ارزی ادامه می دهیم.

موارد خطا

زمانی که مقادیر ۰,۵ میلی لیتر محلول درون بورت را در بشر اضافه می کنیم باید کمی صبر نمود تا محلول درون بشر کمی هم زده شود و عدد نمایشگر اختلاف پتانسیل ثابت شود سپس آن را یادداشت می نماییم.

نتیجه گیری

الکتروود مرجع پتانسیل ثابتی دارد بنابراین در طول تیتراسیون تغییرات پتانسیل الکتروود شناساگر نسبت به افزایش حجم واکنشگر اندازه گیری می شود و طبق معمول نقطه هم ارزی از یک تغییر چشم گیر در پتانسیل بدست می آید.

گزارش کار تعیین درصد خلوص مواد شیمیایی

Shimiomd.blog.ir

تئوری آزمایش:

پیوندهای شیمیایی اسید سیتریک

اسید استیک یا جوهر انگور جز اسیدهای کربوکسیلیک است و در نامگذاری آیوپاک به اسید اتانوئیک معروف است.

نگاه کلی اسید استیک جز اسیدهای کربوکسیلیک میباشد و در نامگذاری آیوپاک به اسید اتانوئیک معروف است. این اسید دارای فرمول شیمیایی میباشد و در قسمت چشایی طعم ترشی، شبیه طعم سرکه می دهد.

باکتریهای مخمر سرکه به دلیل تمایل به تولید اسید استیک به این نام معروف شده اند. این باکتریها در مواد غذایی، آب و خاک یافت می شوند. اسید استیک بطور طبیعی از میوهها و برخی مواد غذایی فاسد شده از فرایند تخمیر تولید می شوند و از قدیمیترین ترکیبات شیمیایی شناخته شده توسط انسان میباشد. تاریخچه سرکه (اسید استیک رقیق) از دوران باستان برای انسان شناخته شده بود. احتمالاً انسانها در دوران باستان هنگام تهیه شراب از فرایند تخمیر به وجود سرکه پی برده بودند. فیلسوف یونانی تئوفاراستوس در سه قرن پیش از میلاد چگونگی واکنش سرکه با فلزات و تولید رنگدانه برای استفاده در تقاشی از کربنات سرب و زاجهای سبز ایجاد شده از نمکهای مس و استات مس را توضیح داده است. رومیان باستان با نگهداری شراب ترش در قدهای سربی، شراب بسیار شیرینی به نام Sapa تولید می کردند که طعم شیرین آن ناشی از استات سرب بوده است که امروزه دانشمندان مرگ زودرس بسیاری از اشراف روم را به مسمومیت ناشی از این ماده نسبت داده اند. شیمیدانهای

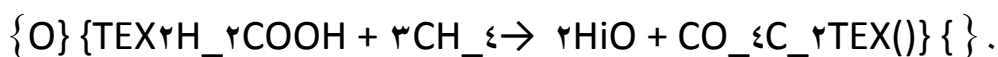
عصر رنسانس اسید استیک گلاسیال (منجمد) را از تقطیر خشک استاتهای فلزی تهیه می‌کردند. در سال ۱۸۴۷ هرمن کولب شیمیدان آلمانی برای اولین بار اسید استیک را از مواد معدنی سنتز کرد. خواص اسید استیک خالص، مایعی بیرنگ با بویی تیز، مایعی خورنده و قابل اشتعال می‌باشد. این اسید در ۱۶,۶ درجه سانتیگراد منجمد می‌شود. به این دلیل و همچنین ظاهر یخ مانند آن به نام اسید استیک گلاسیال معروف است. اسید استیک در محلولهای آبی می‌تواند تفکیک شده و یون استات تولید کند. PH آن برابر با ۴,۸ می‌باشد، یعنی در $\text{PH}=4,8$ ، نیمی از مولکولهای اسید استیک در محلول آبی به صورت یون استات هستند. اسید استیک در حالت بخار شامل دیمرهایی از دو مولکول اسید استیک میباشد که با پیوند هیدروژنی با یکدیگر ارتباط دارند.

بنابراین اسید استیک در حالت گازی از قانون گازهای ایده‌آل تبعیت نمیکند. خواص عمومی اسید استیک مانند سایر اسیدهای کربوکسیلیک می‌باشد. اسید استیک با الکلها و آمینها واکنش داده و به ترتیب تولید استرو آمید می‌کند. همچنین در اثر واکنش با آلکنها تولید استر استات می‌کند. این اسید در اثر حرارت تا دماهای بالاتر از 440°C تجزیه شده و تولید و متان می‌کند. تولید سرکه از فرایند تخمیر مواد غذایی دارای نشاسته و قند و مواد الکلی توسط باکتری مخمر سرکه (بچه سرکه) تولید می‌شود. برای تولید سرکه عموماً از میوههایی مانند سیب، انگور، دانههایی مثل جو و گاهی هم از شراب استفاده می‌شود. سرکه معمولاً دارای اسید استیک با وزن حجمی ۴ الی ۸ درصد می‌باشد.

روشهای تولید صنعتی اسید استیک

کربونیل‌سیون متانول: در این روش متانول با مونوکسید کربن در فشارهای بالا (200atm) واکنش داده و اسید استیک تولید می‌کند. این روش از سال ۱۹۲۰ ابداع شده است و به دلیل ارزان بودن متانول و از لحاظ اقتصادی مقرون به صرفه است.

اکسیداسیون بوتان: از حرارت دادن بوتان با اکسیژن هوا در حضور یونهای فلزی منگنز، کبالت و کروم، پروکسید تولید می‌شود. پروکسید در اثر تجزیه اسید استیک ایجاد می‌کند



اکسیداسیون استالدئید: استالدئید در شرایط ملایم و در حضور کاتالیزورهای ساده فلزی مثل منگنز و کروم و... توسط اکسیژن هوا اکسید شده و اسید استیک تولید می کند



محصولات جانبی تولید شده در این واکنش مانند اسید فرمیک یا استات اتیل و... به دلیل داشتن قطعه جوش پایینتر از اسید استیک توسط تقطیر جداسازی می شوند. کاربرد اسید استیک به صورت سرکه به عنوان چاشنی غذا و تهیه انواع ترشی استفاده می شود. اسید استیک رقیق به عنوان افشانه برای از بین بردن قارچهای گیاهان استفاده می شود. اسید استیک گلاسیال در صنایع شیمیایی در تولید فیلمهای عکاسی، تولید پلاستیک پلیاتیلن تریفتالات (PET) استفاده می شود. همچنین به عنوان ماده واسطه در تولید استات وینیل که ترکیب مهمی در تولید چسب و رنگ میباشد، کاربرد دارد. برخی از استرهای اسید استیک به عنوان حلال در تولید مواد معطر مصنوعی استفاده می شود. نکات ایمنی اسید استیک غلیظ مادهای خورنده میباشد. در تماس با پوست باعث سوختگی شیمیایی پوست و ایجاد تاول می شود. در صورت تماس با چشم میتواند آسیبهای جدی به چشم وارد کند، تنفس بخار غلیظ آن باعث سوزش دهان، بینی و گلو می شود. هر چند سرکه یک مایع بدون ضرر میباشد اما نوشیدن اسید استیک گلاسیال خطرناک بوده و باعث ایجاد زخمهای شدید در دستگاه گوارشی می شود و ممکن است با تغییر اسیدیته خون آسیبهای جدی به سلامتی انسان وارد کند.

مواد مورد نیاز:

سود ۱/۰ نرمال، اسید استیک با درصد خلوص نامعلوم، معرف فنل فتالین.

وسایل مورد نیاز:

بورت، ارلن، بشر، پیپت حبابدار ml10، گیره و پایه، قیف، بالن حجم سنجی ml100 دو عدد، شیشه ساعت، میله همزن

محلول سازی (دستور کار):

در ابتدا شیشه ساعت تمیز و کاملاً خشک خود را بر میداریم و $0/4$ گرم سود را وزن می کنیم آنرا به یک بشر منتقل میکنیم سود را به صورت کامل در آب مقطر حل میکنیم سپس به یک بالن

حجمی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل میکنیم و حجم آنرا به ml100 میرسانیم.

حال نوبت به اسید ما رسیده:

ابتدا یک بالن کاملاً خشک و تمیز بر میداریم و وزن میکنیم وزن را با مشخصه m1 یادداشت میکنیم

حال مقداری اسید استیک میکشیم و به بالن منتقل می کنیم

دوباره بالن را وزن کرده و آن را با m2 نشان میدهیم. وزن اسید درون بشر را m3 می نامیم.

حجم اسیدمان را با استفاده از آب مقطر به ۱۰۰ میلی لیتر میرسانیم.

حال ۱۰ میلی لیتر از اسید استیک ساخته شده را به یک ارلن منتقل میکنیم.

سود $0/1$ نرمان را هم به درون یک بورت مدرج منتقل میکنیم.

درون ارلن مان ۱-۲ قطره فنول میریزیم و به آرامی سود را از پیپتمان به ارلن منتقل میکنیم

تا جایی که درون ارلن یک محلول صورتی بسیار روشن مشاهده کنیم. حجم سود مصرفی را یادداشت

میکیم.

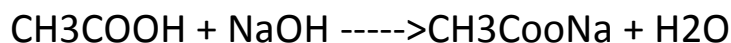
این کار را برای دست آوردن نتیجه دقیق تر چند بار تکرار میکنیم.

محاسبات:

اسید استیک : CH_3COOH که در آن $n=1$ میباشد زیرا تنها یک H اسیدی دارد .

سود : $\text{NaOH} = 40$

واکنش مد نظر :



ما به ۱۰۰ میلی لیتر سود ۱۰٪ نرمال نیاز که بر اساس فرمول زیر

ما دقیقاً به ۰٫۴ گرم از آن نیاز داریم :

$$n = M \cdot v \Rightarrow 40 \times 0.1 \times 1 \times 0.1 = 0.4 \text{ gr}$$

$$m_3 = m_2 - m_1 \Rightarrow 48/07 - 46/73 = 1/34$$

میانگین سود مصرفی $(17/16 + 9/16 = 95/16)$ را

V_1 می نامیم آنرا در فرمول زیر قرار میدهیم تا نرمالیت ه اسیدمان را بدسا آوریم :

$$N_1 V_1 = N_2 V_2 \Rightarrow 0/1.16/95 = N_2.0/1 \Rightarrow N_2 = 1/695$$

بعد از محاسبه N_2 آنرا در فرمول $N = C/E$ قرار می دهیم :

$$C = 1/695.60/05 = 101/78$$

نتیجه گیری :

با انجام این آزمایش ما مقدار خلوص یک اسید مانند اسید استیک را حساب می کنیم.

به این ترتیب که اندازه میگیریم که چه مقدار از یک باز (که در اینجا از سود استفاده میکنیم)

میتواند اسید ما را خنثی کند .

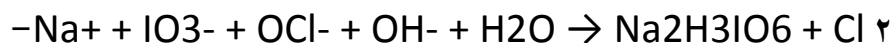
سپس با استفاده از آن مقدار درصد خلوص اسید خود را محاسبه می نمائیم

گزارش کار تهیه پتاسیم متاپریدات و تعیین درجه خلوص

Shimiomd.blog.ir

هدف از این آزمایش تهیه پتاسیم متاپریدات با استفاده از پتاسیم یدات، پتاسیم پرسولفات، پتاسیم هیدروکسید و نیتریک اسید غلیظ ۱:۱ و تعیین درجه خلوص آن با استفاده از سنجش مقدار ۱۲ به وسیله پتاسیم تیوسولفات با نرمالیت مشخص می باشد.

اکسی اسیدهای هالوژن دار فراوانی از قبیل HIO، HIO₃، HIO₄، H₅IO₆ و H₄I₂O₇ وجود دارند. پریدات ها را از اکسایش یدات ها به وسیله هیپوکلریت در محلول های غلیظ سدیم هیدروکسید تهیه می کنند و دی سدیم پاراپریدات که انحلال پذیری بسیار کمی دارد و رسوب می کند.



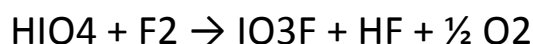
پریدیک اسید در محلول آبی به صورت یون چهار وجهی IO₄⁻ و همچنین به چندین شکل آب پوشیده وجود دارد. تعادل های اصلی در محلول های اسیدی عبارتند از:



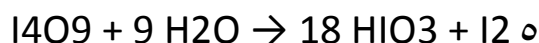


در محلول های آبی پریدیک اسید به صورت H5IO6 وجود دارد. بخش قابل توجهی از آنیون های یک ظرفیتی منفی، آب از دست داده و به شکل متا، یعنی IO4^- در می آید. نمونه های آب پوشیده اصطلاحاً ارتوپریدات نامیده می شود. تعادل هایی که به pH بستگی دارند به سرعت برقرار می شوند.

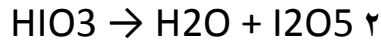
متا پریدیک اسید را می توان در فلوئوریدریک اسید بی آب، فلوئور دار کرد و فلوئور و پریدیک به دست آورد.



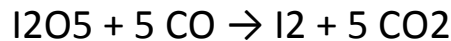
تترایدنانو اکسید (I_4O_9) از واکنش بین ارتو فسفریک اسید و یدیک اسید به دست می آید و در اثر هیدرولیز، به HIO_3 و I_2 تبدیل می شود.



می توان گفت که ترکیب باید به صورت ید (III) یدات، $\text{I}(\text{IO}_3)_3$ ، فرمول بندی شود. دی یدوپنتو اکسید، I_2O_5 را می توان با گرم کردن یدیک اسید تا 20°C تهیه کرد.



این ترکیب غیر فرّار بلورین می باشد و تا دمای ۳۰۰°C تجزیه نمی گردد. این ترکیب عامل اکسنده قوی است و در تعیین کربن منو اکسید در مخلوط های گازی به کار می رود.

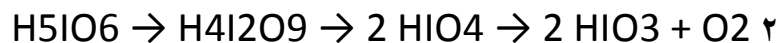


واکنش در دمای ۷۰°C کمی است و ید تولید شده را با روش های حجم سنجی استاندارد کنید. I₂O₅ با آب و قلیا واکنش می دهد و یون یدات (IO₃⁻) تولید می کند. در حالت جامد، شواهد یک اتم اکسیژن به صورت پلی بین دو گروه IO₂ را تأیید می کند.

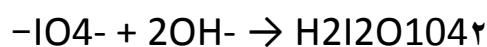
ساختار H₅IO₆

H₅IO₆

H₅IO₆ در اثر گرما، آب از دست داده و ابتدا به پیروپیریدیک اسید (H₄I₂O₉) و سپس به پیریدیک اسید (HIO₄) و سرانجام به یدیک اسید تجزیه می شود.



در محلول های قلیایی پیریدات دیمِر (دوپار) می شود.



پریدیک اسید اکسیدکننده قوی است. بنابراین برای اکسایش یون منگانو به پرمنگنات مناسب است. در واکنش، ممکن است اوزون آزاد شود ولی هیدروژن پراکسید تشکیل نمی شود.

وسایل مورد نیاز:

قیف، بشر ۲۵۰ ml، ارلن ۲۵۰ ml، بورت ۲۵۰ ml، پیپت ۱۰ ml، حمام آبی، استوانه مدرج، کاغذ تورنسل، ترازو، هیتر، کاغذ صافی، هم زن

مواد مورد نیاز:

پتاسیم یدات (KIO₃)، پتاسیم پرسولفات، پتاسیم هیدروکسید (KOH)، نیتریک اسید ۱:۱
(HNO₃)، بوریک اسید (H₃BO₃)، پتاسیم یدید (KI)، سدیم تیوسولفات ۰.۱ N (Na₂S₂O₃ N)،
کلریدریک اسید غلیظ (HCl)، محلول چسب نشاسته، یخ

روش کار

۱٫۲۵ gr پتاسیم یدات (KIO₃) را در ۱۵ ml آب مقطر گرم در یک بشر ۲۵۰ ml حل کنید. به آن ۲ gr آمونیوم پرسولفات اضافه کنید. ۲٫۵ gr پتاسیم هیدروکسید دانه ای را دانه دانه اضافه کنید و به آرامی هم بزنید. مخلوط را به مدت ۲۰ min در حمام آب گرم قرار دهید رسوب تشکیل شده (پتاسیم

سولفات) را با افزایش ۱۵ ml آب حل کرده و محلول را به دمای محیط (۲۵-۳۰°C) می‌رسانیم. پتاسیم دی‌فروپیریدات به فرمول K4I2O9 تشکیل می‌شود. در صورت وجود مواد نامحلول، محلول را صاف کنید.

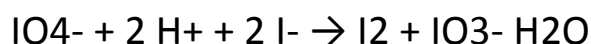
محلول را در حمام یخ قرار دهید و ضمن به هم زدن از طریق یک بورت به آن قطره-قطره نیتریک اسید ۱:۱ می‌افزاییم. (برای تهیه نیتریک اسید ۱:۱ حدود ۱۰ ml آب مقطر و ۱۰ ml نیتریک اسید را با هم ترکیب می‌کنیم). ادامه می‌دهیم تا رنگ کاغذ تورنسل قرمز شود.

سپس دوباره ۱ ml از محلول نیتریک اسید اضافه کرده و رسوب سفید، پتاسیم متاپیریدات (KIO4)، را به کمک قیف بوختر جدا کنید. پس از شستشو با کم‌ترین مقدار آب مقطر سرد، آن را در هوا خشک کنید.

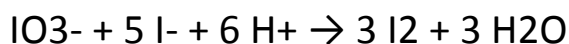
تعیین درصد خلوص پتاسیم متاپریدات

Shimiomd.blog.ir

اسید های پریدیک جزء اکسنده های قوی و فعال می باشند. با استفاده از این خاصیت می توان میزان خلوص اسید تهیه شده را تعیین کرد. پریدیک اسید (HIO_4) در محیط اسیدی بر اساس واکنش زیر تجزیه می شود:

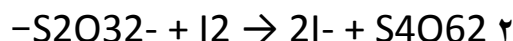


ید آزاد شده در واکنش را می توان با استفاده از یون سدیم تیوسولفات ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) سنجید. در محیط اسیدی یدات ایجاد شده مطابق واکنش زیر تجزیه می شود:



در این مرحله نیز می توان ید آزاد شده در واکنش را با استفاده از یون سدیم تیوسولفات ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) سنجید.

واکنش ید با تیوسولفات را می توان به صورت زیر در نظر گرفت:



روش کار

دقیقاً ۰٫۱ gr از نمک خشک، پتاسیم متاپریدات (KIO_4)، را در ارلن مایر ۲۵۰ ml در ۱۰۰ ml آب مقطر حل کنید. به آن ۲ gr بوراکس ($Na_2B_4O_7$) اضافه و بعد از حل شدن بوراکس، تا حد اشباع بوریک اسید (H_3BO_3) اضافه کنید. سپس ۳ gr پتاسیم یدید (KI) افزوده و مجموعه را به مدت ۵ min به حال خود بگذارید. در این مرحله پریدات به یدات و یدید به ید تبدیل می شود. ید آزاد شده را به وسیله محلول تیوسولفات ۰٫۱ N تیترا کنید تا آخرین نشانه رنگ زرد از بین برود. حجم تیوسولفات مصرف شده را یادداشت کنید (V1).

برای کامل شدن واکنش به این محلول ۱ ml کلریدریک اسید غلیظ اضافه کنید تا یدات با یدید و کلریدریک اسید ترکیب شده و ید آزاد شود. ید آزاد شده را مجدداً به وسیله محلول تیوسولفات ۰٫۱ N بسنجید. تیتراسیون را ادامه دهید تا رنگ زرد از بین برود. حجم دوم را یادداشت کنید (V2).

برای تیتراسیون از محلول چسب نشاسته به عنوان معرف استفاده کنید.

با استفاده از حجم محلول تیوسولفات مصرف شده ($V = v_1 + v_2$) مقدار پتاسیم پریدات به دست می آید.

گزارش کار تیتراسیون سدیم هیدروکسید با هیدروکلریک اسید

Shimiomd.blog.ir

گزارش کار تیتراسیون اسید و باز

تیتراسیون اسید، باز

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 مشخص است که همان محلول استاندارد نامیده می‌شود، می‌سنجند. در تیتراسیون محلول استاندارد به‌طور آهسته از یک بورت به محلول حاوی حجم مشخص یا وزن مشخص از ماده حل شده اضافه می‌شود.

افزایش محلول استاندارد، آتقدر ادامه می‌یابد تا مقدار آن از نظر اکی‌والان برابر مقدار جسم حل شده شود. نقطه اکی‌والان نقطه ای است که در آن، مقدار محلول استاندارد افزوده شده از نظر شیمیایی برابر با مقدار حجم مورد نظر در محلول مجهول است. این نقطه را نقطه پایان عمل از نظر تئوری یا نقطه هم ارزی نیز می‌گویند.

روش تیتر کردن

در عمل تیتر کردن، محلول استاندارد را از یک بورت به محلولی که باید غلظت آن اندازه گرفته می‌شود، می‌افزایند و این عمل تا وقتی ادامه دارد تا واکنش شیمیایی بین محلول استاندارد و تیتر شونده کامل شود. سپس با استفاده از حجم و غلظت محلول استاندارد و حجم محلول تیتر شونده، غلظت محلول تیتر شونده را حساب می‌کنند.

تشخیص نقطه اکی‌والان

نقطه اکی والان در عمل بوسیله تغییر فیزیکی (مثلا تغییر رنگ) شناخته می‌شود. نقطه ای که این تغییر رنگ در آن روی می‌دهد، نقطه پایان تیتراژ کردن است. در تیتراژیون اسید و باز شناساگرها برای تعیین زمان حصول نقطه اکی والان بکار می‌روند. تغییر رنگ معرف، نشانگر نقطه پایانی تیتراژیون می‌باشد

انواع تیتراژ کردن

بر حسب واکنش‌هایی که بین محلول تیتراژ شونده و استاندارد صورت می‌گیرد، تجزیه‌های حجمی (تیتراژیون) به دو دسته تقسیم می‌شوند:

روش‌هایی که بر اساس ترکیب یون‌ها هستند. یعنی تغییر ظرفیت در فعل و انفعالات مربوط به آن صورت نمی‌گیرد. این روش‌ها عبارت‌اند از:

واکنش‌های خنثی شدن یا واکنش‌های اسید و باز

واکنش‌های رسوبی

واکنش‌هایی که تولید ترکیبات کمپلکس می‌کنند.

روش‌هایی که بر اساس انتقال الکترون هستند؛ مانند واکنش‌های اکسایش و کاهش

تیتراژ کردن واکنش‌های اسید و باز یا خنثی شدن

تیتراژ کردن، عبارت است از تعیین مقدار اسید یا باز موجود در یک محلول که با افزایش تدریجی یک باز به غلظت مشخص یا برعکس انجام می‌گیرد. موقعی که محلول یک باز دارای یونهای OH^- است به محلول اسید اضافه کنیم، واکنش خنثی شدن انجام می‌شود:

هدف آزمایش: تعیین غلظت اسید

مواد مورد نیاز:

پتاسیم هیدروژن فتالات

فنول فتالین

سود سوزآور

اسید کلریدریک

وسایل مورد نیاز:

پایه

بورت

پیپت حباب دار

قطره چکان

ارلن

گزارش کار:

قبل از شروع آزمایش وسایل مورد نیاز را برداشته ، ابتدا بورت را بوسیله ی آب معمولی (بدلیل نبود آب مقطر) می شوئیم . سپس بعد از آماده کردن محلول سود آن را تا صفر بورت پر می کنیم . بورت که هنوز دارای مقادیر زیادی حدود ۳۰ میلی لیتر محلول سود است .

بعد از انجام معادلات حدود ۱۰ میلی لیتر اسید کلریدریک را درون ارنل ریخته و سپس ۱ قطره فنل فتالین بوسیله ی قطره چکان می افزائیم در مرحله ی بعد ارنل حاوی محلول اسید و فنل را زیر بورت قرار می دهیم و شیر بورت را طوری باز می کنیم که قطره قطره محلول سود در ارنل بریزد و در حین ریختن محلول ارنل را با حرکت دورانی تکان می دهیم . که پس از ۷ میلی لیتر سود مصرف شده از بورت محلول اسید ما تغییر رنگ کرده و به صورتی کم رنگ تبدیل شد .

محاسبات:

نتیجه آزمایش: بوسیله ی دو آزمایش تیتراسیون (خنثی کردن اسید و باز) نرمالیتته های مورد نظر مجهول بدست آمد.

تفاوت نقطه ی هم ارزی با نقطه ی پایانی؟

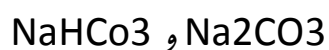
نقطه ی اکی والان یا نقطه هم ارزی نقطه ای است که در آن اسید و باز یکدیگر را کاملاً خنثی می کنند

به عبارت دیگر نقطه پایانی نقطه ای است که شما تیتراسیون رو متوقف می کنید ولی نقطه هم ارزی نقطه ای است که اکی والان های اسید و باز با هم برابر می شود و ممکن است این نقطه دیرتر یا زودتر از نقطه ی پایانی باشد اما هنوز رنگ محلول تغییر نکرده باشد.

نقطه پایانی از روی تغییر رنگ شناساگر تعیین می شود اما نقطه هم ارزی از روی نمودارهای سنجش حجمی تعیین می شود. در نقطه هم ارزی اسید و باز بطور کامل همدیگر را خنثی کرده اند. در این نقطه نه اسید نه باز هیچکدام واکنش دهنده ی اضافی نیستند. در محلول نمک و آب وجود دارد.

اما در نقطه پایانی امکان دارد اسید و باز همدیگر را کاملاً خنثی نکرده باشند. زیر دامنه تغییر رنگ PH برای شناساگرها متفاوت است. ممکن است در یک سنجش حجمی اگر از شناساگرهای متفاوت استفاده شود امکان دارد نقطه های پایانی یکسانی بدست نیاید اما نقطه هم ارزی همیشه یک نقطه است

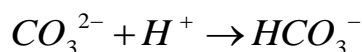
اندازه گیری



در یک محلول

مقدمه و تئوری:

pH ناحیه ی تغییر رنگ فنیل فتالئین ۹٫۹-۸ است. اگر مجموع CO_3^{2-} و HCO_3^- را در حضور این شناساگر به کمک یک اسید تتیره (در اینجا HCl) تیترا کنیم، با واکنش زیر، فنیل فتالئین بی رنگ می شود.



HCO_3^- یک آمفولیت است.

و pH آن از فرمول زیر محاسبه می شود:

$$pH = \frac{1}{2}(pk_{A1} + pk_{A2})$$

pH محلول های آمفولیتی وابسته به غلظت نمیباشد و تنها به pk_A حالت اسیدی و بازی آمفولیت بستگی دارد.

شرح و محاسبات آزمایش:

محلول داده شده را در بالن ژوژه طی دو مرحله با آب مقطر به حجم می رسانیم.

سپس با پیپت ژوژه مقدار معینی از آن را (در اینجا 25 ml) برداشته و درون ارلن مایر میریزیم.

حال ۴ قطره شناساگر فنیل فتالئین با آن اضافه میکنیم. مشاهده می شود که رنگ محلول به ارغوانی تغییر کرده است.

HCl تتیره را درون بورت ریخته و قطره قطره به ارلن میافزاییم تا بی رنگ شود.

در اینجا میزان حجم مصرفی HCl را به عنوان V_1 ثبت میکنیم.

۳ قطره متیل اورانژ به محلول بی رنگ ارلن اضافه کرده (محلول زرد- نارنجی می شود)

محلول جدید را دوباره با میزان باقیمانده از HCl تیتراژ میکنیم. مشاهده می شود که رنگ محلول به قرمز تغییر کرده است.

میزان حجم مصرفی HCl را V_2 در نظر میگیریم. (همواره V_2 بزرگتر از V_1 است.)

$$V_1 = 10.5$$

$$V_2 = 32.5$$

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

$$N_{CO_3^{2-}} \times 25ml = 0.1 \times 2(10.5) \Rightarrow N_{CO_3^{2-}} = 0.084$$

$$N_{HCO_3^-} \times 25ml = 0.1 \times (32.5 - 2(10.5)) \Rightarrow N_{HCO_3^-} = 0.046$$

$$C_{M_{CO_3^{2-}}} = \frac{N}{n} = \frac{0.084}{2} = 0.042$$

$$C_{M_{HCO_3^-}} = \frac{N}{n} = \frac{0.046}{1} = 0.046$$

$$C_{CO_3^{2-}} = C_M \times N = 0.042 \times 0.084 = 0.0035$$

$$C_{HCO_3^-} = C_M \times N = 0.046 \times 0.046 = 0.0021$$

$$\frac{mg}{100ml CO_3^{2-}} =$$

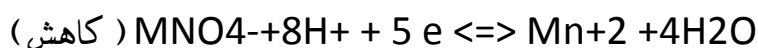
$$\frac{mg}{100ml HCO_3^-} =$$

گزارش کار تیتراسیون های اکسیداسیون و احیا

Shimiomd.blog.ir

مقدمه:

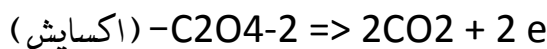
یون پرمنگنات در محلول اسیدی عامل اکسنده خوبی است و مناسبترین اسید برای این کار اسید سولفوریک H_2SO_4 است زیرا محلول رقیق بر روی پرمنگنات اثری ندارد. در یکی محیط اسیدی مناسب کاهش به صورت معادل زیر صورت میگیرد.



از این معادل روشن میشود که هم ارز، یک پنجم مول است.

محلول پتاسیم پرمنگنات رنگ بنفش تندی دارد که بر اثر کاهش بی رنگ میشود. به همین دلیل در منگانومتری استفاده از معرفها نشان دهنده اتمام واکنش نیاز نیست زیرا اتمام واکنش از روی ظاهر و یا محو شدن رنگ پرمنگنات تشخیص داده میشود.

در این آزمایش نرمالیت یک محلول پرمنگنات به وسیله تیتراسیون یک محلول اسیدی اکسالیکی اسید تیترازول معین میشود.



منحنی تیتراسیون اسید کربنیک توسط محلول سودعکس نمودار سنجش سدیم کربنات توسط HCL را نشان می دهد.

تیتراسیونهای اکسیدواحیا

بر اساس انتقال الکترون استوارند اگر گونه ای الکترون بگیرد کاهش یافته و از دست بدهد اکسایش یافته است. این واکنشها بازگشتی بوده و در شیمی تجزیه حائز اهمیتند

استاندارد کردن پرمنگنات پتاسیم

خود پرمنگنات به عنوان شناساگر عمل می کند. این واکنش کند است برای افزایش سرعت حرارت می دهیم که باعث خروج CO₂ میشود و طبق اصل لوشاتلیه واکنش به سمت راست جابه جا میشود.

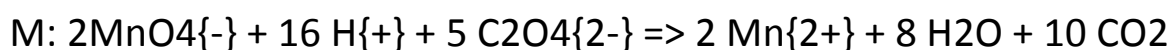


$$(N \text{ KmnO}_4 = 3.33 (N$$

منگانومتری

به تیتراسیونهایی که از پرمنگنات پتاسیم به عنوان تیترانت استفاده می شود منگانومتری می گویند. منگانومتری به معنی تعیین غلظت پرمنگنات در محیط می باشد و عموماً در تیتراسیون های اکسایش و کاهش بکار می رود. به عبارت دیگر، منگانومتری به تیتراسیونهای اکسایش کاهش که از پرمنگنات پتاسیم به عنوان تیترانت استفاده می شود، گفته می شود.

تیتراسیونهایی که در آن پرمنگنات پتاسیم با ترکیباتی نظیر اگزالات واکنش داده می شود، دارای واکنش مشابه واکنش زیر می باشند:



پرمنگنات پتاسیم یا پتاسیم پرمنگنات یک اکسید کننده قوی است و در اکثر واکنشهای شیمیایی از جمله در تیتراسیونهای اکسایش - کاهش بعنوان عامل اکسید کننده استفاده می شود. نام آیوپاک آن پتاسیم منگنات (VII) است. وزن مولکولی پرمنگنات پتاسیم 158,04 gr/mol، شکل آن منشوری، جامد، به رنگ ارغوانی تیره، محلول آبی آن به رنگ صورتی و ترکیبی بدون بو است. این ترکیب بدلیل خاصیت اکسید کنندگی بسیار خورنده است.

پرمنگنات پتاسیم برای اولین بار در سال ۱۶۵۹ کشف شد. ابتدا بعنوان پودر فلاش در عکاسی استفاده می شد.

همانطور که شما ذکر کردید پرمنگنات پتاسیم بر دست یا لباس ایجاد لکه قهوه ای می کند بنابراین در استفاده از آن باید احتیاط کرد. لکه روی لباس حاصل از این ماده را می توان بوسیله اسید استیک یا اسید کلریدریک پاک کرده و با شستشو با آب رفع کرد. لکه ایجاد شده روی پوست پس از ۴۸ ساعت از بین می رود. بعلت خاصیت خورندگی در پوست ایجاد سوزش می کند و در صورت خورده شدن می تواند باعث التهاب و آسیب به معده شود.

پرمنگنات پتاسیم بدلیل ارزان بودن در واکنشهای شیمیایی که به معرف اکسید کننده نیاز باشد، استفاده می شود. بعنوان معرف در آزمون بایر برای شناسایی آلکنها از سایر ترکیبات استفاده می شود. آلکنها رنگ بنفش محلول سرد و رقیق پرمنگنات را از بین می برند. البته برخی از مواد مانند آلکینها و آلدمیدها هم به این آزمون جواب مثبت می دهند.

کاربرد

مهمترین کاربرد پرمنگنات پتاسیم بعنوان عامل اکسید کننده است. بعنوان ضد عفونی کننده و برای رفع بوهای نامطبوع هم کاربرد دارد. پرمنگنات پتاسیم برای رفع نوعی بیماری انگلی در ماهیها استفاده می شود. همچنین در تصفیه آبهای آشامیدنی بعنوان عامل حذف کننده فسفر مورد استفاده قرار می گیرد. برای تولید کوکائین صد در صد خالص از این ماده استفاده می شود.

محلول رقیق ۰,۲۵ درصد آن می تواند بعنوان دهان شویه مورد استفاده قرار گیرد و محلول یک درصد آن را می توان برای ضد عفونی کردن دستها بکار برد. به همراه آب می تواند بعنوان کاتالیزور همراه T - stoff در پیشرانه راکتها استفاده شود و همچنین بعنوان معرف برای تعیین عدد کاپا در تهیه کاغذ از خمیر چوب استفاده می شود. این ترکیب بعلت رنگی بودن در صنایع رنگ سازی و پیگمان سازی هم کاربرد دارد.

به مطلب زیر در مورد تیتراسیونهای اکسایش کاهش توجه بفرمایید:

در تیتراسیونهای معمولی مانند تیتراسیون های خنثی شدن، به عنوان مثال یک اسید با غلظت نامعین، به وسیله بازی با غلظت کاملاً معین تیترا می شود. نقطه ی هم ارزی، نقطه ای است که در آن کاملاً تعداد یونهای $+H$ با تعداد یونهای $-OH$ هم ارزی برابر می شود. یک شناساگر به محلول اضافه می شود که در نقطه ی pH خنثی تغییر رنگ می دهد. در این زمان افزودن حجم باز قطع می شود و از روی مقدار حجم مصرفی باز، غلظت اسید با حجم معین را می توان محاسبه نمود.

تیتراسیون های اکسایش کاهش بر اساس اکسایش یا کاهش مواد بنا شده اند. فرآیند اکسیداسیون (اکسایش) فرآیندی است که در آن یک جسم (اکسید کننده) الکترون می گیرد و عدد اکسایش یک اتم افزایش می یابد.

فرآیند احیا (کاهش) فرآیندی است که در آن یک جسم (احیا کننده) الکترون از دست می دهد و عدد اکسایش یک اتم کاهش می یابد.

مواد مورد نیاز: اسید اگزالیک ۰٫۱ نرمال - اسید سولفوریک ۶ نرمال - پر منگنات پتاسیم مجهول

وسایل مورد نیاز: ۱- پیپت حبابدار ۱۰ سی سی ۲۰- هیتر ۳۰- ارلن مایر ۲۵۰ سی سی ۴۰- بورت ۵۰

سی سی ۵۰- بشر ۲۰۰ سی سی ۶۰- قیف ۷۰- بالن حجمی ۱۰۰ سی سی ۸۰- شیشه ساعت ۹۰- گیره و

پایه.

شرح آزمایش:

ابتدا مقدار ۰٫۳۱۶ گرم از پودر پر منگنات پتاسیم (با نرمالیته مجهول) را در بشر حل کرده و به بالن

۱۰۰ سی سی منتقل کرده و به حجم می رسانیم. سپس آن را به بورت منتقل می کنیم.

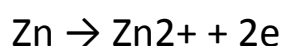
سپس ۱۰۰ سی سی اسید اگزالیک ۰,۱ نرمال (۰,۶۳ گرم) را در بالن حجمی به حجم رسانده ایم. از آن ۱۰ سی سی با پیپت حبابدار برداشته و به ارلن انتقال می دهیم. سپس ۵ سی سی اسید سولفوریک ۶ نرمال را به آن اضافه کرده و سپس ارلن را روی هیتر حرارت می دهیم تا فقط گرم شود و نباید بخار کند. بعد ارلن را به زیر بورتی که به پایه وصل شده قرار می دهیم و مانند آزمایش تیتراسیون عمل کرده تا به رنگ صورتی در آید و حجم کم شده را یادداشت می کنیم و این کار را ۳ بار تکرار می کنیم تا دقت را بالا ببریم.



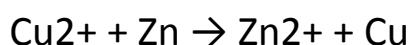
گزارش کار کامل پتانسیومتری

Shimiomd.blog.ir

یک ظرف شامل محلول سولفات روی که در آن تیغه ای از روی قرار دارد.



اگر ظرف ها را با پل نمکی به هم و دو تیغه را نیز بهم وصل کنیم، جریان برق تولید می شود.



پتانسیل سنجی potentiometric اندازه گیری اختلاف پتانسیل ما بین دو الکترود شناساگر و

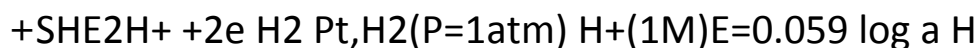
الکترود مرجع. الکترود

شناساگر یا اندیکاتور: پتانسیل آن وابسته به غلظت گونه در تماس با آن است.

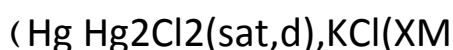
الکترود مرجع، الکترودی که پتانسیل دقیقاً معینی دارد.

انواع الکترودهای مرجع:

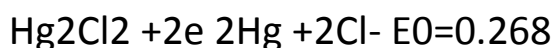
الکترود استاندارد هیدروژن - کالومل و نقره - نقره کلرید الکترود استاندارد هیدروژن



الکترود کالومل:

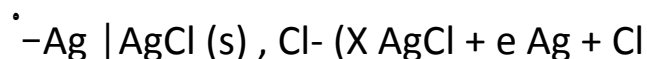


واکنش آن؛



پتانسیل آن را حسب غلظت‌ها محلول کلرید پتاسیم اشباع باشد، SCE و پتانسیل آن ۰/۲۴۱ ولت

الکتروود تقره - تقره کلرید :



انواع الکترودهای شناساگر : الکترودهای فلزی ، الکترودهای غشایی و انواع الکترودهای فلزی :

الکترودهای مرتبه یک (کاتیون ها) $(Ag | Ag^+ (X M)$

الکترودهای مرتبه دو (آنیون ها) $(Ag | KCl, AgCl$

الکترودهای مرتبه سه (اکسایشی - کاهش) $(Pt | Fe^{3+} (X M)$

انواع الکترودهای غشایی :

۱- الکتروود شیشه PH ،

۲- یون گزین (سایر کاتیونها) ،

۳- مایع غشایی

۴- جامد و رسوبی

۵- حساس به گاز

انواع روش های اندازه گیری پتانسیومتری :

۱- روش مستقیم : الف) - منحنی کالیبراسیون ب) - افزایش محلول استاندارد

۲- روش غیر مستقیم : الف) تیتراسیون های پتانسیومتری ب) - تیتراسیون های دیفرانسیلی

تیتراسیون های PH - سنجی

در این نوع تیتراسیون حجم معینی از محلول مجهول (اسید یا باز) در بشر می n ریزیم .

در داخل محلول الکتروود ترکیبی PH را قرار می دهیم. n.

از بورت به n محلول بشر قطره قطره محلول استاندارد (باز یا اسید) اضافه می کنیم به ازاء هر

افزایش

محلول استاندارد، PH را می خوانیم.

از روی نمودار PH بر حسب حجم محلول n استاندارد، نقطه هم ارزی تعیین می کنیم.

الکتروود شیشه ای ترکیبی شامل:

الکتروودهای شیشه ای، الکتروودهای مرجع داخلی و خارجی است.

Ag | AgCl (s) | Cl-(aq) || H+(aq) H+(aq) , Cl-(aq) | Ag (aq) | AgCl (s) | Ag

$E = L - 0.0591/0 \text{ PH}$ الکتروود مرجع داخلی الکتروود مرجع خارجی

نکات اولیه در PH سنجی:

باید طبق دستورالعمل شرکت سازنده الکتروود را نگهداری کرد.

قبل از استفاده کردن از الکتروود از سالم و پر بودن از محلول الکتروولیت اطمینان حاصل کرد.

دستگاه PH متر را بر اساس دستورالعمل های شرکت سازنده،

با محلول های بافر با PH دقیقاً معلوم درجه بندی (کالیبره) نمود.

خطاها در اندازه گیری PH :

خطای قلیایی در ۹ خطا در محلول های خنثی، تعادل دیر برقرار می شود.

انواع تیتراسیون های PH سنجی:

اسید قوی - باز قوی؛ مثل اسید کلرید ریک با سود و یا بالعکس

اسید ضعیف - باز قوی؛ مثل اسید استیک با سود و یا بالعکس

باز ضعیف - اسید قوی؛ مثل آمونیاک با اسید کلرید ریک

اسید ضعیف - باز ضعیف؛ مثل آمونیاک با اسید استیک

روش های تعیین نقطه هم ارزی در تیتراسیون های PH متری و پتانسیل سنجی:

الف) - رسم نمودار PH یا (E اختلاف پتانسیل) بر حسب حجم تیترا نت

ب) - رسم نمودار بر حسب حجم تیترا نت (V)

ج) - رسم نمودار بر حسب حجم تیترا نت (V)

د) - روش Gran

با توجه به شکل نمودار، انتخاب روش صحیح تعیین نقطه هم ارزی

روش های تعیین نقطه هم ارزی در نمودارهای PH(E) بر حسب V :

۱- روش نصف کردن

۲- روش رسم بهتدین دایره

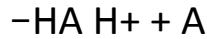
۳- روش رسم متوازی الاضلاع

با توجه به شکل نمودار PH یا E (اختلاف پتانسیل) بر حسب V باید یکی از روش های فوق را انتخاب

نمود.

نمودار تیتراسیون PH سنجی سیستم های مختلف اسید و باز :

محاسبه Ka یک اسید با کمک تیتراسیون PH سنجی :



در هر نقطه از تیتراسیون PH را داریم. از روی نمودار می توانیم [A-] و [HA] را حساب کنیم.

شرح آزمایش :

در محیط آزمایشگاهی اکثر اوقات از کالومل استفاده می کنند ، مگر در مواردی که محلول به کلسیت

حساسیت

نشان می دهد از سولفات جیوه استفاده می شود.

الکتروود شناساگر : شیشه و الکتروود مرجع : کالومل است .

• تیترانت باید باز قوی باشد.

• به ازای تعداد پروتون باید یک جهش داشته باشیم.

مواد لازم: اسید قوی (مجهول) ، سود ۰٫۱ مولار ، آب مقطر

وسایل لازم: مگنت ، بشر ، بالن ژوژه ، پیپت جبابدار ، کالومل ، بورت ، دستگاه PH متر

روش آزمایش:

کالیبراسیون PH متر:

برای کالیبراسیون PH متر ابتدا باید دمای محلول بافر را به دستگاه بدهیم زیرا PH با تغییر دما تغییر می کند چون غلظت با دما تغییر می کند. سپس دو بافر با PH ۴ و ۹ را در ۲ بشر می سازیم و الکتروود دستگاه را در بافر ۴ قرار داده و با دکمه ی Standard ، PH را بر روی ۴ تنظیم می

کنیم و سپس با بافر PH 9 هم این کار را انجام می دهیم . و بعد از انجام کالیبراسیون الکتروود را با آب مقطر شسته و درون آب مقطر نگه داری می کنیم و تا آخر آزمایش دستگاه را خاموش نمی کنیم .
(در این جا ما از بافر ۷ استفاده کردیم)

ابتدا اسید HCl مجهول را داخل بشر ۱۰۰ سی سی میریزیم و بوسیله آب مقطر به حجم می رسانیم . سپس بوسیله پیپت حبابدار ۱۰ سی سی از اسید مجهول را برمی داریم . داخل بشر میریزیم و مگنت را در بشر می اندازیم . ۵۰ الی ۱۰۰ سی سی هم آب مقطر داخل بشر می ریزیم . بشر را روی دستگاه قرار می دهیم . در قسمت پایینی پایه کالومل را وصل کرده و سر آنرا داخل بشر قرار می دهیم . (آند و کاتد ادغام شده اند ، کالیبره شده) دستگاه را روشن می کنیم تا مگنت شروع به چرخش کند . (باید دقت کنیم که مگنت با سر کالومل برخورد نکند) دستگاه PH متر را روشن می کنیم . قبل از شروع تیتراسیون PH را می خوانیم . برای انجام تیتراسیون ابتدا یک بورت تمیز که با آب مقطر آبکشی شده و داخل آن سود ریختیم را بوسیله پایه در بالای بشر قرار می دهیم بطوریکه زمانیکه شیر بورت را باز می کنیم ، قطرات سود داخل بشر بریزد .

تیتراسیون را شروع می کنیم ، از یک تا بیست سی سی را یک سی سی یک سی سی طی می کنیم و بعد از ۲۰ سی سی را بصورت نیم سی سی طی می کنیم . برای اینکه بتوانیم جهش هارا رویت کنیم . فقط یک جهش داریم . PH های بدست آمده را یادداشت می کنیم . نمودار را رسم می کنیم .

Shimiomd.blog.ir

saeedzeydani@mail.com

