l

آزمایشگاه شیمی تجزیه 1

گزارش کار آزمایش شماره 3

« تجزیه وزنی سولفات»

محمدرضا مهدیه و رضا چائیچی حسنعلی ده

تاریخ آزمایش : 30/7/1391

تاریخ تحویل گزارش کار: 7/8/1391

استاد: جناب آقای دکتر پوراعتدال

جواب نهایی: $ \frac{mgr}{ml}SO\_{4}^{2-}=97.8\pm 2.26$

# مقدمه

# هدف آزمایش:

# محاسبه عملی مقدار mg/ml سولفات موجود در یک محلول به روش تجزیه ی وزنی.

# تئوری آزمایش :

**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

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

# وسایل مورد نیاز

# محلول شامل سولفات، آب مقطر، باریم کلرید، اسید کلرید، 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 اندک اندک محلول باریم کلرید اضافه گردید(دلیل اندک اندک ریختن برای دانه درشت شدن رسوب است). در اینجا باریم کلرید به عنوان شناساگر عمل می کند زیرا با اضافه شدن آن، باعث تشکیل باریم سولفات سفید می گردد. این رسوب سفید رنگ همان مجهول مورد نظر ما خواهد بود.

# 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 سفید می باشد.

# در اینجا نیازی به کروزه نمی باشد زیرا رسوب در کوره قرار نمی گیرد. 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 داغ شست وشو داده شد تا ناخالصی ها جدا گردد.به محلول زیر کاغذ صافی مجددا باریم کلرید 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 سولفات محاسبه میگردد.

# محاسبات

# وزن ابتدایی کاغذ صافی 1: 0.5232 gr

# وزن کاغذ صافی 2: 0.4965 gr

# وزن ثانویه کاغذ صافی 1: 0.5817 gr

# وزن ثانویه کاغذ صافی 2: 0.5569 gr

# رسوب شماره 1: $ 0.5817-0.5232=0.0585 gr$

# رسوب شماره 2: $0.5569- 0.4965=0.0604 gr$

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

# $X\_{1}:\frac{25ml sol}{0.0585 gr BaSO\_{4}}=\frac{100 ml sol}{?gr BaSO\_{4}}⟹X\_{1}=0.2340 gr BaSO\_{4}$

# $$⇒\frac{mgr}{ml}SO\_{4}^{2-}=\left(0.2340 gr BaSO\_{4}\right)\left(\frac{96 gr SO\_{4}^{2-}}{233.3 gr BaSO\_{4}}\right)=0.0962gr SO\_{4}^{2-} ⇒=\frac{96.2 mgr}{ml} SO\_{4}^{2-} $$

# $X\_{2}:\frac{25ml sol}{0.0604 gr BaSO\_{4}}=\frac{100 ml sol}{?gr BaSO\_{4}}⟹X\_{2}=0.2416 gr BaSO\_{4}$

# $$⇒\frac{mgr}{ml}SO\_{4}^{2-}=\left(0.2416 gr BaSO\_{4}\right)\left(\frac{96 gr SO\_{4}^{2-}}{233.3 gr BaSO\_{4}}\right)=0.0994gr SO\_{4}^{2-} ⇒=\frac{99.4 mgr}{ml} SO\_{4}^{2-} $$

# $$⇒ \overbar{x}=\frac{x\_{1}+x\_{2}}{2}=\frac{96.2+99.4}{2}=97.8\frac{mgr}{ml} SO\_{4}^{2-}$$

# $$s=\sqrt{\frac{\sum\_{}^{}\left(x\_{i}-\overbar{x}\right)^{2}}{n-1}}=\sqrt{\frac{\left(96.2-97.8\right)^{2}+\left(99.4-97.8\right)^{2}}{2-1}}=2.26$$

# 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.