



دانشگاه صنعتی شریف

دانشکده شیمی

دستورکار آزمایشگاه شیمی تجزیه ۲

## رسوب‌سنجی الکتریکی (الکتروگراویمتری)

### اصول کار

برای تعیین مقدار مس و نیکل در آلیاژها و نمک‌های مخلوط، ابتدا آنها را حل کنید. سپس یون مس را در حضور یون  $H^+$  و یون نترات، بدون مزاحمت نیکل، در جریان ثابت روی کاتد پلاتینی به صورت مس فلزی ترسیب و توزین کنید. در مرحله دوم در محیط آمونیاکی و بدون یون نترات، یون نیکل را با حرارت دادن و در جریان ثابت، به طور جداگانه به صورت نیکل فلزی روی کاتد پلاتینی جدا و توزین کنید.

### مواد شیمیایی

نیتریک اسید ۶ M – مقدار مناسب از نیتریک اسید غلیظ را در یک بشر ۱۰۰ mL ریخته و تا حجم حدود ۱۰۰ mL آب مقطر بریزید.

### روش کار

ابتدا مخلوط مس و نیکل را به روش مناسب و بدون اینکه یون کلرید وارد محیط شود به صورت محلول درآورید (در صورتی که مخلوط به صورت نمک باشد آن را در آب مقطر و در صورتی که آلیاژی از مس و نیکل باشد در نیتریک اسید حل کنید). محلول را در یک بشر ۲۵۰ mL مخصوص الکترولیز بریزید و به آن ۳ mL سولفوریک اسید غلیظ و ۲ mL نیتریک اسید ۶ M اضافه کنید.

به محلول باقی مانده نیتریک اسید 6 M، 1 g سدیم نیتريت در زیر هود افزوده و کاتد توری پلاتینی را در محلول گرم شستشو فرو ببرید. پس از دو دقیقه آنرا با آب مقطر شستشو داده و به مدت دو تا سه دقیقه در آون با دمای 110 °C خشک کنید و پس از سرد شدن توسط ترازوی با دقت 0.1 mg توزین نمایید (توجه کنید الکتروود پس از توزین آلوده نشود). محلول شستشو را تا پایان آزمایش در زیر هود نگه‌داری نمایید.

کاتد و آند پلاتینی را به محل خود در دستگاه الکترولیز متصل نمایید. بشر محتوی محلول مورد آزمایش را زیر دستگاه طوری قرار دهید که الکترودها به ته ظرف بچسبند و سطح محلول حداقل تا ارتفاع یک سانتی متر از بالای الکتروود کاتد خالی باشد. حال پس از به کار انداختن همزن مغناطیسی، با چرخاندن کلید مخصوص پتانسیل، پتانسیل را طوری تنظیم کنید که شدت جریان ثابتی برابر با 1 A از مدار عبور کند و الکترولیز را تا جایی ادامه دهید که رنگ آبی محلول، که از وجود یون مس ناشی می‌شود، از بین برود. حال برای اطمینان از اینکه دیگر یون مس در محلول باقی نمانده است، حدود 10-15 mL آب مقطر به محلول مورد آزمایش اضافه کنید (بدون اینکه جریان الکترولیز قطع شود) تا سطح محلول الکتروود روی توری پلاتین از سطح قبلی بالاتر برود و مدت 15 min در همین وضعیت ادامه دهید. در صورتی که در سطح جدید مس رسوب نکرد، مس موجود در نمونه کاملاً جدا شده است، در غیر این صورت الکترولیز را باید ادامه دهید تا در آزمون‌های بعدی به همین روش مشخص شود که دیگر یون مس در محلول باقی نمانده است.

پس از اتمام الکترولیز مس، همزن مغناطیسی را خاموش کرده و بدون قطع جریان، کاتد توری پلاتین را از محلول بیرون آورده و با آب مقطر درون ظرف الکترولیز بشویید به طوری که چیزی از محلول مورد آزمایش روی سطح الکتروود باقی نماند. سپس دستگاه را خاموش کرده و کاتد توری پلاتین را به آرامی و بدون این که آلوده شود از دستگاه جدا کرده و در بشر محتوی آب مقطر فرو ببرید و پس از شستشو با استون در آون 110 °C قرار دهید.

پس از سرد شدن آنرا توزین کنید. اختلاف وزن کاتد با وزن قبل از الکترولیز، مقدار مس موجود در نمونه را نشان می‌دهد.

با توجه به پتانسیل احیاء یون نیکل، در حضور یون‌های  $H^+$  و نیترات احیاء نمی‌شود، لذا در اندازه‌گیری در محیط سولفوریک و نیتریک اسید، یون نیکل مزاحم نیست. پس از اندازه‌گیری مس و به‌منظور آماده‌سازی محلول برای الکتروگراویمتری نیکل، ابتدا باید یون نیترات را از طریق تبخیر از محیط خارج کرده و سپس محیط را آمونیاکی کنید.

به این منظور محلول باقی‌مانده از بخش اول آزمایش را به آرامی تبخیر کنید تا وقتی دود سفید  $SO_3$  از آن خارج شود. سپس آنرا سرد کرده و با آرامی ۲۵ mL آب مقطر به آن بیافزایید. آمونیاک غلیظ را تا رسیدن به pH ۹ تا ۱۰، قطره قطره به محلول اضافه کنید (با کاغذ pH کنترل کنید). در صورتی که رسوبی در محلول دیده شد (مربوط به عناصر دیگر آلیاژ) آن را توسط کاغذ صافی، جدا کنید. نیکل موجود در محلول را به روش الکترولیز، در همان شدت جریان، روی کاتد توری پلاتینی که توسط محلول شستشو، تمیز و وزن شده، ترسیب کنید. برای سرعت عمل بیشتر می‌توان ظرف الکترولیز را تا  $70^\circ C$  گرم کرد.

پس از جداسازی نیکل روی کاتد پلاتینی و اطمینان از ترسیب الکتروشیمیایی کامل آن، بدون قطع کردن جریان و با آرامی کاتد را از محلول بیرون آورده و پس از شستشو با آب مقطر دستگاه را خاموش نمایید. پس از شستشو با استون و خشک کردن در  $110^\circ C$ ، الکتروود را سرد کرده و توزین نمایید. افزایش وزن کاتد در این مرحله نشان‌دهنده میزان نیکل جدا شده است.

الکتروود کاتد را در محلول شستشوی گرم قرار داده و پس از اطمینان از حل شدن کامل نیکل، آنرا با آب مقطر شسته و به‌همراه الکتروود آند، تحویل دهید.

نتایج این آزمایش را برحسب مس سولفات پنج آبه و نیکل سولفات هفت آبه محاسبه و گزارش نمایید.

## هدایت سنجی (۱) - تیتراسیون اسید و باز

### اصول کار

یکی از روش‌های تعیین نقطه پایانی تیتراسیون استفاده از هدایت الکتریکی محلول مورد آزمایش است. در این آزمایش نیز برای تعیین مقدار یک اسید، آن را به وسیله محلول سود با مولاریته معلوم تیتراسیون می‌کنند. در طول تیتراسیون و برای تعیین نقطه پایانی تیتراسیون، به جای استفاده از معرف، از روش هدایت‌سنجی استفاده می‌شود. واضح است که به دلیل بالا بودن هدایت الکتریکی یون‌های  $H^+$  و  $OH^-$ ، در طول تیتراسیون تا موقعی که اسید با سود خنثی می‌شود، هدایت محلول مرتباً کاهش می‌یابد و بعد از نقطه اکی‌والان هدایت افزایش می‌یابد. از این روش برای تیتراسیون اسیدهای قوی و ضعیف و بازهای قوی و ضعیف استفاده می‌شود.

### مواد شیمیایی

محلول سود  $0.1\text{ M}$  - مقدار مناسب سود خشک و خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $250\text{ mL}$  برسانید.

محلول سود  $0.01\text{ M}$  -  $25\text{ mL}$  محلول سود  $0.1\text{ M}$  را به وسیله پیت‌ژوزه برداشته و در یک بالن ژوژه  $250\text{ mL}$

ریخته و با آب مقطر به حجم برسانید.

محلول استیک اسید  $0.4\text{ M}$  - مقدار مناسب از استیک اسید گلاسیال را در یک بالن ژوژه  $100\text{ mL}$  ریخته و با

آب مقطر به حجم برسانید.

محلول استیک اسید  $0.04\text{ M}$  -  $25\text{ mL}$  محلول استیک اسید  $0.4\text{ M}$  را به وسیله پیت‌ژوزه برداشته و در یک

بالن ژوژه  $250\text{ mL}$  ریخته و با آب مقطر به حجم برسانید.

## روش کار

### الف - تعیین مولاریته سود

۲۵ mL از محلول هیدروکلریک اسید  $0.1\text{ M}$  معلوم را به وسیله پیت ژوزه برداشته و در یک بشر  $400\text{ mL}$  بریزید. پس از قراردادن مگنت در محلول، آن را روی همزن مغناطیسی قرار دهید. الکتروود هدایت سنج را در محلول قرار دهید، به طوری که محلول کاملاً دو سطح پلاتینی الکتروود را بپوشاند و مگنت به الکتروود برخورد نکند. در صورت کم بودن حجم محلول، میزان معینی آب مقطر به آن اضافه نمایید.

بورت را پس از شستشو از محلول سود  $0.1\text{ M}$  پر کنید. دستگاه هدایت سنج را روشن کرده و پس از خواندن هدایت الکتریکی محلول، تیتراسیون را تا رسیدن به هدایت الکتریکی اولیه محلول ادامه دهید. هدایت الکتریکی را در هر نقطه با در نظر گرفتن تصحیح حجم محاسبه کنید. منحنی تغییرات هدایت را بر حسب حجم مصرفی رسم کرده و از روی منحنی نقطه اکی والان تیتراسیون را پیدا کنید. با استفاده از نقطه اکی والان، مولاریته سود مصرفی را محاسبه نمایید.

### ب - تعیین غلظت اسید مجهول

محلول اسید مجهول را به حجم  $250\text{ mL}$  برسانید.  $25\text{ mL}$  از این محلول را برداشته و مشابه قسمت الف، تیتراسیون نمایید. پس از رسم منحنی تغییرات هدایت الکتریکی با در نظر گرفتن تصحیح حجم، نقطه اکی والان و مقدار HCl موجود در نمونه را محاسبه و بر حسب mg گزارش کنید.

### پ - تیتراسیون استیک اسید

$10\text{ mL}$  از محلول استیک اسید  $0.4\text{ M}$  را در بشر ریخته و مشابه قسمت الف تیتراسیون نمایید. منحنی تغییرات هدایت الکتریکی در طول تیتراسیون را رسم نمایید. علت اختلاف این منحنی و منحنی تیتراسیون اسید قوی با سود را

توضیح دهید. چگونه با استفاده از این منحنی می‌توان نقطه اکی‌والان را محاسبه کرد؟ از این منحنی چه اطلاعات

دیگری می‌توان به دست آورد؟

ت - بررسی مخلوط اسید قوی و ضعیف

۱۰ mL محلول هیدروکلریک اسید ۰/۰۱ M و ۱۰ mL استیک اسید ۰/۰۴ M را در بشر بریزید و به روش

هدایت‌سنجی توسط محلول سود ۰/۰۱ M تیترا کنید. منحنی هدایت‌سنجی در طول تیتراسیون را رسم کرده و

نحوه محاسبه مقدار سود مصرفی برای هر اسید را از روی منحنی بیان کرده و منحنی را کاملاً شرح دهید.

## هدایت سنجی (۲) - تیتراسیون رسوبی

### اصول کار

در تیتراسیون‌های رسوبی که در طول تیتراسیون ترکیبی به صورت رسوب از محیط خارج می‌شود، می‌توان به دلیل تغییر غلظت یون‌ها در طول تیتراسیون و در نتیجه، تغییر هدایت الکتریکی محلول، از منحنی‌های هدایت سنجی برای تعیین نقطه اکی‌والان استفاده کرد. در این آزمایش تیتراسیون رسوبی یون کلرید با یون نقره به همین روش انجام می‌شود.

### مواد شیمیایی

محلول نقره نیترات  $0.05\text{ M}$  - مقدار مناسب نقره نیترات خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $100\text{ mL}$  برسانید. این محلول را در تاریکی نگه‌داری کنید.

محلول نقره استات  $0.05\text{ M}$  - مقدار مناسب نقره استات خالص را در آب مقطر گرم حل کنید و پس از سرد شدن به حجم  $100\text{ mL}$  برسانید. این محلول را در تاریکی نگه‌داری کنید.

### روش کار

الف - تعیین مولاریته نقره نیترات

$100\text{ mL}$  از محلول سدیم کلرید  $0.002\text{ M}$  معلوم را در بشر  $250\text{ mL}$  ریخته و مگنت و الکتروود هدایت سنج را به روش صحیح داخل محلول قرار دهید. پس از اندازه‌گیری هدایت اولیه، تیتراسیون را توسط محلول نقره نیترات



شروع کنید. تیتراسیون را تا رسیدن هدایت الکتریکی محلول به مقدار اولیه ادامه دهید. هدایت الکتریکی را در هر نقطه با در نظر گرفتن تصحیح حجم محاسبه کنید. منحنی تغییرات هدایت را بر حسب حجم مصرفی رسم کرده و از روی منحنی نقطه اکی‌والان تیتراسیون را پیدا کنید. با استفاده از نقطه اکی‌والان، مولاریته نقره نیترات مصرفی را محاسبه نمایید.

ب - تعیین مولاریته نقره استات

مشابه قسمت الف، تیتراسیون را با محلول نقره استات  $0.05\text{ M}$  انجام دهید. این منحنی را با منحنی قسمت الف مقایسه کنید. چه تفاوتی در این منحنی دیده می‌شود؟ علت این اختلاف چیست؟ آیا با استفاده از این مقایسه، می‌توان مشخص کرد کدام یک از دو ترکیب نقره نیترات یا نقره استات برای تیتراسیون رسوبی یون کلرید مناسب‌ترند؟ چرا؟

پ - مشابه قسمت الف، تیتراسیون  $100\text{ mL}$  محلول یون کلرید مجهول را با معرف انتخاب شده از بخش ب انجام دهید. پس از رسم منحنی تغییرات هدایت الکتریکی تصحیح شده بر حسب حجم تیترانت مصرفی، نقطه اکی‌والان را تعیین کرد و میزان کل یون کلرید موجود در نمونه را محاسبه و بر حسب  $\text{mg}$  گزارش نمایید.

## پتانسیل سنجی (پتانسیومتری) (۱) - تیتراسیون اکسیداسیون و احیاء اندازه‌گیری $Fe^{2+}$

### اصول کار

در این آزمایش، یون  $Fe^{2+}$  با محلول استاندارد پتاسیم پرمنگنات تیترو می‌شود. برای تعیین نقطه اکسیداسیون این تیتراسیون از روش پتانسیل سنجی، یعنی اندازه‌گیری پتانسیل واکنش به کمک الکتروود معرف پلاتین در حضور الکتروود مرجع نقره / نقره کلرید استفاده می‌شود.

### مواد شیمیایی

محلول پتاسیم پرمنگنات  $0.01\text{ M}$  - مقدار مناسب پتاسیم پرمنگنات خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $250\text{ mL}$  برسانید.

### روش کار

در یک بشر  $250\text{ mL}$ ، به وسیله پیت ژوژه،  $25\text{ mL}$  از محلول  $0.05\text{ M } Fe^{2+}$  استاندارد و  $1\text{ mL}$  سولفوریک اسید غلیظ بیافزایید. حال الکتروودهای پلاتین براق (معرف) و الکتروود مرجع نقره / نقره کلرید دستگاه پتانسیل سنج (پتانسیومتر) را طوری داخل بشر قرار دهید که سطوح موثر الکتروود کاملاً در داخل محلول قرار گیرند و مگنت به الکتروودها برخورد نکند. همزن مغناطیسی را روشن کنید و پس از خواندن پتانسیل محلول، از داخل بورت قطره قطره محلول پتاسیم پرمنگنات  $0.01\text{ M}$  اضافه کنید و مقدار پتانسیل را در طول تیتراسیون یادداشت کنید. پتانسیل را بر حسب حجم معرف افزوده شده رسم کنید. منحنی دیفرانسیل مربوط به  $\frac{dmV}{dV}$  (تغییرات پتانسیل در واحد حجم معرف مصرف شده) بر حسب حجم معرف مصرفی را نیز رسم کنید و از روی این دو منحنی نقطه

اکی‌والان تیتراسیون را به دست آورید. واکنش‌های اکسایش و کاهش انجام شده در این تیتراسیون را بنویسید. با استفاده از نقطه اکی‌والان به دست آمده، مولاریته محلول پرمنگنات را محاسبه کنید.

مشابه همین آزمایش را بر روی ۲۵ mL از محلول  $Fe^{2+}$  مجهول نیز انجام دهید و پس از رسم منحنی‌های مربوطه، نقطه اکی‌والان تیتراسیون این محلول با محلول پتاسیم پرمنگنات را پیدا کنید و با استفاده از مولاریته محلول پتاسیم پرمنگنات و حجم مصرفی آن، مولاریته  $Fe^{2+}$  را بیابید و از روی آن مقدار کل  $Fe^{2+}$  موجود در نمونه مجهول را بر حسب mg محاسبه و گزارش کنید.

اختلاف پتانسیل نظری در نقطه اکی‌والان محلول معلوم  $Fe^{2+}$  با پتاسیم پرمنگنات (بخش اول آزمایش) را با استفاده از پتانسیل استاندارد واکنش‌ها به دست آورید. ارقام محاسبه شده تئوری را با نتایج عملی در این نقطه مقایسه کنید.

## پتانسیل سنجی (پتانسیومتری) (۲) - تیتراسیون رسوبی

### اصول کار

در این آزمایش، یون کلرید با محلول استاندارد نقره نیترات تیترو می‌شود. برای تعیین نقطه اکی‌والان این تیتراسیون از روش پتانسیل سنجی، یعنی اندازه‌گیری پتانسیل واکنش به کمک الکتروود معرف نقره در حضور الکتروود مرجع نقره/نقره کلرید و رسم منحنی تغییرات پتانسیل استفاده می‌شود.

### مواد شیمیایی

محلول نقره نیترات  $0.1 \text{ M}$  - مقدار مناسب نقره نیترات خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $250 \text{ mL}$  برسانید. این محلول را در تاریکی نگه‌داری کنید.

محلول  $0.02 \text{ M}$  یون یدید - مقدار مناسب نمک پتاسیم یدید خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $100 \text{ mL}$  برسانید.

### روش کار

الف - در یک بشر  $250 \text{ mL}$ ، به وسیله پیپت ژوژه  $100 \text{ mL}$  از محلول  $0.02 \text{ M}$  یون کلرید استاندارد بریزید. حال الکتروودهای نقره (معرف) و الکتروود مرجع نقره / نقره کلرید دستگاه پتانسیل سنج (پتانسیومتر) را طوری داخل بشر قرار دهید که سطوح موثر الکتروودها کاملاً در داخل محلول قرار گیرند و مگنت به الکتروودها برخورد نکند. هم‌زن مغناطیسی را روشن کنید و پس از خواندن پتانسیل محلول، از داخل بورت قطره قطره محلول نقره نیترات

M ۰/۱ اضافه کنید و مقدار پتانسیل را در طول تیتراسیون یادداشت کنید. تیتراسیون را تا حدود ۴۰ mL ادامه دهید.

پتانسیل را بر حسب حجم معرف افزوده شده رسم کنید. منحنی دیفرانسیل مربوط به  $\frac{dmV}{dV}$  (تغییرات پتانسیل در واحد حجم معرف مصرف شده) بر حسب حجم معرف مصرفی را نیز رسم کنید و از روی این دو منحنی نقطه اکی‌والان تیتراسیون را به دست آورید. با استفاده از آن، مولاریته محلول نقره نیترات را محاسبه کنید. پتانسیل نظری نقطه اکی‌والان را محاسبه و با میزان عملی به دست آمده مقایسه و نتایج را توجیه نمایید.

ب - مشابه قسمت الف، آزمایش بر روی ۱۰۰ mL از محلول کلرید مجهول را نیز انجام دهید و پس از رسم منحنی‌های مربوطه، نقطه اکی‌والان تیتراسیون این محلول با محلول نقره نیترات استاندارد را پیدا کنید و با استفاده از مولاریته محلول نقره نیترات و حجم مصرفی آن، مولاریته یون کراید را بیابید و از روی آن مقدار کل یون کلرید موجود در نمونه مجهول را بر حسب mg محاسبه و گزارش کنید.

پ - مخلوطی از ۵۰ mL محلول یون کلرید M ۰/۰۲ و ۵۰ mL محلول یون یدید M ۰/۰۲ را به همان روش قسمت الف تیترا کرده و منحنی‌های پتانسیل تیتراسیون مخلوط یون‌های کلرید و یدید را رسم کنید. چگونه از این روش می‌توان برای تعیین نقاط اکی‌والان تیتراسیون مخلوط یون‌های کلرید و یدید استفاده کرد. میزان خطا را محاسبه و توجیه کنید.

## پتانسیل سنجی (پتانسیومتری) (۳) - تیتراسیون اسید و باز - pH سنجی

### اصول کار

در این آزمایش، کاربرد پتانسیل سنجی با الکتروود مرکب شیشه و کالومل اشباع (pH سنجی) در تعیین نقطه اکی والان تیتراسیون‌های اسید و باز بررسی می‌شود. با استفاده از این روش، درجه‌های اسیدی مختلف یک اسید چند ظرفیتی نیز سنجیده می‌شود و pK با استفاده از منحنی این تیتراسیون به دست می‌آید.

### مواد شیمیایی

محلول سود 0/1 M - مقدار مناسب سود خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم 250 mL برسانید.  
محلول فسفریک اسید 0/2 M - مقدار مناسب فسفریک اسید غلیظ را در آب مقطر حل کنید و به حجم 100 mL برسانید.  
محلول فسفریک اسید 0/02 M - 25 mL از محلول فسفریک اسید 0/2 M توسط پیپت ژوزه برداشته و به حجم 250 mL برسانید.

### روش کار

دستگاه pH سنج مجهز به الکتروود مرکب غشای شیشه را توسط محلول‌های بافر pH = 4 و pH = 7 تنظیم نمایید.  
الف - در یک بشر 250 mL، به وسیله پیپت ژوزه 100 mL از محلول 0/02 M هیدروکلریک اسید استاندارد بریزید و سپس الکتروود مرکب شیشه را تمیز کرده و داخل محلول قرار دهید و توسط محلول سود 0/1 M تیتراسیون را شروع کنید. منحنی تغییرات pH برحسب میلی‌لیتر معرف افزوده شده و همچنین منحنی دیفرانسیل

مربوط به  $\frac{dpH}{dV}$  (تغییرات پتانسیل در واحد حجم معرف مصرف شده) بر حسب حجم معرف مصرفی را نیز رسم کنید و از روی این دو منحنی نقطه اکی‌والان تیتراسیون را به دست آورید. با استفاده از نقطه اکی‌والان به دست آمده، مولاریته محلول سود را محاسبه کنید.

ب - مشابه قسمت الف، آزمایش بر روی ۱۰۰ mL از محلول هیدروکلریک اسید مجهول را نیز انجام دهید و پس از رسم منحنی‌های مربوطه، نقطه اکی‌والان تیتراسیون این محلول با محلول سود استاندارد را پیدا کنید و با استفاده از مولاریته محلول سود و حجم مصرفی آن، مولاریته اسید را بیابید و از روی آن مقدار کل هیدروکلریک اسید موجود در نمونه مجهول را بر حسب mg محاسبه و گزارش کنید.

پ - مشابه قسمت الف، آزمایش را برای ۱۰۰ mL فسفریک اسید ۰/۰۲ M انجام دهید. منحنی تغییرات pH و منحنی دیفرانسیلی pH را رسم کرده و واکنشی را که در هر بخش از منحنی تیتراسیون انجام می‌شود، بنویسید. با استفاده از این منحنی‌ها، pK درجه‌های اسیدی مختلف فسفریک اسید را محاسبه و گزارش کنید.

## آمپرسنجی دو الکترودی (بی آمپرومتری) - تیتراسیون محلول ید

### اصول کار

در این آزمایش، برای تعیین نقطه اکی والان تیتراسیون، از اندازه گیری شدت جریان بین دو میکروالکترود پلاتین قطبیده در طول تیتراسیون محلول ید با تیوسولفات، و رسم منحنی تغییرات Ip در طول تیتراسیون استفاده می شود.

### مواد شیمیایی

محلول سدیم تیوسولفات  $0.01\text{ M}$  - مقدار مناسب سدیم تیوسولفات پنج آبه را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $250\text{ mL}$  برسانید.

### روش کار

الف -  $5\text{ mL}$  از محلول ید  $0.005\text{ M}$  استاندارد را به وسیله پیت ژوژه و به کمک پیت پرکن به یک بشر  $50\text{ mL}$  انتقال دهید. حدود  $0.1\text{ g}$  پتاسیم یدید به آن افزوده و با آب مقطر حجم آن را تا حدود  $50\text{ mL}$  رقیق کنید. میکروالکترود دو تایی پلاتین را داخل محلول قرار داده و با قرار دادن کلید دستگاه روی Ip، پتانسیلی حدود  $V$   $0.1$  بین دو الکترود پلاتین برقرار کنید. همزن مغناطیسی را روشن کنید و پس از خواندن شدت جریان محلول، از داخل بورت قطره قطره محلول سدیم تیوسولفات  $0.01\text{ M}$  اضافه کنید و مقدار شدت جریان را در طول تیتراسیون یادداشت کنید. با رسم منحنی تغییرات شدت جریان بر حسب حجم معرف افزوده شده، نقطه اکی والان را بیابید و با استفاده از حجم تیوسولفات مصرفی، مولاریته آن را محاسبه نمایید.



ب - مشابه قسمت الف، آزمایش بر روی ۵ mL از محلول ید مجهول را نیز انجام دهید و پس از رسم منحنی مربوطه، نقطه اکی‌والان تیتراسیون این محلول با محلول تیوسولفات استاندارد را پیدا کنید و با استفاده از مولاریته محلول تیوسولفات و حجم مصرفی آن، مولاریته ید را بیابید و از روی آن مقدار کل ید موجود در نمونه مجهول را بر حسب mg محاسبه و گزارش کنید.

## نورسنجی (فتومتری) (۱) - اندازه‌گیری یون آهن

### اصول کار

در این آزمایش، برای اندازه‌گیری غلظت یون آهن (II)، آن را در محیطی با  $\text{pH} = 4$  با ارتوفنانترویلین ترکیب کرده، و کمپلکس حاصل با استفاده از روش نورسنجی و منحنی کالیبراسیون محلول‌های استاندارد  $\text{Fe}^{2+}$  که به همین روش آماده‌سازی شده‌اند، مقایسه می‌گردد. سپس با استفاده از قانون بیر - لامبرت و به روش رسم منحنی جذب بر حسب غلظت  $\text{Fe}^{2+}$  در طول موج جذب ماکزیمم، غلظت  $\text{Fe}^{2+}$  به دست می‌آید.

### مواد شیمیایی

محلول  $\text{Fe}^{2+}$   $100 \text{ mg L}^{-1}$  - مقدار مناسب نمک آمونیم آهن (II) سولفات شش آبه را در آب مقطر حل کنید و به آن ۳ mL سولفوریک اسید غلیظ افزوده و به حجم ۱ L برسانید.

محلول فنانترویلین ۰/۲۵٪ - مقدار مناسب از ۱ و ۱۰ - ارتوفنانترویلین یک آبه را در ۱۰۰ mL آب مقطر حل کنید (در صورت لزوم می‌توانید آن را گرم کنید).

محلول هیدروکسیل آمونیم کلرید ۱۰٪ - مقدار مناسب هیدروکسیل آمونیم کلرید را در ۱۰۰ mL آب مقطر حل کنید.

محلول سدیم استات ۲ M - مقدار مناسب سدیم استات را در ۱۰۰ mL آب مقطر حل کنید.

### روش کار

الف - هفت بالن ژوژه ۱۰۰ mL انتخاب کنید. در پنج بالن ژوژه اول به ترتیب ۱، ۲، ۳، ۴ و ۵ میلی‌لیتر از محلول استاندارد  $100 \text{ mg L}^{-1}$  آهن و در بالن ژوژه ششم ۵ mL از محلول مجهول بریزید. به هر یک از هفت بالن ژوژه

به ترتیب ۱۰ mL از محلول سدیم استات، ۵ mL از محلول ارتوفنانتروپین و ۵ mL از محلول هیدروکسیل آمونیم کلرید اضافه کرده و با آب مقطر به حجم برسانید و به مدت ۱۰ min برای تشکیل کامل کمپلکس به حال خود بگذارید.

ب - تعیین طول موج جذب ماکزیمم - پس از روشن کردن دستگاه، حدود ۱۵ min صبر کنید تا دستگاه آماده کار شود. پس از شستشو و تمیز کردن سلول‌های دستگاه (قطر سلول ۱ cm)، در یکی از آنها به عنوان محلول شاهد از محلول بالن ژوژه شماره ۷ تا حدود ۰/۵ cm بالای سلول بریزید و از آن همواره برای تنظیم صفر دستگاه استفاده نمایید. سلول مشابه دیگر را نیز از محلول شماره ۵ پر کنید.

دستگاه را روی طول موج ۳۵۰ nm تنظیم کنید و با قرار دادن محلول شاهد در مسیر نور، صفر دستگاه را تنظیم کرده و در همین شرایط با قرار دادن سلول حاوی محلول شماره ۵، جذب آن را اندازه‌گیری و یادداشت نمایید. حال دستگاه را در طول موج ۳۵۵ nm تنظیم کرده و مجدداً جذب محلول شماره ۵ را اندازه‌گیری و یادداشت نمایید. به همین روش، تا طول موج ۵۵۰ nm ادامه دهید و منحنی تغییرات جذب محلول  $5 \text{ mg L}^{-1}$  آهن (II) را برحسب طول موج رسم کنید. از روی این منحنی، طول موج جذب ماکزیمم کمپلکس آهن (II) ارتوفنانتروپین را در شرایط آزمایش، پیدا کنید.

پ - اندازه‌گیری جذب و رسم منحنی کالیبراسیون - دستگاه را روی طول موج ماکزیمم به دست آمده از قسمت ب تنظیم کرده و با قرار دادن سلول محلول شاهد، جذب دستگاه را روی صفر تنظیم نمایید. جذب محلول‌های استاندارد و نمونه (محلول‌های شماره ۱ تا ۶) را یک به یک با قراردادن سلول محتوی این محلول‌ها در همان شرایط تنظیم شده دستگاه، اندازه‌گیری کنید. منحنی استاندارد جذب بر حسب غلظت محلول‌های استاندارد را رسم کنید و از روی جذب خوانده شده محلول مجهول، غلظت آن را از روی منحنی رسم شده به دست آورید. با استفاده از غلظت به دست آمده مقدار کل  $\text{Fe}^{2+}$  را بر حسب mg در محلول مجهول محاسبه و گزارش کنید.

## نورسنجی (فتومتری) (۲) - اندازه‌گیری یون مس

### اصول کار

در این آزمایش، یون مس موجود در نمونه‌های آبی به‌وسیله آمونیاک به کمپلکس آبی رنگ با شدت رنگ نسبتاً قوی تبدیل می‌شود که طول موج ماکزیم آن ۶۵۰ nm است. با اندازه‌گیری جذب محلول در این طول موج و مقایسه آن با محلول‌های استاندارد یون مس که به همان روش تهیه شده‌اند، غلظت یون مس اندازه‌گیری می‌شود.

### مواد شیمیایی

محلول  $\text{Cu}^{2+}$   $1000 \text{ mg L}^{-1}$  - مقدار مناسب مس خالص فلزی را در کمترین میزان نیتریک اسید حل کنید و با آب مقطر به حجم ۲۵۰ mL برسانید.

محلول‌های استاندارد  $50-200 \text{ mg L}^{-1}$  یون مس - میزان مناسب از محلول استاندارد  $1000 \text{ mg L}^{-1}$  در چهار بالن ژوژه ۱۰۰ mL با پیپت ژوژه بریزید و با آب مقطر به حجم برسانید.

محلول ۵٪ آمونیم هیدروکسید - میزان مناسب از آمونیاک غلیظ را به‌وسیله استوانه مدرج برداشته و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ mL برسانید.

### روش کار

شش بالن ژوژه ۱۰۰ mL انتخاب کنید. در بالن ژوژه اولی به‌وسیله پیپت ژوژه، ۵۰ mL از محلول نمونه و در چهار بالن ژوژه بعدی، هر یک ۵۰ mL از محلول‌های استاندارد ۵۰ تا  $200 \text{ mg L}^{-1}$  بریزید. در بالن ژوژه ششم، به‌عنوان شاهد ۵۰ mL آب مقطر بریزید. در صورتی‌که هر یک از این محلول‌ها اسیدی باشد، لازم است قبل از

این کار، با استفاده از محلول رقیق سود، pH را به حدود ۴ تا ۵ برسانید. به هر یک از بالن‌ها، ۱۰ mL محلول آمونیاک ۵٪ بیافزایید و پس از به هم زدن به مدت ۲ تا ۳ دقیقه محلول را به حال خود بگذارید و سپس با آب مقطر به حجم ۱۰۰ mL برسانید.

پس از روشن کردن دستگاه اسپکتروفتومتر و تنظیم طول موج آن در ۶۵۰ nm، صفر دستگاه را با قرار دادن سلول ۱ cm محتوی محلول شماره ۶ (شاهد) در دستگاه، تنظیم کنید. در این شرایط، جذب محلول‌های ۲ تا ۵ را اندازه‌گیری و یادداشت کنید. جذب محلول مجهول را نیز به همین روش اندازه بگیرید. منحنی استاندارد تغییرات جذب برحسب غلظت یون مس را رسم نمایید و با استفاده از جذب محلول مجهول، غلظت یون مس را بیابید. مقدار  $\epsilon$  (ضریب جذب مولی) و یکای آن را برای این کمپلکس محاسبه نمایید. میزان یون مس موجود در نمونه را بر حسب mg گزارش نمایید.

توجه - در تجزیه آلیاژهای برنز و اندازه‌گیری مقدار مس موجود در آن‌ها، برای افزایش حساسیت روش و حذف پاره‌ای از مزاحمت‌ها به‌جای محلول آمونیاک، می‌توان از محلول ۲۵٪ تترااتیلن پنتامین، استفاده کرد. برای حذف مزاحمت آلومینیم نیز، می‌توان از تارتاریک اسید استفاده کرد.

## سنجش کولومتری - تیتراسیون اسید و باز

در این آزمایش یک اسید قوی (HCl) و یک باز قوی ( $\text{OH}^-$ ) که به طریق الکترولیز تهیه می‌شود، سنجش نموده و مقدار آن با استفاده از قانون فارادی محاسبه می‌شود.

نمونه مورد سنجش در بشر محتوی الکتروود قرار گرفته و نقطه پایانی تیتراسیون توسط روش pH متری تعیین شده و با استفاده از زمان رسیدن به نقطه اکی والان و قانون فارادی، میزان اسیدیته نمونه مجهول به دست می‌آید.

### مواد شیمیایی

محلول  $0.1 \text{ M KCl}$  - مقدار مناسب پتاسیم کلرید خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $50 \text{ mL}$  برسانید.  
محلول  $0.1 \text{ M HCl}$  - مقدار مناسب هیدروکلریک اسید خالص را در آب مقطر حل کنید و به حجم  $50 \text{ mL}$  برسانید.

### روش کار

قبل از شروع، دستگاه pH متر را توسط بافرهای ۴ و ۷ کالیبره نمایید.  $10 \text{ mL}$  از نمونه مجهول داده شده را داخل بشر شماره ۱ ریخته و به آن  $40 \text{ mL}$  محلول  $0.1 \text{ M KCl}$  اضافه کنید و تا حجم  $150 \text{ mL}$  آب مقطر بریزید. در بشر شماره ۲،  $40 \text{ mL}$  محلول  $0.1 \text{ M HCl}$  ریخته و تا حجم  $150 \text{ mL}$  آب مقطر بریزید. پل نمکی محلول  $\text{KNO}_3$  اشباع را بین دو بشر شماره ۱ و ۲ قرار دهید.

الکتروود کاتد پلاتین را در بشر شماره ۱ و الکتروود آند پلاتینی را در بشر شماره ۲ قرار دهید. الکتروود شیشه pH متر را در بشر شماره ۱ قرار داده و همزن مغناطیسی را روشن کنید. دستگاه کولومتر را روی جریان  $10 \text{ mA}$  قرار

داده و دستگاه را روشن نمایید. هر ۵۰ s یکبار pH را بخوانید. نزدیک نقطه پایانی هر ۱۰ s یکبار اندازه‌گیری کنید. منحنی تغییرات pH بر حسب زمان را رسم نموده و مقدار Q را با دانستن مدت زمان رسیدن به نقطه اکی‌والان محاسبه نموده و تعداد اکی‌والان‌های اسید موجود در نمونه مجهول را محاسبه کنید و میلی‌گرم اسید موجود در نمونه را به دست آورید.