



دانشگاه صنعتی شریف

دانشکده شیمی

دستور کار

آزمایشگاه شیمی فیزیک ۱ (شیمی)

تألیف: دکتر شهربانو رحمان ستایش

۱۳۹۳

تعیین وزن مولکولی مایعات فرار به روش دوماس

وسایل و مواد

حباب دوماس، دماسنج، بشر یک لیتری، چراغ گاز، مایع فرار

روش تجربی

حباب دوماس را تمیز و خشک کنید. حباب را به پمپ خلاء وصل کنید و شیر آن را باز کنید تا حباب تخلیه شود. تخلیه ممکن است تا 1 mmHg و یا کمتر انجام شود. شیر حباب را ببندید و آن را از پمپ خلاء جدا کنید. پس از تمیز کردن سطح خارجی حباب آن را وزن کنید. این عمل را تکرار کنید تا وزن ثابتی از حباب به دست آید. مایعی که قرار است مورد مطالعه قرار گیرد باید نقطه جوش آن بالاتر از دمای آزمایشگاه و پایین تر از نقطه جوش آب باشد. حباب را آهسته روی شعله گاز در حالی که شیر آن باز است گرم کنید. وقتی که حباب سرد شد لوله حباب را در مایع قرار دهید و شیر آن را باز کنید تا مایع به داخل آن کشیده شود. این عمل را تکرار کنید تا در حدود 10 تا 15 میلی لیتر مایع را در حباب قرار دهید.

بشر را از آب پر کنید و سنگ جوش را برای جلوگیری از پلغ زدن به آب اضافه کنید. دماسنجی را برای اندازه‌گیری دمای آب در بشر قرار دهید. آب را گرم کنید و وقتی آب به جوش آمد شعله را تا آن حدی کاهش دهید که آب به طور یکنواخت بجوشد. حباب را درون بشر آب قرار دهید به طوری که فقط شیر حباب بیرون از آب باشد. مایع درون حباب شروع به تبخیر شدن می‌کند و هوای داخل حباب را خارج می‌کند. وقتی تمام مایع تبخیر شد شیر حباب را ببندید و از بشر آب گرم آن را خارج کنید. دمای آب جوش و فشار آزمایشگاه را از بارومتر یادداشت کنید. حباب را در دمای آزمایشگاه سرد و سطح خارجی آن را تمیز و خشک کنید و سپس وزن کنید.

برای تعیین حجم حباب، حباب را در حالی که شیر آن باز است روی شعله گاز آهسته گرم کنید. لوله حباب را در آب مقطر بدون گاز برای وارد شدن آب به داخل آن قرار دهید. بقیه فضای حباب را تا زیر شیر آن با یک سرنگ تزریقی بزرگ که از سوراخ شیر عبور می‌کند از آب پر کنید. بعد از تمیز و خشک کردن سطح خارجی حباب، آن را وزن کنید.

محاسبات و سئوالات

۱- حجم حباب را از دانسیته آب در دمای آزمایشگاه و وزن آب مقطر محاسبه کنید.

۲- وزن مولکولی را از معادله حالت گاز کامل برای چند مایع فرار (استون، کلروفرم و ...) محاسبه کنید.

۳- وزن مولکولی را از معادله حالت وان در والس محاسبه و مقایسه کنید.

۴- برای اینکه انحراف از قانون گاز کامل به صفر نزدیک شود، در چه شرایطی باید آزمایش را انجام داد.

۵- در مورد وزن حباب و حجم حباب چه تصحیحی باید انجام دهیم.

اندازه گیری و محاسبه ظرفیت گرمایی گازها

۱- اندازه گیری ظرفیت گرمایی هوا

وسایل و مواد

حباب ۱۰ لیتری، مانومتر آبی با خط کش مدرج، چوب پنبه لاستیکی، لوله برای خروج هوا، فشاری لاستیکی، شیر شیشه‌ای و کلسیم کلرید برای خشک کردن هوا.

روش تجربی

دستگاه اندازه‌گیری نسبت ظرفیت‌های گرمایی نشان داده شده در شکل را سوار کنید. دمای آزمایشگاه را در طول آزمایش ثابت در نظر بگیرید. در صورت لزوم می‌توانید از ترموستات برای ثابت نگه داشتن دما استفاده کنید. با کمک فشاری لاستیکی هوا را به داخل حباب وارد کنید تا اختلاف دو سطح مایع درون مانومتر در حدود ۲۰ سانتیمتر گردد. وقتی که تعادل حرارتی با محیط اطراف برقرار گردید و یا تغییری در مانومتر مشاهده نشد، دما و اختلاف دو سطح مایع درون مانومتر را یادداشت کنید. درب حباب A را سریع بردارید و دوباره محکم ببندید. در اثر این عمل گاز منبسط می‌گردد و فشار آن از P_1 به فشار اتمسفر P_2 تغییر می‌کند. این عمل باید آن قدر سریع انجام گیرد که هیچ گونه حرارتی از خارج گرفته نشود (فرایند آدیباتیک). وقتی که گاز گرم می‌شود و به دمای اولیه می‌رسد، فشار هم افزایش می‌یابد تا ثابت گردد (۱۰ دقیقه). اختلاف دو سطح مایع درون مانومتر و دما را یادداشت کنید. پنج مرتبه آزمایش فوق را تکرار کنید و نتایج را یادداشت نمایید. فشار آزمایشگاه را در اول و آخر آزمایش اندازه بگیرید. هوایی که داخل حباب است باید خشک باشد برای این منظور مقداری کلسیم کلرید داخل حباب بریزید.

محاسبات و سئوالات

۱- از مقادیر اندازه‌گیری شده P_1 ، P_2 و P_3 نسبت ظرفیت‌های گرمایی (γ) را محاسبه کنید.

۲- مقادیر عددی $C_{p,m}$ و $C_{v,m}$ را برای هوا به دست آورید. با مقادیر موجود در منابع مقایسه و در صد خطا را محاسبه کنید.

۳- با استفاده از رابطه $dH=C_p dT$ نشان دهید که برای گازهای ایده ال $C_{p,m} - C_{v,m}=R$.

۴- نشان دهید که $C_{p,m}$ برای گازهای ایده آل فقط تابع دما (T) می‌باشد.

۵- برای یک گاز ایده آل رابطه $C_{v,m}=a+bT$ در دمای ثابت وجود دارد. این گاز در فرایند آدیاباتیک برگشت پذیر از P_1 به P_2 متراکم شده است. در این فرایند دما از T_1 به T_2 تغییر می‌کند. ساده ترین رابطه لگاریتمی بین T_1 ، T_2 و P_1 و P_2 را برحسب a ، b و R به دست آورید.

۲- اندازه گیری ظرفیت گرمایی گازها

وسایل و مواد

دستگاه اندازه گیری ظرفیت گرمایی نشان داده شده در شکل، شامل یک ظرف دهان گشاد یا بطری B است که با درپوش لاستیکی چهار سوراخی دهانه آن بسته شده است. این بطری از طریق شیر S_1 به مخزن گاز خشک و از طریق شیر S_3 به مانومتر انتها باز M وصل می‌شود. شیر S_2 برای خارج کردن هوای باقیمانده به اتمسفر است. S_1 ، S_2 و S_3 شیرهایی با سوراخ 4mm هستند. برای تنظیم سرعت جریان گاز، یک جریان سنج گازی را می‌توان به طور اختیاری بین مخزن گاز و دستگاه قرار داد. مانومتر تا نصف از مایع آلی با فشار بخار پایین پر می‌شود. ارلن مایر E که دارای جیوه است به جای شیر ایمنی عمل می‌کند و از به خارج ریختن مایع درون مانومتر به علت اتفاقی زیاد شدن فشار بطری B جلوگیری می‌کند. ارلن مایر E در ظرف T قرار دارد تا جیوه ریخته شده در آن جمع شود. عمق جیوه در E باید کمتر از جیوه معادل طول مانومتر M باشد و از نسبت دانسیته های مایع آلی و جیوه محاسبه می‌شود و کافی است در حدود 2cm باشد.

دستگاه با یک شیر تنظیم کننده فشار دو مرحله ای به مخزن گاز G وصل می‌شود. H نشان دهنده فشار بالا (فشار گاز در مخزن) و L نشان دهنده فشار پایین (فشار گاز خروجی) است. R شیر تنظیم کننده و N شیر سوزنی خروجی است. قسمت‌های مختلف دستگاه توسط لوله‌های لاستیکی قابل انعطافی به یکدیگر وصل شده‌اند.

روش تجربی

شیرهای S_1 و S_2 را برای خارج نمودن هوا باز کنید. کنترل کنید که شیر سوزنی خروجی مخزن (در جهت عقربه‌های ساعت) و شیر تنظیم کننده R (در جهت عکس عقربه‌های ساعت) بسته باشند. شیر اصلی مخزن V (در جهت عکس عقربه‌های ساعت) را باز کنید. فشار بالای مخزن در فشار سنج H ثبت می‌شود. سپس شیر تنظیم کننده R را در جهت عقربه‌های ساعت بپیچانید. این فشار تنظیم شده پایین در فشار سنج L ثبت می‌شود. فشار را در حدود ۱ یا ۲ تقسیم بندی در فشار سنج L قرار دهید (۵ تا ۲). دوباره کنترل کنید که شیرهای S_1 و S_2 باز هستند.

برای خارج نمودن هوا از سیستم، شیر سوزنی N را باز کنید و اجازه دهید که ۵ تا ۶ برابر حجم ظرف، گاز با سرعت در حدود 6 Lmin^{-1} تا ۵ عبور کند. سرعت جریان گاز را با تقریباً بستن شیر سوزنی N کاهش دهید. شیر S₂ را ببندید و اجازه دهید که فشار ثابت شده در مانومتر به حدود ۶۰۰ mm تا ۵۰۰ mm برسد. شیر سوزنی N و شیر S₁ را ببندید. اجازه دهید که سیستم در حدود ۱۵ دقیقه بماند تا به تعادل حرارتی با محیط اطرافش برسد. وقتی که فشار مانومتر ثابت شد، فشار مانومتر (اختلاف دو سطح مایع درون مانومتر) را یادداشت کنید. فشار گاز در سیستم برابر است با مجموع فشار اتمسفر و فشار مانومتر که باید همه بر حسب واحد یکسان تور بیان شوند.

فشار اتمسفر را از بارومتر موجود در آزمایشگاه یادداشت کنید. سیستم در حالت I (P_1 و V_1 ، T_1) است که T_1 دمای آزمایشگاه است.

برای انجام انبساط آدیاباتیک، در پوش C را از ظرف بردارید و سریع و محکم آن را سر جایش بگذارید. ظرف باید در حدود ۱ ثانیه در مجاورت اتمسفر باشد. این عمل را خیلی کند یا خیلی سریع انجام ندهید. وقتی که در پوش C سر جایش گذاشته می‌شود، سیستم در حالت II (P_2 و V_2 ، T_2) است. در حالت II گاز به طور آدیاباتیک انبساط یافته و دما از T_1 به T_2 کاهش می‌یابد. برای یک لحظه سطح‌های مایع در مانومتر مساوی می‌شوند و فشار تقریباً برابر فشار آزمایشگاه است.

هنگامی که گاز به تعادل حرارتی با محیط اطرافش رسید، دما از T_2 دو مرتبه به دمای اولیه T_1 افزایش می‌یابد و فشار تا P_3 ، فشار نهایی بطری در پایان کار افزایش می‌یابد. فشار مانومتر (اختلاف دو سطح مایع درون مانومتر) را یادداشت کنید و فشار P_3 برابر است با مجموع فشار اتمسفر و فشار مانومتر که همه باید بر حسب واحد یکسان تور بیان شوند. حالا سیستم در حالت III (P_3 و V_2 ، T_1) است. آزمایش را چند گاز تک اتمی، دو اتمی و چند اتمی تکرار کنید. هر اندازه‌گیری را حداقل سه بار انجام دهید.

محاسبات و سئوالات

- ۱- از مقادیر اندازه‌گیری شده P_1 ، P_2 و P_3 نسبت ظرفیت‌های گرمایی (γ) را محاسبه کنید.
- ۲- مقادیر عددی $C_{p,m}$ و $C_{v,m}$ را برای گاز به دست آورید. با مقادیر موجود در منابع مقایسه و در صد خطا را محاسبه کنید.
- ۳- ظرفیت گرمایی گاز را با استفاده از برنامه کامپیوتری پاسکال فهرست شده در شکل محاسبه کنید.
- ۴- $C_{v,m}$ اندازه‌گیری شده را با $C_{v,m}$ محاسبه شده از برنامه کامپیوتری مقایسه کنید.

- ۵- معادله ۶-۵ را که برای گاز های ایده آل و حقیقی صادق است را به دست آورید و نشان دهید که برای گاز ایده-
آل $C_{p,m} - C_{v,m} = R$ است.
- ۶- با استفاده از نمودار PVT، تغییرات حالت را در فرایندهای انجام گرفته در این آزمایش را نشان دهید.
- ۷- به طور مختصر اثر دیر یا زود گذاشتن در پوش C را در انبساط شرح دهید.
- ۸- به طور مختصر اثر سریع یا کند خواندن P_3 را شرح دهید و چه تاثیری در مقدار محاسبه شده γ و $C_{v,m}$ دارند.
- ۹- نشان دهید که C_p گازهای ایده آل مستقل از فشار و فقط تابعی از دما است.
- ۱۰- نشان دهید که C_v گازهای ایده آل مستقل از حجم و فقط تابعی از دما است.
- ۱۱- فرض کنید که برای گاز ایده آل مشخصی رابطه $C_{v,m} = a + bT$ وجود دارد. این گاز در فرایند آدیاباتیک برگشت پذیر از P_1 به P_2 متراکم شده است. در این فرایند دما از T_1 به T_2 تغییر می کند. ساده ترین رابطه لگاریتمی بین T_1, T_2, P_1 و P_2 را بر حسب a, b و R به دست آورید.

فشار بخار و گرمای تبخیر مایعات

وسایل و مواد

دستگاه رمزی یانگ که شامل یک بالن با دو بازوی جانبی و حجم در حدود ۵۰۰-۲۵۰ ml، قیف چکاننده، ۲ عدد دماسنج، حمام آب، چراغ گاز، تله یخ و نمک، تله فشار، مانومتر انتها باز، پمپ خلاء و مایع مجهول

روش تجربی

دستگاه رمزی یانگ را سوار کنید. اتصال‌های دستگاه را در صورت لزوم برای جلوگیری از نشتی به طور یکنواخت با گریس سیلیکون آغشته کنید.

قبل و بعد از آزمایش دما و فشار آزمایشگاه را یادداشت کنید. در قیف مایع مورد آزمایش را بریزید. تله یخ و نمک را از یخ و نمک پر کنید. شیر اتصال پمپ به سیستم را بسته و پمپ را روشن کنید و سپس شیر را باز نموده تا خلاء لازم ایجاد شود. پس از بستن شیر اتصال پمپ به سیستم اگر سطح جیوه در مانومتر پایین بیاید نشان دهنده وجود منفذی در دستگاه است که باید پیدا و بر طرف شود. پمپ را خاموش کنید و شیرقیف را به آرامی باز نمایید تا قطره های چکیده شده از پنبه نوک دماسنج به داخل بالن در هر دقیقه ۴ تا ۵ قطره باشد. حمام آب را گرم کنید تا قطره های مایع در داخل بالن تبخیر شوند. اختلاف دمای حمام آب و دماسنج داخل بالن نباید بیش از ۲۰ درجه باشد. در این موقع چراغ گاز را از زیر آب برداشته و هنگامی که حدود یک دقیقه دمای دماسنج داخل بالن ثابت ماند دمای آن و اختلاف ارتفاع ستون جیوه در دو لوله مانومتر را همزمان یادداشت کنید. شیر اتصال پمپ را به طرف محیط باز کنید تا ارتفاع جیوه در لوله سمت راست مانومتر حدود ۵ سانتیمتر کم شود. به روش بالا پس از گرم کردن آب و رسیدن به تعادل، دمای جوش و اختلاف ارتفاع ستون جیوه در دو لوله مانومتر را یادداشت کنید. این عمل را آنقدر ادامه دهید تا اختلاف ارتفاع ستون جیوه در دو لوله مانومتر صفر شود یعنی فشار داخل سیستم برابر فشار آزمایشگاه شود.

محاسبات و سئوالات

۱- فشار بخار مایع را از اختلاف فشار هوا در آزمایشگاه و فشار داده شده به وسیله مانومتر در دماهای مختلف بر حسب سانتیمتر جیوه محاسبه کنید.

۲- منحنی P را بر حسب دما رسم کنید (بهترین منحنی).

۳- منحنی $\ln P$ را بر حسب عکس دمای مطلق رسم کنید (بهترین خط راست) و نقطه جوش نرمال را به دست آورید.

۴- آنتالپی مولی تبخیر $\Delta_{\text{vap}}H_m$ را از شیب نمودار به دست آورید و با مقدار موجود در منابع مقایسه و در صد خطا را محاسبه کنید.

۵- آنتروپی مولی تبخیر $\Delta_{\text{vap}}S_m$ را در نقطه جوش نرمال محاسبه کنید.

۶- علت پوشاندن تله با یخ و نمک چیست و این عمل چه تاثیری در مانومتر دارد؟

۷- علت بالا نگهداشتن دمای حمام به اندازه 18°C تا 20°C در روش رمزی یانگ چیست.

۸- فشار بخار مایعی با وزن مولکولی ۱۸ در 90°C برابر با $0/69$ اتمسفر و گرمای تبخیر آن برابر 542 cal g^{-1} می باشد. فشار بخار این مایع را در 100°C محاسبه کنید.

۹- معادله (۱۶-۱۰) با فرض اینکه آنتالپی مولی تبخیر مستقل از دما باشد به دست آمده است. اگر محدوده دما زیاد باشد، یا اندازه گیری های فشار بخار خیلی دقیق باشد و یا ΔC_p سیستم زیاد باشد باید بستگی آنتالپی مولی تبخیر را به دما در نظر گرفت. معادله ای را برای محاسبه آنتالپی تبخیر بدون در نظر گرفتن این فرض به دست آورید.

ثابت تفکیک اسید ضعیف

وسایل و مواد

دستگاه pH سنج، الکترودهای شیشه و کالومل، بورت ۲۵ ml، ۲ عدد بالن حجم سنجی ۱۰۰ ml، بشر ۲۵۰ ml، ارلن مایر ۱۰۰ ml، همزن مغناطیسی، میله همزن مغناطیسی، پیپت ۵۰ ml و ۱۰ ml، محلول‌های بافر ۴ و ۷، فنل فتالین، استیک اسید ۰/۱ M و سدیم هیدروکسید ۰/۱ M

روش تجربی

قبل از شروع آزمایش با کمک مسئول آزمایشگاه با طرز کار pH سنج موجود در آزمایشگاه آشنا شوید. دستگاه pH سنج را با محلول‌های بافر موجود در آزمایشگاه تنظیم کنید. ۱۰۰ ml استیک اسید ۰/۱ M و ۱۰۰ ml سدیم هیدروکسید ۰/۱ M را تهیه کنید. در یک بشر ۲۵۰ ml تمیز و خشک، ۵۰ ml استیک اسید ۰/۱ M بریزید و یک میله مغناطیسی را داخل بشر بگذارید و چند قطره فنل فتالین در آن بریزید. بشر را روی همزن مغناطیسی قرار دهید. بورت را از سود ۰/۱ M که فاکتور آن را تعیین کرده‌اید پر نمایید و در بالای بشر قرار دهید به طوری که قطره‌های سود به داخل بشر ریخته شود. الکترودها را پس از شستن با آب مقطر و خشک کردن داخل محلول استیک اسید قرار دهید. همزن را روشن کنید تا محلول پیوسته و به آرامی همزده شود و pH محلول را بخوانید. دقت نمایید که میله مغناطیسی به الکترودها نخورد و آنها را نشکند. محلول سود را به محلول اسید اضافه کنید. سود اضافه شده در مراحل اولیه ۱-۲ ml می‌باشد که پس از هر بار ریختن حجم دقیق سود اضافه شده و pH محلول را یادداشت کنید. از pH در حدود ۱۰/۵-۶ مقادیر سود اضافه شده باید ۰/۱ ml باشد. پس از آنکه pH به حدود ۱۰/۵ رسید، دوباره هر بار ۱-۲ ml سود به محلول اضافه کنید و pH را یادداشت کنید. اضافه کردن سود را آنقدر ادامه دهید تا تغییر مشاهده شده در pH کم گردد. پس از انجام آزمایش الکترودها را از بشر در آورید و با آب مقطر شسته و سرجایش بگذارید.

محاسبات و سئوالات

- ۱- منحنی pH را بر حسب میلی لیتر سود اضافه شده (V) رسم کنید.
- ۲- منحنی $\Delta pH / \Delta V$ را بر حسب میلی لیتر سود اضافه شده (V) رسم کنید.
- ۳- نقطه اکی‌والان را در هر یک از منحنی‌های بالا نشان دهید. تفاوت دو منحنی بالا در چیست.

۴- pK_a و ثابت تفکیک استیک اسید را به دست آورید و با مقدار موجود در منابع مقایسه و درصد خطا را محاسبه کنید.

۵- قدرت یونی I_m محلولی که شامل 0.001 mol MgSO_4 ، 0.005 mol MgCl_2 ، 0.010 mol KCl و $100 \text{ g H}_2\text{O}$ است را محاسبه کنید.

۶- در صورتی که از تفکیک استیک اسید صرفه نظر کنیم، نشان دهید که قدرت یونی محلول $I = b$ ($b < a$) می‌باشد. b مولاریته سود و a مولاریته استیک اسید است.

۷- اگر $I = b$ و $A = 0.509$ در 25°C باشد، منحنی $\text{pH} - \log \frac{b}{a-b} + A\sqrt{I}$ را بر حسب I رسم کنید (بهترین خط راست). از عرض از مبدا pK_a و ثابت تفکیک استیک اسید را محاسبه کنید.

ثابت تفکیک یک معرف به روش اسپکتروفوتومتری

وسایل و مواد

اسپکتروفومتر برای اندازه‌گیری جذب در ناحیه مرئی، pH سنج، ۳ عدد بالن حجم سنجی ml ۲۵۰، ۱۴ عدد بالن حجم سنجی ml ۱۰۰، ۶ عدد بالن حجم سنجی ml ۵۰، استوانه مدرج و پیپت برای تهیه محلول‌ها، سدیم استات، استیک اسید، کلریدریک اسید، اتانول ۹۵ درصد، محلول کل متیل رد که از حل کردن ۱ گرم کریستال متیل رد در ml ۳۰۰ اتانول ۹۵ درصد و رقیق کردن تا ml ۵۰۰ در یک بالن حجم سنجی با آب مقطر تهیه می‌شود.

روش تجربی

برای تهیه محلول استاندارد از محلول کل متیل رد، ml ۱۰ از محلول کل را به ml ۱۲۵ اتانول ۹۵ درصد در یک بالن حجم سنجی ml ۲۵۰ اضافه کنید و سپس با آب مقطر رقیق کنید.

طیف‌ها

طول موجهایی که HMR⁻ و MR⁻ ماکزیمم جذب را دارند از اندازه‌گیری جذب از ۳۵۰ nm تا ۶۰۰ nm محلول اسیدی (محلول A) و محلول بازی (محلول B) معرف تعیین می‌شوند.

برای تهیه محلول A، ml ۱۰ از محلول استاندارد و ml ۱۰ از ۰/۱ M HCl را در یک بالن حجم سنجی ml ۱۰۰ بریزید و با آب رقیق کنید. pH محلول اسیدی در حدود ۲ است و معرف به فرم HMR وجود دارد.

برای تهیه محلول B، ml ۱۰ از محلول استاندارد و ml ۲۵ سدیم استات ۰/۰۲۵ M را در یک بالن حجم سنجی ml ۱۰۰ بریزید و با آب رقیق کنید. pH محلول بازی در حدود ۸ است و معرف به فرم MR⁻ وجود دارد.

با سل‌های یکسان و آب مقطر در سل مرجع، جذب محلول‌های HMR⁻ و MR⁻ را اندازه‌گیری کنید.

ضرایب جذب مولی

۱۵، ۲۰ و ۲۵ میلی لیتر از محلول A را تا ml ۵۰ با ۰/۰۱ M HCl رقیق کنید. جذب‌های هر محلول و محلول رقیق نشده A را در λ_1 و λ_2 اندازه‌گیری کنید.

۱۵، ۲۰ و ۲۵ میلی لیتر از محلول B را تا ml ۵۰ با سدیم استات ۰/۰۱ M رقیق کنید. جذب‌های هر محلول و محلول رقیق نشده B را در λ_1 و λ_2 اندازه‌گیری کنید.

ثابت تفکیک

برای تعیین pK_a متیل رد محلول‌هایی با pH های مختلفی از محلول استاندارد متیل رد و نسبت‌های متفاوتی از استیک اسید و سدیم استات را تهیه کنید.

شماره محلول	محلول استاندارد (ml)	0.02M HAC	0.04M NaAC	آب (ml)	حجم کل (ml)
۱	۱۰	۵۰	۲۵	۱۵	۱۰۰
۲	۱۰	۲۵	۲۵	۴۰	۱۰۰
۳	۱۰	۲۰	۲۵	۴۵	۱۰۰
۴	۱۰	۱۵	۲۵	۵۰	۱۰۰
۵	۱۰	۱۰	۲۵	۵۵	۱۰۰
۶	۱۰	۵	۲۵	۶۰	۱۰۰
۷	۱۰	۱	۲۵	۶۴	۱۰۰

برای هر محلول pH و جذب را در λ_1 و λ_2 اندازه گیری کنید.

محاسبات و سئوالات

۱- λ_1 و λ_2 را از منحنی‌های جذب بر حسب طول موج تعیین کنید. دو طول موج را یکی در سمت راست و دیگری در سمت چپ نقطه ایزوستیک انتخاب کنید. طول موج‌هایی را انتخاب کنید که فرم‌های اسیدی و بازی بیشترین تفاوت در جذب را دارند.

۲- جذب را بر حسب غلظت متیل رد در محلول‌های اسیدی و بازی در طول موج‌های λ_1 و λ_2 رسم کنید (بهترین خط راست).

۳- ضرایب جذب مولی ϵ_1 و ϵ_2 را از شیب‌ها محاسبه کنید.

۴- غلظت هر یک از محلول‌های اسیدی و بازی متیل رد را در محلول‌های بافر به دست آورید.

۵- pH را بر حسب $\log \left(\frac{[MR^-]}{[HMR]} \right)$ رسم کنید (بهترین خط راست) و pK_a را از عرض از مبدا به دست آورید. مقدار به دست آمده را با مقدار موجود در منابع مقایسه و درصد خطا را محاسبه کنید.

تعیین ثابت تعادل $I_2(aq) + I^- (aq) \leftrightarrow I_3^- (aq)$

وسایل و مواد

۴ عدد قیف جدا کننده، بورت ۵۰ ml، بالن حجم سنجی ۲۵۰ ml و ۱۰۰ ml، ۲ عدد ارلن مایر، بشر، استوانه مدرج، پیپت ۵۰ ml و ۵، ید، کربن تتراکلرید، پتاسیم یدید، سدیم تیوسولفات و چسب نشاسته

روش تجربی

۱- محلول‌های زیر را تهیه و در قیف‌های جدا کننده بریزید.

شماره محلول	حجم محلول اشباع ید در کربن تترا کلرید (ml)	حجم کربن تتراکلرید (ml)	حجم آب مقطر (ml)
۱	۳۰	۰	۱۵۰
۲	۲۵	۵	۱۵۰
۳	۲۰	۱۰	۱۵۰
۴	۱۵	۱۵	۱۵۰

در قیف‌ها را ببندید و آنها را برای مدت ۳۰-۴۵ دقیقه هم بزنید. دقت این آزمایش به هم زدن شما بستگی دارد. بعد از هم زدن اجازه دهید که دو فاز به طور کامل از یکدیگر جدا شوند. ۱۰۰ ml سدیم تیوسولفات ۰/۰۵M را تهیه کنید. ۵۰ ml از فاز آبی را برداشته و در ارلن بریزد و آن را با سدیم تیوسولفات استاندارد ۰/۰۵M تیترا کنید. (از چسب نشاسته بعنوان معرف استفاده کنید). سپس ۵ ml از فاز کربن تترا کلرید را برداشته و در ارلن بریزید و مانند فاز آبی تیترا کنید (در هنگام تیتراسیون شدید تکان دهید).

۲- محلول‌های زیر را تهیه و در قیف‌های جدا کننده بریزید.

شماره محلول	حجم محلول اشباع ید در کربن تتراکلرید (ml)	حجم کربن تتراکلرید (ml)	حجم محلول KI (ml)	غلظت محلول KI (M)
۱	۳۵	۱۵	۲۰۰	۰/۱۰
۲	۳۰	۲۰	۲۰۰	۰/۰۷
۳	۲۵	۲۵	۲۰۰	۰/۰۵

در قیف‌ها را ببندید و آنها را به مدت ۳۰-۴۵ دقیقه هم بزنید. اجازه دهید که دو لایه به طور کامل از یکدیگر جدا شوند. ۵ ml از فاز کربن تتراکلرید و ۵۰ ml از فاز آب را برداشته و مانند قبل تیترا کنید.

برای اینکه نتایج خوبی به دست آید، باید قیفها را خیلی خوب هم زنید و از آلودگی یک لایه به لایه دیگر جلوگیری کنید.

محاسبات و سئوالات

۱- ضریب تقسیم را حداقل برای دو محلول مختلف به دست آورید. آیا تشابهی بین اعداد حاصل وجود دارد. ضریب تقسیم متوسط را محاسبه کنید.

۲- ثابت تعادل را حداقل برای دو محلول مختلف محاسبه کنید. ثابت تعادل متوسط را به دست آورید.

۳- قانون توزیع را اثبات کنید.

۴- استفاده از معادله برای محاسبه ضریب تقسیم به چه شرطی صادق است.

۵- سه مورد از کاربردهای دیگر اندازه‌گیری ضریب تقسیم را شرح دهید.

۶- عمل استخراج به ازاء حجم معینی از حلال در چند دفعه راندمان بیشتری دارد تا اینکه همه حلال در یک مرحله به کار رود.

تعیین وزن مولکولی به روش نزول نقطه انجماد

وسایل و مواد

دستگاه اندازه‌گیری نقطه انجماد نشان داده شده در شکل، دماسنج بکمن، کرنومتر، استوانه مدرج، آب مقطر یا حلال های دیگر، قرص اوره یا مواد دیگر و یخ و نمک.

روش تجربی

برای تعیین ΔT_f لازم است که نقاط انجماد حلال خالص و محلول با غلظت معلوم اندازه‌گیری شوند. از دستگاه نشان داده شده در شکل ۷-۲ برای این منظور استفاده می‌شود. دستگاه شامل لوله شیشه‌ای A با بازوی جانبی D برای قرار دادن حل شونده است که لوله انجماد نامیده می‌شود. لوله انجماد با درپوش چوب پنبه‌ای که از آن دماسنج حساس T و همزن S عبور داده شده، بسته می‌شود. لوله انجماد توسط یک چوب پنبه در داخل لوله B قرار گرفته است. لوله B مانع از این می‌شود که لوله انجماد A در تماس مستقیم با مخلوط سرد کننده قرار گیرد. بنابراین، محتوی لوله انجماد A آهسته و به طور یکنواخت سرد می‌شود. کل دستگاه در ظرف بزرگ C که دارای مخلوط سردکننده که دمای آن بیشتر از ۵ درجه پایین‌تر از نقطه انجماد حلال نیست، قرار دارد. مخلوط سردکننده یخ و نمک برای حلال آب مناسب است. ظرف C با در فلزی یا پلاستیکی بسته می‌شود. درپوش فلزی دارای سوراخ مرکزی برای قرار دادن لوله B و هم چنین سوراخ‌هایی برای همزن E و دماسنج معمولی است.

معمولاً کاهش نقطه انجماد در محلول‌های رقیق کم است. بنابراین، با دماسنج‌های معمولی به طور دقیق اندازه‌گیری نمی‌شوند. برای این منظور دماسنج بکمن مناسب است. دماسنج بکمن دمای مطلق را نشان نمی‌دهد، بلکه تغییرات کوچک در دما با دقت بسیار زیادی اندازه‌گیری می‌شود. همان‌طور که در شکل ۷-۳ نشان داده شده است، تمام طول دماسنج 6°C تا 5°C است که کوچکترین تقسیم بندی آن 0.1°C یا 0.2°C است و تا 0.02°C را می‌توان تخمین زد. این دماسنج از یک لوله موئین نازک و دو مخزن یکی در بالا و دیگری در پایین تشکیل شده است. عمل مخزن بالایی تنظیم مقدار جیوه در مخزن پایینی است. یکی از مشخصات ویژه دماسنج بکمن این است که مقدار جیوه در مخزن‌ها را می‌توان به نحوی تنظیم کرد که بتواند دما را در هر محدوده‌ای بخواند. این تنظیم با انتقال جیوه از مخزن بالایی به مخزن پایینی و یا بالعکس انجام می‌گیرد. هرچه دمایی را که می‌خواهیم دماسنج بخواند پایین‌تر باشد، مقدار جیوه در مخزن پایینی باید بیشتر باشد.

قبل از استفاده از دماسنج بکمن باید آن را تنظیم کرد یعنی مقدار جیوه در مخزن پایینی به طوری تنظیم شود که در دمای آزمایش انتهای جیوه در لوله موئین روی درجه مورد نظر باشد. در اندازه‌گیری نزول نقطه انجماد، نقطه

انجماد حلال خالص باید بین ۶-۴ درجه بندی دماسنج بکمن باشد. در اندازه‌گیری صعود نقطه جوش، نقطه جوش حلال خالص باید بین ۲-۰ درجه بندی دماسنج بکمن باشد.

دماسنج بکمن را همراه با یک دماسنج معمولی دیگر در حمام مناسب که دمای آن برابر با نقطه انجماد حلال در اندازه‌گیری نزول نقطه انجماد و یا نقطه جوش حلال در اندازه‌گیری صعود نقطه جوش است قرار دهید. چند دقیقه صبر کنید تا دماسنج به دمای حمام برسد. سه حالت ممکن است اتفاق افتد.

۱- جیوه در لوله موئین روی درجه مورد نظر قرار گیرد که در این صورت می‌گوییم دماسنج تنظیم است.

۲- جیوه در لوله موئین بالاتر از درجه مورد نظر قرار گیرد. بنابراین، مقدار جیوه در مخزن پایینی زیاد است و باید جیوه به مخزن بالایی منتقل شود. برای انجام این عمل دماسنج را در آب گرم قرار دهید تا قطره‌های جیوه در انتهای لوله موئین در بالای دماسنج جمع شوند. با چند ضربه ملایم قطره‌ها جدا و به مخزن بالایی منتقل می‌شوند.

۳- جیوه در لوله موئین پایین‌تر از درجه مورد نظر قرار گیرد. بنابراین، مقدار جیوه در مخزن پایینی کم است و باید جیوه از مخزن بالایی به آن منتقل شود. برای انجام این عمل نیز دماسنج را در آب گرم قرار دهید تا قطره‌های جیوه در حباب بالای دماسنج جمع شوند. سپس دماسنج را وارونه کنید و با ضربه‌های ملایم مقداری جیوه از مخزن بالایی جدا و در تماس با جیوه حباب قرار دهید. دماسنج را به حالت اول برگردانید. با سرد کردن دماسنج جیوه از لوله موئین وارد مخزن پایینی می‌شود.

در بعضی مواقع شما مجبور می‌شوید که عمل تنظیم دماسنج را برای چندین مرتبه انجام دهید. با تمرین می‌توانید عمل تنظیم را با سرعت بیشتری انجام دهید. مخزن بالایی دماسنج بکمن همان طور که در شکل ۷-۴ نشان داده شده است، مدرج شده و به آسانی می‌توان مقدار جیوه در حباب را تنظیم کرد.

لوله انجماد A و لوله B را پس از تمیز کردن، با الکل و استون بشویید و در آن خشک کنید. لوله انجماد A را تمیز و خشک وزن کنید. در حدود ۲۰ ml از حلال خالص را داخل لوله بریزید. مقدار حلال باید به قدری باشد که حباب دماسنج بکمن کاملاً در آن قرار گیرد. سپس لوله انجماد را با حلال وزن کنید. دماسنج بکمن تنظیم شده تمیز و خشک و همزن را داخل لوله انجماد قرار دهید. مطمئن باشید که همزن با دماسنج برخورد نکند. ابتدا لوله انجماد حاوی حلال را مستقیماً در داخل مخلوط سردکننده قرار دهید تا دمای آن کمی بالاتر از نقطه انجماد حلال برسد. لوله انجماد را خشک کنید و در لوله B که در ظرف C که محتوی مخلوط سردکننده است، قرار دهید. دمای مخلوط سردکننده نباید بیشتر از ۵ درجه پایین‌تر از نقطه انجماد حلال باشد. اگر حلال آب است مخلوط یخ و نمک مناسب است. در حالی که محلول به طور یکنواخت و مداوم هم زده می‌شود، دما را هر ۳۰ ثانیه یکبار یادداشت کنید

تا انجماد صورت گیرد. قبل از خواندن دماسنج به آن ضربه ملایم بزنید تا از چسبیدن جیوه در لوله موئین جلوگیری شود. وقتی انجماد رخ داد، خواندن دما را برای ۵ دقیقه ادامه دهید.

لوله انجماد را از لوله B خارج نموده و آن را با دست گرم کنید و مقدار معینی از نمونه‌ای که می‌خواهید وزن مولکولی آن را اندازه‌گیری کنید و به صورت قرص است را وزن کنید. مقدار نمونه باید در حدود ۰/۲ تا ۰/۳ گرم باشد. نمونه را از بازوی جانبی D به داخل حلال وارد کنید و حلال را هم بزنید تا ماده به طور کامل حل شود. پس از حل شدن همه ماده نقطه انجماد آن را مانند حلال خالص به دست آورید.

محاسبات و سئوالات

- ۱- منحنی‌های سرد شدن حلال و محلول را رسم کنید. آیا تأخیر در انجماد مشاهده می‌شود؟
- ۲- نقطه انجماد حلال خالص و محلول و کاهش در نقطه انجماد را محاسبه کنید.
- ۳- وزن مولکولی ماده حل شده را محاسبه کنید.
- ۴- معادله (۷-۱۲) برای محاسبه وزن مولکولی به چه شرطی قابل استفاده است.
- ۵- مایع فوق سرد را تعریف کنید.
- ۶- علت تأخیر در انجماد را شرح دهید.
- ۷- برای به حداقل رساندن پدیده فوق انجماد چه اعمالی را می‌توان انجام داد.

ویسکوزیته مایعات

۱- اندازه‌گیری ویسکوزیته مخلوط‌های دو جزئی

وسایل و مواد

ویسکومتر استوالد، پیکنومتر، کرنومتر، ترموستات با دیوار شیشه‌ای، ۴ عدد ارلن مایر ml ۱۰۰ با درپوش چوب پنبه‌ای مناسب، ۲ عدد بورت ml ۵۰، استوانه مدرج، سولفوریک اسید، پتاسیم دی‌کرومات، استون و کلروفرم یا هر ماده دیگر

روش تجربی

ویسکومتر استوالد را با مخلوط سولفوریک اسید و پتاسیم دی‌کرومات (کرومیک اسید) بشویید و سپس چند مرتبه با آب مقطر شستشو دهید. مقدار ثابت ویسکومتر (A) را با اندازه‌گیری زمان جریان آب تعیین کنید. ویسکومتر را به طور عمودی در ترموستات قرار دهید. با یک استوانه مدرج مقدار معینی آب مقطر در ویسکومتر بریزید. مقدار نمونه باید به قدری باشد که سطح مایع در حباب پایین تا وسیع‌ترین سطح برسد تا تغییرات در طی جریان کم باشد. همان حجم را نیز برای سایر نمونه‌های دیگر به کار ببرید. با یک حباب لاستیکی که به بالای لوله وصل می‌شود، نمونه را تا بالای نشانه حباب کشیده و رها کنید تا در لوله مویی پایین رود. زمان طی شده مایع بین دو نشانه را به دقت اندازه‌گرفته و یادداشت کنید. به این ترتیب، زمان جریان را برای استون و کلروفرم خالص و چهار مخلوط مختلف از استون و کلروفرم اندازه‌گیری کنید. با استفاده از بورت‌ها، ml ۵۰ از مخلوط‌هایی با غلظت‌های ۲۰٪، ۴۰٪، ۶۰٪ و ۸۰٪ حجمی از استون را در ارلن‌های تمیز و خشک تهیه کنید و آنها را با درپوش چوب پنبه‌ای ببندید.

دانشیته استون و کلروفرم خالص و چهار مخلوط مختلف از استون و کلروفرم را با استفاده از پیکنومتر تعیین کنید. برای تعیین حجم پیکنومتر، پیکنومتر را خالی، تمیز و خشک وزن کنید. سپس پیکنومتر را از آب مقطر پر کنید و در آن را که دارای لوله‌ای مویین است، در جای خودش قرار دهید. آب مقطر اضافی بیرون می‌ریزد. پیکنومتر را توسط کاغذ صافی خشک کنید و در حالی که پر از آب است، وزن کنید. به این ترتیب، پیکنومتر را در حالی که پر از استون و کلروفرم خالص و چهار مخلوط مختلف از آنها است، وزن کنید.

محاسبات و سئوالات

- ۱- حجم پیکنومتر و سپس دانسیته محلول‌ها را محاسبه کنید.
- ۲- ویسکوزیته محلول‌ها را محاسبه کنید و آنها را بر حسب غلظت (کسر مولی روی محور x ها) رسم نمایید. منحنی حاصل را تفسیر کنید.
- ۳- ویسکوزیته مخصوص، ویسکوزیته نسبی، ویسکوزیته کاهش یافته، ویسکوزیته درونی و ویسکوزیته ذاتی را تعریف کنید و فرمول‌های آنها را بنویسید.
- ۴- چگونه می‌توان از نتایج ویسکومتری شعاع مولکولی ماده‌ای را تعیین کرد.
- ۵- چگونه می‌توان از نتایج ویسکومتری جرم مولی ماده‌ای را تعیین کرد.

۲- تغییرات ویسکوزیته یک مایع با دما

وسایل و مواد

ویسکومتر استوالد، پیکنومتر، کرنومتر، ترموستات، سولفوریک اسید، پتاسیم دی‌کرومات، کربن تتراکلرید یا هر ماده دیگر

روش تجربی

مایع مورد آزمایش را در ویسکومتر ریخته و آن را در ترموستات در دماهای مختلف (۲۰ تا ۴۰ درجه سانتیگراد) قرار دهید. پس از رسیدن به تعادل گرمایی، زمان عبور مایع را اندازه‌گیری کنید. دانسیته مایع را در دماهای مختلف با استفاده از پیکنومتر تعیین کنید.

محاسبات و سئوالات

منحنی $\log \eta$ را بر حسب $\frac{1}{T}$ رسم کنید (بهترین خط راست).

با استفاده از معادلات موجود، مقادیر ΔG^* ، ΔH^* و ΔS^* را محاسبه کنید.

۳- تعیین شعاع ملکولی به روش اندازه‌گیری ویسکوزیته

وسایل و مواد

ویسکومتر استوالد، پیکنومتر، کرنومتر، ترموستات، پیپت، ۳ عدد بالن حجم سنجی ۱۰۰ ml، سولفوریک اسید، پتاسیم دی‌کرومات، گلیسرین و یا هر ماده دیگر

روش تجربی

۱۰۰ ml از محلول‌هایی با غلظت‌های ۱ M، ۰/۵ M و ۰/۱ M از گلیسرین در آب تهیه کنید. زمان جریان آب و محلول‌های گلیسرین را اندازه‌گیری کنید. پیکنومتر را خالی، تمیز و خشک وزن کنید. پیکنومتر را از آب و محلول‌ها پر و وزن کنید.

محاسبات و سئوالات

- ۱- با استفاده از رابطه انیشتین $\eta/\eta_0 = 1 + 2.5\phi$ که η ویسکوزیته محلول، η_0 ویسکوزیته حلال و ϕ کسر حجمی ماده حل شونده در محلول است، رابطه‌ای بین ویسکوزیته و شعاع مولکولی را به دست آورید.
- ۲- η/η_0 را بر حسب C غلظت ماده حل شونده بر حسب گرم در لیتر رسم کنید (بهترین خط راست). شعاع مولکولی R را از شیب نمودار به دست آورید و با مقدار موجود در منابع مقایسه و در صد خطا را محاسبه کنید.

۴- تعیین جرم مولی ماکرو مولکول به روش اندازه‌گیری ویسکوزیته

وسایل و مواد

ویسکومتر استوالد، پیکنومتر، کرنومتر، ترموستات، پیپت، ۳ عدد بالن حجم سنجی ۱۰۰ ml، سولفوریک اسید، پتاسیم دی‌کرومات، پلی استیرن، استون به عنوان حلال و یا هر ماده دیگر

روش تجربی

سه محلول با غلظت‌های ۱ g، ۰/۱ g و ۰/۰۱ g از پلی استیرن در ۱۰۰ ml استون تهیه کنید. زمان جریان آب مقطر و محلول‌های پلی استیرن را اندازه‌گیری کنید. پیکنومتر را خالی، تمیز و خشک وزن کنید. پیکنومتر را از آب و محلول‌ها پر و وزن کنید.

محاسبات و سئوالات

- ۱- ویسکوزیته و ویسکوزیته کاهش یافته (η_{red}) محلول‌ها را محاسبه کنید.
- ۲- η_{red} را بر حسب C غلظت ماده حل شونده بر حسب گرم پلی استیرن در ۱۰۰ ml از حلال رسم کنید (بهترین خط راست) و ویسکوزیته ذاتی $[\eta]$ را از عرض از مبدا به دست آورید.
- ۳- با استفاده از رابطه ویسکوزیته ذاتی و جرم مولی ماکرو مولکول، جرم مولی متوسط پلی استیرن را محاسبه کنید.

دیاگرام فاز سیستم دو جزئی

وسایل و مواد

حمام آب، ۲ عدد دماسنج، پیپت ۱۰ ml، لوله آزمایش، لوله شیشه‌ای با قطر بزرگتر از لوله آزمایش یا یک بشر برای قرار دادن لوله آزمایش، همزن، فنل و آب یا هر ماده دیگر

روش تجربی

۱/۵ گرم فنل را در لوله آزمایش بریزید، به طوری که فنل به جداره لوله نچسبد. سپس با پیپت ۱ ml آب مقطر به آن بیفزایید. دماسنج را داخل لوله قرار دهید و در حمام آب گرم بگذارید (دمای حدود 70°C). مخلوط را با دماسنج به هم بزنید تا یک فاز تشکیل شود (محلول داخل لوله شفاف شود). لوله را از حمام آب بیرون آورید و سطح خارجی آن را خشک کنید و در لوله شیشه‌ای قرار دهید. محلول را با دماسنج به طور یکنواخت به هم بزنید و به محض کدر شدن دمای آن را یادداشت کنید. اگر در خواندن دما اشتباه کردید، آزمایش را تکرار کنید. طبق جدول زیر آب مقطر بیفزایید و آزمایش را تکرار کنید.

شماره آزمایش	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹	۱۰	۱۱	۱۲
(ml) آب	۱	۱/۵	۲	۲/۵	۳	۳/۵	۴/۵	۶	۸/۵	۱۱	۱۳/۵	۱۶/۵

محاسبات و سئوالات

- ۱- در صد وزنی آب را محاسبه کنید.
- ۲- دیاگرام حلالیت سیستم آب و فنل را بر حسب دما و درصد وزنی رسم کنید (بهترین منحنی).
- ۳- غلظت بحرانی و دمای بحرانی بالایی محلول را به دست آورید و با مقدار موجود در منابع مقایسه و در صد خطا را محاسبه کنید.
- ۴- نمونه‌ای از ۵ g فنل و ۵ g آب در دمای 50°C تهیه شده است. ترکیب فازها چیست؟ وزن هر یک از فازها چقدر است.
- ۵- اثر وجود ناخالصی را بر روی دمای بحرانی بالایی محلول توضیح دهید.