

به نام خدا

دانشکده شیمی

دانشگاه صنعتی شریف

آزمایشگاه شیمی معدنی ۱

دکتر داور بقاعی

فهرست مطالب

- ۱- تهیه نمونه‌هایی از یک نمک کمپلکس و یک نمک مضاعف و مقایسه آنها _____ ۳
- ۲- پایدار کردن حالت اکسیداسیون در ترکیبات تهیه مس کلرید(کلرور مس) _____ ۶
- ۳- تهیه پتاسیم پرمنگنات از سنگ معدن پیرولوزیت _____ ۸
- ۴- واکنش های منگنز _____ ۹
- ۵- رزین های تبادلگر یون _____ ۱۰
- ۶- تهیه بوریک اسید از بوراکس _____ ۱۳
- ۷- تهیه آب اکسیژنه و بررسی خواص مهم آن _____ ۱۵
- ۸- تهیه آمونیوم فسفو مولیبدات _____ ۱۹
- ۹- تهیه پتاسیم یدات _____ ۲۰
- ۱۰- تهیه پتاسیم پریدات از پتاسیم یدات و تعیین درجه خلوص آن _____ ۲۲
- ۱۱- تهیه سدیم کرومات از سنگ معدن کروم(کرومیت) _____ ۲۴

آزمایش اول

تهیه نمونه هایی از یک نمک کمپلکس و یک نمک مضاعف و مقایسه آنها

اغلب نمکها در محلول آبی به صورت آبدار متبلور می شوند. از انواع نمکهای آبدار می توان دو نمونه زیر را ارائه داد.



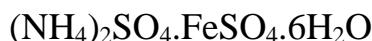
واحدهای سازنده بلور در این گونه موارد یونهای آبدار است. به عنوان مثال $\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4^{2+}$ و SO_4^{2-} در بلور $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ مراکز آنیونی و کاتیونی بلور را تشکیل می دهند. فلزات واسطه کمپلکس پایداری تشکیل می دهند که در آنها یون فلز می تواند بجز آب به مولکولها و یا یونهای دیگری کوئوردینه شوند مانند:



نمکهایی که دارای این نوع یونهای کمپلکس هستند ترکیبات کوئوردیناسیون یا کمپلکس نامیده می شوند. یک نمک مضاعف وقتی حاصل می شود که دو نمک با هم با نسبت مولی ساده متبلور شوند. این نمکهای مضاعف شکل بلوری خاص خود را دارند و ضرورتی نیست که با شکل بلوری هیچکدام از دو نمک سازنده آن یکی باشد. مثلا زاج ها از جمله نمکهای مضاعف می باشند. با فرمول عمومی:



دسته دیگری از زاجها به فرمول عمومی $\text{M}^{+1}\text{SO}_4 \cdot \text{M}_n(\text{SO}_4)_m \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ است که نمونه ای از آن فروآمونیم سولفات است.



نمکهای مضاعف در حالت محلول خواص هر یک از یونهای سازنده خود را نشان می دهند. در این آزمایش یک نمونه از نمک مضاعف و یک نمونه از کمپلکس را تهیه خواهیم کرد.

۱- تهیه نمک مضاعف کوپریک آمونیوم سولفات شش آبه و کمپلکس تترا آمین مس سولفات تک آبه

روش کار:

الف) تهیه نمک مضاعف کوپریک آمونیوم سولفات شش آبه

0.02 mol مس سولفات پنج آبه و 0.02 mol آمونیوم سولفات را در 13mL (کمترین مقدار ممکن) آب مقطر حل کنید. در صورت لزوم با ملایمت حرارت دهید تا نمکها کاملا حل شوند. این محلول را به حال خود بگذارید تا سرد و متبلور شود. در حالیکه عمل تبلور انجام می گیرد قسمت (ب) این آزمایش را انجام دهید.

ب) تهیه کمپلکس تترا آمین مس سولفات تک آبه

8 mL آمونیاک غلیظ را با 5mL آب مقطر در یک ظرف تبلور کوچک بریزید. 0.02 mol مس سولفات پنج آبه را در هاون تمیز کاملا به صورت پودر در آورید. این پودر را به محلول آمونیاک اضافه کرده هم بزیند تا تمامی سولفات حل شود. از کنار ظرف تبلور 8mL اتیل الکل را به آرامی اضافه کنید به طوری که سطح محلول توسط الکل پوشیده شود این محلول را هم بزیند و تکان ندهید و این محلول با شیشه ساعت پوشانده ۲۴ ساعت به حال خود بگذارید. (نمک متبلور کمپلکس تشکیل می شود) پس از تشکیل نمک، مخلوط را با ملایمت هم بزیند تا مطمئن شوید عمل تشکیل رسوب تکمیل شده است پس از ته نشینی رسوب مایع فوقانی را خارج کنید سپس به کمک حدود 10mL محلول یک به یک آمونیاک غلیظ و اتیل الکل بلورها با استفاده از خرطوم آبی صاف نموده و سرانجام با 5mL اتیل الکل شستشو دهید بلورها را به کمک هوا خشک کنید محلول ظرف الف) را سرریز کرده بلورها را روی کاغذ صافی منتقل کنید مشاهدات خود را دفتر یادداشت کنید (این بلورها در دستگاه تک شیب متبلور می شوند)

۲- مقایسه پاره ای از خواص نمک ساده، نمک مضاعف و نمک کمپلکس

روش کار

ج) در حدود 500mg مس سولفات پنج آبه (نمک ساده) را در یک لوله آزمایش پیرکس حرارت دهید تا نمک آنید حاصل شود 2 الی 3mL آب مقطر به آن اضافه کنید و تغییر رنگی را که مشاهده می کنید یادداشت نمائید (آبی کم رنگ) حال قطره قطره 5mL آمونیاک 6M بیفزائید و مشاهدات خود را یادداشت کنید (آبی پررنگ) ابتدا مس(II) هیدروکسید و سپس مس(II) تترا آمین تشکیل می شود.

د) مقدار کمی از نمک مضاعف تهیه شده را در 5mL آب مقطر حل کنید محلول مشابهی از محلول کمپلکس تهیه کنید رنگ این دو لوله آزمایش را با هم مقایسه کنید و گزارش دهید. هر رنگ مربوط به کدام یون است هر یک از دو لوله آزمایش را جداگانه با 20mL آب مقطر رقیق کرده و تغییر رنگی را که مشاهده می نمائید یادداشت کنید. (فقط در یکی از لوله ها رسوب مس هیدروکسید آبی رنگ ظاهر می شود)

ه) مقدار کمی از هر یک از نمکها را در لوله آزمایش جداگانه قرار داده به ملایمت حرارت دهید تغییرات رنگ هر کدام را یادداشت کرده گازی را که از هر لوله خارج می شود به کمک کاغذ تورنسل خیس شناسایی کنید. (به ترتیب آمونیاک، آب و گوگرد تری اکسید خارج می شود و مس(II) اکسید سیاه به وجود آمده در اثر حرارت به مس(I) اکسید تبدیل می شود).

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- ثبت کلیه مشاهدات و توجیه آنها

۲- بهره آزمایش در هر مرحله

۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها

۱- حداقل دو دلیل بیاورید که چرا در قسمت الف واکنش از اتیل الکل استفاده می شود؟

۲- چرا CuSO_4 سفید رنگ ولی $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ آبی رنگ است؟

۳- کمپلکس $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ را در نظر بگیرید این کمپلکس با هیبریداسیون sp^2d

الف) چهار وجهی است یا مربع مسطح؟

ب) گشتاور مغناطیسی اسپینی μ_s این ترکیب چقدر است؟

ج) تک الکترون منفرد مس در یون $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ متعلق به کدام تراز انرژی و اوربیتال است؟

۴- چه عاملی باعث تشکیل رسوب در موقع افزودن مقدار اضافی آب در کمپلکس $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]^{2+}$ می شود؟

مکانیسم عمل و نوع رسوب را مشخص کنید؟

۵- شرایط مناسب برای تشکیل نمک مضاعف چیست؟

آزمایش دوم

پایدار کردن حالت اکسایش در ترکیبات تهیه مس کلرید یک ظرفیتی

هشدار: این آزمایش بهتر است زیر هود انجام شود

مس کلرید یک ظرفیتی (CuCl) با استفاده از کاهش یون مس(II) با کمک گوگرد دی اکسید با یون سولفیت در مجاورت یون کلرید به دست می آید. یون مس(I) به محض تشکیل با یون کلرید متحد شده و مس(I) کلرید نامحلول حاصل می شود.

روش کار

ابتدا محلول های زیر را تهیه کنید.

الف- 10g سدیم سولفیت را در 50mL آب حل کنید.

ب 13g مس(II) کلرید را در 25mL آب حل کنید.

ج- محلول سولفورواسید را با حل کردن 1g سدیم سولفیت در یک لیتر آب و اضافه نمودن 12mL هیدروکلریک اسید 2M تهیه کنید.

محلول (الف) را با آرامی به محلول (ب) در حالیکه هم می زنید اضافه کنید مس(I) کلرید حاصل را که به حالت معلق است با حدود نصف محلول (ج) رقیق کنید و آن را به حالت خود بگذارید تا ته نشین شود تا حد امکان مایع فوقانی را خارج کنید رسوب را روی صافی شیشه ای متخلخل صاف کنید رسوب را توسط بقیه محلول (ج) شستشو دهید مواظب باشید که رسوب همیشه با محلول پوشیده باشد سرانجام رسوب را با استیک اسید یخی الکل و اتر شستشو دهید. رسوب را در آون و در دمای 40-50 خشک کنید.

مس(I) کلرید به کندی در هوای مرطوب اکسید می شود و به مس(II) کلرید به فرمول CuCl_2 و $3\text{Cu}(\text{OH})_2$ تبدیل می شود. از این رو باید در ظرف سربسته نگهداری شود.

الف) حدود 10-20mL محلول پتاسیم کلرید تهیه کنید و حدود 1g مس(I) کلرید به آن بیفزائید نتیجه مشاهدات خود را یادداشت کنید. CuCl در آب نامحلول ولی در KCl (اشباع) حل می شود.

ب) حال به آن چند قطره اتیلن دی آمین بیفزائید و رسوب حاصل را شناسایی کنید.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- کلیه معادلات و واکنشها

۲- ثبت نتایج و توجیه آنها و گزارش بهره

۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها

۱- چرا به جای نمک CuCl_2 از نمکهای Cu(I) دیگر استفاده نمی شود؟

۲- چرا برای شستشوی CuCl از استیک اسید یخی استفاده می شود و از HCl و H_2SO_4 برای این منظور استفاده نمی شود؟

۳- دلیل اینکه محلول (الف) را روی محلول (ب) اضافه می کنیم و عکس آن را انجام نمی دهیم چیست؟

۴- مشخص کنید که کدامیک از بنیانهای SO_4^{2-} و SO_3^{2-} اکسنده و کدامیک کاهنده است. ساختار لوئیس، هندسی و هیبریداسیون آنها را مشخص کنید؟

۵- واکنش ممکن CuCl با رطوبت هوا را نوشته و موازنه کنید.

۶- واکنش زیر را کامل کرده و موازنه کنید.



۷- شرط فراهم شدن تسهیم نامتناسب چیست؟

۸- چرا با وجود اینکه Cu^+ تسهیم نامتناسب انجام می دهد ولی CuCl اصلا تسهیم نامتناسب انجام نمی دهد.

آزمایش سوم

تهیه پتاسیم پرمنگنات از سنگ معدن پیرولوزیت

هشدار در این آزمایش بایستی حتما از عینک ایمنی استفاده شود

روش کار:

5g پتاسیم هیدروکسید و 2.8g پتاسیم کلرات را با هم در بوته نیکی ذوب کنید در حالیکه هم میزنید به آرامی 4g سنگ معدن پیرولوزیت را به صورت پودر در آورید و به آن اضافه کنید. ضمن اضافه کردن پیرولوزیت ماده مذاب سفت می شود. در این مرحله می توانید چند دانه پتاسیم هیدروکسید به آن اضافه کنید (توجه مهم: به هیچ عنوان همزن خیس را وارد بوته نکنید) تا اینکه مذاب حالت سیال داشته باشد پس از کامل شدن افزایش پیرولوزیت پتاسیم پرمنگنات حاصل را با استفاده از 100mL آب جوش استخراج کنید (حتما در این مرحله از مربی آزمایشگاه کمک بگیرید) یک قطره از

محلول را روی کاغذ صافی بگذارید چنانچه رنگ سبز مشاهده گردید از درون محلول کربن دی اکسید عبور دهید یا مقداری H_2SO_4 به آن اضافه کنید تا اینکه روی کاغذ صافی فقط رنگ بنفش مشاهده شود. محلول را از درون صافی شیشه ای متخلخل عبور دهید و زیر صافی را تبخیر کنید تا متبلور شود، بلورهای پرمنگنات را پس از صاف کردن در آون $100^\circ C$ خشک کنید.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- کلیه معادلات و واکنشها

۲- ثبت نتایج و توجیه آنها و گزارش بهره

۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها

۱. نقش KOH در این آزمایش چیست؟

۲. چرا از روش ذوب قلیایی در این آزمایش استفاده نمی کنیم؟

۳. آیا می توان در این آزمایش به جای $KClO_3$ از $S_2O_8^{2-}$ هم به عنوان اکسنده استفاده کرد؟

۴. چرا در این آزمایش از صافی کاغذی به جای صافی شیشه ای متخلخل نمی توان استفاده کرد؟

آزمایش چهارم

واکنش های منگنز

روش کار:

برای انجام واکنش های زیر می توانید از محلول های منگنز (II) کلرید یا منگنز (II) سولفات استفاده کنید.

پیش از انجام واکنش های احتمالی را پیش بینی و با مشاهدات خود مقایسه و توجیه کنید.

الف) به 2mL از محلول 1M منگنز (II) کلرید به آرامی چند قطره سدیم هیدروکسید 4M بیفزایید. لوله را

به طور مایل به حال خود بگذارید تا سطح بیشتری از محلول در تماس با هوا باشد. مشاهدات خود را

یادداشت کنید.

ب) 5mL محلول آمونیاک 4M را روی مقدار کمی آمونیوم کلرید اضافه کرده و به صورت محلول درآورید. این محلول را به 2mL محلول منگنز(II) کلرید اضافه کنید مشاهدات خود را یادداشت کنید، واکنش های انجام شده را بنویسید.

ج) مقدار اضافه محلول کربنات سدیم را به 2mL محلول منگنز(II) کلرید اضافه کنید محلول را بجوشانید و سپس آن را به حال خود بگذارید. رسوب را چندین بار با سرریز کردن شستشو دهید. سپس کمی هیدروکلریک اسید 2mL به رسوب اضافه کنید، مشاهدات خود را یادداشت کنید.

د) 2mL محلول منگنز(II) سولفات را با 2mL سولفوریک اسید 4M اسیدی کنید حدود 0.5g آمونیوم پروکسی دی سولفات اضافه کنید و بجوشانید به محلول داغ یک قطره محلول نقره نیترات بیفزایید. مشاهدات خود را یادداشت کنید در مورد واکنش هایی که انجام می گیرد اظهار نظر کنید.

ه) 1g منگنز دی اکسید را به حدود 5mL هیدروکلریک اسید 4M بیفزایید و حرارت دهید و محصولات عمل را شناسایی کنید.

و) محلول تازه تهیه شده آهن(II) سولفات را به حدود 1mL محلول رقیق پتاسیم پرمنگنات اضافه کنید. محلول را با سولفوریک اسید 2M اسیدی کنید این واکنش را با افزایش مقدار اضافی آهن(II) سولفات به حدود 1mL پتاسیم پرمنگنات 0.1N که به آن یک قطره سود 4M اضافه شده مقایسه کنید.

ز) مقدار اضافی از محلول پتاسیم یدید را به حدود 1mL محلول پتاسیم پرمنگنات که با سولفوریک اسید 2M اسیدی شده بیفزایید. چه مشاهده می کنید؟

ح) مقدار اضافی از محلول پتاسیم یدید را به حدود 1mL محلول پتاسیم پرمنگنات که به آن یک قطره سود 4M NaOH ریخته شده بیفزایید. مشاهدات خود را توجیه کنید.

ط) پتاسیم یدید را به 1mL محلول پتاسیم پرمنگنات که دارای هم حجم خود سود 4M است اضافه کنید. مشاهدات خود را توجیه کنید.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد

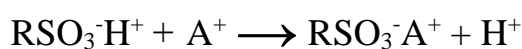
الف- کلیه مشاهدات و نتیجه گیری

ب- معادلات شیمیایی کلیه واکنش ها

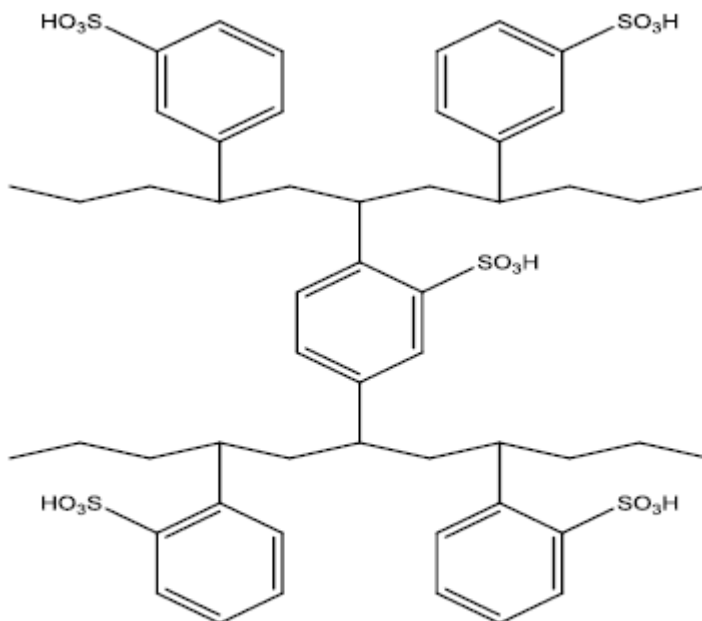
آزمایش پنجم

رزین های تبادل گر یون

رزین تبادل‌گر یون جسمی نامحلول دارای یون‌های فعال است این یون ها با یون‌های موجود در یک محلول مبادله می‌شوند بی آنکه تغییرات فیزیکی عمده در ساختار جسم ظاهر شود یون‌های تبادل‌گر ممکن است کاتیون یا آنیون باشد. از رزین‌های تبادل‌گر کاتیون به عنوان مثال می‌توان از Amberlite IR 120 نام برد. این رزین از جنس پلی استایرن است. در این رزین حلقه های فنیلی سولفوردار شده است و به این ترتیب به نسبت های زیادی گروه های RSO_3^-H^+ دارد اگر این رزین را در محلولی که دارای کاتیون است (مثلا یون های Na^+) قرار دهیم تعادل زیر برای هریک از گروه های سولفونات رزین برقرار می‌شود

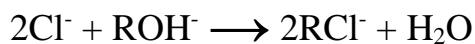


به این ترتیب وقتی رزین تبادل‌گر کاتیون هیدروژنی با کاتیون های محلول در تماس باشد این کاتیون ها با یون های هیدروژن جانشین می‌شود. رزین تبادل‌گر آنیون اغلب از پلی استایرن تشکیل شده که دارای مقدار زیادی گروه های آمونیوم است.



نمونه ای از رزین تبادل کاتیون

اگر این نوع رزین را در محلولی که برای مثال دارای آنیون است قرار دهیم واکنش زیر صورت می‌گیرد



در این آزمایش یک ستون رزین را تهیه کرده و ظرفیت آن را اندازه‌گیری خواهیم کرد.

ظرفیت رزین:

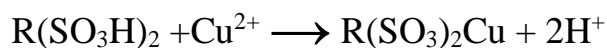
ظرفیت کل تبادل یونی یک رزین معمولاً به صورت تعداد کل اکی‌والان‌ها در هر گرم تبادل‌گر بیان می‌شود.

روش کار:

تهیه ستون رزین :

درون یک بورت که انتهای آن پشم شیشه یا پنبه گذاشته شده است تا ارتفاع 10cm رزین پر کنید. ستون را طوری تنظیم کنید که سطح آب در ستون از بالای رزین پایین‌تر نیاید حباب‌های هوا را در ستون با همزدن با یک میله شیشه‌ای بلند خارج کنید. قطره‌قطره حدود 40mL هییدروکلریک اسید 2N درون ستون بریزید برای اینکه رزین کاملاً به نوع هییدروژنی تبدیل شود سرعت جریان نباید بیش از یک قطره در ثانیه باشد رزین را با آب مقطر شستشو دهید تا اینکه مایع خارج شده از ستون اسیدی نباشد(با متیل اورانژ امتحان کنید).

25mL محلول سولفوریک اسید/مس سولفات (0.1 سولفوریک اسید و 0.1M مس سولفات) را به آهستگی از درون ستون عبور دهید مایع خروجی را که در ارلن جمع‌آوری می‌کنیم با PH سنج اندازه‌گیری کنید. به 25mL از محلول سولفوریک اسید و مس سولفات عبور داده شده از ستون 2g پتاسیم یدید بیفزایید و دست کم سه دقیقه صبر کنید آزاد شده را با تیو سولفات اندازه‌گیری کنید از روی حجم تیو سولفات مصرفی مقدار مس و پس از آن یونهای H^+ معادل آن را حساب کنید.



رزین های تبادل گریون موارد استفاده مفیدی در جدا کردن مخلوط یون ها به روش کروماتوگرافی و در تجزیه حجمی دارد.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱. مشاهدات تجربی و توضیح در مورد آنها

۲. ظرفیت رزین مورد استفاده

۳. پاسخ به پرسش ها

پرسش ها

۱. تفاوت رزین آنیونی و کاتیونی چیست توضیح دهید؟

۲. واکنش تیتراسیون Cu^{2+} با I^- را توضیح دهید؟

۳. چرا به همراه Cu^{2+} از اسید رقیق استفاده میشود؟

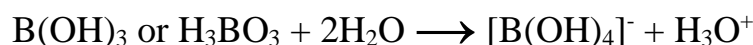
۴. کلیه مراحل محاسبه بهره را بنویسید؟

۵. شرایط اساسی یک رزین سودمند چیست؟

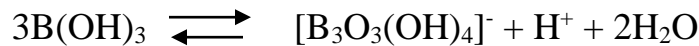
آزمایش ششم

تهیه بوریک اسید از بوراکس

خصلت فلزی و (البته بازیستی) در طول یک گروه از بالا به پایین افزایش می یابد. بنابراین در گروه 3 جدول تناوبی B(OH)_3 اسیدی است و Al(OH)_3 و Ga(OH)_3 و In(OH)_3 دوخصلتی (آمفوتراند). از برهمکنش اسیدهای قوی با بوراکس ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) بوریک اسید به صورت بلورهای سوزنی شکل سفید رنگ تشکیل می شود. بوریک اسید B(OH)_3 یک ترکیب کم محلول در آب است این ماده یک اسید بسیار ضعیف در آب است و به جای پروتن دهنده در آب فقط به شکل یک اسید لوئیس عمل کرده و گروه OH^- آب را میپذیرد.



در بوریک اسید واحد های بور از طریق پیوند هیدروژنی با هم ارتباط برقرار کرده و لایه های نامحدودی را تشکیل می دهند که تقریباً تقارن شش ضلعی دارند. فاصله لایه ها از همدیگر برابر 3.18 \AA است و این امر سهولت متورق شدن این بلورها را توجیه میکند. بوریک اسید تمایل زیادی دارد تا از طریق تراکم به همراه از دست دادن آب بسیار شود بنابراین در محلول های قلیایی و خنثی تعادل زیر اتفاق میفتد تا آنیون های چند هسته ای تشکیل شود.



روش کار:

تهیه بوریک اسید:

مقدار 4g از بوراکس را توزین کرده و آن را به یک بشر منتقل کنید. 20mL آب مقطر به آن افزوده و آن را به آرامی حرارت دهید تا زمانی که تمام بوراکس حل شود (اجازه ندهید که محلول بجوشید) اگر بعد از حل شدن بوراکس محلول کدر بود آن را با کاغذ صافی معمولی صاف کنید. محلول را تا دمای 80 تا 90 °C گرم کنید و سپس به آن 20mL HCl، یک به یک اضافه کنید (10mL آب و 10mL اسید) بشر محتوی محلول را به دمای اتاق برسانید و سپس محلول را در حمام آب یخ قرار دهید. در درون آب یخ بوریک اسید رسوب میکند سپس بلور های تشکیل شده را با استفاده از قیف بوخنر صاف کنید سپس آن را بین کاغذ صافی قرار دهید و تا جایی که ممکن است خشک کنید.

تعیین درجه خلوص بوریک اسید:

بوریک اسید تهیه شده در یک بالن حجم سنجی 100mL بریزید و به آن 50mL آب مقطر گرم اضافه کنید و بهم بزنید تا کاملاً حل شود سپس بالن را با آب مقطر به حجم برسانید. مقدار 5mL آب مقطر و 2mL گلیسرین و چند قطره فنول فتالین اضافه کنید و سپس با سود 0.1N تیتراژ کنید با توجه به حجم سود مصرفی درجه خلوص بوریک اسید را تعیین کنید.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱. مشاهدات تجربی و توضیح در مورد آنها

۲. تعیین درجه خلوص اسید بوریک

۳. پاسخ به پرسش ها

پرسش ها :

- ۱- بوریک اسید یک اسید چند ظرفیتی است؟
- ۲- فرمول کلی بوراکس با $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ در توافق است در حالیکه شواهد نشان میدهد که هشت مولکول آب در شبکه بلوری آن موجود است ساهتار آن را رسم کنید؟
- ۳- منظور از ارتو بوریک اسید و متا بوریک اسید چیست؟
- ۴- نام ترکیب $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$ را بنویسید؟
- ۵- یکی از موارد مصرف بور در صنعت تهیه ترکیب بور نیتريد (BN) است در مورد این ترکیب چه اطلاعاتی دارید؟
- ۶- در مورد بنزن معدنی چه میدانید؟
- ۷- ساختار $[\text{B}_3\text{O}_3(\text{OH})_4]^-$ را رسم کنید؟
- ۸- واکنش $\text{OHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ با بوریک اسید را بنویسید؟

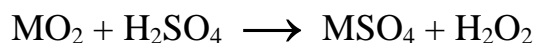
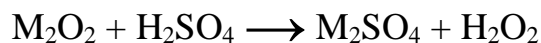
آزمایش هفتم

تهیه آب اکسیژنه H_2O_2 و بررسی خواص مهم آن

یکی از شاخص ترین ترکیبات اکسیژن دار که به عنوان اکسید کننده ای بسیار قوی نیز معروف شده است آب اکسیژنه H_2O_2 می باشد این ترکیب خصلت اسیدی ضعیفی دارد و نمکهای آن (پروکسیدها) توسط آب کاملاً آبکافت شده و تولید H_2O_2 و هیدروکسیدهای فلزی می کند. آب اکسیژنه در محلول آبی سرد به آهستگی و در گرما به مقدار زیاد تجزیه شده و H_2O و O_2 تولید می کند.

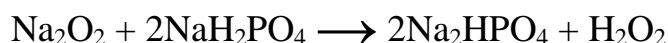
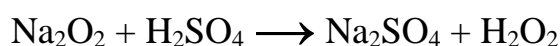
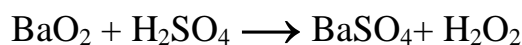
تهیه آب اکسیژنه

پروکسیدها را می توان نمکهای هیدروژن پروکسید در نظر گرفت. پروکسیدها با اسیدها ترکیب شده و در سرما نمک فلز و H_2O_2 تولید می کنند.



M یک یون یک ظرفیتی یا دو ظرفیتی است

محلول آب اکسیژنه را در آزمایشگاه می توان از اسیدی کردن پروکسیدهای فلزی قلیایی و یا قلیایی خاکی در دماهای پایین طبق واکنش های زیر تهیه کرد.



همچنین از اکسایش آندی H_2SO_4 می توان آب اکسیژنه تهیه کرد. در این روش ابتدا $\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$ تولید می شود که سپس در محلول آبی به H_2SO_4 و H_2O_2 تجزیه می شود
روش کار
روش اول:

در یک ارلن کوچک 25mL سولفوریک اسید 20% بریزید و پس از سرد کردن به تدریج 5g باریم پروکسید (BaO_2) به آن اضافه کنید به منظور سرد شدن بهتر، گهگاهی به محیط قطعات کوچک یخ بیفزایید در این حالت BaSO_4 ته نشین می شود به دفعات متعدد باریم کربنات جامد را به آن می افزاییم تا وقتی که دیگر رسوبی تشکیل نشود رسوب را صاف کرده و محلول زیر صافی را که H_2O_2 است جدا می کنیم.

روش دوم:

(الف) تهیه سدیم دی هیدروژن ارتو فسفات (NaH_2PO_4)

در یک لشر به محلولی از 5g سود در 40mL آب مقطر حدود 8mL ارتو فسفریک اسید با چگالی 1.75 اضافه کنید. مخلوط را پس از هم زدن کامل در حمام آب و یخ سرد کنید این واکنش منجر به تشکیل سدیم دی هیدروژن ارتو فسفات می شود.

(ب) تهیه آب اکسیژنه

مقدار 2.4g سدیم پروکسید پودر شده را به محلول سرد شده سدیم دی هیدروژن ارتو فسفات (تهیه شده در بالا) به تدریج ضمن سرد کردن و بهم زدن بوسیله یک میله شیشه ای اضافه کنید چنانچه دمای محیط زیاد پایین باشد بلورهای دی سدیم هیدروژن ارتو فسفات ۱۲ آبه با مقداری یخ متبلور می شود. پس از افزایش تمام سدیم پروکسیدها، بلورها را توسط یک قیف بوخزر کاملاً تمیز و خشک صاف کرده و مایع زیر صافی را به یک بشر منتقل کنید. بشر را در یک حمام سرد که دمای آن حدود 10°C است (از افزایش نمک معمولی به خرده های یخ این دما تامین می شود) سرد نموده تا چنانچه مقدار دیگری از بلورهای دی سدیم هیدروژن ارتو فسفات باقی مانده باشد متبلور شود بلورهای تشکیل شده را به همان روش قبل صاف و جدا نمایید مایع جمع آوری شده محلول H_2O_2 است.

کارهای تکمیلی:

خواص آب اکسیژنه را طبق آزمایش های زیر بررسی کرده و در تمامی موارد مشاهدات و فرمول واکنش ها را بنویسید.

۱- تجزیه آب اکسیژنه:

آب اکسیژنه به کمک اجسام جامد به ویژه پلاتین نرم و یا MnO_2 به سرعت تجزیه میشود. به منظور جلوگیری از تجزیه محلول های آب اکسیژنه به مقدار کم فسفریک اسید و یا اسید های آلی به عنوان ضد کاتالیزور به آن اضافه می شود.

در یک لوله آزمایش حدود 25mg پودر منگنز (IV) اکسید MnO_2 قرار داده و چند قطره از محلول آب اکسیژنه به آن اضافه کنید. مشاهدات خود را ذکر کرده و فرمول واکنش را بنویسید.

۲- خاصیت کاهندگی:

آب اکسیژنه می تواند در مقابل مواد اکسنده تر از خود به عنوان یک عامل کاهنده عمل کند. تبدیل آب اکسیژنه به اکسیژن یک خاصیت دهندگی H_2O_2 است. اکسنده مناسبی که در این قسمت بکار برده می شود KMnO_4 است.

در یک لوله آزمایش به 1mL پتاسیم پرمنگنات 1N % چند قطره اسید سولفوریک 2N اضافه کرده و سپس به آن چند قطره محلول آب اکسیژنه بیفزایید مشاهدات خود را یادداشت کرده و فرمول واکنش را بنویسید.

۳- خاصیت اکسندگی

آب اکسیژنه به ترکیبات دیگر اکسیژن و خود به عنوان اکسنده به آب تبدیل می شود. آزمایشهای زیر این مطلب را نشان می دهد.

• H_2O_2 پتاسیم یدید (KI) را در محلول اسیدی ضعیف به ید اکسید می کند. در یک لوله آزمایش حاوی چند قطره محلول پتاسیم یدید 10% و چند قطره هیدروکلریک اسید 2N و چند قطره H_2O_2 اضافه کنید سپس چند قطره چسب نشاسته به محلول بیفزایید مشاهدات خود را همراه با ذکر فرمول یادداشت کنید.

• دو قطعه بلور آهن(II) سولفات را در مقدار آب مقطر حل کنید پس از سرد نمودن چند قطره سولفوریک اسید 2N و چند قطره محلول H_2O_2 اضافه کنید. محتویات ظرف را پس از مخلوط نمودن کامل دو قسمت کنید. بر روی یک قسمت محلول پتاسیم هگزا سیانوفرات(II) و بر روی قسمت دیگر محلول پتاسیم تیوسیانات اضافه کنید در هر دو قسمت مشاهدات خود و فرمول واکنش را ذکر کنید.

• به چند میلی متر H_2O_2 توسط سود به شدت قلیایی شده چند قطره محلول منگنز سولفات اضافه کنید و رسوب حاصل را شناسایی کنید.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- مشاهدات تجربی و توضیح در مورد آنها

۲- معادله واکنشها

۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها

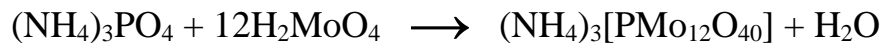
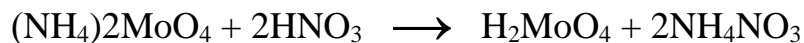
۱- نقش MnO_2 در این واکنش چیست؟

۲- به نظر شما مرتبه پیوند در H_2O_2 بیشتر است یا Na_2O_2 چرا؟

آزمایش هشتم

تهیه آمونیوم فسفو مولیبدات

برای تهیه آمونیوم فسفر معمولاً از یون فسفات PO_4^{3-} و آمونیوم مولیبدات استفاده کنید از اثر یون فسفات بر آمونیوم مولیبدات رسوب زرد رنگ آمونیوم فسفو مولیبدات حاصل می شود.



روش کار:

محلول های زیر را تهیه کنید:

الف) محلول آمونیوم مولیبدات 6.13g آمونیوم هپتامولیبدات + 20mL آب مقطر + 5mL آمونیاک غلیظ (در صورت لزوم این محلول را می توانید صاف کنید)

ب) محلول نیتریک اسید (20mL نیتریک اسید غلیظ + 30mL آب مقطر)

20mL از محلول (الف) را به 40mL (ب) بیفزایید و تکان دهید تا اگر رسوبی تشکیل شد حل گردد. 200mg آمونیوم فسفات را درون بشر 250mL در 6-7mL آب مقطر حل کنید و سپس 0.5mL نیتریک اسید غلیظ و دو قطره نارنجی متیل بیفزایید (محلول قرمز رنگ می شود) سپس توسط آمونیاک غلیظ خنثی کنید (محلول زرد رنگ می شود) و بعد کمی اسید نیتریک غلیظ بیفزایید تا محلول اسیدی شود محلول را گرم کنید و به آن 10mL ژلاتین بی رنگ ویسکوز اضافه کنید. اکنون 40mL محلول الف و ب درست شده در قسمت بالا به بشر حاوی یون PO_4^{3-} بریزید رسوب زرد رنگ آمونیوم فسفو مولیبدات حاصل می شود.

نیم ساعت به حال خود بگذارید تا رسوب به طور کامل تشکیل شود سپس تحت خلاء با استفاده از قیف بوختر، رسوب را روی کاغذ صافی، صاف کنید و با 100mL آمونیوم نترات 1% شستشو دهید.

بر روی نمونه ای از آن و به کمک استانو کلراید SnCl_2 واکنش کاهش انجام دهید Mo^{6+} زرد رنگ به Mo^{5+} آبی رنگ تبدیل خواهد شد (Sn^{2+} به Sn^{4+} اکسید می شود)

۱- پاسخ به سوالات

۲- بهره عمل

۳- تمام واکنشهای انجام شده

پرسشها

۱- نقش ژلاتین در این آزمایش چیست؟

۲- چرا محلول آمونیوم فسفات را اسیدی و سپس قلیایی و سپس دوباره اسیدی می کنیم؟

۳- چرا موقع خشک کردن رسوب دمای آون نبایستی زیاد شود؟

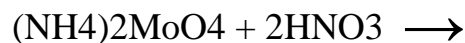
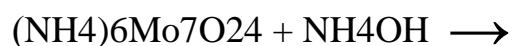
۴- علت استفاده از نیتریک اسید و آمونیاک در فرایندهای اسیدی سازی محیط و خنثی سازی چیست؟

۵- چرا در این آزمایش به جای استفاده از نیتریک اسید از هیدروکلریک اسید استفاده نمی کنیم؟

۶- اگر رسوب به دست آمده توسط H_2O شستشو شود چه اتفاقی می افتد؟

۷- اگر هنگام اسیدی کردن محیط به منظور عمل بسپارش pH محیط خیلی پایین تر بیاید چه اتفاقی می افتد؟

۸- واکنشهای زیر را کامل کنید؟



۹- خوشه (کلاستر) را تعریف کنید؟

۱۰- علت افزایش نیتریک اسید به آمونیوم فسفات چیست؟

آزمایش نهم

تهیه پتاسیم یدات

روش کار:

3g پتاسیم کلرات را در 8mL آب گرم حل کرده و به 3.5g ید و 1mL نیتریک اسید غلیظ بیفزایید و آنگاه مخلوط را گرم کنید تا واکنش شروع شود و واکنش گرمازا است و کلر به سرعت آزاد می شود از این رو بشر محتوی مخلوط را زیر هود قرار دهید تا زمانیکه واکنش پیشرفت می کند حرارت دادن لازم نیست لکن وقتی واکنش کند شد بشر را حرارت دهید تا تمامی ید ترکیب شود. حال در حدود 100mg ید بیفزایید تا کسری از ید که در نتیجه تصعید از دست رفته جبران شود و به جوشاندن محلول ادامه دهید تا تمامی و زیادی ید خارج شد و تبلور آغاز شود. محلول را کاملاً سرد کنید و آنگاه آب روی آن را خارج کنید.

نمک ناخالص را در 15mL آب گرم حل کنید محلول علاوه بر KIO_3 مقداری نمک اسید $KH(IO_3)_2$ خواهد داشت از این رو محلولی از KOH (5g) در 50mL آب به آهستگی بیفزایید تا محلول خنثی شود (با کاغذ لیتموس آزمایش کنید) حال محلول را در آب یخ سرد کنید تا KIO_3 تبلور شود (حل پذیری پتاسیم یدات در 100mL آب در 0 و $25^{\circ}C$ به ترتیب 4.7 و 10g است)

آزمایش تکمیلی

محلولی که 0.01M نسبت به Na_2SO_3 و 0.04M نسبت به سولفوریک اسید باشد تهیه کنید و به آن محلول نشاسته بزنید 25mL از این محلول را در بشر قرار دهید و به آن 25mL پتاسیم یدات یک درصد بیفزایید و محلول را هم بزنید پس از چند ثانیه رنگ آبی در محلول ظاهر می شود و واکنشهای انجام شده را بنویسید.

در حدود 10mg پتاسیم کلرات خشک را در لوله آزمایش بریزید و به آن کمی سولفوریک اسید غلیظ افزوده حرارت دهید (این آزمایش را با دقت و احتیاط کافی انجام دهید زیرا واکنش اغلب با انفجار همراه است دمای لازم $133^{\circ}C$ است.)

این آزمایش را با پتاسیم یدات خشک تکرار کنید.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- کلیه معادلات و واکنشها

۲- ثبت نتایج و توجیه آنها و گزارش بهره

۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها

۱- چرا برای خنثی سازی به جای KOH از $NaOH$ استفاده نمی کنیم؟

۲- ساختار لوئیس هیبریداسیون و ساختار هندسی IO_3^- را مشخص کنید.

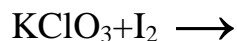
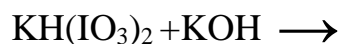
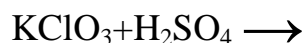
۳- نقش Na_2SO_3 در این واکنش چیست؟

۴- ناخالصی $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ چه نوع نمکی می تواند باشد؟

۵- چرا چسب نشاسته را به صورت داغ می افزاییم؟

۶- چرا از HNO_3 در این واکنش استفاده می شود؟

۷- واکنشهای زیر را کامل و موازنه کنید؟



آزمایش دهم

تهیه پتاسیم پریدات از پتاسیم یدات و تعیین درجه خلوص آن

روش کار

2.5g پتاسیم یدات را در 25mL آب مقطر (درون بشر 250mL) حل کرده و آن را آرام بجوشانید به آن 4g پتاسیم پروکسی دی سولفات اضافه کنید. در حالیکه محتوی بشر را هم می زنید 3g پتاسیم هیدروکسید را یک به یک اضافه کنید و مخلوط را به مدت بیست دقیقه در حمام آبی با ملایمت حرارت دهید در این مرحله پتاسیم دی مزو پریدات به فرمول $\text{K}_4\text{I}_2\text{O}_9$ تشکیل می شود حال 25mL آب مقطر افزوده و محلول را سرد کنید در صورتیکه رسوبی موجود باشد آن را از صافی عبور دهید ماده روی صافی (سفید رنگ) پتاسیم سولفات است که مزاحم عمل می باشد محلول را سرد کرده و در حالیکه در حمام یخ قرار داده اید با استفاده از پیپت قطره قطره محلول نیتریک اسید بیفزایید تا رنگ کاغذ تورنسل که در محلول است رنگ

اسیدی (قرمز) را نشان دهد پس از رنگین شدن کاغذ تورنسل 1mL دیگر از همان اسید اضافه کرده به کمک خرطوم آبی رسوب سفید رنگ حاصل را جدا نموده و با کمترین مقدار آب سرد شستشو داده و در هوا خشک کنید.

تعیین درجه خلوص

100mg از نمک خشک حاصل را دقیقاً توزین و در ارلن مایر 250mL در 100mL آب مقطر کاملاً حل کنید به آن 2g بوراکس و تا حد سیرشدگی بوریک اسید بیفزایید سپس 3g پتاسیم یدید KI افزوده مجموعه را به مدت ۳ دقیقه به حال خود بگذارید (پریدات به یدات و یدید به ید تبدیل می شود) اکنون ید آزاد شده را توسط سدیم تیوسولفات 0.1N تیترا کنید تا آخرین نشانه رنگ زرد که مربوط به ید است از بین برود. حجم تیوسولفات مصرف شده را یادداشت کنید به همین محلول در حدود 1-2mL هیدروکلریک اسید غلیظ افزوده (یدات، یدید، و هیدروکلریک اسید با هم واکنش داده و ید آزاد می کنند) تیتراسیون را ادامه دهید تا دوباره آخرین نشانه رنگ زرد از بین برود حجم دوم را نیز یادداشت کنید.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

- ۱- نتایج و کلیه معادلات شیمیایی
- ۲- بهره و درجه خلوص پتاسیم پریدات
- ۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها

۱- ساختار لوئیس و هیبریداسیون و اعداد اکسایش عناصر در ترکیبات زیر را به دست آورید.



۲- دلیل افزایش KOH به صورت دانه دانه چیست؟

۳- چرا به جای نیتریک اسید سولفوریک اسید استفاده نمی شود؟

۴- نقش $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ و H_3BO_3 چیست؟

۵- واکنشهای زیر را به صورت معادلات شیمیایی بنویسید و موازنه کنید؟

الف- اثر اسید بر $\text{I}_2\text{O}_9^{4-}$

ب- واکنش تیتراسیون ید توسط تیوسولفات

ج- اثر اسید بر مخلوط I^- و IO_3^-

۶- اگر در مرحله تشکیل بافر بوراکس فراموش شود چه خطایی ایجاد می شود؟

۷- اگر در مرحله تشکیل بافر بوریک اسید فراموش شود چه خطایی ایجاد می شود؟

۸- خطاهای ممکن در اندازه گیری پریدات را بنویسید؟

آزمایش یازدهم

تهیه سدیم کرومات از سنگ معدن کروم (کرومیت)

هشدار

در این آزمایش حتما بایستی از عینک ایمنی استفاده شود

روش کار:

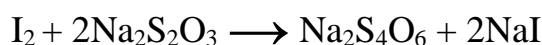
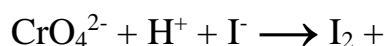
سنگ معدن کروم را خرد کرده و آن را به کمک آسیاب به صورت پودر درآورید 0.25g کرومیت را توزین و در یک بوته نیکی بریزید سپس 3.5g سدیم پروکسید Na_2O_2 به آن افزوده و مخلوط را با یک میله شیشه ای هم بزنید (توجه: همزن شیشه ای نبایستی خیس باشد) و چند دقیقه روی شعله چراغ بونزن در حالیکه مختصر تکانی به آن می دهد حرارت دهید تا مایع زلالی به دست آید (در این مرحله فرواکسید به فریک اکسید و کروم اکسید به سدیم کرومات تبدیل می شود)

پس از چند دقیقه بوته نیکی را درون بشر 150mL محتوی آب جوش قرار داده و بجوشانید تا تمام محتویات بوته خارج شود در پایان عمل بوته را از درون بشر در آورده دو مرتبه با آب مقطر بشویید، به نحوی که آب حاصل از شستشو درون بشر ریخته شود محلول حاصل را صاف کرده و بجوشانید تا زیادی پراکسید سدیم تجزیه شود و از بین برود (رسوب باقیمانده بر روی کاغذ صافی فریک اکسید است که در آب نامحلول می باشد) سپس محلول را تا یک سوم حجم اولیه تغلیظ کنید و به آن انقدر سولفوریک اسید 6N اضافه کنید تا رنگ محلول نارنجی شود و محلول به دست آمده را در بالن حجم سنجی 250mL به حجم برسانید.

آزمایش های زیر را روی سدیم کرومات به دست آمده انجام دهید و مشاهدات خود را یادداشت کنید.

۱- به محلول اسیدی کرومات، 2-3 قطره آب اکسیژنه افزوده حدود 1mL دیگر اضافه کنید ابتدا Cr_2O_3 سپس $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ تشکیل می شود.

۲- به 10mL از محلول کرومات در حدود 1g پتاسیم یدید و 5-10mL سولفوریک اسید 2N اضافه کنید و آن را با سدیم تیوسولفات در مجاورت چسب نشاسته تیتیر کنید و بهره واکنش را به دست آورید.



گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- بهره عمل

۲- موازنه تمامی واکنشهای انجام شده

۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها

۱- ساختار لوئیس کرومات و دی کرومات و گروه نقطه ای آنها را مشخص کنید.

۲- اگر به محلول کرومات یا دی کرومات اسیدی شده قوی آب اکسیژنه اضافه کنیم ترکیبی آبی رنگ تیره با $\mu_s=0$ به دست می آید علت این را توجیه کنید.

۳- اگر به محلول قلیایی کرومات ها محلول 30% هیدروژن پروکسید افزوده شود کمپلکسی قرمز رنگ با آرایش چهار وجهی ایجاد می شود که $\mu_s \neq 0$ است این ترکیب را شناسایی کنید.

۴- نقش Na_2O_2 چیست؟ دست کم ۴ مزیت را بیان کنید.

۵- ترکیبات اسپینل چه ترکیباتی هستند و آیا $\text{FeO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$ اسپینل است یا نه؟

۶- عنصر آهن به چه شکلی و چگونه از $\text{FeO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$ جدا می شود؟

۷- چرا Na_2O_2 اضافی را از محیط خارج می کنیم در حالی که بیشینه عداکسایش کروم شش است.

۸- در سوال ۲ نقش H_2O_2 چیست فکر کنید.

۹- دلیل خارج کردن Fe_2O_3 چیست؟

۱۰- چرا پس از استخراج ترکیب در آب جوش، آن را با سولفوریک اسید اسیدی می کنیم؟

۱۱- مکانیسم تجزیه Na_2O_2 از محیط واکنش در طی حرارت دادن را بنویسید؟

