

www.salampnu.com

سایت مرجع دانشجوی پیام نور

- ✓ نمونه سوالات پیام نور : بیش از ۱۱۰ هزار نمونه سوال همراه با پاسخنامه
- تستی و تشریحی
- ✓ کتاب ، جزوه و خلاصه دروس
- ✓ برنامه امتحانات
- ✓ منابع و لیست دروس هر ترم
- ✓ دانلود کاملاً رایگان بیش از ۱۴۰ هزار فایل مختص دانشجویان پیام نور

www.salampnu.com



به نام خداوند جان و خرد

آزمایشگاه شیمی معدنی (1)
(رشته شیمی)
مؤلف: رقیه قدیم خانی

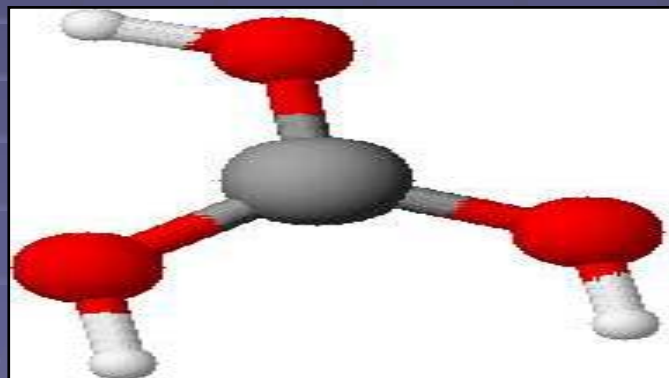
تهیه و تنظیم: شکوفه قهری صارمی
(دانشگاه پیام نور واحد سنقر)

آزمایش شماره 1

تهیه اسید بوریک از بوراکس و بررسی برخی از خواص آن

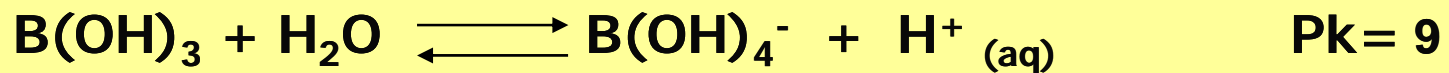
هدف از انجام این آزمایش تهیه اسید بوریک از بوراکس می باشد. ابتدا بوراکس را در آب گرم حل کرده و در مرحله بعد عمل خنثی سازی را با استفاده از اسید کلریدریک انجام دهید.

□ اسید بوریک (اسید ارتوبوریک) اسیدی بسیار ضعیف است که از بوراتها و یا هیدرولیز هالیدهای بور با هیبریداسیون sp^2 به دست می آید. این اسید به صورت بلورهای سفید سوزنی شکل است که در آن واحدهای $B(OH)_3$ از طریق پیوند های هیدروژنی به یکدیگر متصل شده اند و لایه های نامحدودی (با فاصله $18/3 A^0$) با تقارن تقریباً شش ضلعی تشکیل می دهند.

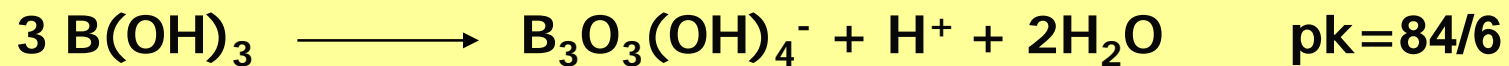


شکل 1 - اسید بوریک

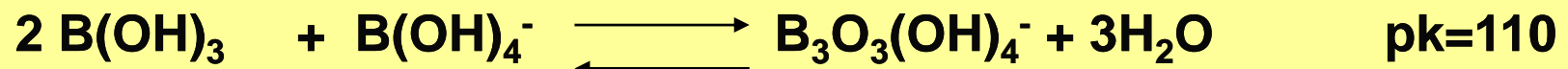
اسید بوریک در آب تا حدودی حل شده و انحلال پذیری آن با افزایش دما زیاد می شود. این اسید تک بازی است.



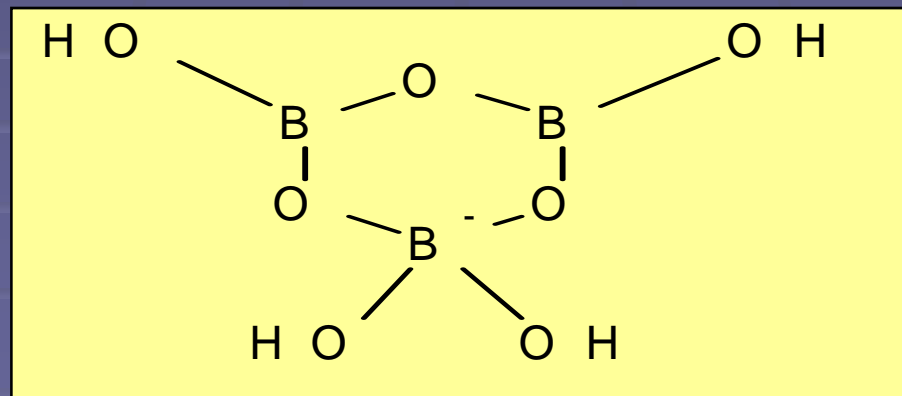
B(OH)_4^- در غلظتهای کمتر از 0.25/0 M فقط به صورت نمونه های یک هسته ای B(OH)_3 و B(OH)_4^- وجود دارند ولی در غلظتهای بالاتر قدرت اسیدی افزایش می یابد و اندازه گیری pH موید تشکیل نمونه های بسیار مانند است.



□ در محلولهای مختلف اسید بوریک و بوراتها بسیارهایی مانند $B_3O_3(OH)_4^-$ را طبق معادله زیر می دهند.

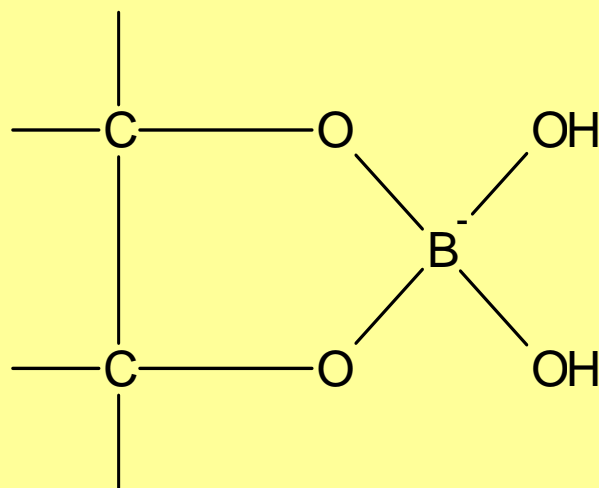


□ به نظر می رسد که بسیار اصلی حلقوی باشد و وجود چنین حلقه هایی در بوراتها متبلور مانند $2B_2O_3$ و Cs_2O محرز است.



شکل 2- تریمر اسید بوریک

□ از تعادل سریعی که بین اسید بوریک نشاندار شده با ^{18}O و بوراتها انجام می شود، می توان نتیجه گرفت که در محلول تعادل به سرعت روی می دهد. این ترکیبها با پلی اولها مانند گلیسرول و α - هیدروکسی کربوکسیلیک اسیدها کمپلکس هایی به نسبت 1:1 تشکیل داده ، قدرت اسیدی اسید بوریک افزایش یافته و اندازه گیری مستقیم آن با سود امکان پذیر می شود.



شکل 3- کمپلکس اسید بوریک با یک گلیسرول

در اثر گرما اسید بوریک به صورت زیر تجزیه می گردد



اسید ارتوبوریک

اسید متابوریک

اکسید بور

مواد مورد نیاز

بوراکس
اسید کلریدریک 25%
اسید سولفوریک غلیظ
پودر منیزیم یا نوار منیزیم
معرف تورنسل
محلول نیترات نقره
متیل الکل
محلول سولفات مس
محلول سولفات آلومینیم

وسایل مورد نیاز

قیف بوخزر
لوله آزمایش
کاغذ صافی
نوار کاغذ یونیورسال
اسپاتول
میله چینی یا شیشه ای
بشر 250 میلی لیتری
کریستالیزور

روش کار

□ 1) 12 گرم بوراکس را در 25ml آب مقطر گرم حل کرده و محلول حاصل را با اسید کلریدریک 25% خنثی کنید. محلول را به آرامی سرد کرده و جسم بلورین حاصل را با استفاده از قیف بوخزر صاف کنید. اسید بوریک را بروی کاغذ صافی خشک کنید و محلول زیرین را جهت گرفتن مابقی اسید، تغلیظ نمایید.

2) 5-6 قطره از محلول اشباع و گرم بوراکس را در یک لوله آزمایش بریزید و 2-3 قطره اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه کنید. سرعت تشکیل رسوب بلوری اسید بوریک را مقایسه نمایید.

شناسایی و سنجش

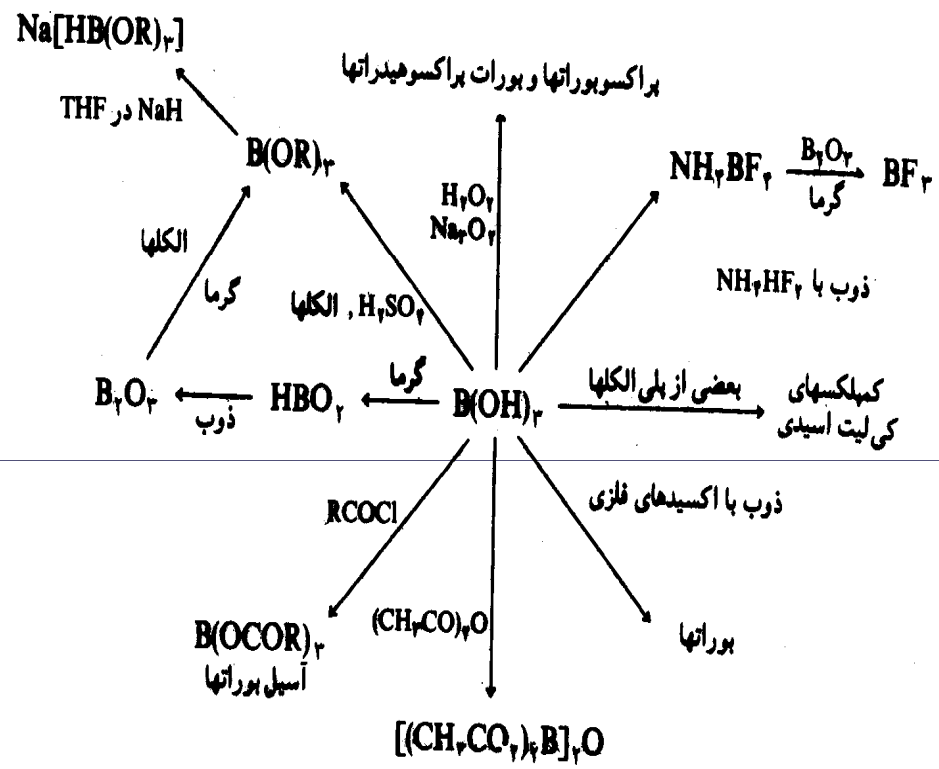
1- مقدار از بلورهای اسید بوریک را در آب گرم حل کرده و در محلول را به سه لوله آزمایش منتقل نمائید. سپس به داخل یکی از لوله آزمایشها 3-5 قطره محلول تورنسل خنثی اضافه کنید و تغییر رنگ محلول را مشاهده نمائید.

تکه ای از کاغذ یونیورسال را در داخل لوله آزمایش سوم به مدت چند ثانیه نگهدارید. رنگ آنرا با رنگ استاندارد مقایسه کنید و pH اسید بوریک را حدس بزنید.

2- میله ای شیشه ای و یا از جنس چینی را در شعله حرارت دهید. میله داغ را در پودر اسید بوریک وارد کنید و مجدداً روی شعله بگیرید و تغییر رنگ شعله را به دقت مشاهده کنید.

3- چند عدد از بلور بوراکس ، $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ را در داخل یک بوته چینی قرار داده و روی آن 2-3 قطره اسید سولفوریک غلیظ بریزید. سپس 5-6 قطره متیل الکل به مخلوط اضافه کنید و مخلوط را با یک میله شیشه ای خوب بهم بزنید و میله شیشه ای را روی شعله بگیرید. نور حاصل از تری متیل بورات $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ و همچنین رنگ شعله را مشاهده کنید.

4- چند قطره از محلول اشباع بوراکس را در سه لوله آزمایش بریزید. در لوله آزمایش اول محلول نیترات نقره، در دومی محلول سولفات مس و در سومی محلول سولفات آلومینیم بریزید. به رنگ رسوبها توجه کنید. رسوبهای حاصل به ترتیب متابورات نقره، نمک مس Cu(OH)BO_2 و هیدروکسید آلومینیم است.



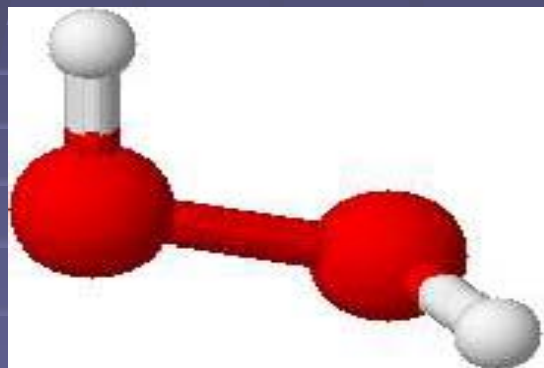
شکل 4- واکنشهای اسید بوریک

آزمایش شماره 2

تهیه آب اکسیژنه و بررسی برخی از خواص آن

هدف از این آزمایش تهیه آب اکسیژنه بوسیله اسیدی کردن پراکسیدهای فلزات قلیایی یا قلیایی خاکی، بررسی رفتار آن در مقابل برخی واکنشگرها و اندازه گیری ارزش حجمی و وزنی آب اکسیژنه بوسیله تیتراسیون با محلول پرمنگنات $1/0$ نرمال می باشد.

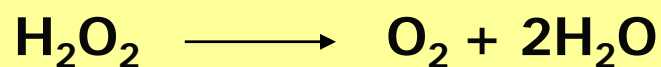
□ پراکسید مشتقات پراکسید هیدروژن است که در آن بجای هر هیدروژن یک فلز یک ظرفیتی و یا دو ظرفیتی وجود دارد. پراکسید فلزات قلیایی و قلیایی خاکی به ترتیب دارای فرمول MO_2 و M_2O_2 می باشند.



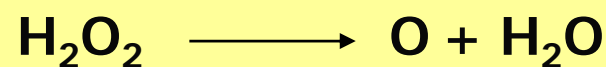
شکل 5- آب اکسیژنه

پراکسیدها به دو دسته تقسیم می شوند: پلی اکسیدها که با اسید سولفوریک تولید اکسیژن می کنند و هیپر اکسیدها که با اسید سولفوریک رقیق تبدیل به آب اکسیژنه می شوند. به این دسته نمکهای آب اکسیژنه می گویند.

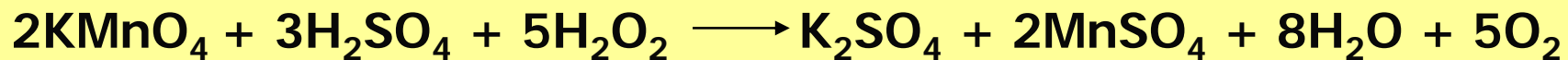
دمای ذوب و جوش آن به ترتیب 89°C و 150°C می باشد. ثابت دی الکتریک H_2O_2 بالا می باشد. مایع خالص آن در دمای 25°C ، $\epsilon = 93$ و محلول آبی 60% آن $\epsilon = 120$ می باشد. بنابراین ترکیب جزء حلالهای یونی کننده خیلی خوبی هستند ولی بعزت قدرت اکسیدکنندگی زیاد و ناپایداری ، قدرت حل کنندگی آنها محدود است.



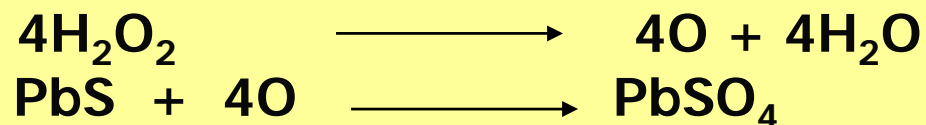
برای پایدار کردن، آنرا با موادی از قبیل اسید فسفریک، اسید سیتریک و گلیسرول که خاصیت ضد کاتالیزوری دارند، مخلوط می کنند. خاصیت اکسید کنندگی آب اکسیژنه بعلت سهولت آزاد شدن یک اتم اکسیژن فعال است.



آب اکسیژنه در مجاورت بعضی از اکسنده ها، خاصیت احیا کنندگی دارد.

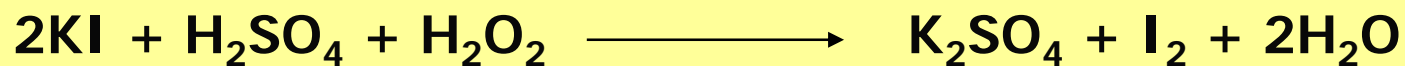


سولفور سرب سیاه رنگ در سرما تحت اثر H_2O_2 به سولفات سفید رنگ تبدیل می شود.



طرز شناسایی آب اکسیژنه

1- یدید پتاسیم را در مجاورت پرکسید هیدروژن اسیدی قرار داده و ید حاصله را با محلول استاندارد تیوسولفات تیتر می کنند.

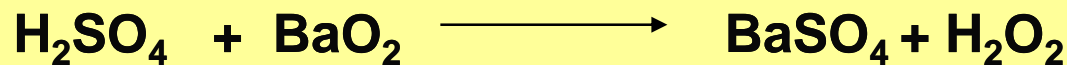


2- از افزایش محلول آن به دی اکسید تیتانیوم در مجاورت اسید سولفوریک، رنگ مربوط به پروکسید تیتانیوم مشاهده می شود.

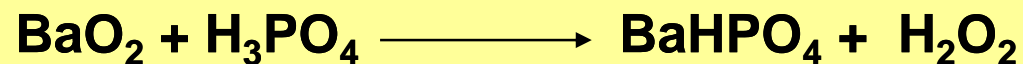
3- با محلول اسید کرومیک یا محلول اسیدی بی کرومات رنگ آبی تیره تولید می شود.

روش تهیه آزمایشگاهی آب اکسیژنه

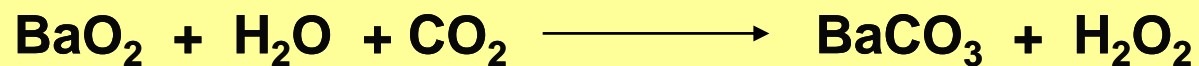
پراکسید هیدروژن را می توان از اثر اسید سولفوریک رقیق بر پراکسید سدیم یا پراکسید باریم ($\text{BaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) در دمای پایین تهیه کرد.



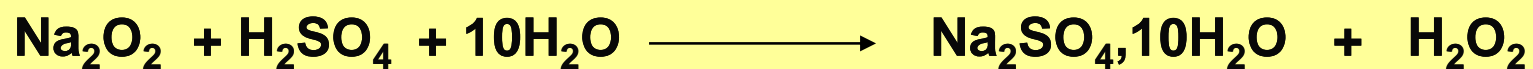
در تهیه نمکهای باریم از باریتها (BaSO_4) مقداری BaO به دست می آید که در اثر حرارت در هوا اکسید می شود و به پراکسید باریم تبدیل می شود. پراکسید باریم با اسید فسفریک نیز تولید آب اکسیژنه می کند.



فسفات باریم نامحلول از آن جدا می شود و محلول آبی آب اکسیژنه به دست می آید که به وسیله تقطیر در فشار کم می توان آنرا تغلیظ کرد. از عبورگازدی اکسید کربن د محلول پراکسید باریم نیز آب اکسیژنه بدست می آید.

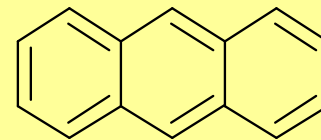
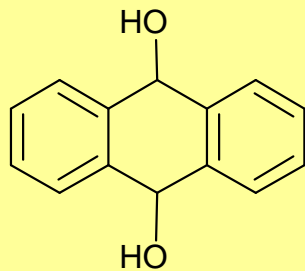
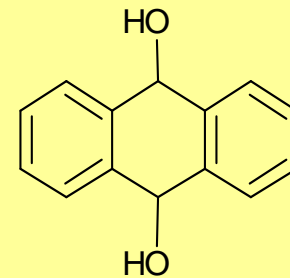
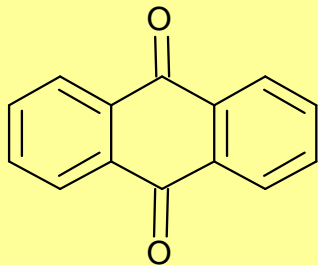


روش دیگر بر اساس روش مرک می باشد که در آن پراکسید سدیم با اسید سولفوریک 20% در دمای پایین واکنش داده و بعد از خارج کردن سولفات سدیم متبلور ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) بعد از تغلیظ آب اکسیژنه با غلظت 30% بدست می آید.

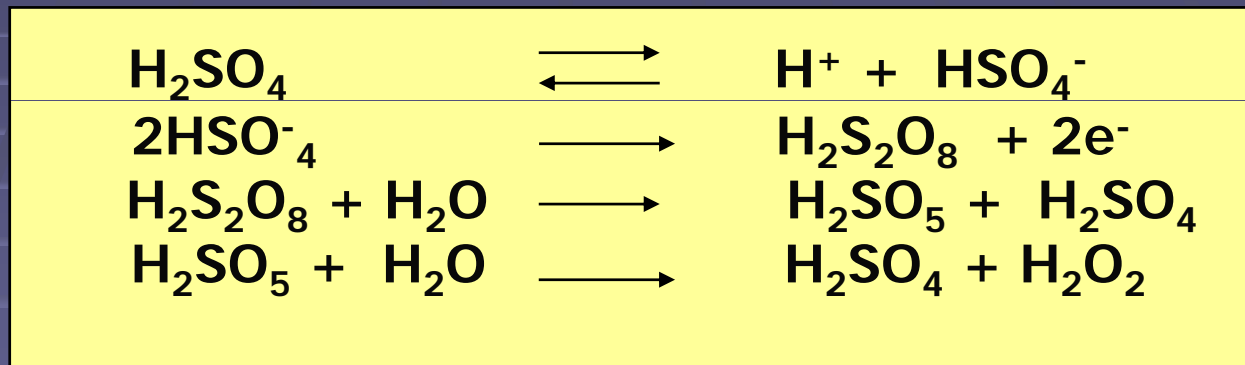


روش تهیه صنعتی آب اکسیژنه

1- فرایند خود اکسایش: یکی از مشتقات آنتراکینون بر اثر واکنش با هیدروژن در مجاورت کاتالیزور پالادیم به آنتراهایدروکینون تبدیل می شود. با عبور هوا از این ماده، محلول پراکسید هیدروژن 20% وزنی به دست می آید.



□ روش الکترولیز: از الکترولیز محلول اسید سولفوریک 50% وزنی یا محلول اسید سولفوریک و سولفات آمونیم با شدت جریان زیاد، پراکسو دی سولفات (و در نهایت از هیدرولیز آن پراکسید هیدروژن) در آند و هیدروژن در کاتد بدست می آید.



پراکسید هیدروژن را در دمای بالا و فشار کم جدا کرده و پس از تغلیظ سازی، محلول 30% وزنی بدست می آید.

ارزش حجمی پراکسید هیدروژن

قدرت پراکسید هیدروژن (ارزش حجمی) عبارت است از حجم اکسیژنی که در شرایط متعارفی از یک حجم پروکسید هیدروژن آزاد می شود. مثلا اگر 10ml پروکسید هیدروژن در شرایط متعارفی تولید 200 ml اکسیژن کند، ارزش حجمی این محلول 20 خواهد بود. ارتباط ارزش حجمی پروکسید با نرمالیتة آن بصورت زیر می باشد.

$$a = N \times 6/5$$

که در آن a ارزش حجمی و N نرمالیتة می باشد.

مواد مورد نیاز

اسید سولفوریک 20%
پراکسیدباریم
کربنات باریم
اسید سولفوریک 2 نرمال
پرمنگنات پتاسیم 1/0 نرمال
سولفات آمونیم یا پتاسیم
اسید سولفوریک غلیظ
اسید فسفریک
پراکسید سدیم
سولفور سیانور آمونیم

وسایل مورد نیاز

بالن 50 ml
دستگاه تبخیر در خلاء
کاغذ صافی
دستگاه الکترولیز
لوله آزمایش
ارلن 250 ml
بورت 25 ml

روش کار

1- در یک بالن، 50 ml اسید سولفوریک 20% ریخته، به تدریج 10 گرم BaO_2 به آن اضافه کنید. آنرا سرد کرده و سولفات باریم ته نشین شده را صاف کنید. محلول زیرین آب اکسیژنه است. به این محلول ml 20 اسید سولفوریک 4 نرمال افزوده و آنرا در دستگاه تبخیر کننده در خلاء روی دمای 70 درجه سانتیگراد تنظیم نمائید.

رسوب در بالن باقی مانده و مخلوط آب و آب اکسیژنه در بالن بزرگ جمع می شود. به 10 ml از این محلول 30 ml اسید سولفوریک 4 نرمال اضافه کرده و با پرمنگنات پتاسیم 1/0 نرمال تیترا کنید. از روی مقدار مصرفی پرمنگنات، ارزش حجمی محلول آب اکسیژنه بدست می آید (مرحله اول).

محلول آب اکسیژنه را می توان دوباره با دستگاه تبخیر در خلاء تغلیظ کنید. آب اکسیژنه که دارای دمای جوش بالاتری از آب است، در بالن اولی باقی می ماند. 10 ml از آن را برداشته و بوسیله پرمنگنات تیتر نمائید و ارزش حجمی آنرا برای بار دوم تعیین کنید(مرحله دوم).

2- 25 گرم سولفات آمونیم یا پتاسیم را در 100 ml آب مقطر حل کرده و 91/0 گرم سولفورسیانور آمونیم و 19 ml اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه نمائید. محلول را خوب به هم بزنید و سپس الکترولیز نمائید.

3- در لوله آزمایش 10 ml اسید فسفریک ریخته و آنرا در ظرف آب یخ نگهدارید. سپس به آن پراکسید سدیم اضافه کنید. اگر دستگاه تبخیرکننده در خلاء در دسترس نباشد به روش زیر عمل کنید.

آب اکسیژنه را به حجم 100 ml برسانید و 25 ml از آنرا با پرمنگنات پتاسیم 1/0 نرمال تیتر کنید. ارزش حجمی آب اکسیژنه را حساب کنید.

1- محلول آب اکسیژنه را با استفاده از دستگاه تبخیر در خلاء تغلیظ کنید. آب اکسیژنه در بالن اولی باقی می ماند. 10 ml از آن را برداشته و بوسیله پرمنگنات تیترا نمائید و ارزش حجمی آنرا برای بار دوم تعیین کنید (مرحله دوم).

2- 25 گرم سولفات آمونیم یا پتاسیم را در 100 ml آب مقطر حل کرده و 91/0 گرم سولفورسیانور آمونیم 19 ml اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه نمائید. محلول را خوب به هم بزنید و سپس الکترولیز نمائید.

3- در لوله آزمایش 10 ml اسید فسفریک ریخته و آنرا در ظرف آب یخ نگهدارید. به آن پراکسیدسدیم اضافه کنید. آب اکسیژنه تولیدی را شناسایی کنید.

اگر دستگاه تبخیر در خلاء در دسترس نباشد به روش زیر عمل کنید. آب اکسیژنه را به حجم 100 ml برسانید و 25 ml از آنرا با پرمنگنات پتاسیم 1/0 نرمال تیترا کنید. با استفاده از پرمنگنات مصرفی ارزش حجمی آب اکسیژنه را حساب کنید.



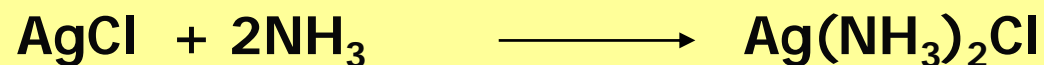
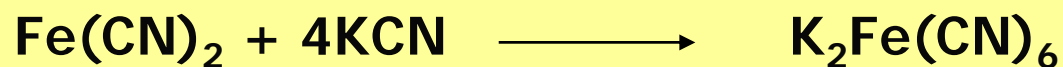
شکل 6- دستگاه تبخیر در خلاء

آزمایش شماره 3

تهیه یک نمک مضاعف و یک کمپلکس و مقایسه آنها

هدف از انجام این آزمایش تهیه نمک مضاعف سولفات آمونیم مس (II) . شش آب و کمپلکس تترا آمین مس (II) سولفات منوهیدرات و مقایسه پاره ای از خواص نمک ساده ، نمک مضاعف و نمک کمپلکس می باشد.

□ در کمپلکس ها پیوند بین فلز و گروه های غیر فلزی دهنده الکترون (لیگاند) از نوع پیوند کئوردیناسیون می باشد. لیگاندها را بسته به تعداد اتم کئوردینانس شونده، به لیگاندهای یک دندانه، دو دندانه و ... تقسیم می کنند. لیگاند کی لیت دهنده می تواند همزمان از بیش از یک موقعیت به فلز متصل شوند. کی لیت ها کمپلکس هایی پایدارند و حلقه های 5 و 6 عضوی آنها پایدارتر هستند.



پتاسیم هگزا سیانوفرات (II) در آب حل شده و محلولی را می دهد که هیچ نوع واکنش مشخص کننده یون Fe^{2+} ندارد، زیرا این یون در محیط آزاد نیست و به صورت $[Fe(CN)_6]^{4-}$ وجود دارد. این یون یک یون کمپلکس است.

یک دسته معمول از نمکهای مضاعف، زاجها هستند که در حقیقت سولفات مضاعف پتاسیم و آلومینیم هستند. $(KAl(SO_4)_2, 12H_2O)$

در کمپلکس اربیتال لیگند انرژی کمتری از اربیتال فلز دارند، در نتیجه پیونده تا حدودی خصالت یونی دارند و اربیتالهای مولکولی پیوندی به اربیتالهای گروه لیگاند شبیه ترند.

کمپلکسها به دو نوع کمپلکسهای ورنر (کمپلکسهای که خصالت یونی بیشتر دارند) و کمپلکسهای کربونیل فلز و آلی فلزی (پیوند فلز- کربن و بیشتر خصالت کووالانسی دارند) دسته بندی کرده اند.

روشهای جداسازی کمپلکس ها از محلول:

- 1- تبخیر حلال و سرد کردن محلول تغلیظ شده (تبلور)
- 2- استخراج با حلالی که کمپلکس را در خود حل نمی کند
- 3- اگر کمپلکس کاتیونی باشد با افزودن آنیون مناسب، نمک نامحلول را می توان جدا کرد. برای کمپلکس آنیونی از کاتیون مناسب استفاده می کنیم.

□ برای تهیه کمپلکس‌ها بایستی از خواص فلز و لیگاند آگاهی کامل داشت. نحوه واکنش فلز و لیگاندها از قواعد ترمودینامیک، ممانعت فضایی، فشار الکتروستاتیک و بسیاری دیگر از پارامترهای متاثر خواهد بود.

مواد مورد نیاز

سولفات مس (II) 5 آبه
سولفات آمونیم
محلول آمونیاک
اتانول
آمونیاک 6 نرمال

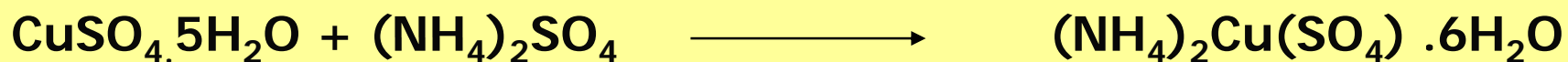
وسایل مورد نیاز

شیشه ساعت
لوله آزمایش
بشر 250 ml
قیف بوخزر
پیپت
کاعد صافی
کاغذ تورنسل

روش کار

تهیه نمک مضاعف کوپریک آمونیوم سولفات 6 آبه

01/0 مول سولفات مس (II) 5 آبه را در 15 ml آب حل کرده و به آن 01/0 مول سولفات آمونیم اضافه کنید. آنرا با حرارت تغلیظ کرده و روی ظرف را با شیشه ساعت پوشانده و در جای مناسبی نگه دارید. بعد از ته نشینی بلورها، مایع بالایی را به آرامی سرریز کرده و در نهایت بلورها را جدا کنید.



تهیه کمپلکس تتراآمین مس(II) سولفات یک آبه

یک گرم سولفات مس 5 آبه را در 5 ml آب حل کرده و به آن آمونیاک بیافزائید تا رسوب $\text{Cu}(\text{OH})_2$ در آمونیاک حل شود. به محلول 5/0 ml آمونیاک اضافه کنید. 5/2 ml اتانول به محلول اضافه کرده تا دو لایه از یکدیگر جدا شوند. این محلول را به مدت 24 ساعت در محلی قرار دهید. بلورها را صاف کرده با کمی الکل شستشو دهید. بعد آنها را روی کاغذ صافی خشک کنید.



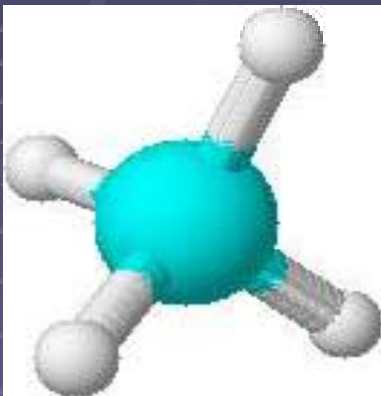
مقایسه برخی از خواص نمک ساده، نمک مضاعف و نمک کمپلکس

1- 500 میلی گرم سولفات مس 5 آبه را در یک لوله آزمایش حرارت دهید. (رنگ سفید) 2-3 قطره آب به آن افزوده و تغییر رنگ را مشاهده کنید. سپس 5 ml آمونیاک 6 مولار را به آن افزوده و تغییرات را مشاهده کنید. (ابتدا هیدروکسید مس (II) و سپس کمپلکس تتراآمین مس (II) تشکیل می شود.

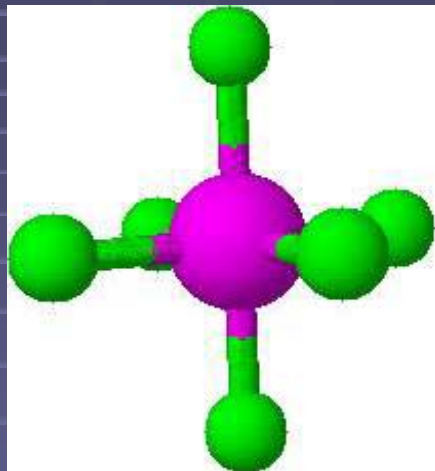
2- مقداری از نمک مضاعف تهیه شده در آزمایش قبل را در 5 ml آب حل نمائید. به روش مشابه محلول کمپلکس تهیه کنید. رنگ دو لوله آزمایش را مقایسه کنید. سپس هر دو لوله آزمایش را با 20 ml آب مقطر رقیق کرده و تغییرات را مشاهده نمائید. (فقط در یکی از آنها رسوب هیدروکسید مس آبی رنگ ظاهر می شود).

3- مقدار کمی از نمکها را جداگانه در لوله آزمایش ریخته و به ملایمت حرارت دهید. تغییرات رنگ را مشاهده نمائید. گازی که از آنها خارج می شود را به کمک کاغذ تورنسل شناسایی کنید. (آمونیاک، آب و تری اکسید گوگرد خارج می شود و اکسید مس (II) سیاهرنگ به وجود آمده که در نهایت به اکسید مس (I) قرمز رنگ تبدیل می شود).

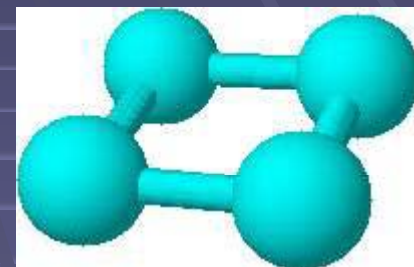
شکل 7- ساختار چندین کمپلکس



چهاروجهی تقارن T_d



هشت وجهی با آرایش O_h



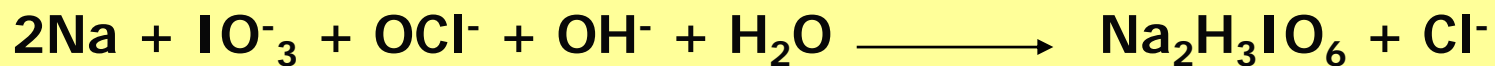
مسطح مربعی با تقارن D_{4h}

آزمایش شماره 4

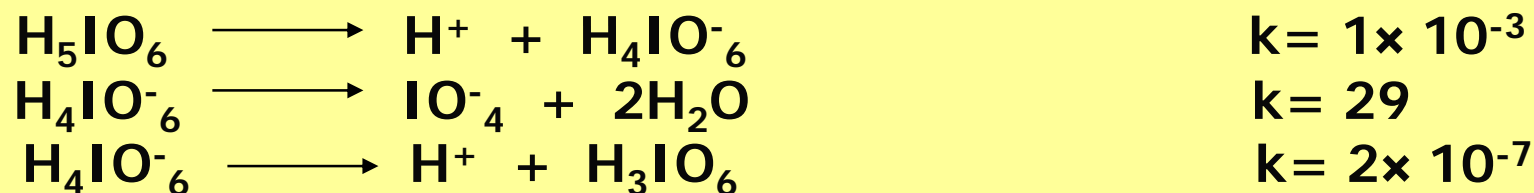
تهیه متاپریدات پتاسیم و تعیین درجه خلوص آن

هدف از این آزمایش تهیه متاپریدات پتاسیم با استفاده از یدات پتاسیم، پرسولفات پتاسیم، هیدروکسید پتاسیم و نیتریک اسید غلیظ 1:1 و تعیین درجه خلوص آن با استفاده از سنجش مقدار I_2 به وسیله تیوسولفات پتاسیم با نرمالیت مشخص می باشد.

□ اکسواسیدهای هالوژندار فراوانی از قبیل HIO ، HIO_3 ، HIO_4 ، H_5IO_6 و $\text{H}_4\text{I}_2\text{O}$ وجود دارند. پریداتها را از اکسایش یداتها به وسیله هیپوکلریت در محلولهای غلیظ هیدروکسید سدیم تهیه می کنند و پارپریدات دی سدیم که انحلال پذیری بسیار کمی دارد و رسوب می کند.

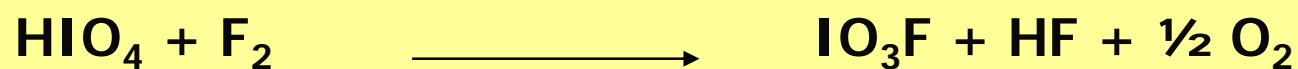


اسید پریدیک در محلول به صورت یون چهاروجهی IO_4^- و همچنین به چندین شکل آب پوشیده وجود دارد. تعادلهای اصلی در محلولهای اسیدی عبارتند از:

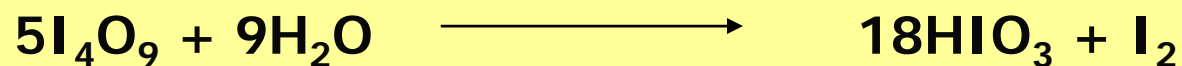


در محلولهای آبی اسید پریدیک به صورت H_5IO_6 وجود دارد. بخش قابل توجهی از آنیونهای یک ظرفیتی منفی، آب از دست داده و به شکل متا، یعنی IO_4^- در می آید. نمونه های آب پوشیده اصطلاحاً ارتوپریدات نامیده می شود. تعادلهایی که به pH بستگی دارند به سرعت برقرار می شوند.

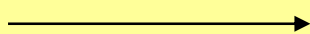
□ اسید متاپریدیک را می توان در اسید فلئوریدریک بی آب، فلئوردار کرد و فلئور و پریدیک به دست آورد.



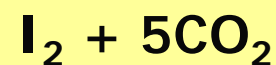
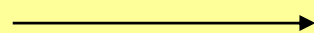
تترا یدنانوکسید (I_4O_9) از واکنش بین ارتو فسفریک اسید و یدیک اسید به دست می آید و در اثر هیدرولیز، به HIO_3 و I_2 تبدیل می شود.



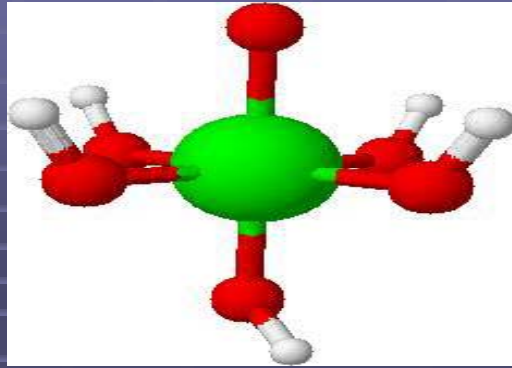
می توان استنباط کرد که ترکیب باید به صورت ید (III) یدات $(\text{IO}_3)_3$ فرمول بندی شود. دی یدوپنتوکسید، I_2O_5 را می توان با گرم کردن اسید یدیک تا 20 درجه سانتیگراد تهیه کرد.



این ترکیب غیر فرار بلورین می باشد و تا دمای 300 درجه تجزیه نمی گردد. این ترکیب عامل اکسنده قوی است و در تعیین کربن منوکسید در مخلوطهای گازی بکار می رود.

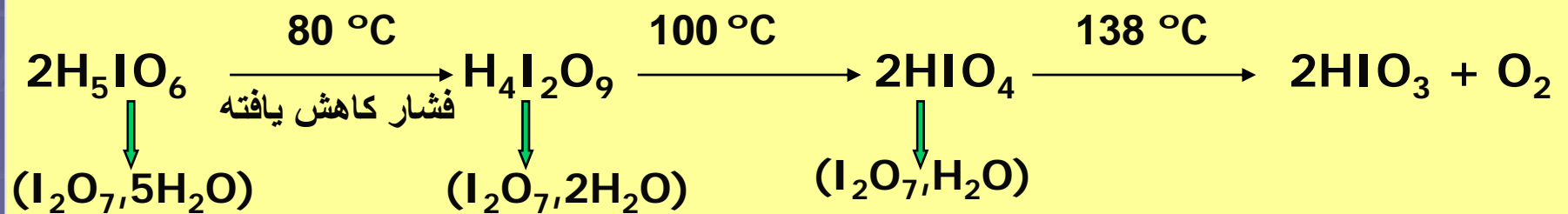


واکنش در دمای 70 درجه کمی است و ید تولید شده را با روشهای حجم سنجی استاندارد کنید. I_2O_5 با آب و قلیا واکنش می دهد و یون یدات - (IO_3) تولید می کند. در حالت جامد، شواهد یک اتم اکسیژن به صورت پلی بین دو گروه IO_2 را تأیید می کند.

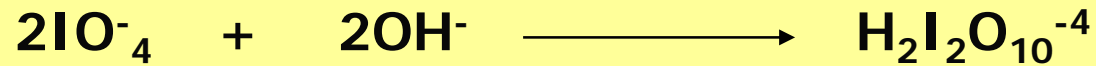


شکل 8- ساختار H_5IO_6

H_5IO_6 در اثر گرما، آب از دست داده و ابتدا به پیروپریدیک اسید ($H_4I_2O_9$) و سپس به پریدیک اسید (HIO_4) و سرانجام به یدیک اسید تجزیه می شود.



در محلولهای قلیایی پیریدات دی مر می شود.



اسید پیریدیک اکسیدکننده قوی است. بنابراین برای اکسایش یون منگانو به پرمنگنات مناسب هستند. در واکنش ممکن است اوزون آزاد شود ولی هیدروژن پروکسید تشکیل نمی شود.

مواد مورد نیاز

یدات پتاسیم
پرسولفات پتاسیم
هیدروکسید پتاسیم
اسید نیتریک 1:1
یخ
بوریک اسید
یدید پتاسیم
تیوسولفات سدیم 1/0 نرمال
اسید کلریدریک غلیظ
محلول چسب نشاسته

وسایل مورد نیاز

قیف بوخنر
بشر 250 ml
حمام آبی
کاغذ تورنسل
ارلن 250 ml
بورت 25 ml
پیپت 10 ml

روش کار

5/2 گرم یدات پتاسیم را در 25 میلی لیتر آب مقطر در یک بشر 250 میلی لیتری حل کنید و بجوشانید. به آن 4 گرم پرسولفات پتاسیم اضافه کنید. 3 گرم هیدروکسید پتاسیم را اضافه کنید و مخلوط را به مدت 20 دقیقه در حمام آب قرار دهید. دی فروپیریدات به فرمول $K_4I_2O_9$ تشکیل می شود.

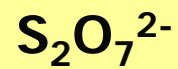
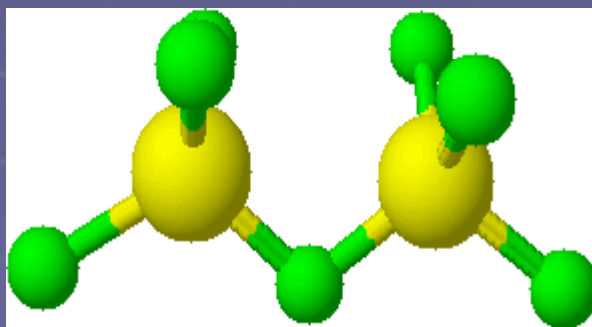
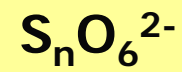
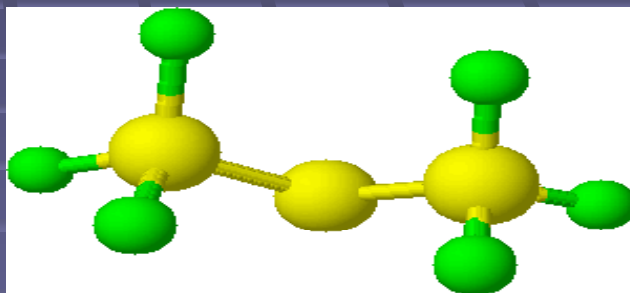
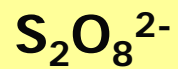
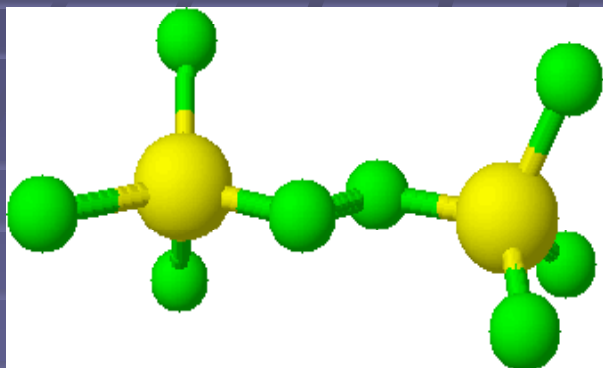
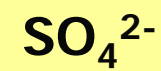
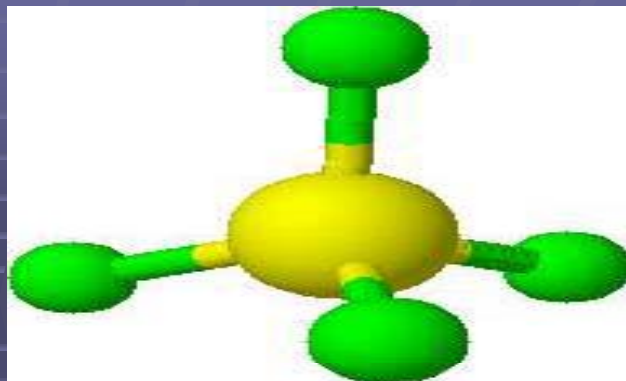
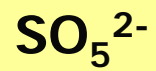
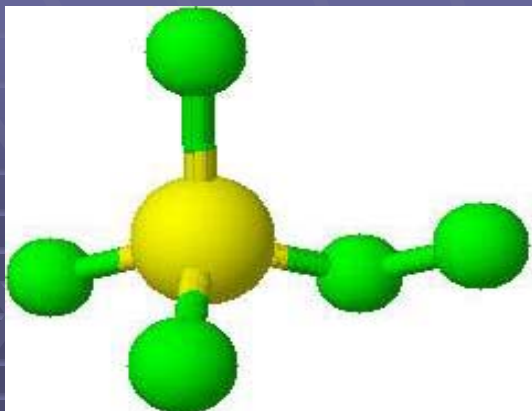
25 میلی لیتر آب اضافه کرده و محلول را سرد کنید. رسوب تشکیل شده (پتاسیم سولفات) را صاف کنید. محلول را در حمام یخ قرار دهید و به آن اسید نیتریک 1:1 اضافه کنید تا رنگ کاغذ تورنسل قرمز شود. 1ml از محلول اسید اضافه کرده و رسوب (پریدات پتاسیم) را به کمک قیف بوخزر جدا کنید. پس از شستشو با آب، آنرا در هوا خشک کنید.

تجزیه کمی

1/0 گرم از نمک خشک را در ارلن 250 ml در 100 میلی لیتر آب مقطر حل کنید. به آن 2 گرم بوراکس و تا حد اشباع بوریک اسید، اضافه کنید. سپس 3 گرم یدید پتاسیم افزوده و مجموعه را مدت 3 دقیقه به حال خود بگذارید. در این مرحله پریدات به یدات و یدید تبدیل می شود. ید آزاد شده را به وسیله محلول تیوسولفات 1/0 نرمال بسنجید.

حجم تیوسولفات مصرف شده را یادداشت کنید. به این محلول 1-2 ml اسید کلریدریک غلیظ اضافه کنید تا پدات با یدید و کلریدریک اسید ترکیب شده و ید آزاد شود. تیتراسیون را ادامه دهید تا رنگ زرد از بین برود. حجم دوم را یادداشت کنید. برای تیتراسیون از محلول چسب نشاسته به عنوان معرف استفاده کنید.

شکل 9- ساختار ترکیبات گوگرد



آزمایش شماره 5

تهیه تری پتاسیم هگزانیتر و کبالت و مطالعه واکنشهای آن

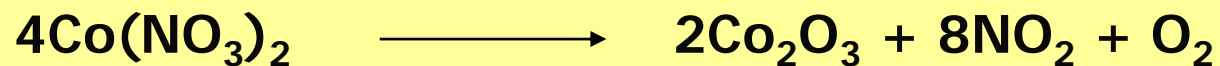
هدف در این آزمایش تهیه تری پتاسیم هگزانیتر و کبالت با استفاده از کلرید کبالت، نیتريت سدیم و استیک اسید و مطالعه واکنشهای کبالت می باشد.

مهمترین کانی کبالت ، اسمالتیت CoAs_2 و کبالتیت CoAsS می باشد. پتانسیل استاندارد الکتروود Co^{2+}/Co $-277/^\circ$ است ولی از نظر شیمیایی نسبتاً غیر فعال است. مستقیماً با هیدروژن یا ازت ترکیب نمی شود کبالت در درجات حرارت بالا با اکسیژن هوا و بخار آب ترکیب می شود و CoO می دهد.

☐ سه اکسید کبالت CoO ، Co_2O_3 و Co_3O_4 از کبالت شناخته شده است.

اکسید کبالت (II) (CoO) از حرارت دادن هیدروکسید کبالت (II) به دست می آید. جامدی به رنگ سبز زیتونی است و ساختمان نمک طعام دارد.

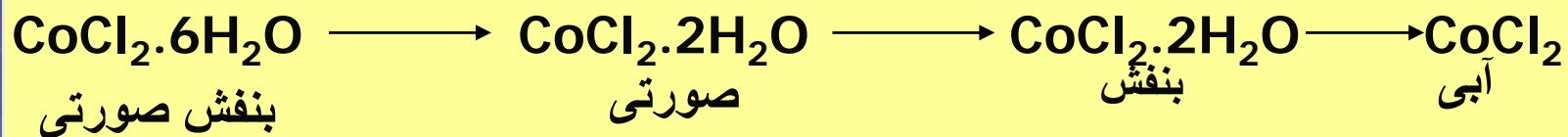
اکسید کبالت (III) (Co_2O_3) از حرارت دادن ملایم نیترات کبالت (II) به صورت پودر سیاه رنگ به دست می آید.



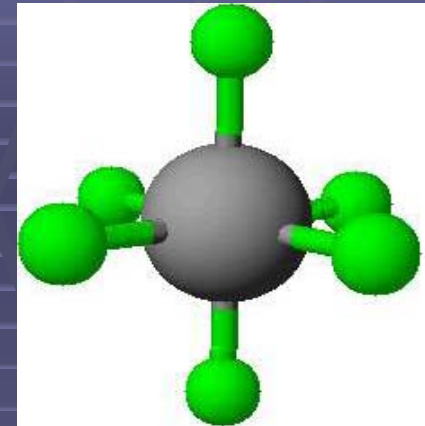
□ نمکهای کبالت (II) آبدار

از حل کردن Co یا کربنات کبالت (II) در اسیدهای رقیق، یون هگزاآکوئو $[\text{Co}(\text{H}_2\text{O})]^{2+}$ به دست می آید. این یون دارای آرایش هشت وجهی است. در صورتیکه به یون Co^{2+} سود اضافه کنیم رسوب هیدروکسید کبالت (II) تشکیل می شود و بسته به شرایط عمل کبالت (II) تعداد زیادی نمکهای ساده و آبدار تشکیل می دهد.

از نمکهای آبدار می توان کلرید کبالت (II) آبدار $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ و نیترا کبالت (II) آبدار $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ را نام برد. کلرید کبالت (II) شش آبه در گرما به تدریج آب تبلور خود را از دست می دهد.



کمپلکس هشت وجهی کبالت



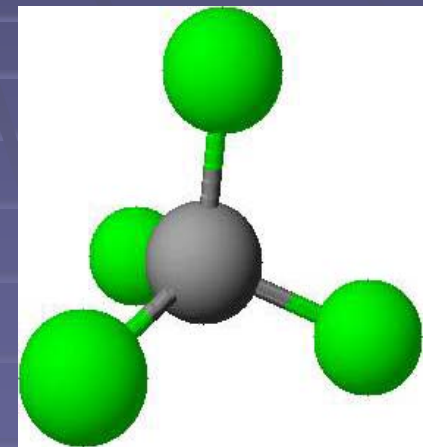
□ کمپلکسهای کبالت (II)

کمپلکسهایی مانند $[\text{Co}(\text{NO}_3)_6]^{-4}$ هشت وجهی و $[\text{Co}(\text{NO}_3)_4]^{-2}$ چهار وجهی وجود دارد.

□ کمپلکسهای کبالت (III)

تمامی کمپلکسهای کبالت (III) هشت وجهی هستند. کمپلکسهای یونی $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{+3}$ ، $[\text{Co}(\text{CN})_6]^{-3}$ و $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}]^{+2}$ دیا مغناطیس هستند (هیبریداسیون d^2sp^3) کمپلکس $[\text{CoF}_6]^{-3}$ پارامغناطیس (هیبریداسیون sp^3d^2) است و چهار الکترون منفرد دارد.

کمپلکس چهاروجهی کبالت



شکل 10- کمپلکس های کبالت

مواد مورد نیاز

کلرید کبالت (II)
نیتريت پتاسيم
اسيد استيك
محلول كلريد كبالت (II) 10%
سود 1/0 نرمال
سود 1 نرمال
تيوسيانات آمونيم سير شده
كربنات سدیم
اسيد كلريدريك 4 نرمال
دی اتیل اتر
محلول كلريد آمونيم
محلول آمونياك 4 نرمال
پراکسید هیدروژن 6%
سود 4 نرمال
اسيد كلريدريك 2 نرمال
گاز هیدروژن سولفيد
محلول غليظ پتاسيم تيوسيانات

وسایل مورد نیاز

بشر 250 ml
کاغذ صافی
ارلن 250 ml
اتوکلاو
لوله آزمایش

روش کار

1 گرم کلرید کبالت را در 10 ml آب مقطر حل کنید. 4 گرم نیتريت پتاسيم را به اين محلول اضافه کنید و آنرا گرم کنید. 5 ml اسيد استيك به محلول اضافه کرده و رسوب زرد تری پتاسيم هگزا نيترو کبالت (III) را صاف کرده و با آب بشوئيد. رسوب را در آون خشک و سپس وزن نمائيد.

□ واکنشهای کبالت

1- مقداری از محلول 10% نمک کبالت (II) را در لوله آزمایش ریخته و به آن کمی سود $1/0$ نرمال اضافه کنید. رسوب آبی رنگ حاصل می شود. آنرا کمی حرارت داده و سپس چند قطره محلول سود نرمال به آن اضافه کنید. تغییرات را یادداشت کنید.

2- به مقداری از محلول کبالت (II) از محلول اشباع شده تیوسیانات آمونیوم اضافه کنید. محلول به رنگ آبی تند در می آید. واکنش ها را بنویسید.

3- به 2 ml محلول کبالت (II) محلول کربنات سدیم اضافه کنید. تغییرات را مشاهده کنید.

4- 2/0 گرم از کمپلکس کاملاً خشک شده در آب حل کرده به تدریج محلول کلرید آمونیوم به آن اضافه کنید و هم بزنید. رسوب به دست آمده را جمع آوری کرده و روی آن آزمایش زیر را انجام دهید.

5- رنگ شعله محلول آزمایش 4 و کمپلکس تری پتاسیم هگزا نیترو کبالت را مشخص کنید و تشابه یا اختلاف را توجیه کنید.

6- به 2 ml از محلول کبات (II) مقدار اضافی محلول آمونیاک 4 مولار اضافه کنید و نتایج را با واکنش بند 1 مقایسه کنید. سپس چند قطره هیدروژن پراکسید 6% اضافه کنید و محلول را با مقدار اضافی سدیم هیدروکسید 4 مولار بجوشانید.

7- یک قطره از محلول اسید کلریدریک 2 مولار به محلول کبالت (II) اضافه کنید. از محلول گاز هیدروژن سولفید عبور دهید. چند قطره محلول 4 مولار آمونیاک اضافه کنید.

8- به 2 ml محلول کبالت (II)، محلول غلیظ پتاسیم تیوسیانات اضافه کنید. سپس حدود 2 ml در اتیل اتر اضافه کرده و محلول را با اسید کلریدریک 4 مولار اسیدی کنید. تغییرات را بنویسید.

آزمایش شماره 6

تهیه پرمنگنات پتاسیم از سنگ معدن پیرولوزیت

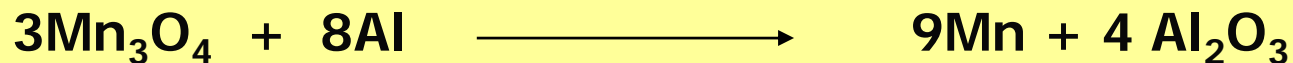
هدف از انجام این آزمایش تهیه پرمنگنات پتاسیم از سنگ معدن پیرولوزیت با استفاده از پتاس و الکترولیز می باشد. □

منگنز بصورت اکسید فلزی در پوسته زمین فراوان است.
پیرولوزیت (MnO_2) و هوسمانیت (Mn_3O_4)

برای استخراج فلز، اکسیدهای آبدار را برشته کرده و سپس به وسیله کربن کاهش می دهد.

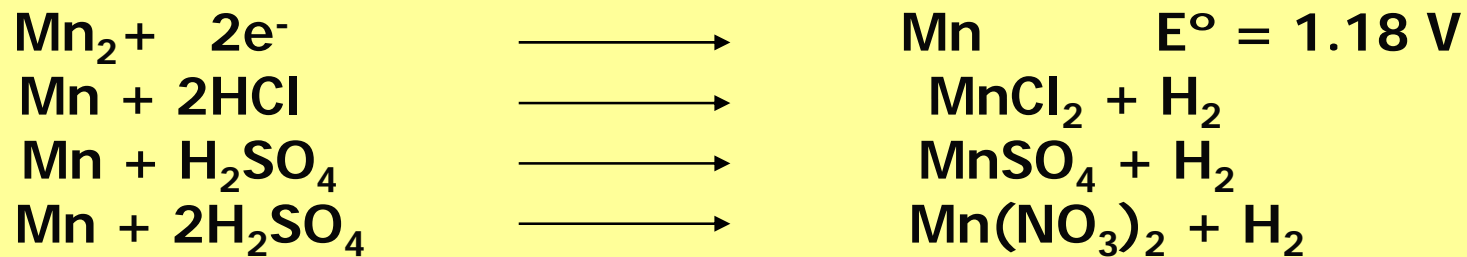


عمل کاهش به وسیله آلومینیوم انجام می گیرد.

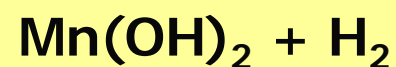
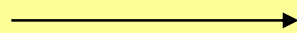
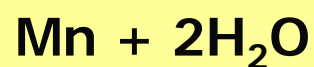


فلز ناخالص را می توان به روش الکترولیز خالص کرد.

منگنز از نظر خواص شیمیایی و فیزیکی شبیه به آهن و کروم است. فلزی است کاملاً الکتروپوزیتیو، به آسانی در محلول رقیق اسیدهای غیر اکسنده حل شده و هیدروژن آزاد می کند.



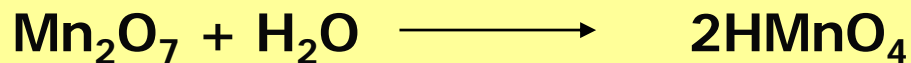
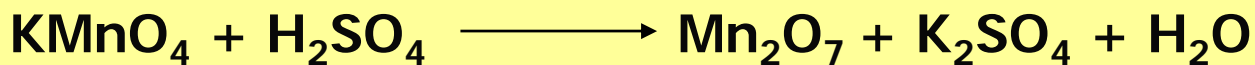
تعداد بسیار کمی از فلزات با اسید نیتریک رقیق هیدروژن آزاد می کنند که منگنز یکی از آنهاست. منگنز در هوای مرطوب اکسید می شود. در صورتیکه منگنز ناخالص باشد، آب را تجزیه کرده و هیدروژن آزاد می کند.



□ ترکیبات منگنز

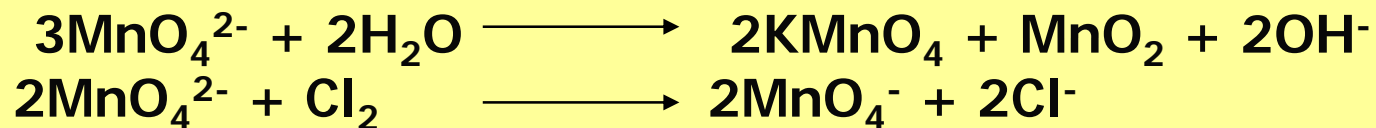
این فلز حالت‌های اکسایش 0 تا +7 و در برخی حالات حتی منفی را دارد. منگنز در حالت اکسایش VII به صورت Mn_2O_7 و یون MnO_4^- شناخته شده است.

هپتوکسید منگنز (انیدرید پرمنگنیت) از افزایش پرمنگنات پتاسیم به اسید سولفوریک غلیظ و سرد به صورت مایع روغنی به رنگ قهوه ای جدا می شود.



□ پرمنگنات پتاسیم

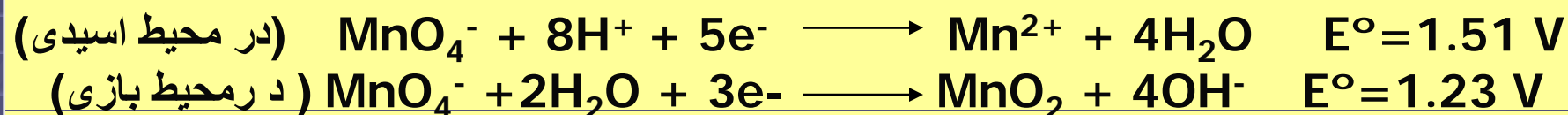
از واکنش دی اکسید منگنز با پتاس یا کربنات پتاسیم در مجاورت هوا یا سایر اکسنده ها مانند نیترات پتاسیم به دست می آید. جامد حاصل منگنات پتاسیم سبز رنگ است که در آب حل شده و با عبور دی اکسید کربن، کلر یا اوزون از محلول به پرمنگنات تبدیل می شود.



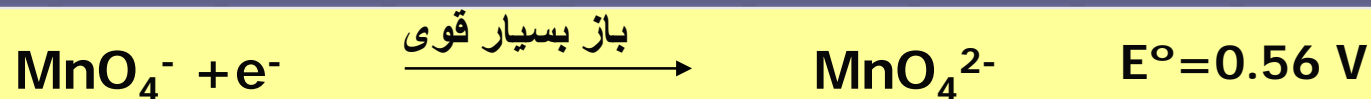
□ خواص پرمنگنات پتاسیم

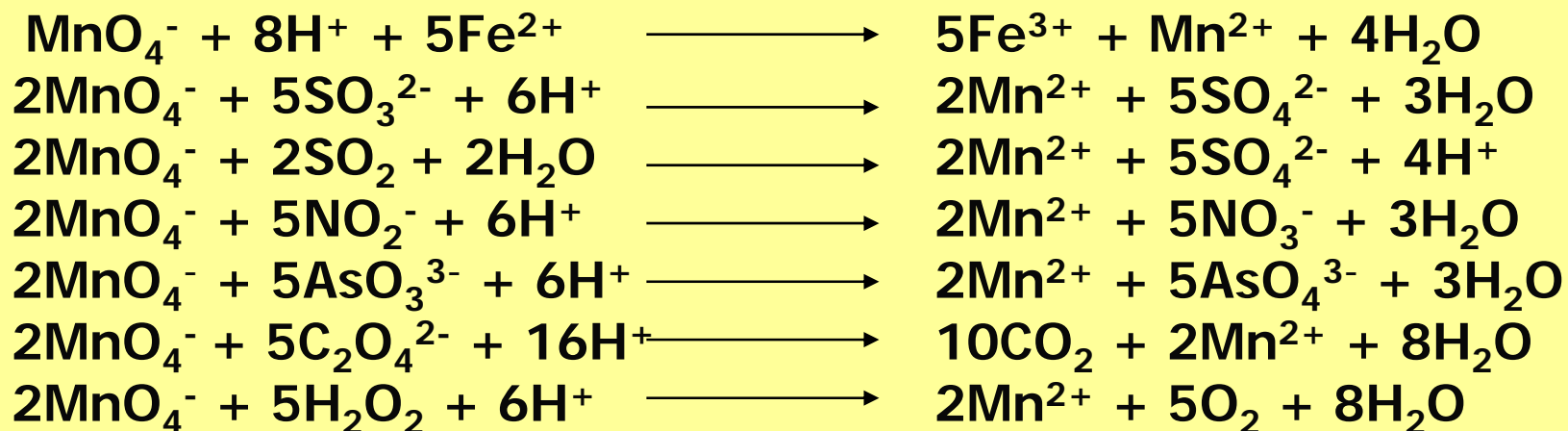
رنگ یون پرمنگنات ارغوانی پر رنگ است. بلور پتاسیم پرمنگنات تقریباً سیاه رنگ است. در آب محلول و ناپایدار است. در محیط اسیدی به آرامی تجزیه می شود و در محیطهای خنثی و قلیایی و در تاریکی تقریباً پایدار است.

1- عمل اکسید کنندگی در محیط اسیدی، بازی و خنثی یک ماده اکسنده قوی است.



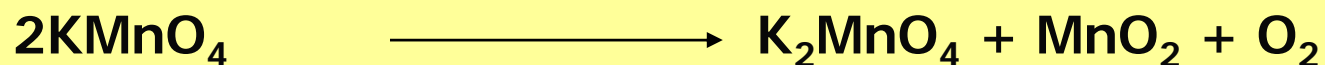
در محیط بازی قوی به یون منگنات سبز رنگ تبدیل می شود.





اثر حرارت □

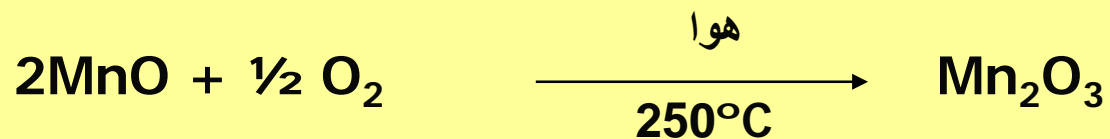
پرمنگنات پتاسیم بر اثر گرمای شدید، به منگنات پتاسیم، دی اکسید منگنز و اکسیژن تبدیل می شود.



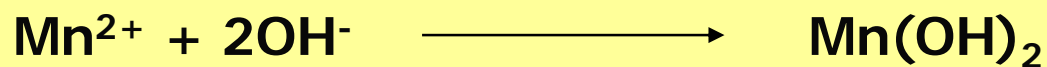
□ شیمی منگنز II (d^5)

این حالت اکسایش به صورت MnO ، $Mn(OH)_2$ نمکهای سولفات، کلرید، کربنات ، نیترات و) وجود دارد.

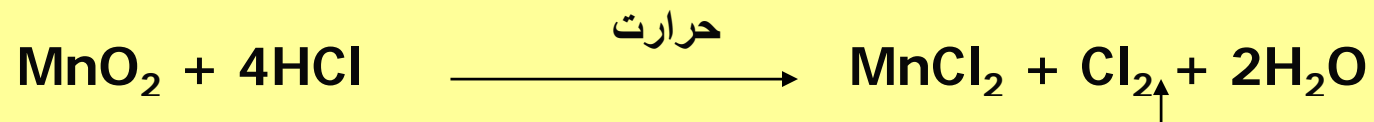
1- MnO از کاهش MnO_2 با هیدروژن به صورت پودر به رنگ خاکستری مایل به سبز به دست می آید. این اکسید ماهیت قلیایی دارد و به سهولت به Mn_2O_3 تبدیل می شود.



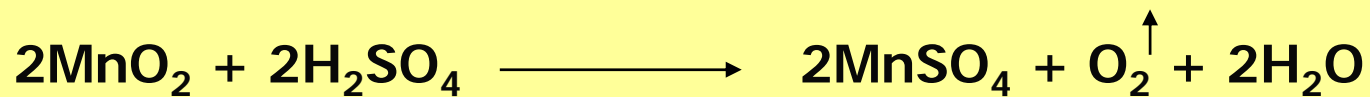
Mn^{2+} -2 از افزودن هیدروکسیدهای قلیایی بر محلول نمکهای Mn^{2+} به صورت رسوب سفید رنگ ژلاتینی تشکیل می شود.



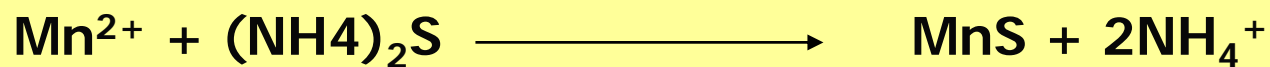
3- نمکهای منگنز(II) جزء پایدارترین نمکها به شمار می آیند. بجز کربنات و فسفات منگنز(II) بقیه نمکهای(II) در آب حل می شوند. کلرید منگنز(II) از واکنش HCl و MnO₂ تهیه می شود.



سولفات منگنز(II) را از حرارت دادن دی اکسید منگنز با اسید سولفوریک بدست می آورند.

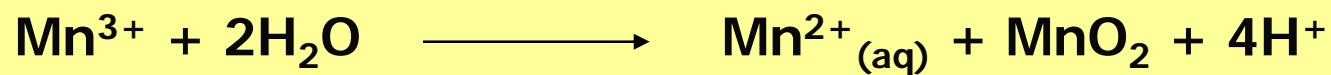


یون $Mn(II)$ کمپلکس هایی همانند $[Mn(H_2O)_6]^{2+}$ ، $Mn(NH_3)_6^{2+}$ ، $[MnCl_2(H_2O)_2]^{2-}$ و $[MnCl_6]^{4-}$ تشکیل می دهد. منگنز (II) با سدیم هیدروکسید رسوب ژلاتینی $Mn(OH)_2$ و با سولفید آمونیم رسوب صورتی رنگ MnS می دهد.



□ شیمی منگنز (III)

منگنز در این حالت اکسایش به صورت اکسیدهای مختلط، هگزا اکسو منگنز (III) و فلئورید منگنز (III) وجود دارد. هنگامیکه اکسید یا هیدروکسیدی از منگنز تا 1000 درجه حرارت داده شود ترکیب سیاه رنگ Mn_3O_4 تشکیل می شود ($Mn^{II}Mn_2^{III}O_4$).

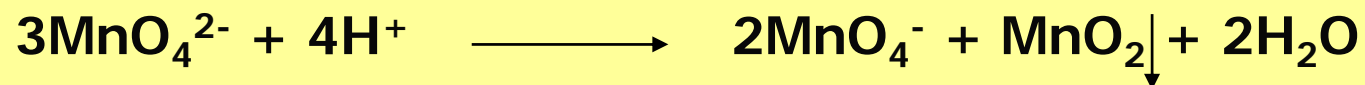


□ شیمی منگنز VI (d¹)

در این حالت اکسایش فقط به صورت منگنات-MnO₄²⁻ شناخته شده است.



یون منگنات فقط در محلولهای خیلی قلیایی پایدار است. در محلولهای اسیدی یا کمی قلیایی تسهیم نامتناسب انجام می دهد.



مواد مورد نیاز

سولفات فرو اسید سولفوریک 1/0N
سولفات فرو 1/0N
پرمنگنات پتاسیم 1/0N
سولفات فرو
اسید سولفوریک غلیظ
پتاس
گاز CO₂
پرمنگنات پتاسیم
اسید اکسالیک 1/0N
سولفوریک اسید 3 N
پتاس 5%
ورقه آهنی

وسایل مورد نیاز

ارلن 250 ml
پیپت حبابدار
بورت

بالن ژوژه یک لیتری
بوته نیکی
ارلن خلاء
دستگاه الکترولیز
حمام آب گرم
کاغذ صافی
دماسنج
خرطوم آبی
تشتک بلوری

روش کار

□ تعیین درصد MnO_2 :

4/0 گرم از سنگ معدن و 25 ml سولفات فروی اسید سولفوریکی 1/0 نرمال رادر یک ارلن 250 ml بریزید. در ارلن دیگری 25 ml سولفات فروی 1/0 نرمال بریزید. دو ارلن را روی حمام آب گرم به مدت 5/1 ساعت گرم کنید. به هر یک از ارلن ها 100 ml آب جوش اضافه کنید.

در بورت پرمنگنات پتاسیم 1/0 بریزید و تیتراسیون را انجام دهید.
اگر مقدار پرمنگنات پتاسیم مصرفی برای سولفات فرو V_1 و برای
پیرولیت V_2 باشد. مقدار سولفات فروی مصرفی برای احیای MnO_2
به Mn^{2+} برابر $V_1 - V_2$ خواهد شد.

□ 5/6 گرم پتاس و 6/5 گرم سنگ معدن را در داخل بوتله ریخته و 5 ml آب مقطر به آن اضافه کنید و بهم بزنید. سپس آنرا در 100 ml آب جوش حل کرده و صاف کنید. محلول سبز رنگ را در دمای 50 تا 60 درجه گرم کرده و گاز CO_2 وارد آن کنید. بعد از 15 دقیقه منگنات به پرمنگنات تبدیل می شود. آنرا صاف کنید تا MnO_2 از واکنش خارج شود. (بازده واکنش را محاسبه کنید)

□ متبلور کردن پرمنگنات پتاسیم

محلول پرمنگنات پتاسیم را در یک ارلن خلاء ریخته و آنرا به خرطوم آبی وصل کنید. آنرا گرم کنید. پس از تبخیر آب، آنرا در کریستالیزور بریزید و در سرما متبلور شود. جهت بلور سازی یک تکه کوچک بلور پرمنگنات خالص با آن اضافه کنید. آنگاه بلور را با صافی جدا کرده و بار خشک کنید. با توزین بلور، بازده واکنش را محاسبه کنید.

□ تعیین درجه خلوص پرمنگنات پتاسیم

2 گرم پرمنگنات پتاسیم را در آب حل کرده و به حجم 100 ml برسانید. و در بورت 50 ml بریزید. 10 ml اکسالییک اسید 1/0 نرمال را در ارلن 250 ml ریخته و به آن 20 ml اسید سولفوریک 4 نرمال اضافه کنید. آنرا گرم کنید. آنگاه با محلول پرمنگنات داخل بورت تیتر کنید. نرمالیه پرمنگنات و از آن درصد خلوص پرمنگنات را بدست آورید.

□ تهیه پرمنگنات پتاسیم به روش الکترولیز:
به محلول منگنات پتاسیم (تقریباً 9%) پتاس 5% به آن اضافه کنید و در طرف الکترولیز بریزید. یک ورقه آهنی بعنوان آند و یک میله آهنی که سطح آن یک دهم سطح آند است، بعنوان کاتد انتخاب کنید. ناحیه کاتدی و آندی را بوسیله دیافراگم استوانه ای جدا کنید.

دمای الکترولیز 60 درجه، دانسیته جریان آندی 84 آمپر بر فوت مربع، دانسیته جریان کاتدی 840 آمپر بر فوت مربع و افت پتانسیل بر حسب ظرفیت الکترولیز 3 ولت است. با پیشرفت اکسایش، پرمنگنات پتاسیم به صورت بلور درمی آید و محلول الکترولیز قلیایی تر می شود. محلول را سرد کنید و بلورهای پرمنگنات را طبق روش قبل بدست آورید.

آزمایش شماره 7

اثر انتقال بار: واکنشهای منگنز

هدف از این آزمایش بررسی واکنشهای منگنز در محیطهای اسیدی، قلیایی، قلیایی قوی و خنثی است.

وسایل مورد نیاز

دی کرومات پتاسیم

یدید پتاسیم

تیوسولفات سدیم 1/0 N

پرمنگنات پتاسیم 1/0 N

اسید سولفوریک 4 N

سدیم کربنات

اسید کلریدریک غلیظ

نترا کلرید کربن

یدید پتاسیم 1/0 M

کلرید سدیم

آب اکسیژنه 20%

محلول چسب نشاسته

فرمات سدیم 05/0%

کربنات سدیم 10%

پرمنگنات پتاسیم 02/0 M

اکسالات سدیم 1/0 نرمال

سدیم هیدروکسید 30%

محلول نیرات نیکل 1%

محلول کلرید باریم سیر شده

وسایل مورد نیاز

بشر 100 ml

بالن ژوژه 50 ml و 250 ml

ارلن 250 ml

پیپت 10 ml

بورت 25 ml

کاغذ صافی واتمن شماره 40

کاغذ تورنسل

روش کار

تهیه محلول استاندارد سدیم تیوسولفات

19/0 گرم دی کرومات پتاسیم خشک و 2 گرم یدید پتاسیم را در 25 ml آب مقطر حل نمائید و در بالن ژوژه 50 ml بریزید و بعد از اضافه کردن 10 ml اسید سولفوریک 4 نرمال به حجم برسانید. 5 ml از آنرا بردارید و ید آزاد شده را با تیوسولفات بسنجید. از روی تیوسولفات مصرفی، نرمالیتة آنرا بدست آورید.

❑ واکنش در محیط اسید سولفوریک غلیظ

50 ml از محلول پرمنگنات پتاسیم 1/0 N را تا حجم 250 ml رقیق کنید. 25 ml از این محلول را برداشته و به آن 10ml اسید سولفوریک 4 N و 2 گرم پتاسیم یدید اضافه کنید. ید آزاد شده را با محلول تیوسولفات سدیم استاندارد بسنجید. نرمالیت و غلظت پرمنگنات را محاسبه و گزارش کنید.

□ واکنش در اسید کلریدریک غلیظ

5/0 گرم سدیم کربنات و 1 ml اسید کلریدریک غلیظ را در 25 ml آب در یک ارلن 250ml ریخته و 5 دقیقه همراه جوشاندن محلول، دی اکسید کربن از آن عبور دهید. 10 ml محلول یدید پتاسیم و 35 ml اسید کلریدریک غلیظ و 5 ml تتراکلریدکربن به آن اضافه کنید. پتاسیم پرمنگنات استاندارد به داخل بورت بریزید و تیترا نمائید. نرمالیت و غلظت یدید را تعیین کنید.

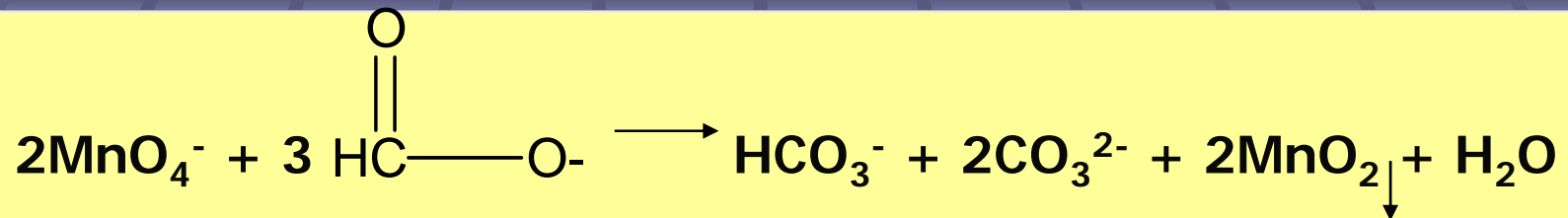
□ واکنش در محیط خنثی

25ml یدید پتاسیم 1/0 مولار را در بالن ژوژه 250 ml به حجم رسانید.
25 ml از آنرا در بشر ریخته و حرارت دهید. 15 ml پرمنگنات پتاسیم
1/0 نرمال به آن اضافه کنید. به محلول 5/0 گرم کلرید سدیم اضافه کرده
و آنرا تا 100 ml رقیق کنید. آب اکسیژنه 20% حجمی را تا زایل شدن
رنگ پرمنگنات به آن اضافه کنید. محلول را تا دمای 100 درجه تا 5
دقیقه بالا ببرید.

MnO₂ تشکیل شده را صاف کرده و محلول زیرین را در بالن ژوژه 250 ml بریزید. محلول را با کاغذ تونوسل امتحان کنید. به محلول 2 گرم یدید پتاسیم اضافه کرده و آنرا به حجم برسانید. آنرا اسیدی کرده و ید آزاد شده را با تیوسولفات سدیم 1/0 نرمال با محلول چسب نشاسته بسنجید. از روی حجم تیوسولفات مصرف شده، نرمالیت یدید پتاسیم بکار رفته را محاسبه کنید.

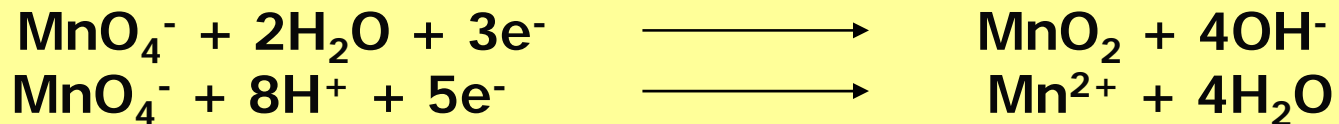
□ واکنش در محیط قلیایی ضعیف

واکنش بین محلول پرمنگنات پتاسیم و سدیم فرمات: فرمات در محیط اسیدی و سرد به آرامی به وسیله پرمنگنات پتاسیم اکسید می شود. در محیط اسیدی گرم در اثر تبخیر از بین می رود. اما در حضور کربنات سدیم به آسانی بر اثر پرمنگنات اکسید می شود.



روش کار

20 ml فرمات سدیم 05/0 مولار را در ارلن 250 ml بریزید. ml 10 کربنات سدیم 10% به آن اضافه کرده و گرم کنید. ml 40 پرمنگنات پتاسیم 02/0 مولار به آن اضافه کنید. MnO_2 تشکیل شده را با صاف کنید و آنرا با 20 ml اسید سولفوریک 4 N و 25 ml اکسالیک اسید 1/0 نرمال حرارت داده تا حل شود. مقدار اضافی اکسالات را با پرمنگنات 02/0 مولار بسنجید.



□ واکنش در محیط قلیایی قوی

15 ml سدیم هیدروکسید 30% و 20 ml پرمنگنات پتاسیم 1/0 مولار را در ارلن 250ml بریزید. 5 ml کلرید باریم به آن اضافه کنید. باریم پرمنگنات رسوب می کند. 1 قطره نیترات نیکل 1% را به آن اضافه کنید. اضافی پرمنگنات را با محلول فرمات سدیم 05/0 مولار بسنجید. ml. 20 از همان محلول را تحت شرایط بالا با همان محلول فرمات سدیم بسنجید.

آزمایش شماره 8

تهیه زاجها و بررسی رشد بلورهای آنها

هدف از این آزمایش تهیه زاجهای کروم، آهن و آلومینیوم با استفاده از واکنشگرهای لازم و بررسی رشد بلوری آنها می باشد.

زاجها نوعی نمکهای مضاعف هستند. نمکهای مضاعف در اثر تبلور همزمان دو نمک با هم به نسبت مولی ساده بوجود می آیند. شکل و سیستم بلوری نمک مضاعف با شکل بلوری دو نمک سازنده یکی است. واحد های بلوری زاجها لزومی به شباهت با نمکهای سازنده ندارند. در ساختمان زاج دو کمپلکس و نمکهای مضاعف یک کمپلکس با یک نمک ساده وجود دارند.

□ پایداری کمپلکس ها وابسته به نوع فلز مرکزی (عدد اکسایش، شعاع) و لیگند (قدرت نوکلئوفیلی، ممانعت فضایی و الکتروستاتیکی و کی لیت سازی) می باشد.

زاج ها دارای فرمول عمومی $M^I M^{III} (SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ هستند. فلز یک ظرفیتی می تواند پتاسیم، روبیدیم، سزیم و آمونیوم، و فلز سه ظرفیتی کبالت(III)، آهن (III)، کروم(III)، آلومینیوم(III)، تیتانیم(III) و اسکاندیم (III) است.

□ پایداری زاج ها وابسته به اندازه یونهای فلزی است. یونهای یک ظرفیتی می توانند زاجهای پایداری را تشکیل دهند، ولی هر قدر یون سه ظرفیتی بزرگتر باشد، از پایداری زاج کاسته می شود. دو کمپلکس تشکیل دهنده زاج از طریق یونهای سولفات به هم متصل می شوند (هیبرید فلزات sp^3d^2 و یا d^2sp^3 می باشد).

□ تهیه زاجهای بلورین

محلولی هم‌اکی‌والان سولفات فلز سه ظرفیتی و یک ظرفیتی را در دمای معمولی تبخیر کنید. بلورهای هشت وجهی زاج به دست می‌آید. (قرار دادن یک تکه بلور در محلول سیر شده و همگن بودن محلول از عوامل موثر در رشد بلور خواهد بود.)

مواد مورد نیاز

دی کرومات پتاسیم
اسیاً سولفوریک غلیظ
اتانول
سولفات آهن (II) بلوری
سولفات آمونیم
اسید سولفوریک 1 N
اسید نیتریک غلیظ
سولفات آلومینیم آبدار
سولفات پتاسیم
اسید کلریدریک
تیوسیانات پتاسیم یا آمونیم
سود
استات آمونیم
معرف آلومینون
سنگ معدن آلونیت
پتاس 4 N

وسایل مورد نیاز

چراغ گاز بونزن
بشر 250 ml
کوره الکتریکی
قیف بوخزر
اتوکلاو
تشتک بلوری
شیشه ساعت
کروزه چینی یا پلاتینی
همزن مغناطیسی

روش کار

□ تهیه پتاسیم (I) کروم (III) سولفات 12 آب
این ترکیب به نام زاج کروم معروف است. مقدار 10 گرم پتاسیم بی
کرومات را در 100 ml حل کنید. پس از افزودن 11ml اسید
سولفوریک غلیظ آنرا بوسیله 7 ml الکل در سرما احیا کنید. مخلوط را
در جایی ساکن جهت گرفت بلورهای زاج نگهدارید.



تهیه آمونیوم (I) آهن (III) سولفات 12 آب

مقدار 33/6 گرم سولفات فرو متبلور و 3 گرم سولفات آمونیوم را در 20ml اسید سولفوریک نرمال حل کرده، چند قطره اسید نیتریک غلیظ به آن اضافه کنید. آهن (II) در اثر گرما و حضور اسید نیتریک به آهن (III) اکسید شده و بلورهای زاج آهن با سرد کردن تدریجی ظاهر می شوند.

□ تهیه پتاسیم (I) آلومینیم (III) سولفات 12 آبه

15 گرم سولفات آلومینیوم آبدار را در 100 ml آب حل کنید. مقدار مناسبی از سولفات پتاسیم را در مقدار مناسب آب گرم حل کرده تا محلول سیر شده ای بدست آید. این محلول را به محلول سولفات آلومینیم اضافه کنید. با سرد کردن تدریجی محلول حاصل، بلور زاج آلومینیم تشکیل می شود.

□ تهیه زاج سفید از آلونیت

سنگ معدن آلونیت را به مدت 6 ساعت در کوره 600-650 درجه قرار دهید. سپس آنرا آسیاب کنید. 10 گرم از آنرا در یک بشر 250ml ریخته و 10 ml اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه کنید. آنرا حرارت دهید. مخلوط را صاف کنید.

محلول زیرین را در یک بشر ریخته و pH آنرا با استفاده از محلول پتاس 4 نرمال و pH متر به حدود 4 برسانید. محلول را تا کاهش حجم آن به یک پنجم حرارت دهید. سپس آنرا در کریستالیزور بریزید. بلورها را خشک کنید. آنها را وزن کرده و بازده عمل را محاسبه کنید.

□ آزمایش جهت تجزیه سنگ معدن آلونیت

1 گرم سنگ معدن را در یک بشر 250 ml ریخته به آن 25 ml اسید کلریدریک غلیظ اضافه کنید. آنرا در حمام آب گرم قرار دهید. سپس آنرا به داخل کریستالیزور ریخته و خشک کنید. 5-10 ml اسید کلریدریک غلیظ اضافه کنید و مجدداً گرم کنید. مخلوط را صاف کنید و روی صافی را که حاوی سیلیس است در یک بوته چینی بسوزانید و بعد از حرارت در کوره 500 درجه به مدت یک ساعت، وزن نمایید.

2- شناسایی عناصر در سنگ معدن

الف) به 1 ml از محلول، تیوسیانات پتاسیم یا آمونیم بریزید. رنگ قرمز خونی دلیل بر وجود آهن (III) است.

ب) به 1 ml از محلول، 1 قطره سود، 10 قطره استات آمونیوم و چند قطره آلومینون اضافه کنید و آنرا حرارت دهید. رسوب قرمز لاکه دلیل بر وجود آلومینیم است.

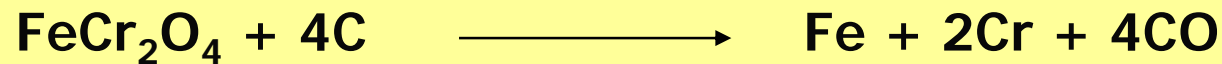
ج) 1 ml از محلول را تغلیظ نمائید. کمی از آنرا روی شعله چراغ بپاشید. رنگ بنفش دلیل وجود پتاسیم است.

آزمایش شماره 9

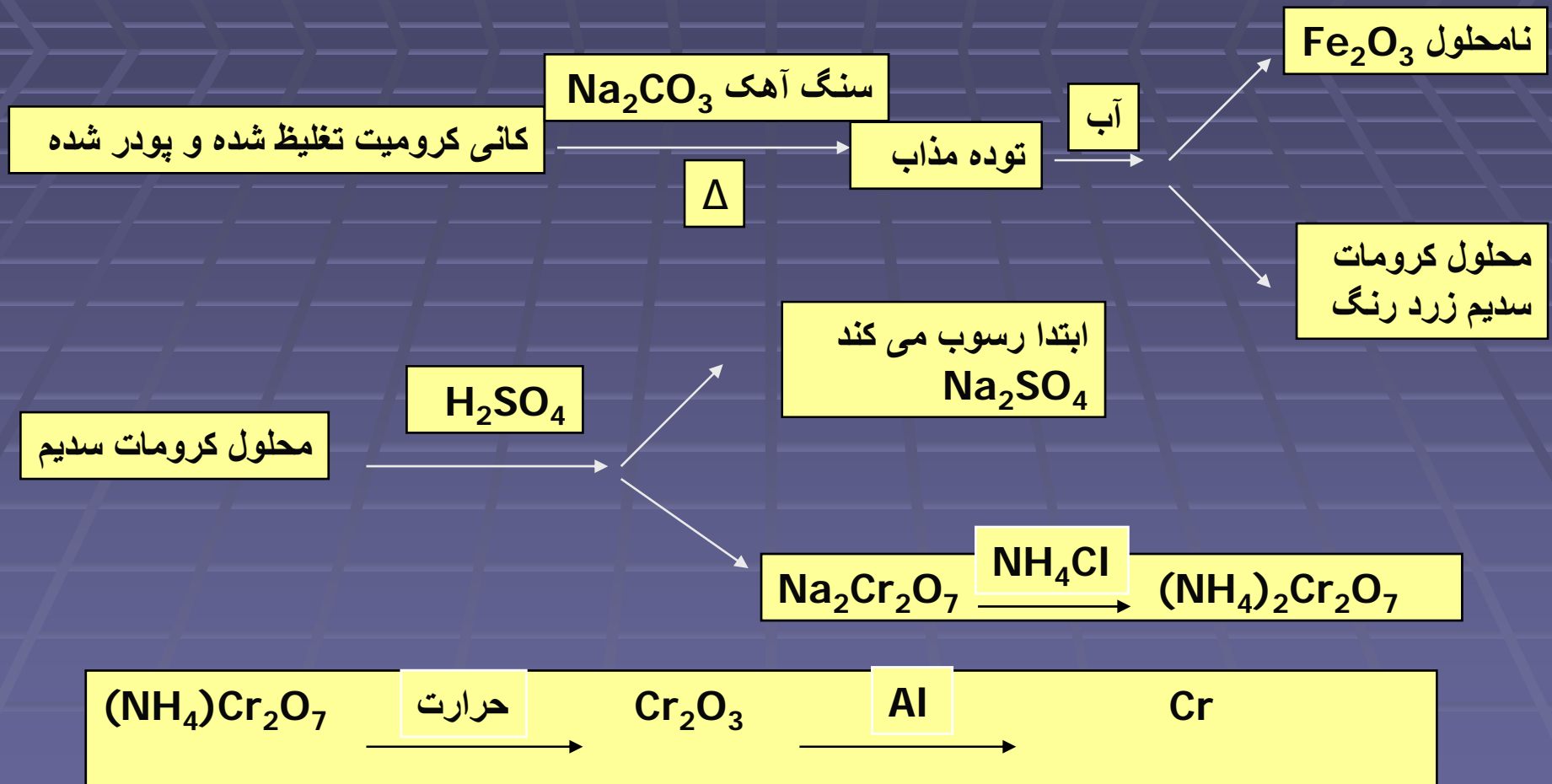
تهیه کرومات سدیم و بی کرومات سدیم از سنگ معدن کرومیت

هدف از انجام این آزمایش تهیه کرومات و بی کرومات سدیم از سنگ معدن کرومیت در مجاورت کربنات کلسیم و کربنات سدیم و حرارت دادن در کوره و نیز تخلیص و تعیین درصد خلوص کرومات می باشد.

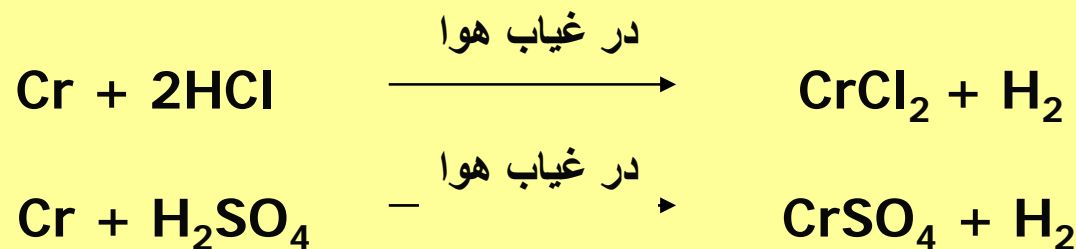
❑ کروم فلزی سفید، سخت و درخشان است که در دمای 1900 درجه سانتیگراد ذوب می شود. این فلز در مقابل خورده شدن مقاوم است. و به عنوان محافظ در آبکاری فلزات مصرف می شود. کانی آن کرومیت به فرمول FeCr_2O_4 است. این کانی در یک کوره به وسیله کربن می تواند به آلیاژ فروکروم تبدیل شود.



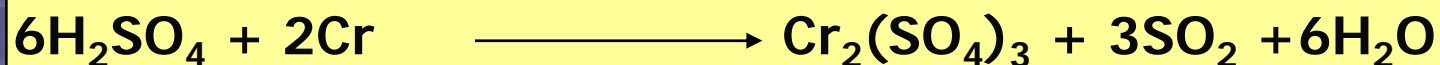
کرومیت را با قلیای مذاب و اکسیژن ترکیب کرده تا کروم(III) به کرومات تبدیل شود. مذاب را در آب حل کرده و به کمک اسید سولفوریک به صورت دی کرومات سدیم متبلور کنید. دی کرومات سدیم را با کلرید آمونیم حرارت داده تا دی کرومات آمونیم تولید شده در گرما به اکسید کرومیک تبدیل شود. سرانجام Cr_2O_3 را بوسیله آلومینیم احیا می کنند (روش گلدشمیت).



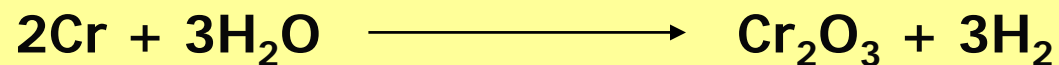
فلز کروم به آسانی در اسیدها حل می شود.



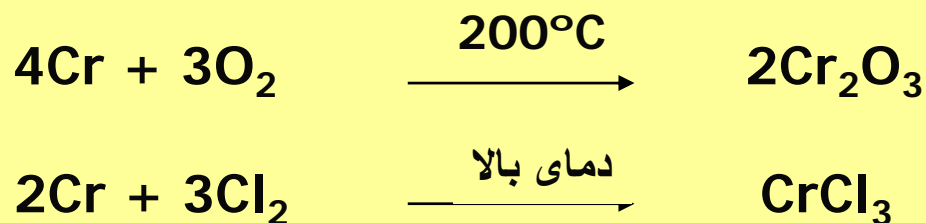
با اسید سولفوریک گرم و غلیظ، سولفات کرومیک و دی اکسید گوگرد تولید می کند.



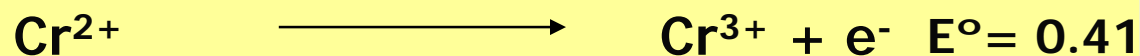
فلز کروم بخار آب را تجزیه کرده ، هیدروژن آزاد می کند.



در دمای بالا کروم مستقیماً، با گوگرد، هالوژن‌ها، سیلیسیم، کربن، نیتروژن و بور واکنش می‌دهد.



حالت اکسایش +2 محدود است. تمامی آنها کاهنده هستند. یون Cr^{2+} آبی رنگ از حل کردن فلز کروم در اسیدهای معدنی رقیق تولید می‌شوند. این محلول در تماس با هوا، اکسید شده و به یون کمپلکس $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ تبدیل می‌شود.

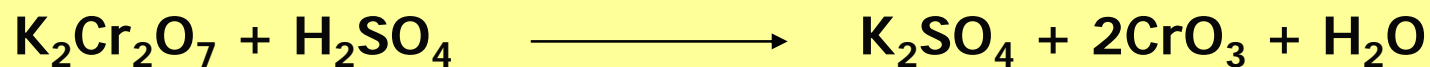


□ حالت اکسایش +3

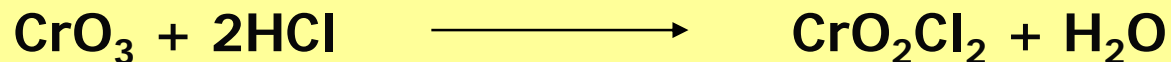
متداولترین ترکیبات کروم مربوط به کروم (III) است. کمپلکسهای کروم (III) همانند $[\text{Cr}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ ، $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ ، $[\text{Cr}(\text{CN})_6]^{3-}$ و $[\text{CrCl}_6]^{3-}$ شناخته شده اند.

□ حالت اکسایش +6

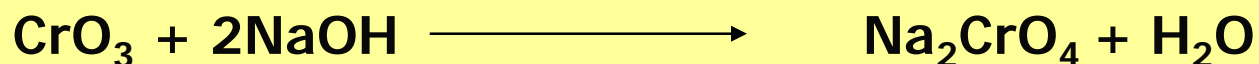
فقط تعدادی از این ترکیبات اهمیت دارند. CrO_3 ، CrO_2Cl_2 ، CrO_4^{2-} و $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ تری اکسید کروم (CrO_3) از واکنش زیر بدست می آید.



ب) کلرید کرومیل CrO_2Cl_2 از واکنش زیر بدست می آید.



ج) یون کرومات از واکنش زیر بدست می آید.



بین یون دی کرومات $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ به رنگ قرمز نارنجی و یون کرومات زرد رنگ تعادل زیر برقرار است.



وسایل مورد نیاز

پراکسید سدیم
سنگ معدن کرومیت
اسید سولفوریک 4 N
سولفات آهن (II)
معرف دی فنیل آمین
دی کرومات پتاسیم 1/0 N
کربنات کلسیم
کربنات سدیم
ارلن 250 ml
بالن ژوژه 250 ml
مثلث نسوز
همزن شیشه ای
کوره الکتریکی

وسایل مورد نیاز

چراغ گاز بونزن
کروزه چینی
بشر بزرگ
قیف بوخزر
کاغذ صافی واتمن 41
پیپت
اتوکلاو
دستگاه pH سنج

روش کار

تعیین درصد Cr_2O_3 در سنگ معدن کرومیت □

5/0 گرم از سنگ معدن را در کروزه ریخته و به آن 2 گرم پراکسید سدیم اضافه کنید. مخلوط را هم زده و حرارت دهید. حرارت را تا زمانیکه مخلوط به صورت پودر زرد قهوه ای درآید ادامه دهید. پس از خنک شدن کروزه، محتویات داخل آنرا در آب جوش حل کنید.

□ سنجش کرومات سدیم

به محلول سدیم کرومات، 20 ml اسید سولفوریک 4 N اضافه کرده و 5 دقیقه بجوشانید. آنرا صاف کنید و محلول را در بالن ژوژه 250ml به حجم برسانید. 10ml از آنرا برداشته در داخل ارلن بریزید. 5 ml سولفات فرو با غلظت معلوم، 20 ml اسید سولفوریک و 5 قطره معرف دی فنیل آمین اضافه کنید. محلول حاصل را با دی کرومات پتاسیم 1/0 نرمال بسنجید. درصد Cr_2O_3 را در سنگ معدن کرومیت محاسبه کنید.

5 ml سولفات فرو با غلظت معلوم، 20 ml اسید سولفوریک و 5 قطره معرف دی فنیل آمین اضافه کنید. محلول حاصل را با دی کرومات پتاسیم 1/0 نرمال بسنجید. از روی حجم دی کرومات و نرمالیه سولفات فرو، درصد Cr_2O_3 را در سنگ معدن کرومیت محاسبه کنید.

□ تهیه کرومات سدیم از سنگ معدن کرومیت

3 گرم کربنات کلسیم، 6/1 گرم کربنات سدیم و 2/2 گرم سنگ معدن کرومیت را در یک کروزه به مدت 5/1 ساعت در کوره 1100 درجه قرار دهید. جامد را در 50 ml آب جوش حل کرده و حرارت دهید. رسوب هیدروکسید را صاف کنید. محلول زیر صافی را تا حد خشک شدن حرارت دهید. از روی وزن کرومات سدیم به دست آمده، بازده را محاسبه کنید.

□ تعیین مقدار خلوص کرومات سدیم تهیه شده از سنگ معدن

5/0 گرم از کرومات را به بالن ژوژه 250 ml ریخته و به هم حجم برسانید. به 10 ml از آن، 5 ml سولفات فرو و 20 ml اسید سولفوریک 4 N اضافه کنید. با استفاده از معرف دی فنیل آمین به وسیله دی کرومات پتاسیم 1/0 نرمال بسنجید. با استفاده از حجم مصرفی، درصد خلوص کرومات سدیم را محاسبه کنید.

□ تخلیص کرومات سدیم تهیه شده از سنگ معدن

به 2/0 گرم از کرومات 20 ml دی کرومات پتاسیم 1/0 افزوده و حجم نهایی را به 100 ml برسانید. آنرا گرم کرده و 10 ml دی کرومات پتاسیم 1/0 نرمال اضافه کنید. هیدروکسید آلومینیم رسوب کرده را صاف کنید و محلول زیر صافی را به حجم 250ml برسانید.

10 ml از محلول کرومات را برداشته و در ارلن 250 ml بریزید. ml
5 محلول سولفات فرو و 20 ml اسید سولفوریک 4 N به آن اضافه
کنید. این محلول را در مجاورت معرف دی فنیل آمین با دی کرومات
پتاسیم 1/0 نرمال بسنجید.

□ تبدیل کرومات سدیم به دی کرومات سدیم

به باقیمانده محلول کرومات سدیم خالص شده، آنقدر اسید سولفوریک 4 N اضافه کنید تا pH آن 7/4 شود. دی کرومات سدیم تهیه شده را روی حمام آب گرم حرارت دهید تا سولفات سدیم ته نشین شود. آنرا صاف کنید. محلول زیر صافی شامل دی کرومات سدیم تقریباً خالص است.

آزمایش شماره 10

تهیه رنگدانه ها

هدف از این آزمایش تهیه رنگدانه های سبز کروم آبدار، زرد کروم، نارنجی کروم و آبی آهن با استفاده از واکنشگرهای مربوطه است.

□ طبقه بندی مواد رنگی

الف) رنگدانه ها (پیگمانها)

مواد جامد تزئینی هستند که در شکل و اندازه های مختلف به صورت معلق در حلال تهیه می شوند. رنگدانه های قدیمی اغلب ترکیبات معدنی بودند.

ب) رنگها

بیشتر سنتزی هستند و ساختمان اصلی آنها حلقه های آروماتیکی است. بنابراین زغال سنگ و نفت مهمترین منابع طبیعی و اولیه آنها محسوب می شوند.

مواد مورد نیاز

دی کرومات پتاسیم
بوریک اسید
استات سرب (II)
سود 4N

وسایل مورد نیاز

کروژه چینی
کوره الکتریکی
هاون چینی
کاغذ صافی
اتوکلاو

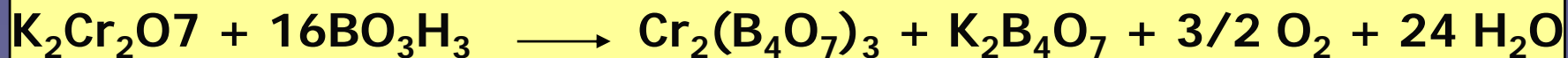
روش کار

الف) تهیه رنگدانه سبز کروم هیدراته

از حرارت دادن دی کرومات پتاسیم با بوریک اسید در دمای بالا و سپس هیدرولیز ماده حاصل به دست می آید.

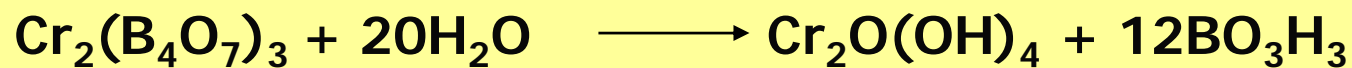
1- مرحله کلسینه کردن

1 گرم دی کرومات پتاسیم را با 3/36 گرم بوریک اسید در رهاون بخوبی مخلوط کنید. سپس آنها را داخل کروزه در کوره الکتریکی 500 درجه حرارت دهید.



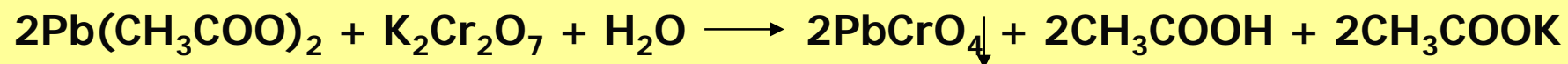
2- مرحله هیدرولیز

مخلوط مرحله اول را پس از سرد شدن در 80 ml آب مقطر بریزید و با شعله کم به مدت 15 دقیقه حرارت دهید و هم بزنید. سپس آنرا صاف کرده و در اتوکلاو خشک و وزن نمائید.



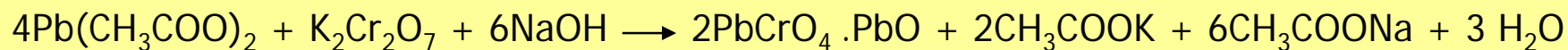
□ (ب) تهیه رنگدانه زرد کروم (PbCrO₄)

1/1 گرم استات سرب (II) را در 30 ml آب حل کنید. 5/0 گرم پتاسیم دی کرومات را با محلول استات سرب مخلوط کنید. رسوب را در دمای 85-90 درجه روی حرارت دهید. سپس آنرا صاف کرده و در اتوکلاو در دمای 100 درجه خشک کرده و پس از توزین، بازده را بدست آورید.



□ تهیه دنگدانه نارنجی کروم

2/2 گرم استات سرب را در 40ml آب حل کرده و به آن 5/0 گرم دی کرومات پتاسیم اضافه کنید. در هنگام جوشیدن به آن 19 ml سود 4 N اضافه کنید. سپس رسوب را 20 دقیقه در دمای 90 درجه بگذارید. آنرا صاف کنید و پس از خشک کردن برای محاسبه راندمان عمل وزن نمائید.

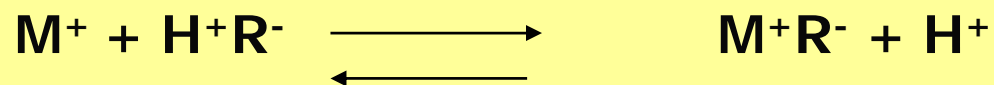


آزمایش شماره 11

تهیه سدیم تری پلی فسفات ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$) و تری فسفریک اسید ($\text{H}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$)

هدف از این آزمایش تهیه تری پلی فسفات و تری فسفریک اسید با استفاده از تعویض کننده های یونی است.

مبادله یونها زمانی انجام می گیرد که فاز جامد نامحلول حاوی یونهای متحرک متصل به جزء های مثبت و منفی است، با محلول الکترولیت تماس پیدا می کند.



به عنوان مثال Dowex -50 یا آمبرلیت 225 (ش 20-50) از رزینهای مبادله کننده کاتیونی است که اگر به وسیله 8% دی وینیل بنزن متخلخل شده باشد، با علامت تجاری 8 x -50 Dowex فروخته می شود.

مواد مورد نیاز

پنتا سدیم تری فسفات
فسفات منوسدیک
فسفات دی سدیک
رزین کاتیونی R-SO_3^-
اسید کلریدریک 1 N
نیترات نقره
سود 1/0 N

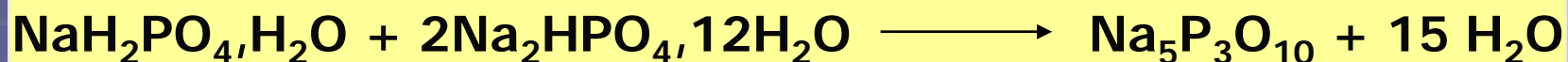
وسایل مورد نیاز

کوره الکتریکی
پشم شیشه یا پنبه
همزن شیشه ای
دستگاه pH متر
بورت 25 ml

روش کار

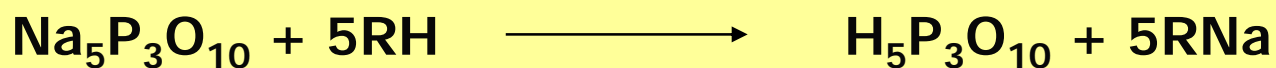
تهیه $\text{H}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ و $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ □

پنجاه سدیم تری فسفات منوسدیک و فسفات دی سدیک به نسبت 1:2 تهیه کنید. اگر فسفات دی سدیک 12 آب داشته باشد، این نسبت 5/1 گرم فسفات منوسدیک و 8/7 گرم فسفات دی سدیک خواهد شد. این دو فسفات را مخلوط کرده و در کوره 540-580 درجه به مدت 2 ساعت حرارت دهید.



□ تهیه اسید تری فسفریک $H_5P_3O_{10}$

5 گرم رزین کاتیونی $R-SO_3^-$ را در بورت پر کنید تا روزنه ای در ستون وجود نداشته باشد. رزین را با اسید کلریدریک، اسیدی کنید. آنرا کاملاً با آب مقطر بشوئید. 25/0 گرم تری فسفات را در 20ml آب مقطر حل کرده و در ستون بریزید. 200 ml آب از ستون عبور دهید. محلول را جمع آوری کنید. با استفاده از pH متر، محلول را با سود 1/0 نرمال تیتر کنید. pH محلول را بعد از افزودن هر میلی لیتر سود اندازه بگیرید.

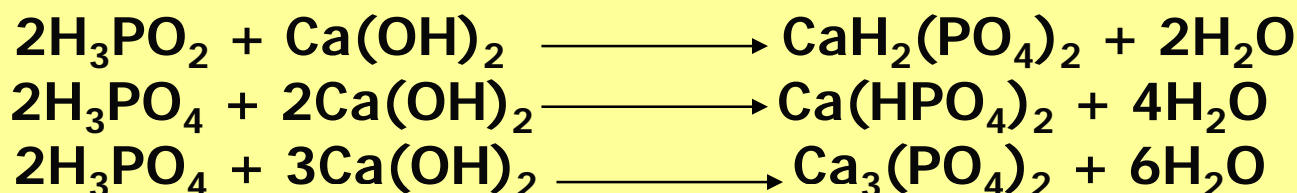


آزمایش شماره 12

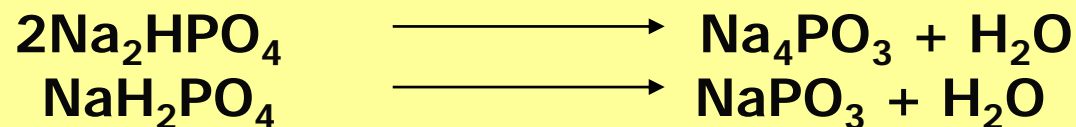
تهیه فسفات سدیم و تعیین درجه خلوص آنها

هدف از این آزمایش تهیه فسفات مونو سدیک، فسفات دی سدیک و فسفات تر سدیک و تعیین درجه خلوص و آب تبلور آنها می باشد. فسفر اسید های اکسیژن دار مختلفی از قبیل هیپو فسفر اسید (H_2PO_2)، فسفر اسید (H_3PO_3)، متافسفریک اسید (HPO_3)، اورتوفسفریک اسید (H_3PO_4) و پیرو فسفریک اسید ($H_4P_2O_7$) تولید می کند.

اگر فسفریک اسید را روی یک فلز قلیایی قوی مانند Ca(OH)_2 بریزیم، بسته به مقدار قلیا یا اسید، فسفاتهای مونو یا دی و یا تری کلسیک تولید کند.

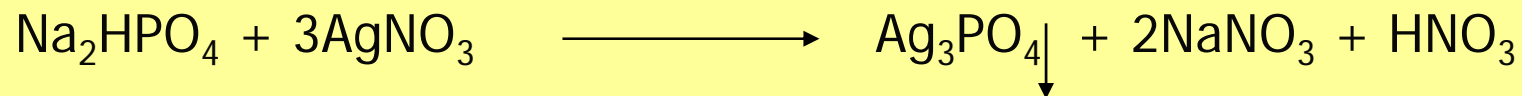


فسفاتهای خنثی پایدارند. فسفاتهای دو فلزی بر اثر حرارت یک مولکول آب از دست داده و پیرو فسفات تولید می کنند. فسفاتهای یک ظرفیتی به متافسفات تبدیل می شوند.

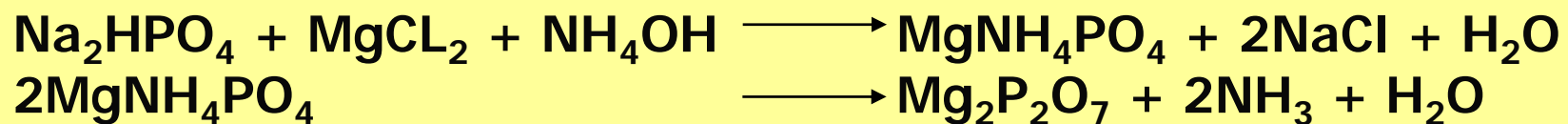


□ واکنشهای نمکهای فسفات

1- نیترات نقره با فسفاتهای محلول، رسوب زرد می دهد که در اسید نیتریک و مخصوصا آمونیاک حل می شود.



2- مخلوط منیزیمی که از اضافه کردن MgCl_2 و نشادر در آمونیاک به دست می آید، رسوب سفید فسفات آمونیاکو منیزیمی می دهد در دمای بالا به پیروفسفات منیزیم تبدیل می شود.



3- از حل کردن مولیبدیک انیدرید (MoO_3) در محلول پتاسیم یا سدیم و یا محلول آمونیاک و تبخیر محلول بدست آمده، ماده بلوری که پلی مولیبدات یا پارامولیبدات به فرمول $7\text{MoO}_3, \text{M}_2\text{O}, x\text{H}_2\text{O}$ تشکیل می شود.

مواد مورد نیاز

کربنات سدیم
فسفریک اسید 65%
سولفوریک اسید 1/0 N
معرف متیل اورانژ
سود جامد
معرف فنل فتالئین
اسید کلریدریک 1N
نیترات نقره

وسایل مورد نیاز

بشر 250 ml
دماسنج
کاغذ pH سنج
قیف بوخزر
تشتک بلوری (کریستالیزور)
اتوکلاو
بالن ژوژه 100 ml
ستون رزین مبادله کننده

روش کار

تهیه فسفات دی سدیک (Na_2HPO_4)

5 گرم کربنات سدیم را در یک بشر 250 ml ریخته و 50 ml آب مقطر 80 درجه را به آن اضافه کنید. 1ml فسفریک اسید 65% برای تنظیم pH در حدود 5/8 – 8 اضافه کنید. محلول را گرم کرده تا حجم آن 3/1 شود. بلورهای را با قیف بوخزر صاف کرده و به کریستالیزور منتقل کنید. آنرا داخل اتوکلاو 80 درجه قرار داده تا خشک شود. فسفات دی سدیک به دست آمده را جهت تعیین راندمان وزن نمائید.

□ تعیین درجه خلوص فسفات دی سدیک

2/0 گرم از بلورهای فسفات دی سدیک را در آب مقطر حل کرده و در بالن ژوژه 100 ml به حجم برسانید. 10 ml از آنرا برداشته و با اسید سولفوریک 1/0 N در مجاورت معرف متیل اورانژ تیتر کنید. از روی حجم اسید مصرفی، درصد خلوص فسفات دی سدیک را محاسبه کنید.

□ تعیین آب تبلور در فسفات دی سدیک

1 گرم از فسفات دی سدیک را به مدت 24 ساعت در اتوکلاو 80 درجه قرار دهید تا آب تبلور آن خارج شود. سپس آنرا به داخل کریستالیزور انتقال دهید. پس از سرد شدن آنرا وزن نمائید تا وزن آب تبلور خارج شده مشخص شود.

□ تهیه فسفات تری سدیک (Na_3PO_4)

فسفات دی سدیک را در 100 ml آب 90 درجه حل کرده و 1 گرم سود را جهت تنظیم pH در حدود 5/11-10 به آن اضافه کرده و روی حمام جهت کاهش حجم آن به 10/1 حجم اولیه قرار دهید. بلورهای تشکیل شده را به وسیله قیف بوخزر صاف کرده و بعد از شستشو برای خشک شده به مدت 2 ساعت در اتوکلاو با دمای 80-100 درجه قرار دهید.

□ تعیین درصد خلوص فسفات تری سدیک

2/0 گرم از بلورهای فسفات تری سدیک را در آب مقطر حل کرده و در بالن ژوژه 100 ml به حجم برسانید. 10 ml از آنرا برداشته و با اسید سولفوریک 1/0 N با معرف متیل اورانژ تیترا کنید.

تهیه فسفات مونوسدیک (NaH_2PO_4)

فسفات دی سدیک بدون آب تبلور را در حداقل آب حل کرده تا محلول اشباع به دست آید. با افزایش اسید فسفریک 65%، pH را به 5/4 برسانید. محلول را روی حمام آب گرم جهت کاهش حجم آن به 3/1 قرار دهید. بلورهای تشکیل شده را با قیف صاف نمائید. با حداقل آب بشوئید در اتوکلاو 80-100 درجه به مدت 2 ساعت خشک کنید.

□ تعیین درصد خلوص فسفات مونوسدیک

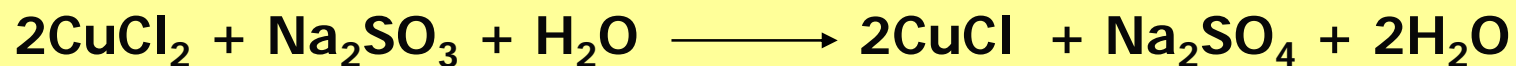
2/0 گرم از ترکیب را در 20ml اب مقطر حل کنید. محلول حاصل را از ستون رزین مبادله کننده یون عبور دهید. رزین را با 100 ml آب بشوئید.

10 ml از محلول خروجی ستون را با سود 1/0 N در مجاورت فنل فتالین تیترا کنید. درصد خلوص را تعیین کنید.

آزمایش شماره 13

پایدار کردن حالت اکسیداسیون در ترکیبات

هدف از انجام این آزمایش تهیه کلرید مس (I) (CuCl) با استفاده از کلرید مس (II) (CuCl_2)
نمکهای مس یک ظرفیتی پایدارند و در آب حل نمی شوند. با استفاده یک واکنشگر کاهنده، می توان کلرید مس (I) را از محلول کلرید مس (II) به دست آورد.



مواد مورد نیاز

کلرید مس (II)
سولفیت سدیم بی آب
اسیدکلریدریک غلیظ
استیک اسید خالص
اتانول
دی اتیل اتر

وسایل مورد نیاز

بشر 250 ml
قف بوخزر
اتوکلاو

روش کار

□ 5 گرم کلرید مس (II) را در 5 ml آب حل کنید. 8/3 گرم سولفیت سدیم بی آب را در 25 ml آب حل کرده و آنرا به آرامی روی محلول کلرید مس بریزید. کلرید مس (I) سفید رنگ رسوب می کند. مخلوط را در 500 ml آبی که حاوی 5/0 گرم سولفیت سدیم و 1 ml اسید کلریدریک غلیظ است، بریزید. اجازه دهید کلرید مس (I) ته نشین بشود. رسوب را صاف و با اسید سولفور و رقیق شستشو دهید.

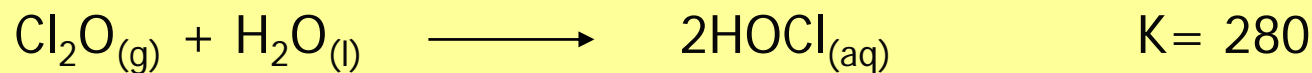
کلرید مس را 2 تا 3 بار با 10-20 ml استیک اسید گلاسیال بشوئید.
رسوب را 2 بار با 20 ml اتانول و یک بار با 3-10 ml اتر بشوئید. اتر
را با مکش تبخیر کنید. جسم جامد سفید رنگ را بعد از صاف کردن برا
ی خشک کردن به اتوکلاو 75-100 درجه منتقل کنید. پس از 20 دقیقه
محصول را وزن کنید.

آزمایش شماره 14

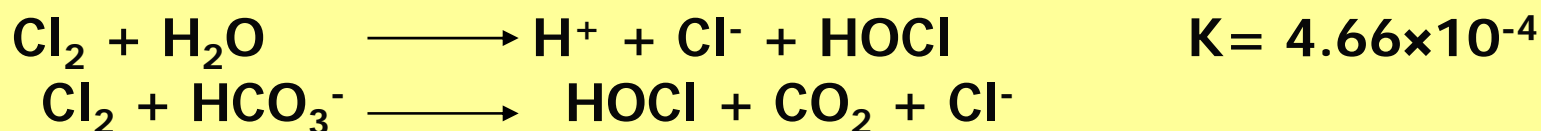
تهیه هیپوکلریت‌های سدیم و کلسیم

هدف از این آزمایش تهیه هیپو کلریت سدیم و هیپوکلریت کلسیم و بررسی خواص آنها می باشد.

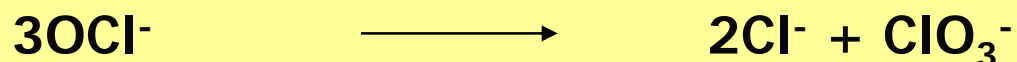
هیپو کلرواسید (HClO) اکسی اسید هالوژن داری است که در اثر هیدرولیز اکسید کلر (I) و Cl_2O به دست می آید.



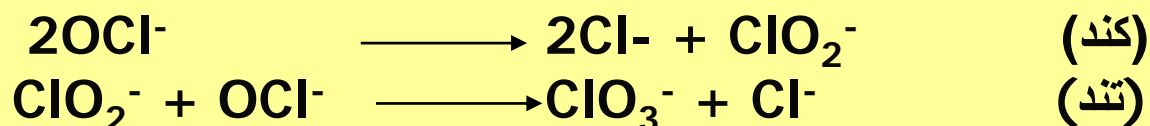
از طریق واکنش های زیر نیز می توان این ترکیب را بدست آورد.



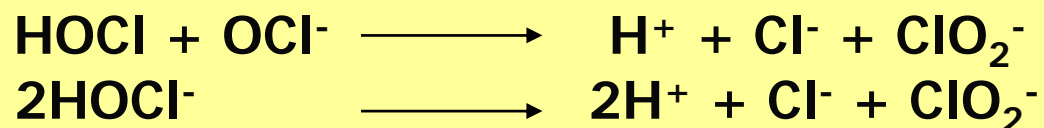
محلولهای هیپوکلریت بعلاقت قدرت اکسیدکنندگی به عنوان عامل سفید کننده مورد استفاده قرار می گیرند.
این ترکیب در اثر حرارت به کلرید و کلرات تجزیه می شود.



مکانیسم این واکنش بصورت زیر است:



در محیط اسیدی این واکنش سریعتر انجام می شود.



□ خواص ترکیبات اکسیژن دار کلر

1- تمامی هیپوکلریت ها در اثر حرارت به کلرید و پرکلرات تبدیل می شوند.



2- آب ژاول بسته به مقدار کلری که در آن وجود دارد ارزیابی می شود. سنجش میزان کلر به دو روش زیر انجام می شود.

الف) اثر آن بر روی آرسنیت:

هر مولکول As_2O_3 چهار اتم کلر که معادل با 8/44 لیتر کلر است لازم دارد تا به آرسینات تبدیل شود. (آب ژاول با ارزش 10، یعنی یک لیتر آن 10 لیتر کلر آزاد می کند)

(ب) روش یدومتری:

کلر با محلول یدید پتاسیم واکنش داده و ید آزاد می کند. ید آزاد شده را با محلول تیوسولفات استاندارد و معرف چسب نشاسته تیترا کرده و از روی آن ارزش محلول حاوی کلر را می سنجند.

مواد مورد نیاز

یخ خرد شده
اسید کلریدریک غلیظ
پرمنگنات پتاسیم
آهک خشک
هیپوکلر و اسید
یدید پتاسیم 01/0 N
تتراکلرید کربن
برمید سدیم
سود 4 N
اسید سولفوریک 4N
استات سرب
جیوه
سولفید سدیم

وسایل مورد نیاز

دماسنج
بشر 100 ml و 250 ml
قیف جداکننده
ارلن 250 ml
همزن شیشه ای یا مغناطیسی
قیف شیشه ای
کاغذ صافی
ارلن خلاء با قیف بوختر
کاغذ تورنسل
لوله آزمایش
بالن 250 ml

روش کار

تهیه هیپوکلریت سدیم

2 گرم سود را در 70 ml آب حل کرده و 70 گرم یخ خرد شده را به آن اضافه کنید. محلول را در حمام یخ و نمک قرار دهید. 10 گرم گاز کلر (ناشی از واکنش 35 ml اسید کلریدریک غلیظ بر 5 گرم پرمنگنات پتاسیم) را به آرامی وارد محلول کنید.

□ تهیه هیپوکلریت کلسیم

25/0 گرم آهک را در بشر 250 ml بریزید و در حال هم زدن به آن 5/2 ml آب مقطر ، 3/2 گرم یخ و توسط قیف شیردار 13 ml هیپوکلرو اسید را به آرامی به آن اضافه کنید. مخلوط نهایی را صاف کرده و رسوب را پس از خشک کردن جهت تعیین رادمان عمل وزن کنید.

□ بررسی خواص هیپوکلریت سدیم و کلسیم

1- خواص رنگبری:

چند قطره محلول هیپوکلریت را روی یک تکه کاغذ تورنسل قرمز یا آبی بریزید.

2- خاصیت اکسیدکنندگی:

2 ml محلول یدید پتاسیم 0.1/0 N و 1 ml تتراکلریدکربن را در لوله آزمایش ریخته و به آن 2 ml محلول هیپوکلریت اضافه کنید.

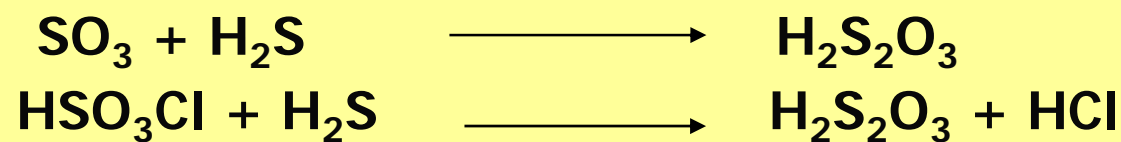
- 3- چند قطره هیپوکلریت را به 1 ml محلول استات سرب اضافه کرده و آنرا گرم کنید. رسوب PbO_2 حاصل می شود.
- 4- یک قطره جیوه و کمی اسید سولفوریک رقیق به 1 ml هیپوکلریت اضافه کنید و هم بزنید. رسوب خاکستری کلرید تشکیل می شود که در اسید کلریدریک حل می شود. محلول حاصل با سولفید سدیم رسوب سیاه سولفید جیوه می دهد.

آزمایش شماره 15

تهیه تیوسولفات سدیم

هدف از انجام این آزمایش تهیه سولفات سدیم با استفاده از دو روش کربنات سدیم و سولفیت سدیم در مجاورت گوگرد و حرارت دادن محیط واکنش است. □

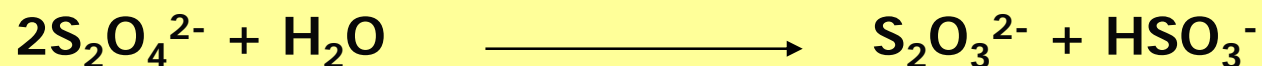
□ تیوسولفاتها از جوشاندن محلولهای سولفیت با گوگرد و از تجزیه دی تیوناتها به دست می آید. اسید آزاد آن در دمای معمولی ناپایدار است ولی به صورت اترات در -78 درجه از واکنش زیر به دست می آید.



در عکاسی برای انحلال برمید نقره عمل نکرده از تیوسولفاتهای قلیایی استفاده می کنند. $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)]^-$ و $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]_3^-$ تشکیل می شود.

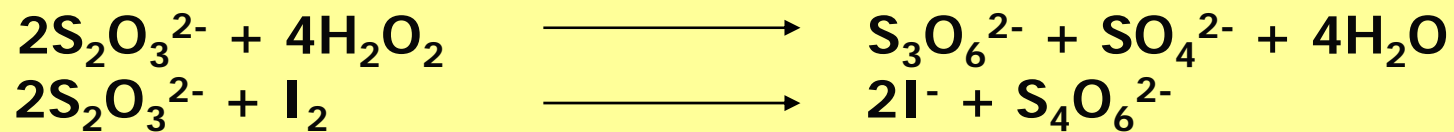
تئوناتها □

از کاهش سولفیتها بوسیله پودر روی در محلولهای آبی اضافی SO_3 ، یون دی تیونیت $\text{S}_2\text{O}_4^{2-}$ بدست می آید.

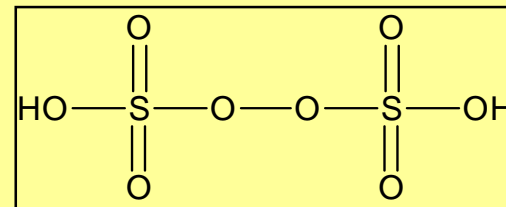
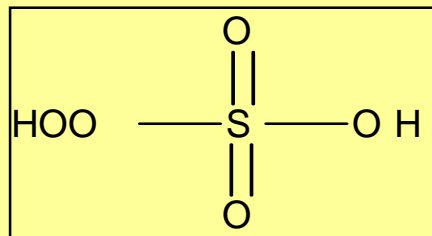
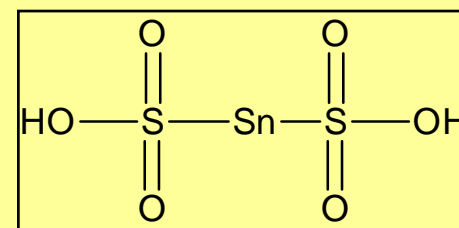
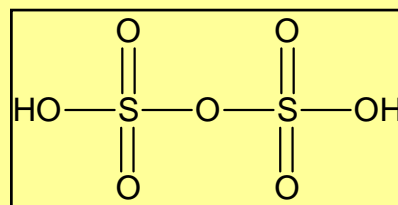
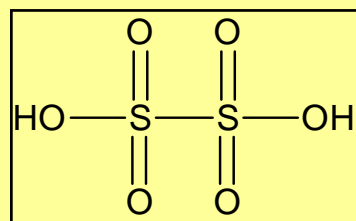
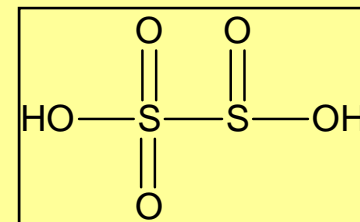
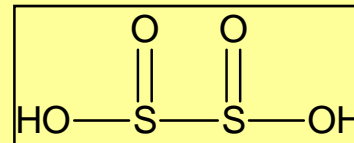
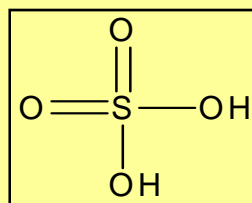
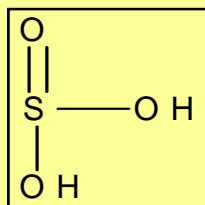
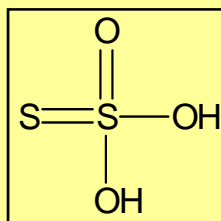


آنیونهایی به فرمول عمومی $[\text{O}_3\text{SS}_n\text{SO}_3]^{2-}$ پلی تیوناتها هستند که بر اساس تعداد کل اتمهای گوگرد نامگذاری می شوند ($\text{S}_3\text{O}_6^{2-}$ تری تیونات و $\text{S}_4\text{O}_6^{2-}$ تترا تیونات نامیده می شوند).

طرز تهیه تیوناتها



اکسواسیدهای گوگرد



مواد مورد نیاز

کربنات سدیم
اسید سولفوریک غلیظ
پودر مس
ید خالص
استات روی 1/0 مولار
گل گوگرد
نیترات استرنسیم
یدید پتاسیم
اسید کلریدریک 1N
معرف هلیانترین
پودر نشاسته
سدیم سولفیت

وسایل مورد نیاز

بشر 250 ml
ارلن 250 ml
بالن ژوژه 100 ml و 250 ml
بورت 25 ml
قیف جداکننده 100 ml
همزن شیشه ای
لوله آزمایش متوسط
چراغ بونزن
کاغذ صافی
معمولی
قیف بوخزر
اتوکلاو

روش کار

5 گرم کربنات سدیم را در بشر 100 ml ریخته و 14 ml آب مقطر اضافه کنید. مقدار 25 ml اسید سولفوریک غلیظ را بر روی 5 گرم پودر مس در یک ارلن ریخته و آنرا حرارت دهید. به محض سیاه شدن سطح مس و شروع واکنش، چراغ گاز را کنار بکشید. توسط یک رابط و تله های گازی و آبی اجازه دهید SO_2 تولیدی وارد بشر شود.

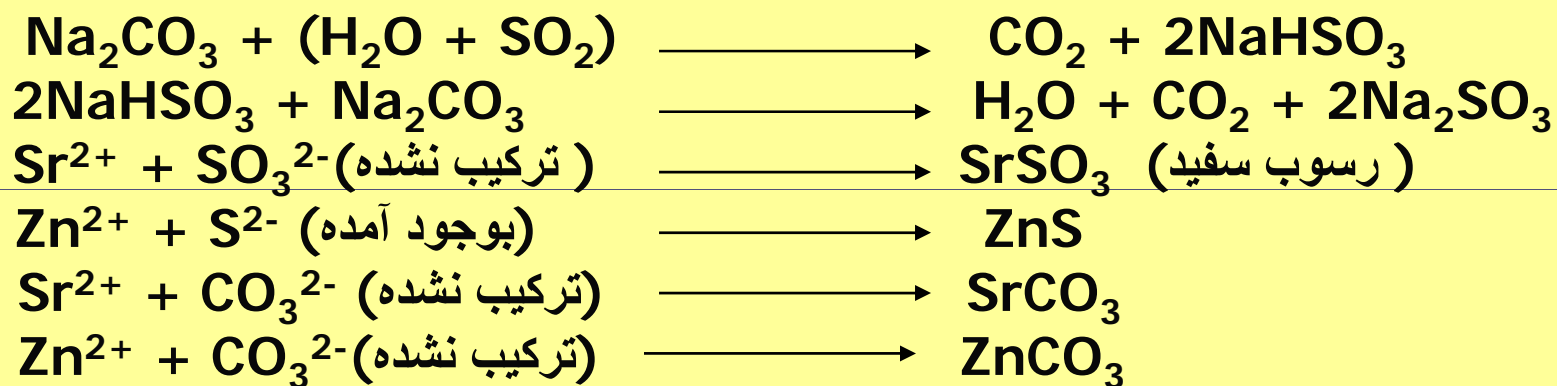
7/0 گرم ید را در بالن ژوژه 100 ml ریخته، به آن 25 ml محلول KI اضافه کرده و با آب مقطر به حجم برسانید. آنرا به داخل بورت بریزید. بعد از اتمام خروج گاز SO_2 در داخل بشر، 5/2 گرم پودر کربنات سدیم و سپس 4 گرم استات روی به آن افزوده و خوب هم بزنید.

محلول را صاف کرده و رسوب را در یک بشر 250ml بریزید و 50 ml اسید کلریدریک نرمال اضافه کرده و خوب هم بزنید. به محلول 4 قطره معرف هلیانتین افزوده و بوسیله محلول سود نرمال بسنجید. از روی حجم سود مصرفی، زیادی اسید و نهایتاً مقدار اسید لازم برای حل شدن کربنات را محاسبه کنید. (مقدار کربنات ترکیب نشده، $m - 5/7$ کربنات ترکیب شده با SO_2)

به محلول زیر صافی گوگرد افزوده و تا خشک شدن کامل حرارت دهید.
5 گرم نیترات استرانسیم و 50ml استات روی 1/0 مولار را داخل آن
ریخته و دوباره آنرا حرارت دهید. بعد از خشک شدن، آنرا سرد کنید. ماده
جامد را در آب حل کرده و در یک بالن ژوژه 250 ml به حجم برسانید.
20 ml آنرا در مجاورت چسب نشاسته باید تیتر کنید.

از روی حجم ید مصرفی، مقدار تیوسولفات در 250 ml را بدست آورده و راندمان عملی را محاسبه کنید. (m_1)
با استفاده از فرمول شیمیایی، بازده تئوری تیوسولفات را نسبت به ($5/7 - m_1$) گرم کربنات سدیم محاسبه کرده (m_2) و بازده عمل را از رابطه $R = m_1 \div m_2$ بدست آورید.

فرمول شیمیایی واکنش های صورت گرفته به قرار زیر است.



1 گرم سولفیت سدیم را در 50 ml آب گرم حل کرده و 2 گرم پودر گوگرد به آن افزوده و حرارت دهید تا تقریباً تمام گوگرد واکنش داده و حجم محلول به $3/2$ حجم اولیه برسد. محلول را صاف کرده و تا شروع بلوری شدن تبخیر کنید. بعد از سرد کردن بلورها را با قیف بوختر جدا کرده و پس از خشک کردن وزن نمائید.

www.salampnu.com

سایت مرجع دانشجوی پیام نور

- ✓ نمونه سوالات پیام نور : بیش از ۱۱۰ هزار نمونه سوال همراه با پاسخنامه
- تستی و تشریحی
- ✓ کتاب ، جزوه و خلاصه دروس
- ✓ برنامه امتحانات
- ✓ منابع و لیست دروس هر ترم
- ✓ دانلود کاملاً رایگان بیش از ۱۴۰ هزار فایل مختص دانشجویان پیام نور

www.salampnu.com