

به نام خدا

دانشکده شیمی

دانشگاه صنعتی شریف

دستورکار آزمایشگاه شیمی معدنی ۱

دکتر داور بقاعی

فهرست مطالب

- ۱-تهیه نمونه هایی از یک نمک کمپلکس و یک نمک مضاعف و مقایسه آنها..... ۳
- ۲-پایدار کردن حالت اکسیداسیون در ترکیبات- تهیه کلرومس یک ظرفیتی..... ۷
- ۳-تهیه پتاسیم پر منگنات از سنگ معدن پیرولوزیت ۹
- ۴-واکنشهای منگنز..... ۱۰
- ۵-رزین های تبادلگر یون..... ۱۲
- ۶-تهیه بوریک اسید از بوراکس..... ۱۵
- ۷-تهیه آب اکسیژنه H_2O_2 و بررسی خواص مهم آن..... ۱۷
- ۸-تهیه آمونیوم فسفو مولیبدات..... ۲۱
- ۹-تهیه پتاسیم یدات..... ۲۳
- ۱۰-تهیه پتاسیم پریدات از پتاسیم یدات و تعیین درجه خلوص آن..... ۲۵
- ۱۱-تهیه سدیم کرومات از سنگ معدن کروم(کرومیت)..... ۲۷

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 کوئور دینه 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. مثلاً 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

۰,۰۲ مول مس سولفات پنج آبه و ۰,۰۲ مول 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 بزنیید 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 بزنیید 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 بزنیید تا مطمئن شوید عمل تشکیل رسول 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 500mL مس سولفات پنج آبه به (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 نمایید (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 20mL آب مقطر رقیق کرده و تغییر رنگی را که مشاهده می نمایید یادداشت کنید. (فقط در یکی از لوله ها رسوب مس هیدروکسید آبی رنگ ظاهر می شود)

ه) مقدار کمی از هریک 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 گوگردتریوکسید 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 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 رسول 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 دیوکسید یا 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 50mL آب حل کنید.

ب- 13g مس (II) کلرید مس 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 C 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 سر بسته 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 بیفزایید 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؟

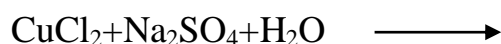
۲- چرا برای شستشوی CuCl از استیک اسید یخی استفاده می شود و از HCl و H_2SO_4 برای این منظور استفاده نمی شود؟

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

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

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

۷- واکنش زیر را کامل کرده و موازنه کنید



۸- شرط فراهم شدن تسهیم نامتناسب چیست؟

۹- چرا باوجود اینکه Cu^+ تسهیم نامتناسب انجام می دهد ولی CuCl اصلا تسهیم نامتناسب انجام نمی دهند؟

آزمایش سوم

تهیه پتاسیم پر منگنات از سنگ معدن پیرولوزیت

هشدار: در این آزمایش حتما بایستی از عینک ایمنی استفاده شود

روش کار:

5g پتاسیم هیروکسید و 2.5 گرم پتاسیم کلرات را با هم در بوته نیکلی 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 پیرولوریت 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 کرین 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 متخلل عبور دهید و زیر صافی را تبخیر کنید تا متبلور شود بلورهای پرمنگنات را پس از صاف کردن در آن $100^\circ C$ خشک کنید

گزارشکار 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 می 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 متخلل نمی توان استفاده کرد؟

آزمایش چهارم

واکنشهای منگنز

روش کار:

برای انجام واکنشهای زیر می توانید از محلول های منگنز(II) کلرید یا منگنز(II) سولفات استفاده کنید. پیش از انجام واکنشهای 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 در آورید. این محلول را به 2mL محلول منگنز(II) کلرید اضافه کنید مشاهدات خود را یادداشت کنید. واکنشهای 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 را به حال خود بگذارید. رسوب را چندین بار با سرریز کردن شستشو دهید. سپس کمی هیدروکلریک اسید 2M به رسوب اضافه کنید. مشاهدات خود را یادداشت کنید.

د) 2mL محلول منگنز(II) سولفات را با 2 میلی لیتر 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 واکنشهایی که انجام می گیرد اظهار نظر کنید

ه) 1g منگنز دیوکسید 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 ای می کنید؟

ح) مقدار اضافی از محلول پتاسیم یدید را به حدود 1mL محلول پتاسیم پرمنگنات که به آن یک قطره مولی 4M 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

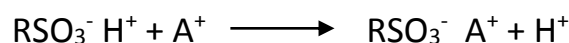
الف- کلیه مشاهدات و نتیجه گیری

ب- معادلات شیمیایی کلیه واکنشها

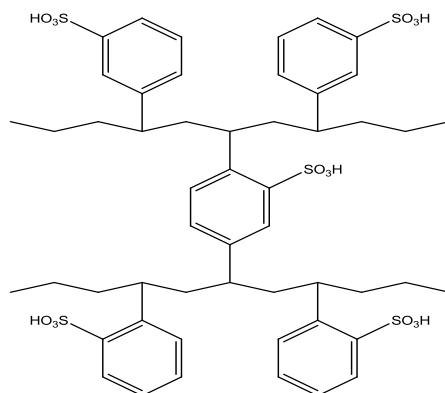
آزمایش پنجم

رزین های تبادلگر یون

رزین تبادل گر یون جسمی نا محلول دارای یونهای فعال است این یونها با یونهای موجود در یک محلول مبادله می شوند، بی آنکه تغییرات فیزیکی عمده در ساختار جسم ظاهر شود یونهای تبادلگر ممکن است کاتیون یا آنیون باشد. از رزین های تبادلگر کاتیون به عنوان مثال می توان از Amberlite IR 120 نام برد. این رزین از جنس پلی استایرن است. در این رزین حلقه های فنیلی، سولفوندار شده است و به این ترتیب به نسبت های زیادی گروههای $\text{RSO}_3^- \text{H}^+$ دارد اگر این رزین را در محلولی که دارای کاتیون است (مثلا یونهای Na^+) قرار دهیم تعادل زیر برای هر یک از گروههای سولفونات رزین برقرار می شود.

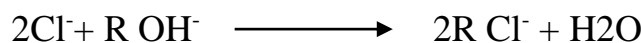


به ایت ترتیب وقتی رزین تبادلگر کاتیون هیدروژنی با کاتیون های محلول در تماس باشد این کاتیون ها با یون های هیدروژن جانشین می شود رزین تبادلگر آنیون اغلب از پلی استایرن تشکیل شده که دارای مقدار زیادی گروههای آمونیوم است



نمونه ای از رزین تبادل کاتیون

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



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

ظرفیت رزین:

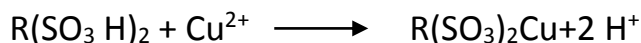
ظرفیت کل تبادل یونی یک رزین معمولا به صورت تعداد کل اکی والانها در هر گرم تبادلگر بیان می شود.

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 پایین تر نیاید. حباب های هوا را در ستون با همزدن با یک میله شیشه ای بلند خارج کنید. قطره قطره حدود 40mL هییدرو کلریک اسید 2N درون ستون بریزید برای اینکه رزین کاملا 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 نارنجی متیل امتحان کنید)

25mL محلول سولفوریک اسید / مس سولفات (0.1M سولفوریک اسید و 0.1M مس سولفات) را به آهستگی از درون ستون عبور دهید. پس از آن 150mL آب مقطر از درون ستون عبور دهید. مایع خروجی را که در ارلن جمع آوری می کنیم با pHسنج اندازه گیری 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. ید آزاد شده را با تیوسولفات اندازه بگیرید. از روی حجم تیوسولفات مصرفی مقدار مس و پس از آن یونهای H⁺ معادل آنها را حساب کنید



رزین تبادلگر یون موارد استفاده مفیدی در جدا کردن مخلوط یونها 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 پرسشها

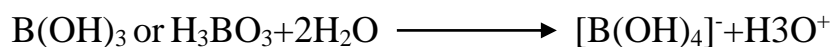
پرسشها:

- 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 می شود؟
- ۴- کلیه مراحل محاسبه بهره را بنویسید؟
- ۵- شرایط اساسی یک رزین سودمند چیست؟

آزمایش ششم

تهیه بوریک اسید از بوراکس

خصالت فلزی و (البته بازیستی) در طول یک گروه از بالا به پایین افزایش می یابد. بنابراین در گروه ۳ جدول تناوبی $B(OH)_3$ اسیدی است و $Al(OH)_3$ و $Ga(OH)_3$ و $In(OH)_3$ دو خصلتی (آمفوتر) اند از برهمکنش اسیدهای قوی با بوراکس ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) بوریک اسید به صورت بلورهای سوزنی شکل سفید رنگ تشکیل می شود. بوریک اسید $B(OH)_3$ یک ترکیب ک محلول در آب است. این ماده یک اسید بسیار ضعیف در آب است و به جای پروتون دهنده در آب فقط به شکل یک اسید لوئیس عمل کرده و گروه OH^- را می پذیرد



در بوریک اسید واحدهای 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 هم دیگر برابر 3.18 آنگستروم است و این امر سهولت متورق شدن این بلورها را توجیه می کند. 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 می افتد تا آنیونهای چند هسته ای تشکیل شود



روش کار :

تهیه بوریک اسید:

مقدار 4g از بوراکس را توزین کرده و آنرا را به یک بشر منتقل کنید. 250mL آب مقطر به آن افزوده و آن را به آرامی حرارت دهید تا زمانی که تمام بوراکس حل شود (اجازه ندهید که محلول بجوشد) اگر پس از حل شدن بوراکس محلول کدر بود آن را با کاغذ صافی معمولی صاف کنید. محلول را تا دمای ۸۰ تا ۹۰°C گرم کنید و سپس به آن 20mL HCl یک به یک اضافه کنید (۱۰ میلی لیتر آب و ۱۰ میلی لیتر 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 می کند سپس بلورهای تشکیل شده را با استفاده از قیف بوختر 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 ۱۰۰ میلی لیتری 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 از محلول به حجم رسیده را به یک ارلن منتقل کنید و به آن 50mL آب مقطر و 2mL گلیسرین و چند قطره فنول فتالین اضافه کنید و سپس با سود 0.1N تیتراً کنید. باتوجه به حجم سود مصرفی درجه خلوص بوریک اسید را تعیین کنید

گزارش کاربایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- مشاهدات تجربی و توضیح در مورد آنها

۲- تعیین درجه خلوص اسید بوریک

۳- پاسخ به پرسشها

پرسشها:

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 حالی که شواهد نشان می دهد که هشت مولکول آب در شبکه بلوری آن موجود است. ساختار 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 می دانید؟

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

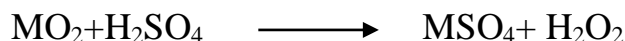
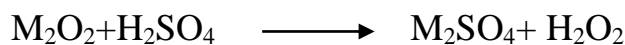
آزمایش هفتم

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 کاملا 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.

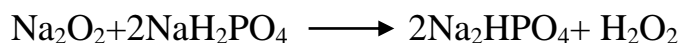
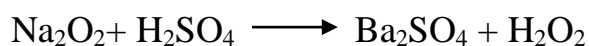
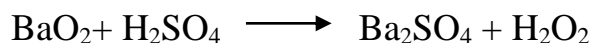
تهیه آب اکسیژنه

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 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 $H_2S_2O_8$ 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 ۲۵ میلی لیتری سولفوریک ۲۰٪ بریزید و پس از سرد کردن به تدریج ۵ گرم باریم پروکسید (BaO_2) به آن اضافه کنید. به منظور سرد شدن بهتر، گهگاه به محیط قطعات کوچک یخ بیفزایید در این حالت Ba_2SO_4 ته نشین می شود به دفعات متعدد باریم کربنات جامد را به آن می

افزاییم تا وقتی که دیگر رسوبی تشکی نشود رسول 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 بشر به محلولی از ۵ g سود در ۴۰ mL آب مقطر حدود ۸ mL ارتو فسفریک اسید با چگالی ۱/۷۵ 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 ۲/۴ 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 آب با مقداری یخ متبلور می شود. پس از افزایش تمام سدیم پروکسیدها، بلورها را توسط یک قیف بوخنر 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 $10^\circ C$ - 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 آزمایشهای زیر بررسی کرده و در تمامی موارد مشاهدات و فرمول واکنشها را بنویسید

۱- تجزیه آب اکسیژنه:

آب اکسیژنه به کمک اجسام جامد به ویژه پلاتین نرم و یا MnO_2 به سرعت تجزیه می شود. به منظور جلوگیری از تجزیه محلولهای آب اکسیژنه به مقدار کم فسفریک اسید و یا اسیدهای آلی به عنوان ضدکاتالیزور به آن اضافه می کنند.

در یک لوله آزمایش حدود ۲۵mg 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 کاهندگی H_2O_2 است. اکسنده مناسبی که در این قسمت به کار برده می شود $KMnO_4$ است

در یک لوله آزمایش به 1mL پتاسیم پرمنگنات N 1% چند قطره اسید سولفوریک 2 N 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 ۱۰% و چند قطره هیدروکلریک 2 N 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 اب مقطر حل کنید پس از سرد نمودن چند قطره سولفوریک اسید 2 N 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 لیتر H_2O_2 که توسط سود به شدت قلیایی شده چند قطره محلول منگنز سولفات اضافه کنید و رسول 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

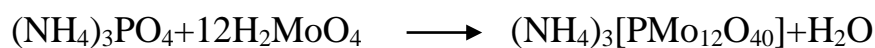
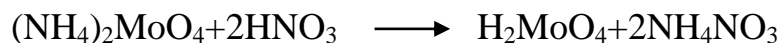
۱- نقش MnO_2 در این واکنش چیست؟

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 فسفر 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. 200mL آمونیوم فسفات را درون بشر ۲۵۰ میلی لیتری در 6-7 mL آب مقطر حل کنید و سپس 0.5mL میلی لیتر 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 گرم را کنید و به آن 10mL ژلاتین بی رنگ ویسکوز اضافه کنید. اکنون 40mL محلول الف و ب درست شده در قسمت بالا را به بشر حاوی یون PO_4^{3-} بریزید رسوب زرد رنگ آمونیوم فسفر مولیبدات حاصل می شود.

نیم ساعت به حال خود بگذارید تا رسوب به طور کامل تشکیل شود سپس تحت خلاء با استفاده از قیف بوخزر، رسوب را روی کاغذ صافی کنید و با 100mL آمونیوم نیترات ۱% 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^{4+} به Sn^{2+} اکسید می شود)

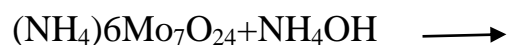
۱- پاسخ به سوالات

۲- بهره عمل

۳- تمام واکنشهای انجام شده

پرسشها

- ۱- نقش ژلاتین در این آزمایش چیست؟
- ۲- چرا محلول آمونیوم فسفات و سپس قلیایی و سپس دوباره اسیدی می کنیم؟
- ۳- چرا موقع خشک کردن رسوب دمای آون نبایستی زیاد شود؟
- ۴- علت استفاده از نتیریک اسید و آمونیکا در فرایندهای اسیدی سازی محیط و خنثی سازی چیست؟
- ۵- چرا در این آزمایش به جای استفاده از نتیریک اسید از هیدرکلریک 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 را تعریف کنید؟

۱۰- علت افزایش نتیریک اسید به آمونیوم فسفات چیست؟

آزمایش نهم

تهیه پتاسیم یدات

روش کار

3g پتاسیم کلرات را در 8mL آب گرم حل کرده و به آن 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 و بشر را گرم کنید تا تمامی ید ترکیب شود. حال در حدود 100mg ید بیفزایید تا کسری 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 کاملا 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 متبلور شود (حل پذیری پتاسیم یدات در 100mL آب در 0 و $25^\circ C$ به ترتیب 4.7 و 10 گرم است)

آزمایش تکمیلی

محلولی که 0.01mol نسبت به Na_2SO_3 و 0.04mol 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).

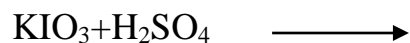
این آزمایش را با پتاسیم یدات خشک تکرار کنید

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 برخی خنثی سازی به جای KOH از NaOH استفاده نمیکنیم؟
- ۲- ساختار لوئیس هیبریداسیون و ساختار هندسی 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 ۲۵۰ میلی لیتر) 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 ۲۰ دقیقه در حمام آبی با ملایمت حرارت دهید در این مرحله پتاسیم دی مزو پریدات به فرمول $K_4I_2O_9$ تشکیل می شود حال 25mL آب مقطر افزوده و محلول را سرد کنید در صورتیکه رسوبی موجود را از صافی عبود دهید ماده روی صافی (سفید رنگ) پتاسیم سولفات است که مزاحم عمل محلول را سرد کرده و در حالیکه در حمام یخ قرار داده اید با استفاده از پیت 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 سرده شستشو داده و در هوا خشک کنید.

تعیین درجه خلوص

100mg از نمک خشک حاصل را دقیقاً توزین و در ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری در 100mL آب مقطر کاملاً حل کنید به آن 2g بوراکس و تا حد سیرشدگی بوریک اسید بیفزایید سپس 30g 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 تیتر 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:

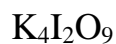
۱- نتایج و کلیه معادلات شیمیایی

۲- بهره و درجه خلوص پتاسیم پر یدات

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

ب- واکنش تیتراسیون ید توسط تیوسولفات

ج- اثر اسید بر مخلوط I^- و IO_3^-

۶- اگر در مرحله تشکیل باقر 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

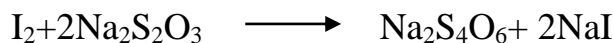
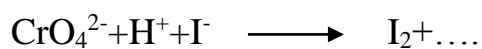
روش کار:

سنگ معدن کروم را خرد کرده و آن را به کمک آسیاب به صورت پودر در آورید 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 ۱۵۰ میلی متر محتوی آب جوش قرار داده و بجوشانید تا تمام محتویات بوته خارج شود در پایان عمل بوته را از درون بشر را در آورده دو مرتبه با آب مقطر بشوید، 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 اسید است که در آب نامحلول می باشد) سپس محلول را تا یک سوم حجم اولیه تغلیظ کنید و به انقدر سولفوریک اسید 6N اضافه کنید تا رنگ محلول نارنجی شود و محلول به دست آمده را در بالن حجم سنجی ۲۵۰ میلی لیتری به حجم برسانید.

آزمایش های زیر را روی سدیم کرومات ۳ تا ۲ 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 5mL-10 سولفوریک اسید 2N اضافه کنید و آن را با سدیم تیوسولفات در مجاورت چسب نشاسته تیترا 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 کروماتها محلول ۳۰٪ 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 ایا $\text{FeO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$ 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 عدد اکسایش کروم چهار 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؟