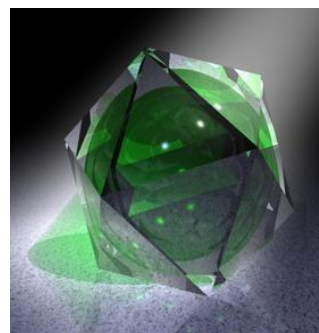
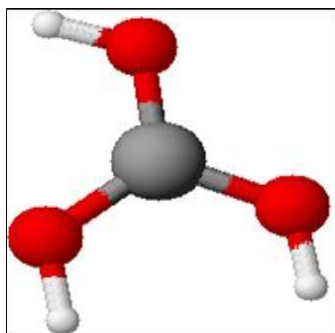




وزارت علوم، تحقیقات و فناوری  
دانشگاه کوثر

## دستور کار آزمایشگاه شیمی معدنی ۱



حاجی زاده

مهر ۱۳۹۷

## فهرست

|    |                                                                   |
|----|-------------------------------------------------------------------|
| ۳  | ..... مقدمه : ایمنی در آزمایشگاه و نحوه محاسبه راندمان            |
| ۹  | ..... آزمایش شماره ۱: تهیه تیوسولفات و بررسی برخی از خواص آن      |
| ۱۳ | ..... آزمایش شماره ۲: تهیه اسید بوریک و بررسی برخی از خواص آن     |
| ۱۶ | ..... آزمایش شماره ۳: تهیه پتاسیم متاپریدات                       |
| ۱۷ | ..... آزمایش شماره ۴: تعیین درجه خلوص پتاسیم متاپریدات            |
| ۱۸ | ..... آزمایش شماره ۵: تهیه یک نمک مضاعف و یک کمپلکس و مقایسه آنها |
| ۲۱ | ..... آزمایش شماره ۶: تهیه زاج ها و مطالعه بلورها آنها            |
| ۲۴ | ..... آزمایش شماره ۷: تهیه رنگدانه های معدنی و تعیین درصد آن ها   |
| ۲۷ | ..... آزمایش شماره ۸: تهیه پیگمان آبی آهن و هیدروکسید کروم سبز    |
| ۳۰ | ..... آزمایش شماره ۹: تهیه و تعیین درجه خلوص فسفات های سدیم       |
| ۳۴ | ..... آزمایش شماره ۱۰: تهیه آب اکسیژنه و بررسی برخی از خواص آن    |

## مقررات کار در آزمایشگاه

به منظور جلوگیری از بروز هر گونه حادثه به نکات زیر کاملاً دقت کنید .

۱. همیشه قبل از ورود به آزمایشگاه و شروع به کار ، دستور کار و تئوری مربوط به آن را به دقت مطالعه کنید تا از واکنش های شیمیایی مربوط به آن اطلاعات کافی حاصل نمایید. از این طریق متوجه خواهید شد که آزمایش به چه وسایل و مواد شیمیایی و چه مدت زمان برای حرارت دادن، رفلو گذاشتن و یا به حال خود گذاشتن و ... احتیاج دارد .

۲. در تمام جلسات آزمایشگاه پوشیدن روپوش سفید ، استفاده از عینک ایمنی و دستکش و داشتن دستمال برای خشک کردن و تمیز نمودن میز کار و حوله برای خشک کردن دست و در صورت نیاز ماسک لازم و ضروری است .

۳. قبل از استفاده از هرگونه مواد شیمیایی ، ابتدا برچسب روی ظرف محتوی مواد شیمیایی را بخوانید .

۴. هرگز اسپاتول، میله شیشه ای یا فلزی و پیپت را وارد ظرف محتوی ماده ی شیمیایی نکنید، برای برداشتن ماده ی شیمیایی مورد نظر مقدار کمی از آن را در یک بشر یا لوله ی آزمایش ریخته و بعداً به وسیله ی اسپاتول یا پی پت به مقدار مورد نیاز از آن برداریم .

۵. مواد شیمیایی اضافه را که در بشر یا لوله آزمایش باقی مانده به ظرف اولیه یا اصلی آن بر نگردانید و برای صرفه جویی در مواد شیمیایی سعی کنید که تقریباً همان مقدار مورد نیاز را بردارید .

۶. دهانه ی ظرف ماده ی شیمیایی را بلافاصله پس از برداشتن ماده بسته و ظرف را در جای اولیه ی خود بگذارید و دقت نمایید که درب ظرف ها با یکدیگر عوض نشود.

۷. هرگز با مواد شیمیایی مستقیماً تماس نگیرید، از چشیدن یا استنشاق مواد مگر در مواردی که دستور کار ذکر کرده باشد جدا خود داری نمایید . چنان چه نیاز به آزمایش بوی ماده ای شیمیایی باشد بخارات آن را با دست سریعاً به طرف بینی هدایت کنید.

۸. در هنگام کار کردن با مواد بو دار و سمی حتماً آزمایش را در محفظه ی مجهز به هواکش (هود) و با نظارت مسئول آزمایشگاه انجام دهید.

۹. هرگاه بر روی میز یا کف آزمایشگاه یا لباس کار ماده ی شیمیایی ریخته شد بلافاصله آن را با آب بشویید .

۱۰. در صورت بروز هر گونه حادثه ، بریدگی یا سوختگی فوراً به مسئول آزمایشگاه اطلاع دهید .

۱۱. هرگز مواد شیمیایی جامد ، رسوبات ، کاغذ صافی و چوب کبریت را در دست شویی نیندازید، آن ها را در ظرف مخصوص زباله قرار دهید .

۱۲. خورده شیشه و لوازم شیشه ای شکسته شده را پس از اطلاع دادن به مسئول آزمایشگاه در سطل مخصوص خورده شیشه بیندازید و از ریختن آنها در ظرف مخصوص زباله خود داری نمایید.

۱۳. میز کار را در طول انجام آزمایش همیشه تمیز و خشک نگه دارید.

۱۴. همیشه ده دقیقه مانده به پایان هر جلسه به آزمایش خاتمه داده ، میز کار را تمیز کرده ، وسایل و لوازم آزمایش را پس از شستن و تمیز نمودن به تکنسین آزمایشگاه تحویل دهید .

۱۵. قبل از ترک نمودن آزمایشگاه شیر آب و گاز را بسته و در صورتی که از وسایل برقی استفاده نموده اید آن ها را خاموش کنید.

۱۶. محصولات جامد را در لوله های شیشه ای و یا در ظروف پلاستیکی کوچک همراه با برچسبی که شامل نام ترکیب، نقطه ذوب ، توضیح راجع به روش خالص کردن و یا سایر مشخصات و تاریخ تهیه ی آن می باشد به تکنسین آزمایشگاه تحویل دهید . چنانچه ماده ی تهیه شده نسبت به رطوبت حساس می باشد، دهانه ی لوله ی شیشه ای را به وسیله ی درب پلاستیکی مسدود نموده و اطراف آن را کاملاً با پارافین مذاب اندود نمایید .

۱۷. مایعات با نقطه جوش پایین و یا مایعاتی که تحت تاثیر هوا واقع می شوند در آمپول های شیشه ای مخصوص همراه با برچسبی که شامل مشخصات آن می باشد به آزمایشگاه تحویل دهید .

۱۸. تمام نتایج بدست آمده از آزمایشات از قبیل حجم ها ، اوزان ، نقاط ذوب و جوش و یا سایر نتایج و مشاهدات واکنش ها را در دفترچه ی گزارش کار که صفحات آن شماره گذاری شده است یاد داشت کنید تا در موقع لزوم بتوانید به آن ها مراجعه نمایید.

## ایمنی در آزمایشگاه

برای دستیابی به یک ایمنی مطمئن در آزمایشگاه پذیرش یک سری مقررات لازم و ضروری می باشد . البته تمام مقررات ایمنی نمی تواند در برگیرنده ی کلیه ی مطالب باشد ، بعلاوه به خاطر سپردن همه ی آن ها کاری است مشکل ، بنابراین برای هر

تجربه و آزمایش حتی برای انجام یک واکنش ساده در لوله ی آزمایش ، بایستی تمام خطرات احتمالی آن قبل از شروع به کار بررسی و مورد آزمایش قرار گیرد و در تمام موارد مسئول آزمایشگاه بر انجام کار نظارت داشته باشد .

آگاهی از میزان سمیت و فعالیت شیمیایی مواد مورد استفاده و هم چنین چگونگی تاثیر آن ها بر روی وسایل و لوازم از اهمیت خاصی برخوردار است. قبل از شروع نمودن به هر نوع کاری که احتمال خطر در آن وجود دارد آگاهی از چگونگی مقابله با آن و آشنایی با محلی که وسایل دفع آن قرار گرفته مانند محل آتش خاموش کن ها و طرز کار با آن ها ، جعبه ی کمک های اولیه، روش صحیح شست و شوی چشم ضروری است. بدیهی است که برای جلوگیری از وقوع هر نوع حادثه بایستی احتیاط های ایمنی را بطور کامل رعایت نمود . مثلا استفاده از عینک برای محافظت از چشم ، پوشیدن رو پوش و دستکش به خصوص در هنگام جا به جا نمودن مایعات خورنده امریست واجب.

حال به چند نکته ی مهم در زیر اشاره می شود.

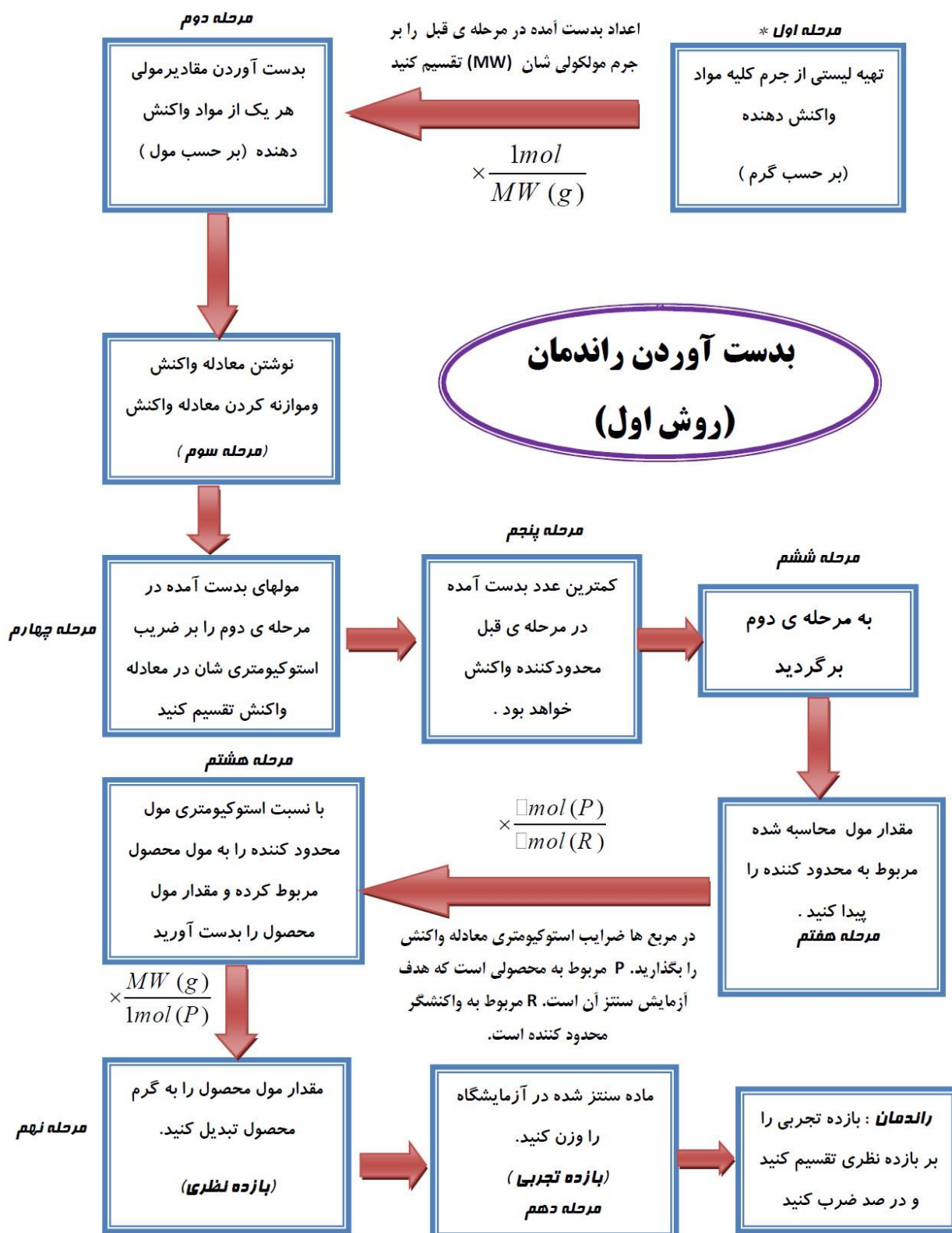
#### ۱. طرز کار کردن با حلال ها

بیشتر حلال های موجود در آزمایشگاه مانند دی اتیل اتر، کربن دی سولفید، استون، بنزن و الکل مایعاتی فرار و آتش گیر می باشد. به همین دلیل باید آن ها را از محل شعله دور نگه داشت زیرا بخار این گونه مایعات به آسانی از روی میز کار بخصوص به کمک جریان هوا عبور کرده و در اثر تماس با شعله که در فاصله ی کمی از آن ممکن است قرار داشته باشد آتش می گیرد. سرایت آتش به منبع اصلی باعث آتش سوزی می شود . اشتباهی که غالبا توسط آزمایش کنندگان روی می دهد، حرارت دادن مایعات آتش گیر در ظروف سرباز بر روی شعله ی مستقیم می باشد. روش صحیح حرارت دادن این گونه حلال ها این است که مایع مورد نظر را در یک بالن مجهز به مبرد رفلو قرار داده و سپس آن را در حمام آب یا بخار بر روی پلاک برقی و یا فرو بردن حمام آب داغی که شعله ی آن قبلا خاموش گردیده است حرارت داد. نکته ی دیگری که در مورد حلال ها قابل ذکر است این است که همیشه برای خارج نمودن حلال بایستی بجای تبخیر کردن از عمل تقطیر استفاده نمود.

#### ۲. مواد شیمیایی سمی

بطور کلی تمام مواد شیمیایی را باید سمی فرض نمود، مگر آن که بطور یقین ثابت شده باشد که ماده ی مورد نظر سمی نیست. مواد شیمیایی جامد که معمولا از راه دهان و خراش های موجود در دست و بازو وارد بدن می شوند باعث بروز خطراتی می گردند. بنابر این بایستی همیشه از دست کش لاستیکی استفاده کرد و از خوردن و سیگار کشیدن در آزمایشگاه خود داری نمود و بعد از انجام هر آزمایش دست ها را با آب و صابون کاملا تمیز شست.

گاز ها و بخار مایعات فرار ، بسیار خطرناک می باشد.  $\text{HCN}$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{SO}_2$  فوق العاده سمی می باشند.



### نکات :

در مرحله ی اول چنانچه مواد به صورت حجمی (مایع) برداشته شده است کافی است حجم ماده را در چگالی آن ضرب کنید.

$$\square ml \times d (g / ml) = \square g$$

### مثال :

از واکنش ۴ گرم گاز  $NH_3$  با ۱۴ گرم گاز  $F_2$  مقدار ۴/۸ گرم  $N_2F_4$  بدست آمده است. بازده را تعیین کنید.

### مرحله اول :

| نام ماده | فرمول شیمیایی | جرم مولکولی | چگالی | وزن ( گرم ) / حجم ( لیتر ) |
|----------|---------------|-------------|-------|----------------------------|
| آمونیاک  | $NH_3$        | 17.0        | 0.98  | 4 g                        |
| فلوئور   | $F_2$         | 38          | -     | 14.0                       |

بهره تجربی  $N_2F_4 = ۴/۸$  گرم

### مرحله ی دوم :

$$? mol NH_3 = 4.00g \times \frac{1 mol NH_3}{17.0g NH_3} = 0.235 mol NH_3$$

$$? mol F_2 = 14.0g \times \frac{1 mol F_2}{38g F_2} = 0.368 mol F_2$$

### مرحله سوم:



### مرحله چهارم :

$$\frac{0.235 mol NH_3}{2 mol NH_3} = 0.118$$

$$\frac{0.368 mol F_2}{5 mol F_2} = 0.0736$$

مرحله پنجم و ششم و هفتم : محدود کننده  $F_2$  است و مقدار مول آن ۰/۳۶۸ می باشد.

مرحله هشتم و نهم :

$$? gN_2F_4 = 0.368 molF_2 \times \frac{1 molN_2F_4}{5 molF_2} \times \frac{104 gN_2F_4}{1 molN_2F_4} = 7.65 gN_2F_4$$

مرحله آخر :

$$\frac{4.80 gN_2F_4}{7.65 gN_2F_4} \times 100 = 62.7\%$$

گزارشکار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

- 1- تئوری آزمایش در مورد یکی از واژه های کلیدی موجود در متن آزمایش (حتما با تئوری آزمایش دستورکار متفاوت باشد)
- 2- شرح انجام آزمایش و کلیه مشاهدات تغییرات رنگ، فاز و...
- 4- معادله ی کلیه ی واکنش های انجام شده و توضیح درباره ی آنها
- 5- انجام محاسبات ( به دست آوردن راندمان و یا درصد خلوص با توجه به نوع آزمایش)
- 6- پاسخ به تمام پرسش های آزمایش الزامی است.
- 7- ذکر عوامل خطا و نتیجه گیری
- 8- منابع استفاده شده.

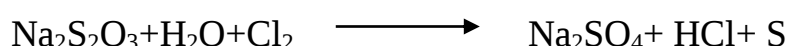
## آزمایش اول:

### تهیه تیوسولفات سدیم

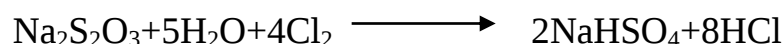
هدف از انجام این آزمایش تهیه تهیه سولفات سدیم با استفاده از سولفیت سدیم در مجاورت گوگرد و حرارت دادن محیط واکنش است.

### تئوری آزمایش:

تیوسولفات سدیم نمک اسید تیو سولفوریک می باشد که این اسید بر خلاف نمک هایش بسیار ناپایدار است. اگر به محلول تیوسولفات سدیم محلول یک اسید قوی مثل اسید کلریدریک افزوده شود پس از اندک مدتی گوگرد رسوب نموده و محلول شدیداً بوی انیدرید سولفور می دهد. تیوسولفات سدیم به اسانی کلر را احیا می نماید.



اگر مقدار کلر زیاد باشد عدد اکسایش گوگرد از ۲- به ۶+ می رسد.



در عکاسی سدیم تیوسولفات به عنوان داروی ثبوت مصرف می گردد. زیرا تیوسولفات بر هالوژن های نقره اثر کرده و به اسانی آنها را حل می نماید ولی بر خود نقره بی اثر است.

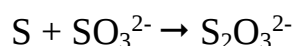


یون تیوسولفات  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  ساختمانی مشابه سولفات  $\text{SO}_4^{2-}$  دارد که در آن به جای یکی از اکسیژن های یون سولفات، یکاتم گوگرد قرار داده شده است. دو اتم گوگرد در  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  مشابه نمی باشند. برای تشخیص این موضوع می توان از یک گوگرد رادیواکتیو  $^{35}\text{S}$  استفاده کرد:

نتایج به دست آمده نشان داده که  $^{35}\text{S}$  در یون سولفیت موجود نمی باشد.

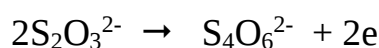
عدم تشابه دو اتم گوگرد در  $S_2O_3^{2-}$  باعث پیدایش خواص ویژه در این ترکیب گردیده است. اولین ترکیب این یون تیوسولفوریک اسید  $HS_2O_3$  است اما این ترکیب دارای پایداری حرارتی ناچیزی می باشد. متوسط طول پیوندهای S-S در تیوسولفات برابر 0/197nm و S-O برابر 0/148nm است.

برای تهیه تیوسولفات از واکنش گوگرد با سولفیت  $SO_3^{2-}$  استفاده می شود.

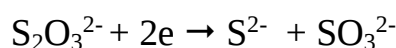


خواص الکتروشیمیایی تیوسولفات:

تیوسولفات در پتانسیل ۰,۲-۰,۴ ولت در محلول های خنثی و اسیدی به یون تتراتیونات تبدیل می گردد.



ولی تیوسولفات در محلول های قلیایی به یون تری تیونات  $S_3O_6^{2-}$  اکسید می شود. واکنش اکسایش الکترولیتی تیوسولفات توسط مقادیر جزیی از  $I_2$  کاتالیز می شود.

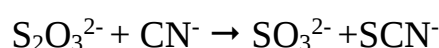


کاربرد تیوسولفات:

1- کاربرد در جنگ های شیمیایی:

در جنگ های شیمیایی از گاز کشنده HCN برای نابود کردن نفرات دشمن استفاده می شود. این گاز قادر است به طور برگشت پذیر آنزیم سیتوکرم اکسیداز را از فعالیت باز دارد که نتیجه آن فقدان اکسیژن در بافت ها و سرانجام خفگی است. این گاز توسط مجاری تنفسی جذب و مانع از آن می شود که یک آنزیم خون (یعنی سیتوکرم اکسیداز، مولکول پایه ای که منبع انرژی سلول است) بازسازی کند.

عوارض اصلی آن، افزایش سریع آهنگ تنفس است و بعد از پانزده دقیقه مرگ فرا می رسد. درمان این مسمومیت مبتنی بر بیرون راندن HCN از سیتوکرم اکسیداز است که به کمک لیگاندهای دیگر انجام می شود. در صورتی که به مصدوم سریعاً تیوسولفات سدیم تزریق گردد یون  $CN^-$  تحت مکانیسم زیر به  $SCN^-$  تبدیل شده و در نتیجه مانع مرگ سرباز خواهد گردید:



## 2- کاربرد در ظهور فیلم های عکاسی:

در ظهور فیلم های عکاسی لازم است که برمید نقره  $\text{AgBr}$  واکنش نداده را از روی نگاتیو فیلم حذف کنند و گرنه در اثر تابش نور تمام فیلم سیاه می شود. برای این منظور از محلول های تیوسولفات استفاده می کنند، که در نتیجه برمید نقره واکنش نداده با تشکیل کمپلکس های  $[\text{Ag}(\text{S}_2\text{O}_3)_2]^{3-}$  حذف می شود به این عمل در عکاسی ثبوت می گویند.

## 3- کاربرد در صنایع کاغذ و نساجی:

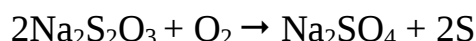
در صنایع کاغذ و نساجی از تیوسولفات برای برطرف کردن باقیمانده مواد سفید کننده (Bleach) استفاده می شود.

## 4- کاربرد در صنایع گاز:

در صنایع گاز از تیوسولفات برای گوگرد زدایی گازهای نفتی استفاده می شود.

خواص محلول های تیوسولفات:

همان طوری که می دانید تیوسولفات یک جسم استاندارد اولیه نیست و در مجاورت هوا بلورهای شفاف آن کدر می شود. تیوسولفات تحت مکانیسم زیر با اکسیژن هوا واکنش می دهد.



$\text{CO}_2$  هوا و اسیدیته محیط هم قادرند تیوسولفات را تجزیه کنند. همچنین باکتری های تپو هم از جمله عوامل مخرب تیوسولفات هستند.

در شیمی تجزیه واکنش بین تیوسولفات و ید اساس سنجش های یدومتری می باشد.

دیگر نمک های تپو سولفات:  $\text{CaS}_2\text{O}_3$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgS}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BaS}_2\text{O}_3$  و...

میزان سمیت: میزان سمیت و کشندگی تیوسولفات سدیم برای موش ها برابر با: 
$$\text{LD}_{50} = \frac{\text{تیوسولفات گرم}}{\text{وزن بدن کیلوگرم}}$$

بنابراین میزان سمیت این ماده بسیار کم است.

## روش کار:

6 گرم سولفیت سدیم را وزن و درون بشر ریخته و ۳۰ میلی لیتر آب مقطر داغ به بشر اضافه نمایید. سپس به کمک همزن ذرات جامد را حل کرده و ۲ گرم گل گوگرد به محتوای بشر اضافه کرده و آن را روی هیتر گذاشته و مگنت را هم روشن نمایید. برای جلوگیری از بیروختن ریختن محلول شیشه ساعتی روی بشر گذاشته قرار دهید محلول را به مدت ۳۵ دقیقه به آرامی بجوشانید. هر از چند گاهی ۴-۵ میلی لیتر آب مقطر به بشر اضافه کنید. سپس محلول را به صورت داغ صاف نمایید و آزمایش های زیر را روی آن انجام دهید.

- 1- چند قطره از محلول پتاسیم پرمنگنات خنثی را اضافه کنید.
  - 2- چند قطره از محلول پتاسیم پرمنگنات اسیدی شده را اضافه کنید.
  - 3- چند قطره از محلول پتاسیم پرمنگنات قلیایی شده را اضافه کنید.
  - 4- ۲ میلی لیتر هیدروکلریک اسید 2M اضافه کرده و بجوشانید.
  - 5- ۲ میلی لیتر محلول نقره نیترات 0.1M را قطره قطره اضافه کنید.
  - 6- به ۲ میلی لیتر از محلول نقره نیترات 0.1M محلول را قطره قطره اضافه کنید.
- این واکنش ها را با استفاده از سدیم سولفیت به جای سدیم تیو سولفات تکرار کنید.

## پرسش ها:

- 1- انواع ساختمان های رزونانسی تیوسولفات را رسم کرده و گروه نقطه ای (تقارن) یون تیوسولفات را مشخص کنید.
- 2- در صنایعی که با تیوسولفات کار می کنند نمی توان از فلز مس یا آلیاژهای حاوی مس در ساخت ظروف و لوله های ارتباطی استفاده کرد. علت چیست؟



- 4- پدیده کاتناسیون در مورد گوگرد چیست؟
- 5- چگونه می توان از ماده سدیم کربنات ، تیوسولفات سدیم را تهیه کرد؟
- 6- یون های زیر را نامگذاری کرده و شکل فضایی آن ها را ترسیم کنید.



- 7- از واکنش بین  $\text{Na}_2\text{S}$  و گاز  $\text{SO}_2$  می توان سدیم تیوسولفات را تهیه کرد، واکنش حاصله را بنویسید و موازنه کنید.
- 8- فرمالیته تیوسولفات ( به صورت محلول) بعد از مدتی افزایش می یابد یا کاهش؟ چرا؟ با ذکر واکنش.

## آزمایش دوم:

### تهیه اسید بوریک و بررسی برخی از خواص آن

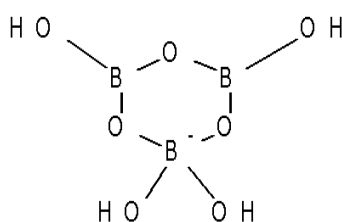
هدف از انجام این آزمایش تهیه اسید بوریک از بوراکس می باشد.

### تئوری آزمایش:

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  $3/18 \text{ \AA}$ ) با تقارن تقریباً شش ضلعی تشکیل می دهند. اسید بوریک در آب تا حدودی حل شده و انحلال پذیری آن با افزایش دما زیاد می شود. این اسید تک بازی است. کمپلکسی که با آب تشکیل می دهد منبع واقعی برای پروتون است.



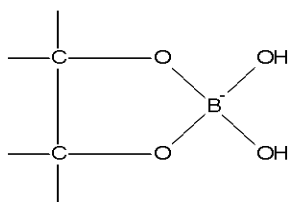
یون  $B(OH)_4^-$  در چندین ماده ی معدنی وجود دارد ، ولیکن اکثر بورات ها ساختمان های پیچیده تری نظیر آنیون حلقوی دارند زیرا اسید بوریک تمایل زیادی دارد تا در اثر تراکم به همراه از دست دادن آب پلیمریزه شود.



تریمر اسید بوریک

اسید بوریک و بورات ها یا با دی ال ها یا پلی ال ها کمپلکس های بسیار پایداری نظیر کمپلکس زیر تولید می نمایند.

قدرت اسیدی اسید بوریک با افزایش مواد کمپلکس دهنده نظیر گلیسرول آنقدر افزایش می یابد که تیتراژ کردن مستقیم آن را با سود (NaOH) امکان پذیر می سازند.



کمپلکس اسید بوریک با یک گلیسرول

بورات ها از سه اسید مشتق می شوند . اسید اورتو بوریک  $H_3BO_3$  ، اسید پیرو بوریک  $H_2B_4O_7$  و اسید متا بوریک  $HBO_2$  .

در اثر گرما اسید بوریک به صورت زیر تجزیه می گردد :



اسید اورتو بوریک      اسید متا بوریک      اکسید بور

سرد کردن سریع  $B_2O_3$  مذاب یا بورات های فلزی منجر به تشکیل شیشه های بورات می شود که گرچه سودمندی کمی از لحاظ تکنولوژی دارن ولی ذوب سدیم بورات با سیلیکا، منجر به تشکیل شیشه های بور و سیلیکات نظیر پیرکس می شود که دارای ضریب حرارتی پایین می باشند و بنابراین تمایل کمی به ترک خوردن، هنگامی که به سرعت گرم یا سرد می شوند دارند و برای ظروف آشپزخانه و آزمایشگاهی مورد استفاده قرار می گیرند.

تهیه اسید بوریک از بوراکس:



روش کار:

در یک بشر 5 گرم سدیم تترا بورات، ده آبه ( بوراکس )  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  را در 25 ml آب مقطر به آرامی حرارت دهید تا بوراکس حل شود. به محلول داغ 4 میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ به آرامی اضافه نمایید. محلول را به آرامی سرد کرده و پس از 10-15 دقیقه جسم بلورین حاصل را با استفاده از قیف بوشنر صاف کرده و آن ها را با آب سرد کمی بشوئید و در پایان آنها را بین کاغذ صافی خشک نمایید.

## سنجش اسید بوریک (تعیین درصد خلوص اسید بوریک)

0/5 گرم اسید بوریک تهیه شده و کاملاً خشک را دقیقاً وزن کرده و آن را در بالون ژوژه با آب مقطر به حجم 250 میلی لیتر می‌رسانیم. 10 میلی لیتر از محلول را به وسیله ی پیت به بک ارلن منتقل کرده و 30 میلی لیتر گلیسرین 1 مولار و چند قطره فنول فتالین بدان اضافه کرده و با سود 0/1 نرمال تیترو می‌کنیم. از روی حجم سود مصرفی در صد خلوص اسید بوریک را در نمونه محاسبه نماییم. یک بار دیگر تیتراسیون را تکرار کنید این بار از گلیسرین 0/1 مولار استفاده کنید.

### پرسش ها:

- 1- واکنش بوراکس با اسید سولفوریک را بنویسید.
- 2- ساختار اسید بوریک و تقارن آن را مشخص کنید.
- 3- بور با سایر عناصر هم خانواده خود چه اختلافی دارد؟
- 4- چرا اسید بوریک یک اسید 4 ظرفیتی است در حالیکه دارای سه هیدروژن متصل به اکسیژن است؟
- 5- نقش گلیسرین در تیتراسیون و فرمول کمپلکس آن را توضیح دهید؟
- 6- چرا قدرت اسیدی اسید بوریک در اثر افزایش گلیسرول افزایش می‌یابد؟
- 7- فرمول گسترده بوراکس را رسم کنید.
- 8- علت استفاده از هیدروکلریک اسید و گرم کردن محلول در سنتز بوریک اسید را توضیح دهید ؟
- 9- راندمان عمل را محاسبه کنید.
- 10- عدد styx را برای ترکیب  $B_4H_{10}$  به دست آورده و ساختمان آن را رسم کنید.

### تهیه پتاسیم متاپریدات

متاپریدات بعنوان اکسنده قوی در محلول اسیدی بکار می رود. عامل اکسید کننده برخی از ترکیبات آلی است و برای اهداف شیمی تجزیه استفاده می شود .

مواد لازم : پتاسیم پرسولفات، پتاسیم یدات، پتاسیم هیدروکسید و نیتریک اسید غلیظ

روش کار:

در یک بشر 250 میلی لیتری 2/5 گرم پتاسیم یدات را در 25 ml آب متری در دمای آزمایشگاه حل کنید و سپس بجوشانید و به آن 42 پتاسیم پرسولفات بیفزائید در حالیکه محتویات بشر را هم میزنید 3g پتاسیم هیدروکسید را دانه دانه به آن اضافه کنید و مخلوط را بمدت 20 دقیقه روی حمام آب گرم قرار دهید. در این مرحله پتاسیم مزوپریدات با فرمول  $K_4I_2O_9$  تشکیل میشود.

سپس 25 ml آب مقطر اضافه کنید و محلول را سرد نمائید، در صورتی که رسوبی دارید محلول را صاف کنید. ماده روی صافی پتاسیم سولفات (سفیدرنگ) است که مزاحم عمل می باشد. محلول را سرد کرده و در حمام آب یخ قرار دهید.

قطره قطره نیتریک اسید (1:1) به محلول اضافه کنید تا رنگ کاغذ تورنسل قرمز شود. پس از اینکه محلول اسیدی شد یک میلی لیتر دیگر از همان محلول اسید اضافه کنید و به کمک قیف بوختر رسوب سفید رنگ حاصل پتاسیم پریدات ( را جدا کنید با کمترین مقدار آب مقطر شستشو دهید و در هوا خشک کنید.

### پرسش های آزمایش :

- 1- ساختمان یدات و پریدات پتاسیم را ترسیم کنید.
- 2- ساختمان پرسولفات پتاسیم را ترسیم کرده و خاصیت اسیدی پرسولفوریک اسید را با سولفوریک اسید مقایسه کنید.
- 3- پریدات پتاسیم در محیط اسیدی، قلیایی و خنثی به چه صورتی به عنوان اکسید کننده عمل می کند؟

آزمایش چهارم:

### تعیین درجه خلوص پتاسیم متاپریدات

(تیتراسیون یدومتری)

مواد لازم:

بوراکس ، بوریک اسید، پتاسیم یدید، هیدروکلریک اسید غلیظ، پتاسیم تیو 0.1 نرمال

روش کار:

100 mg نمک پتاسیم متاپریدات که کاملاً خشک است را به دقت وزن کنید و در ارلن 250 ml که حاوی 100 ml آب مقطر است کاملاً حل کنید. به آن 2 گرم بوراکس و تا حد اشباع بوریک اسید و 3 گرم پتاسیم یدید اضافه کنید.

مجموعه را بمدت 3 دقیقه به حال خود را دارید ( پریدات به یدات و ید تبدیل میشود ) اکنون ید آزاد شده را با محلول سدیم سولفات 0.1 نرمال بسنجید، تا آخرین نشانه رنگ زرد که مربوط به ید است از بین برود (برای تشخیص نقطه انتهایی می توانید از چسب نشاسته استفاده کنید ) حجم سدیم تیو سولفات مصرف شده را یادداشت کنید. به همین محلول در حدود 1-2 میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ افزوده تا یدات با پتاسیم یدید باقیمانده و هیدروکلریک اسید ترکیب شده و ید آزاد شود. سنجش را ادامه دهید تا مجدداً آخرین نشانه زرد از بین برود. حجم ثانویه را یادداشت کنید. در این مرحله چند قطره چسب نشاسته به محلول اضافه کنید (رنگ محلول آبی پر رنگ می شود). تیتراسیون را تا بی رنگ شدن محلول ادامه دهید. حجم مصرفی کل را گزارش کنید و در صد خلوص پتاسیم متاپریدات را محاسبه کنید.

پرسش های آزمایش :

- 1- در هنگام سنجش پریدات توسط تیوسولفات چه فعل و انفعالاتی صورت میگیرد؟ واکنشها را از طریق یونی موازنه کنید.
- 2- علت اضافه کردن بوریک اسید و بوراکس چیست ؟
- 3- مکانیسم عمل چسب نشاسته را به عنوان شناساگر در تیتراسیون ید توسط تیوسولفات سدیم را تشریح کنید.

### تهیه ی نمک های مضاعف و کمپلکس و مقایسه ی آن ها با یکدیگر

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

تئوری آزمایش:

نمک مضاعف یا دوگانه نمکی است که یک بنیان با دو نوع کاتیون در بلور شرکت می کند. به عنوان مثال کربنات مضاعف منیزیم و کلسیم یا دولومیت  $\text{CaCO}_3, \text{MgCO}_3$  یا  $\text{Ca, MgCO}_3$  می باشد، یعنی دو کاتیون با یک آنیون همراه هستند. حال وقتی مولکولهای قطبی یا خوشه های یونهای منفی در اطراف یک یون مثبت مرکزی جمع شوند، یک یون کمپلکس به وجود می آید. این مولکولهای قطبی یا یونهای منفی را به عنوان لیگاند می شناسند. تعداد مکانهای اتصال لیگاندها را در اطراف یک یون مثبت مرکزی در یک کمپلکس، عدد کوئوردیناسیون می نامند. عدد کوئوردیناسیون شش متداولترین عدد کوئوردیناسیونی است که در کمپلکسها یافت می شود. عدد کوئوردیناسیون چهار نیز متداول است.

یک نمک که بیشتر از دو یون مختلف را دارا باشد، هم زمان این یونها با حل شدن در آب تماما بطور جداگانه آزاد گردند آنها را به نام نمک های دوگانه (مضاعف) یاد می کنند. در کمپلکس ها پیوند بین فلز و گروه های غیر فلزی دهنده الکترون (لیگاند) از نوع پیوند کوئوردیناسیون می باشد. لیگاند ها را بسته به تعداد اتم کوئوردینانس شونده، به لیگاند های یک دندانه، دو دندانه و... تقسیم می کنند. لیگاند های کی لیت دهنده می توانند همزمان بیشتر از یک موقعیت به فلز متصل شوند. کی لیت ها کمپلکس هایی پایدارند و حلقه های 5 و 6 عضوی آن ها پایدارترند.

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

در کمپلکس اوربیتال لیگاند انرژی کمتری از اوربیتال فلز دارند، در نتیجه پیوند ها تا حدودی خصلت یونی دارند و اوربیتال های مولکولی پیوندی به اوربیتال های گروه لیگاند شبیه ترند.

کمپلکس ها به دو نوع کمپلکس های ورر (کمپلکس هایی که خصلت یونی بیشتر دارند) و کمپلکس های کربونیل فلز و آلی فلزی (پیوند فلز- کربن که بیشتر خصلت کووالانسی دارند) دسته بندی کرده اند.

روش های جداسازی کمپلکس ها از محلول:

۱- تبخیر حلال و سرد کردن محلول تغلیظ شده (تبلور)

۲- استخراج با حلالی که کمپلکس را در خود حل نمی کند.

۳- 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 کمپلکس ها بایستی از خواص فلز و لیگاند آگاهی کامل داشت. نحوه واکنش فلز و لیگاند ها از قواعد ترمودینامیک، ممانعت فضایی، فشار الکتروستاتیک و بسیاری دیگر از پارامتر ها متأثر خواهد بود.

### وسایل مورد نیاز:

شیشه ساعت، لوله آزمایش، بشر 251 ml، قیف بوشنر، پیپت، کاغذ صافی، کاغذ تورنسل

### مواد مورد نیاز :

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

تهیه ی نمک مضاعف آمونیوم مس (II) سولفات، شش آبه

### روش کار:

به محلولی از 2/5 گرم مس (II) سولفات پنج آبه در 15 میلی لیتر آب، 1/2 گرم آمونیوم سولفات اضافه نمایید. پس از تغلیظ نمودن محلول بر روی حمام بخار روی ظرف را به وسیله ی شیشه ساعت پوشانده و آن را برای مدتی به حال خود قرار دهید تا بلور ها تشکیل شوند. پس از آن بلورها را صاف کنید. سرانجام پس از خشک نمودن بلور ها در مجاورت هوا آن را توزین کرده و وزن بدست آمده را یاد داشت کنید.

تهیه کمپلکس تتراآمین مس (II) سولفات یک آبه

### روش کار:

به محلولی از یک گرم سولفات مس 5 آبه را در 5 ml آب، قطره قطره و ضمن به هم زدن آن قدر محلول آمونیاک بیافزائید تا رسوب آبی کم رنگ هیدروکسید مس  $\text{Cu (OH)}_2$  II تشکیل شده در آمونیاک حل شود. به محلول 0/5 ml دیگر آمونیاک اضافه کنید و آن را کاملاً هم بزنید. حال از کنار ظرف 2/5 ml اتانول را به آرامی به محلول اضافه کرده تا دو لایه از یکدیگر

جدا شوند. (سطح محلول از الکل پوشیده شود) بدون این که محلول را به هم بزنید و یا تکان دهید روی آن را با یک شیشه ی ساعت بپوشانید این محلول را به مدت 24 ساعت در محلی قرار دهید تا بلور های نمک کمپلکس تشکیل شوند. پس از تشکیل بلور آن ها را بملایمت بهم بزنید تا مطمئن شوید تا عمل تشکیل بلور کامل گردد. بلورها را بوسیله ی قیف بوشنر صاف کرده و آن ها را با کمی الکل شستشو دهید. بعد آنها را روی کاغذ صافی و در مجاورت هوا خشک کرده و آن ها را توزین کنید . وزن بدست آمده را یادداشت کنید.

### مقایسه ی پاره ای از خواص نمک ساده ، نمک مضاعف و کمپلکس

1 - حدود 0/5 گرم از مس (II) سولفات . پنج آبه (نمک ساده ) را در یک لوله ی آزمایش پیرکس حرارت دهید تا نمک بدون آب حاصل گردد. 2-3 میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه کنید و تغییر رنگ حاصل را یادداشت کنید (آبی رنگ) حال قطره قطره 5 میلی لیتر آمونیاک 6 مولار اضافه نمایید و مشاهدات خود را یادداشت نمایید . ابتدا مس (II) هیدروکسید و سپس کمپلکس تترا آمین (II) سولفات (آبی پر رنگ) تشکیل می شود.

2 - در یک لوله ی آزمایش مقدار کمی از نمک مضاعف تهیه شده را در 5 میلی لیتر آب مقطر حل نمایید. محلول مشابهی هم از نمک کمپلکس تهیه کنید . رنگ این دو لوله آزمایش را با هم مقایسه نموده و گزارش دهید هر رنگ مربوط به کدام یون می باشد. هریک از دو لوله ی آزمایش را به صورت جداگانه تا 20 میلی لیتر با آب مقطر رقیق کرده و تغییر رنگی را که مشاهده می نمایید یادداشت کنید . فقط در یکی از لوله ها رسوب هیدروکسید آبی رنگ ظاهر می شود.

### پرسش های آزمایش :

1 - نمک ساده ، مضاعف و کمپلکس را تعریف کنید و تفاوت آنها را بنویسید.

2 - علت اضافه کردن الکل برای سنتز کمپلکس چیست ؟

3 - راندمان ترکیبات سنتز شده را بدست آورید.

4 - چرا  $\text{CuSO}_4$  سفیدرنگ ولی  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  آبی رنگ است؟

5- شرایط مناسب برای تشکیل نمک مضاعف چیست؟

## آزمایش ششم: تهیه زاج ها و مطالعه رشد بلورهای آنها

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

زاج ها دارای فرمول عمومی  $(M^I M^{III} (SO_4)_2 \cdot 12H_2O)$  هستند. فلز یک ظرفیتی میتواند پتاسیم (K)، روبیدیم (Rb)، سزیم (Cs) و آمونیوم ( $NH_4^+$ ) و فلز سه ظرفیتی کبالت (III)، آهن (III)، کروم (III)، آلومینیوم (III)، تیتانیم (III) و اسکاندیم (III) است.

پایداری زاج ها وابسته به اندازه یون های فلزی است. یون های یک ظرفیتی می توانند زاج های پایداری را تشکیل دهند، ولی هر قدر یون سه ظرفیتی بزرگتر باشد، از پایداری زاج کاسته می شود یک دسته معمول از نمکهای مضاعف، زاجها هستند که در حقیقت سولفات پتاسیم و آلومینیم هستند.  $(KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O)$

### تهیه پتاسیم کروم (III) سولفات 12 آبه (زاج کروم)

دریک بشر 5 گرم پتاسیم دی کرمات را پس از توزین در 25 میلی لیتر آب مقطر حل کرده ، 4 میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را قطره قطره به محلول درون بشر با احتیاط می افزایم و همزمان آنرا هم می زنید، در ضمن افزایش اسید اجازه ندهید که دمای محیط واکنش از 50 درجه تجاوز نماید و با دماسنج دمای آنرا کنترل می کنیم تا از 50 درجه بیشتر نگردد که در این صورت کمپلکس دیکری تشکیل شده و از راندمان محصول می کاهد.

در این قسمت رنگ محلول نارنجی می باشد . محلول فوق را در حمام یخ قرار می دهیم و دما را در 30 درجه سانتی گراد کنترل می کنیم و سپس 2/5 میلی لیتر اتانول را قطره قطره ضمن بهم زدن بدون آن که دما از 50 درجه تجاوز کند به آن اضافه کنید.

پس از آن مخلوط را بر روی حمام آب حرارت دهید تا مواد نامحلول حل گردد. البته باید دقت نمود که گرمای محیط واکنش از 50 درجه بالاتر نرود زیرا در این دما یون کمپلکس  $4[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4\text{SO}]^+$  تولید می شود . بشر محتوی مواد را برای چند روز بحال خود قرار دهید تا در اثر تبخیر تدریجی آلوم به صورت بلور های بزرگی متبلور شود. در خاتمه پس از صاف نمودن و خشک کردن در مجاورت هوا ، آن را توزین کرده و وزن بدست آمده را یاد داشت کنید.

### تهیه آمونیوم آهن(III) سولفات 12 آبه (زاج آهن)

مقدار 3/16 گرم سولفات فرو متبلور (آهن(II) سولفات آبدار) و 1/5 گرم سولفات آمونیوم را در 10 ml اسید سولفوریک N حل کرده، چند قطره اسید نیتریک غلیظ به آن اضافه کنید. محلول را روی حمام آب تا نزدیک نقطه جوش گرم کنید. آهن(II) در اثر گرما و حضور اسید نیتریک به آهن(III) اکسید شده و بلور های زاج آهن با سرد کردن تدریجی ظاهر می شوند. بلور های تشکیل شده را بعد از 48 ساعت صاف کرده و بازده عمل را بدست آورید.

### تهیه پتاسیم آلومینیم(III) سولفات 12 آبه

7/5 گرم آلومینیوم سولفات ، هجده آبه را در 50 میلی لیتر آب حل نمایید. سپس محلولی از پتاسیم سولفات ( به مقدار مولی مساوی با آلومینیوم سولفات ، هجده آبه ) در مقدار کمی آب به آن اضافه کنید. (قابلیت انحلال پتاسیم سولفات در 100 میلی لیتر آب در 25 C و 100 C به ترتیب 12 و 24 گرم است.) محلول حاصل را به مدت چند روز بحال خود را قرار دهید تا در اثر تبخیر شدن تدریجی زاج به صورت بلور بزرگی متبلور شود. هر چه عمل سرد شدن کندتر صورت گیرد بلور زاج که به شکل هشت وجهی می باشد بهتر تشکیل می شود . چنان چه محلول غیر اشباعی از دو نمک فوق در اختیار باشد با قرار دادن

بلور کوچکی از زاج در آن می توان می توان بلور نسبتاً بزرگی بدست آورد. در خاتمه بلور زاج را صاف کرده و پس از خشک نمودن در مجاورت هوا آن را توزین کرده و وزن بدست آمده را یاد داشت کنید.

### پرسش های آزمایش :

- 1- راندمان محصولات را به دست آورید.
- 2- نیمه معادله یونی واکنش اکسایش – کاهش در تهیه زاج کروم را بنویسید.
- 3- آیا میزان آب مصرفی در سنتز زاج ها مهم است ؟ توضیح دهید
- 4- به نظر شما ۱۲ مولکول آب در کدام قسمت بلور توزیع شده اند؟
- 5- در تهیه ی آلوم کروم نقش اتیل الکل چیست؟
- 6- استفاده از ظرف آب و یخ برای خنک نگه داشتن محلول چه فایده ای دارد؟
- 7- روشهای بلورگیری را به اختصار توضیح دهید.
- 8- درباره ی کاربردهای زاج ها در صنایع مختلف تحقیق کنید.

## آزمایش هفتم :

### تهیه رنگدانه های معدنی و تعیین درصد آن ها

هدف از این آزمایش تهیه رنگدانه های زرد کروم، نارنجی کروم با استفاده از واکنشگرهای مربوطه است.

#### تئوری آزمایش:

معمولاً مواد رنگی را به دو دسته پیگمانها (رنگدانه ها) و رنگها طبقه بندی می کنند. رنگدانه با رنگ متفاوت می باشد. تفاوت آنها در این است که رنگ بایستی توسط ماده مورد رنگرزی جذب شود در حالیکه رنگدانه فقط سطح جسم را رنگی می کند. رنگدانه ها در آب نامحلول هستند. اما می توان آنها را مانند رنگدانه های مورد مصرف در نقاشی ، توسط حلال مناسبی به صورت سوسپانسیون در آورد..

#### طبقه بندی مواد رنگی

الف) رنگدانه ها (پیگمانها)

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

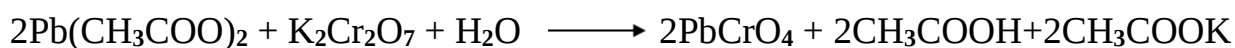
ب) رنگها

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  
انواع رنگدانه ها: معمولاً رنگدانه ها را براساس انواع شیمیایی به رنگدانه های معدنی یا آلی طبقه بندی می کنند، اما این رنگدانه های آلی یا معدنی می توانند طبیعی یا سنتزی باشند.

روش کار:

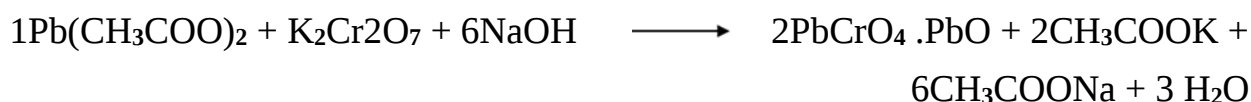
#### تهیه رنگدانه زرد کروم ( $\text{PbCrO}_4$ )

1/1 گرم استات سرب (II) را در 30 ml آب حل کنید. 0/5 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 توزین کنید.



تهیه رنگدانه نارنجی کروم

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



پرسش های آزمایش :

- 1-راندمان تهیه زرد کروم و نارنجی کروم را محاسبه کنید.
- 2 -چرا محلول زیر صافی زرد کروم بی رنگ و محلول زیر صافی نارنجی کروم زرد رنگ است؟
- 3 -حلال زرد کروم چیست ؟ آیا این انحلال فیزیکی است یا شیمیایی؟
- 4 -چرا برای تهیه زرد کروم و نارنجی کروم آنها را در حمام آب گرم حرارت می دهیم ؟
- 5 -اگر مقدار زیادی سود غلیظ در هنگام تهیه نارنجی کروم افزوده شود چه اتفاقی روی می دهد ؟

بررسی واکنش های زاج کروم

یک محلول تازه از زاج کروم را تهیه کرده و آزمایشات زیر را انجام دهید.

الف) به حدود ۲ میلی لیتر از محلول زاج کروم به آهستگی سدیم هیدروکسید ۴M اضافه کنید، سپس حدود ۲ میلی لیتر آب اکسیژنه ۶٪ اضافه و پس از آن محلول را گرم کنید. واکنش انجام شده را نوشته و تفسیر کنید.

ب) به حدود ۲ میلی لیتر از محلول زاج کروم به مقدار اضافی آمونیاک ۴M بیفزایید و مشاهدات خود را تفسیر کنید.

ج) به حدود ۲ میلی لیتر از محلول زاج کروم به مقدار اضافی سدیم کربنات افزوده و نتیجه را با واکنش الف مقایسه کنید.

د) به حدود ۲ میلی لیتر از محلول، کمی آمونیم پراکسودی سولفات جامد اضافه نموده بجوشانید. مشاهدات خود را تفسیر کنید.

ادامه آزمایش هفتم:

### تعیین درصد رنگدانه در زرد کروم و نارنجی کروم به وسیله تیتراژ کردن آن با $\text{Fe}^{+2}$

مواد مورد نیاز: سولفوریک اسید 4 N، فرو سولفات، پتاسیم دی کرومات، دی فنیل آمین

روش کار:

### تعیین مقدار درصد کرومات در $\text{PbCrO}_4$

0/1 گرم زرد کروم را تقریباً در 60 میلی لیتر سولفوریک اسید 4 N از طریق جوشاندن حل کرده سپس آن را به حجم 100 میلی لیتر برسانید. رسوب سفید رنگ که در ته بالن باقی می ماند سولفات سرب سفید رنگ است و قابلیت انحلال کمی در آب دارد. 10 میلی لیتر از محلول را برداشته و 2 میلی لیتر فروسولفات 0/1 N به آن بیفزایید و در مجاورت دی فنیل آمین آن را به وسیله پتاسیم دی کرومات 0/1 N بسنجید. در نقطه پایان سنجش رنگ سبز محلول به رنگ بنفش پررنگ تغییر می کند. از روی حجم پتاسیم دی کرومات 0/1 N مصرفی، میتوان درصد سرب کرومات را حساب کرد.

مقدار کرومات در رنگدانه زرد کروم به طور متوسط و طبق جدول استاندارد باید حدود 35/9٪ باشد حال از روی درصد  $\text{PbCrO}_4$  تهیه شده مقدار درصد یون کرومات را تعیین کنید و سپس مقدار درصد یون  $\text{Pb}^{+2}$  را محاسبه نمایید.

### تعیین درجه رنگدانه در نارنجی کروم

مانند روش فوق عمل کنید و از روی مقدار دی کرومات مصرفی 0/1 N می توانید مقدار درصد نارنجی کروم را محاسبه کنید. رنگدانه نارنجی کروم خالص باید شامل 40/8٪  $\text{PbO}$  باشد.

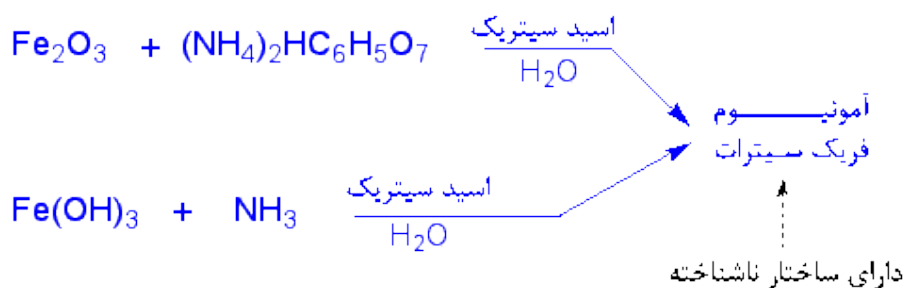
## تهیه پیگمان آبی آهن و هیدروکسید کروم سبز

انواع رنگ آبی عبارتند از آبی اولترامارین دانه ریز/آبی پروس یا پا ریس (سیانوژن آهن) آبی کبالت سیر و روشن/آبی سیرولین/آبی در طبیعت به دو صورت وجود دارد = یکی آبی کوهی که ترکیبی از مس است که ناپایدار می باشد و دیگری لاجورد که سنگی نیمه قیمتی است.

آبی اولترامارین: امروزه به صورت مصنوعی از ترکیب سودا و اکسید آلومینیوم و گوگرد و اسید سیلیسیک ساخته می شود و آبی اولترامارین نزد یک ترین آبی به رنگ اصلی آبی در دایره رنگ است این رنگ در مقابل نور مقاوم و بسیار خالص است چون این رنگ در مقابل آهک مقاوم است. مهمترین رنگ آبی برای نقاشی دیواری و رنگ آمیزی خانه است حتی در جعبه رنگ های معمولی و ارزان بچه هاهم به صورت خالص وجود دارد بهترین نوع آن نه به قرمز و نه به سبز متمایل است این رنگ تحت تاثیر خواص شیمیایی سایر رنگ ها نیز قرار نمی گیرد .

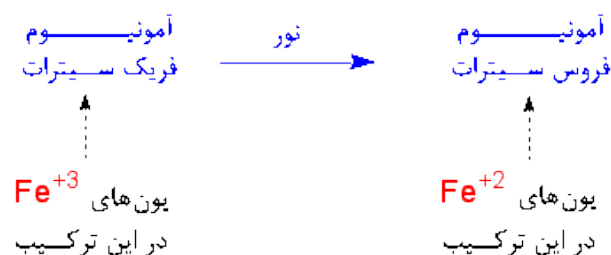
آبی پروس (سیانوژن آهن) دومین آبی با اهمیتی است. آن را به نام قدیم آن آبی پاریس یا برلین نیز می نامند. این رنگ قوی ترین نیروی رنگی را دارد و مقدار اندکی از آن یک لوله رنگ زرد یا حتی قهوای را میتواند به سبز درخشان تبدیل کند . با قرمز ترکیبی درخشان می دهد و در ترکیب با قرمز کامیوم سیاه عمیقی به وجود می آورد که نقاش می تواند از آن به جای هر رنگدانه سیاهی استفاده کند. برخلاف آبی اولترامارین که قدرت پوشانندگی زیادی دارد و در گلینز نیز مورد استفاده قرار گیرد . آبی پروس که رنگ ارزانی است در جعبه رنگ های معمولی مشاهده می شود. این رنگ برای نقاشی دیوار بی فایده است زیرا بلافاصله با آهک از بین می رود..

کاغذ *blueprinting* یک کاغذ معمولی نیست. این کاغذ با آمونیوم فریک سیترات پوشش داده شده است. تشکیل این ترکیب در زیر نشان داده شده است. جالب است که ساختار این ترکیب معدنی شناخته شده نیست، اما می دانیم که آهن در حالت اکسایش +۳ است .

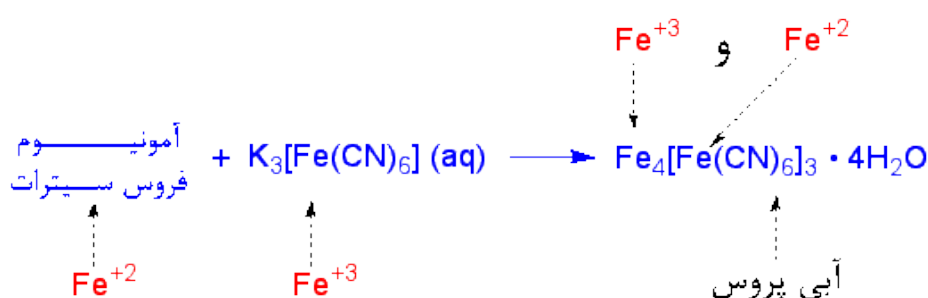


تشکیل آمونیوم آهن سیترات

سپس کاغذ *blueprinting* که طرح اصلی روی آن قرار دارد در معرض نور قرار می گیرد . همه ی یونهای آهن +۳ به جز آنهایی که مستقیماً زیر خطوط طرح قرار دارند، به آهن +۲ کاهش می یابند .



کاغذ *blueprinting* که هنوز سفید است، درون یک محلول آبی پتاسیم فری سیانید قرار می گیرد. این ترکیب، با آمونیوم فرو سیترات واکنش می دهد و یک ترکیب به نام "آبی پروس" تشکیل می دهد. این ترکیب، در فرم هیدراته، آبی رنگ است. ساختار آبی پروس که با نام آبی ترنبول هم شناخته می شود هنوز مورد منازعه است .



روش کار: (روش اول)

ابتدا 0.8g از  $\text{FeCl}_3$  را توزین می کنیم و در بشر کوچکی می ریزیم. 5 ml آب مقطر به آن اضافه می کنیم تا حل شود. بشر را روی هیتز قرار می دهیم تا به محلول گرم شود و بجوشد. بشر کوچک دیگری بر می داریم و 1.9 g از  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  را در آن می ریزیم و با 5 ml آب مقطر حل می کنیم. این بشر را هم روی حرارت هیتز قرار می دهیم تا بجوشد. مدتی صبر می کنیم تا محلول های هر دو بشر شروع به جوشیدن کند. آنگاه بشرها را از روی حرارت بر می داریم. محتویات بشر اول ( $\text{FeCl}_3$ ) را قطره قطره به بشر دوم اضافه می کنیم. آنچه مشاهده می کنیم ظهور رنگ آبی تیره است. در این هنگام برای لخته شدن رسوبات چند قطره الکترولیت  $\text{KCl}$  در زیر هود به آن اضافه می کنیم. بشر را روی سطح شیب دار قرار می دهیم و پس از آن رسوب به دست آمده را با قیف و ارلن بوخنر صاف می کنیم و با اتانول ۷۰٪ شست و شو می دهیم. رسوب صاف شده را در دستگاه آون قرار می دهیم تا خشک شود. پس از خشک شدن می توانیم آن را وزن کنیم و از وزن کاغذ صافی همراه آن کم کنیم تا وزن حقیقی رنگدانه ی آبی پروس را به دست آوریم.

(روش دوم):

۳/۹۲ گرم (سولفات مضاعف آهن آمونیوم) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر بریزید. در صورت در دسترس نبودن نمک مضاعف فوق، مخلوطی از ۱/۸۲ gr از  $(NH_4)_2SO_4$  و ۲/۱ گرم  $FeSO_4$  در ۱۰۰ میلی لیتر آب تهیه کنید. بر روی آن ۴/۲۲ گرم فروسیانید پتاسیم اضافه نمائید رسوب سفید تشکیل می شود ۲/۵ میلی لیتر اسید سولفوریک N ۴ به آن اضافه کرده سپس ۰/۲۴ گرم کلرات پتاسیم بعنوان اکسیداسیون اضافه نمائید و محلول را روی حمام آب گرم در ۸۰°C گرم کنید، رسوب آبی تشکیل شده را بوسیله قیف بوختر و کاغذ صافی واتمن صاف نمائید. آن را با آب مقطر خوب بشوئید تا نمکهای قابل حل آن شسته شود. رسوب را در اتو و دمای ۶۰°C خشک کنید و در دسیکاتور قرار دهید.

پرسش های آزمایش :

1- چرا با اینکه رنگدانه جامد است، می گوئیم محلول؟!

2- آرایش الکترونی آهن را بنویسید.

3- شکل هندسی آبی آهن چیست؟ از لحاظ پارامغناطیس بودن و دیامغناطیس بودن بحث کنید.

تهیه اکسید هیدراته کروم سبز

مواد مورد نیاز: سدیم دی کرومات، بوریک اسید

روش کار:

2 گرم سدیم دی کرومات را همراه با 1/8 گرم بوریک اسید در یک هاون خوب نرم کنید. مواد را در کاسه چینی طوری پخش نمایید که بیشترین سطح کاسه را اشغال کند. سپس به مدت 2 ساعت در کوره دمای 500°C قرار دهید. فراورده حاصل را از کاسه جدا کرده و بر روی آن آب بریزید تا هیدرولیز شود. محلول روی آن را روی کاغذ صافی خالی کرده مجدداً روی آن آب بریزید. این عمل را چند بار تکرار کنید تا تمام مواد حل شدنی در آب حل شوند. در نهایت رنگدانه حاصل را روی کاغذ صافی ریخته و در آون دمای 50°C خشک کنید و سپس آن را وزن کنید .

## آزمایش نهم:

### تهیه آب اکسیژنه و بررسی برخی از خواص آن

هدف از این آزمایش تهیه آب اکسیژنه به وسیله اسیدی کردن پراکسید های فلزات قلیایی یا قلیایی خاکی، بررسی رفتار آن در مقابل برخی واکنش گرما می باشد.

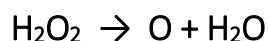
### تئوری آزمایش:

اولین بار آب اکسیژنه به وسیله تنارد در سال 1818 تهیه شد. وی با اسیدی کردن پراکسید باریوم و خارج کردن آب اضافی از طریق تبخیر در خلاء موفق به تهیه آب اکسیژنه شد.

آب اکسیژنه خالص تقریباً بی رنگ و در برخی موارد آبی کم رنگ به نظر می آید. دمای ذوب و جوش آن به ترتیب  $-89^{\circ}\text{C}$  و  $150^{\circ}\text{C}$  می باشد. در  $20^{\circ}\text{C}$  در حالت مایع دارای دانسیته 1.438 است. در آب و الکل و اتر به هر نسبتی حل می شود. عدد اکسایش اکسیژن در آب اکسیژنه برابر 1- است. معمولاً پراکسید هیدروژن به صورت محلول 6٪، 12٪ و یا 30٪ آن بیان می گردد که معمولاً به صورت پراکسید هیدروژن 20 حجم، 40 حجم و یا 100 حجم نیز گفته می شود. ثابت دی الکتریک آب اکسیژنه بالا می باشد. بنابراین ترکیب جزء حلال های یونی کننده خیلی خوبی هستند ولی به علت قدرت اکسید کنندگی زیاد و نا پایداری، قدرت حل کنندگی آن ها محدود است. محلول مایع آب اکسیژنه به مرور طبق واکنش زیر به آب و اکسیژن تبدیل می شود.



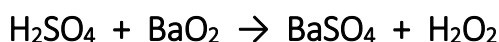
در غیاب کاتالیزور سرعت تجزیه آب اکسیژنه بسیار ملایم است ولی در مقابل فلزاتی چون Pt, Ag و یا ترکیباتی چون  $\text{MnO}_2$  واکنش شدت می گیرد و به همین دلیل آب اکسیژنه را در ظروف غیر فلزی همراه با یک پایدار کننده مانند اوره نگهداری می کنند. برای پایدار کردن، آن را با موادی از قبیل اسید فسفریک، اسید سیتریک و گلیسرول که خاصیت ضد کاتالیزوری دارند، مخلوط می کنند. خاصیت اکسید کنندگی آب اکسیژنه به علت سهولت آزاد شدن یک اتم اکسیژن فعال است.



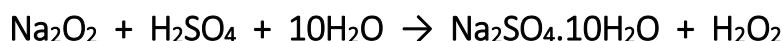
آب اکسیژنه به صورت یک اکسید کننده و یا احیا کننده در محیط های اسیدی و بازی می تواند به کار رود.

### 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.



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.



توجه: آب اکسیژنه پوست بدن را به شدت می سوزاند. از اینرو در هنگام جابجایی آن حتما از دستکش استفاده نمائید و در صورت ریخته شدن آن بر روی قسمتی از بدن بلافاصله آن قسمت را با آب فراوان بشوید.

### روش کار:

روش اول: تهیه ی پراکسید هیدروژن از اثر اسید سولفوریک بر پراکسید باریم

درون یک ارلن کوچک، 25 میلی لیتر اسید سولفوریک اسید 20٪ ریخته و ارلن را درون آب یخ قرار داده به تدریج 5 گرم باریم پراکسید ( $\text{BaO}_2$ ) را کم کم و ضمن تکان دادن به آن اضافه نمایید. ارلن همچنان درون آب یخ است در این حالت باریم سولفات ( $\text{BaSO}_4$ ) ته نشین می شود. (برای سرد کردن محلول می توانید از اضافه کردن تدریجی ذرات ریز یخ نیز استفاده کنید) سپس حدود یک گرم باریم کربنات ( $\text{BaCO}_3$ ) جامد اضافه نموده رسوب را صاف نمایید، محلول زیر صافی آب اکسیژنه می باشد.

روش دوم تهیه ی آب اکسیژنه از اثر سدیم دی هیدروژن فسفات ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ) بر سدیم پراکسید ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ )

#### الف-تهیه ی سدیم دی هیدروژن فسفات ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ )

در یک بشر به محلولی از 4 گرم سدیم هیدروکسید در 25 میلی لیتر آب، 6.5 میلی لیتر اسید ارتوفسفریک را کم و به طور آهسته اضافه کنید. مخلوط را پس از بهم زدن کامل در حمام آب یخ سرد نمائید. این عمل منجر به تشکیل سدیم دی هیدروژن فسفات می شود.

#### ب- تهیه ی آب اکسیژنه

حدود 4 گرم سدیم پراکسید پودر شده را به محلول سرد سدیم دی هیدروژن فسفات (تهیه شده در بالا) بتدریج ضمن سرد نمودن و بهم زدن توسط میله ی شیشه ای اضافه نمائید. در صورتیکه دمای مخلوط واکنش خیلی پایین باشد بلورهای دی سدیم هیدروژن فسفات 12 آبه با مقداری یخ متبلور می شود. پس از افزایش تمام سدیم پراکسید بلورها را به وسیله ی یک قیف بوشنر صاف کنید. مایع زیر صافی را مجدداً سرد نمائید تا چنانچه مقدار دیگری از دی سدیم هیدروژن فسفات باقی مانده است متبلور گردد. بلورهای تشکیل شده را به همان روش قبل صاف نمائید و مایع زیر صافی را که همان محلول آب اکسیژنه می باشد به یک بشر کوچک یا لوله ی آزمایش منتقل کنید.

#### کارهای تکمیلی: بررسی خواص آب اکسیژنه

خواص آب اکسیژنه را بر اساس آزمایشات زیر مورد بررسی قرار دهید و در این آزمایشات از محلول آب اکسیژنه ی تهیه شده استفاده نمائید.

#### تجزیه ی آب اکسیژنه در حضور کاتالیزور

همانطور که قبلاً اشاره شد آب اکسیژنه به کمک اجسام جامد بخصوص پلاتین نرم و یا  $\text{MnO}_2$  به سرعت تجزیه می شود. برای جلوگیری از تجزیه ی محلول ها ی آبی آب اکسیژنه کمی اسید فسفریک یا اسیدهای آلی به عنوان آنتی کاتالیزور به آن اضافه می کنند.

در یک لوله ی آزمایش کمی پودر  $\text{MnO}_2$  قرار داده و سپس به آن چند قطره محلول آب اکسیژنه اضافه نمایید. چه گازی متصاعد می شود؟ معادله ی واکنش را بنویسید.

### خواص احیا کنندگی

$\text{H}_2\text{O}_2$  می تواند در برابر مواد اکسید کننده تر از خود مانند  $\text{KMnO}_4$  به عنوان یک عامل احیا کننده عمل کرده و تبدیل به اکسیژن شود.

در یک لوله ی آزمایش 1-2 میلی لیتر محلول رقیق پتاسیم پرمنگنات قرار داده و آنرا با افزایش اسید سولفوریک رقیق اسیدی نمایید. حال به آن ، محلول آب اکسیژنه اضافه کنید. مشاهدات خود را یادداشت کرده و معادله ی واکنش را بنویسید.

### خواص اکسید کنندگی

آب اکسیژنه یکی از شاخص ترین ترکیبات اکسیژن دار است که به عنوان اکسید کننده ی قوی عمل می کند. آب اکسیژنه به ترکیبات دیگر اکسیژن داده و خود تبدیل به آب می شود. آزمایشات زیر این مطلب را نشان می دهد.

1- در یک لوله آزمایش محتوی 1 میلی لیتر محلول پتاسیم یدید و چند قطره اسید کلریدریک رقیق کمی محلول آب اکسیژنه اضافه کنید. چه چیزی مشاهده می نمایید؟ حال محلول را با افزایش کمی آب رقیق کرده و به آن چند قطره چسب نشاسته اضافه کنید چه اتفاقی می افتد؟ مشاهدات و معادله واکنش را یادداشت نمایید.

### پرسش های آزمایش :

- 1- روش تهیه صنعتی آب اکسیژنه را توضیح دهید.
- 2- کاربردهای آب اکسیژنه را بنویسید.
- 3- واکنش آب اکسیژنه با پرمنگنات در محیط بازی چگونه است ؟
- 4- آیا  $\text{Fe}^{+3}$  می تواند کاتالیزور مناسبی برای واکنش تجزیه آب اکسیژنه باشد دلایل خود را بنویسید ؟

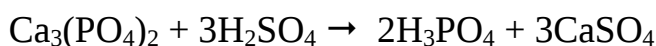
## آزمایش دهم:

### تهیه فسفات دی سدیک و تعیین درجه خلوص و آب تبلور آن

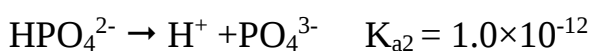
هدف از این آزمایش تهیه فسفات دی سدیک و تعیین درجه خلوص و آب تبلور آن می باشد.

فسفر اسید های اکسیژن دار مختلفی از قبیل هیپو فسفرو اسید ( $H_2PO_2$ )، فسفرو اسید ( $H_3PO_3$ )، متافسفریک اسید ( $HPO_3$ )، اورتوفسفریک اسید ( $H_3PO_4$ ) و پیرو فسفریک اسید ( $H_4P_2O_7$ ) تولید می کند.

انواع فسفریک اسید ها تمامی دارای اکسید اسیدی یکسانی هستند که آن  $P_4O_{10}$  می باشد و هر اسیدی از هیدراسیون متفاوت این اکسید به دست می آید نه این که از حالت های مختلف اکسیدی فسفر تولید شوند. حالت اکسایش فسفر برای تمام اسیدهای فسفریک همان ۵+ است. این اسید ها در مقابل عوامل احیا کننده بسیار پایدار می باشند. بر حسب این که اسید اورتو فسفریک برای چه منظوری به کار می رود، طرق مختلفی برای تهیه آن به کار می رود. برای تهیه تجاری آن از سنگ معدن فسفات کلسیم و اسید سولفوریک غلیظ استفاده می شود.



اما برای تهیه اسید فسفریک خوراکی ابتدا فسفر را در کوره های الکتریکی اکسید کرده و به اکسید اسیدی  $P_4O_{10}$  تبدیل می کنند. سپس این کسید را در آب حل کرده و تولید اسید فسفریک خالص می نمایند. چون اسید فسفریک سه عاملی است بنابراین تولید سه سری نمک می کند که به سه مرحله یونیزاسیون آن اسید مربوط می شود.



نمک های اسید فسفریک عبارتند از:  $Na_3PO_4$ ,  $Na_2HPO_4$ ,  $NaH_2PO_4$

محلول آبی دی هیدروژن فسفات خاصیت اسیدی ضعیفی دارد. حال آن که محلول آبی دی سدیم هیدروژن فسفات خاصیت بازی دارد. محلول آبی تری سدیم فسفات خاصیت بازی بسیار زیادی دارد. از سدیم دی هیدروژن فسفات به عنوان تمیز کننده بویلرهای حرارتی در صنایع و همچنین در نانوائی ها به کار می رود. از تری سدیم فسفات برای تصفیه آب، مواد شستشوکننده و تمیز کردن بویلر ها استفاده می شود.

## تهیه فسفات دی سدیک $\text{Na}_2\text{HPO}_4$

روش کار:

در یک بشر 250ml مقدار 10g کربنات سدیم ریخته و به آن 100ml آب مقطر اضافه می کنیم. سپس مخلوز را گرم کرده و بعد از حل شدن کربنات، 7/5ml اسید فسفریک تجاری 65% را قطره قطره اضافه کرده و محلول را با کاغذ Ph کنترل و سعی می کنیم تا Ph در محدوده 8 تا 8/5 قرار بگیرد (اگر کمتر از 8 باشد بایستی با محلول سود رقیق پی اچ را تنظیم کرد).

برای ایجاد بلور، حجم محلول را به نصف رسانده و بعد آن را در حمام آب و یخ قرار می دهیم. بلورها را با کاغذ صافی صاف نموده و با حداقل آب سرد شست و شو داده و به کریستالیزور منتقل کنید. آنرا داخل اتوکلاو ۸۰ درجه قرار داده تا خشک شود. فسفات دی سدیک به دست آمده را جهت تعیین راندمان وزن نمائید.

## تعیین درجه خلوص فسفات دی سدیک

۰/۲ گرم از بلورهای فسفات دی سدیک را در آب مقطر حل کرده و در بالن ژوژه ۱۰۰ ml به حجم برسانید. ۱۰ ml از آنرا برداشته و با اسید سولفوریک N ۰/۱ در مجاورت معرف متیل اورانژ تیترو کنید. از روی حجم اسید مصرفی، درصد خلوص فسفات دی سدیک را محاسبه کنید.

## تعیین آب تبلور در فسفات دی سدیک

۱ گرم از فسفات دی سدیک را به مدت ۲۴ ساعت در اتوکلاو ۸۰ 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.

پرسش های آزمایش:

1- چرا دی سدیم هیدروژن فسفات خاصیت بازی دارد؟ با ذکر واکنش توضیح دهید.

2- چرا تری سدیم فسفات خاصیت بازی دارد؟ با ذکر واکنش توضیح دهید..

4- ساختار اسید فسفروس را رسم نمایید.

4- چرا اسید فسفروس فقط ایجاد دو سری نمک می نماید در حالیکه همانند فسفریک اسید دارای سه هیدروژن است؟

5- چقدر  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  لازم است تا به وسیله کوره الکتریکی یک تن فسفر تهیه نمود؟ اگر راندمان عمل ۹۴٪ باشد.

