

به نام خدا



دانشکده فیزیک شیمی

گروه شیمی

## دستور کار آزمایشگاه شیمی معدنی ۱

## آزمایش ۱.

### واکنش‌های منگنز

#### مواد مورد نیاز:

منگنز کلرید یا سولفات، سدیم هیدروکسید، آمونیوم کلرید، آمونیاک، هیدروکلریک اسید، آمونیوم پراکسو دی سولفات، نقره نیترات، منگنز دیوکسید، آهن (II) سولفات، پتاسیم پرمنگنات، سدیم نیترات، سدیم سولفیت

#### روش کار:

یک محلول منگنز (II) کلرید یا سولفات مصرف کنید.

- ۱- به حدود ۲ میلی‌لیتر از محلول منگنز (II) سولفات یا کلرید به آرامی حدود ۵ میلی‌لیتر سدیم هیدروکسید ۴ مولار اضافه کنید (مقدار سود بایستی اضافه باشد) سپس لوله را بطور مایل به حال خود بگذارید تا سطح بیشتر از محلول در معرض هوا باشد مشاهدات خود را تفسیر کنید.
- ۲- مقدار کمی (یک اسپاتول) از آمونیوم کلرید را در حدود ۵ میلی‌لیتر از آمونیاک ۴ مولار حل کرده و سپس این محلول را به حدود ۲ میلی‌لیتر از محلول منگنز (II) سولفات یا کلرید اضافه کنید بگذارید بماند چه واکنشی رخ می‌دهد مشاهدات خود را یادداشت کنید و واکنش‌های انجام شده را بنویسید.
- ۳- به حدود ۲ میلی‌لیتر محلول منگنز (II) کلرید مقدار زیادی محلول سدیم کربنات (در حدود ۵ میلی‌لیتر) اضافه نمایید. محلول را بجوشانید و اجازه دهید مدتی بماند. با عمل سرریز رسوب را چندین مرتبه با آب بشویید و سپس مقدار کمی هیدروکلریک اسید ۲M به رسوب اضافه کنید و مشاهدات خود را تفسیر نمایید.

۴- حدود ۲ میلی لیتر محلول منگنز(II) سولفات را با ۲ میلی لیتر از سولفوریک اسید ۴ مولار اسیدی کنید. ۰/۵ گرم آمونیوم پراکسو دی سولفات اضافه نمایید و بجوشانید. سپس به محلول داغ یک قطره نقره نیترات محلول افزوده و نتیجه را گزارش کنید (مشاهدات و واکنش ها).

۵- حدود ۱ گرم منگنز دیوکسید را به حدود ۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۴M اضافه کنید. تعلیق حاصل را گرم کنید. مواد حاصل از واکنش را شناسایی کنید.

۶- ۵ میلی لیتر از محلول تازه تهیه شده آهن (II) سولفات را به حدود ۱ میلی لیتر از محلول رقیق پتاسیم پرمنگنات اسیدی شده با سولفوریک اسید ۲M اضافه کنید. این واکنش را با واکنشی که از اضافه کردن ۵ میلی لیتر محلول آهن (II) سولفات به حدود ۱ میلی لیتر از محلول پتاسیم پرمنگنات رقیق که به آن یک قطره از محلول سدیم هیدروکسید ۴M افزوده شده است مقایسه کنید.

۷- ۳ میلی لیتر محلول پتاسیم یدید را به ۱ میلی لیتر محلول پتاسیم پرمنگنات اسیدی شده با سولفوریک اسید ۲M اضافه کنید. این واکنش را با واکنش هایی که به صورت زیر انجام می گیرند مقایسه کنید:

الف) اضافه کردن ۳ میلی لیتر محلول پتاسیم یدید به حدود ۱ میلی لیتر پتاسیم پرمنگنات که توسط یک قطره از سدیم هیدروکسید ۴M بازی شده است.

ب) اضافه کردن ۳ میلی لیتر محلول پتاسیم یدید به حدود ۱ میلی لیتر از محلول پتاسیم پرمنگنات که معادل حجمش (۱ میلی لیتر) سدیم هیدروکسید ۴M به آن اضافه شده است.

۸- مقداری سدیم نیترات را در آب حل کرده و سپس به آن چند قطره از محلول رقیق پتاسیم پرمنگنات را که توسط سولفوریک اسید رقیق شده اضافه نمایید.

۹- به مقداری از محلول رقیق پرمنگنات پتاسیم که توسط سولفوریک اسید اسیدی شده در زیر هود قطره قطره از هیدروکلریک اسید اضافه کنید

۱۰- بلوری از سدیم سولفیت را در مقدار کمی آب حل نمایید حال مقداری از پتاسیم پرمنگنات را توسط محلول سدیم کربنات قلیایی شده به آن اضافه نمایید و مشاهدات خود را گزارش کنید.

آزمایش ۲: تهیه یک نمک مضاعف و یک کمپلکس از مس (II) و مقایسه برخی خواص آن‌ها

مواد مورد نیاز:

مس سولفات ۵ آبه، آمونیاک، اتانول، آب مقطر، آمونیوم سولفات

روش کار:

الف) تهیه نمک مضاعف کوپریک آمونیوم سولفات:

۰/۰۱ مول مس سولفات ۵ آبه را در ۱۵ میلی لیتر آب مقطر حل کرده سپس ۰/۰۱ مول آمونیوم سولفات را به آن اضافه کنید و هم بزنید، آن را با حرارت تغلیظ کرده، روی ظرف را با شیشه ساعت پوشانده و در جای مناسبی بگذارید تا بلور تشکیل شود سپس آنرا صاف و خشک نموده و شکل و مقدار بلور را گزارش کنید.

ب) تهیه کمپلکس تتراآمین مس (II) سولفات یک آبه:

یک گرم مس سولفات ۵ آبه را در ۵ میلی لیتر آب مقطر حل کرده به آن قطره قطره آمونیاک اضافه کنید تا رسوب مس هیدروکسید تشکیل شود (آبی کم رنگ) و در زیادی آمونیاک حل شود. سپس نیم میلی لیتر دیگر آمونیاک به آن اضافه کرده و خوب بهم می‌زنیم و سپس بر روی آن به آرامی ۲/۵ میلی لیتر اتانول را طوری می‌ریزیم که دو لایه مجزا تشکیل شود و سپس آن را به حال خود می‌گذاریم تا بلورها تشکیل شود. بلورها را صاف کرده با کمی الکل شستشو دهید. بعد آنها را روی کاغذ صافی خشک کنید.

مقایسه برخی از خواص نمک ساده، مضاعف و کمپلکس

۱- ۵۰۰ میلی گرم سولفات مس ۵ آبه را در یک لوله آزمایش حرارت دهید. (رنگ سفید) ۲-۳ قطره آب به آن افزوده و تغییر رنگ را مشاهده کنید. سپس ۵ میلی لیتر آمونیاک ۶ مولار را به آن افزوده و تغییرات را مشاهده کنید (ابتدا هیدروکسید مس (II) و سپس کمپلکس تتراآمین مس (II) تشکیل می شوند).

۲- در یک لوله آزمایش مقدار کمی نمک مضاعف را در مقدار کمی آب حل کرده ، و در لوله دیگری به همان مقدار کمپلکس را در همان میزان آب حل کرده و رنگ دو لوله را مقایسه کنید سپس محتوی هر دو لوله را با ۲۰ میلی لیتر آب مقطر رقیق کرده و رنگ آنها را با هم مقایسه کرده و گزارش نمایید (فقط در یکی از لوله ها رسوب مس هیدروکسید آبی رنگ تشکیل می شود).

۳- مقدار کمی از هر یک از دو نمک را در دو لوله آزمایش جداگانه قرار داده و به ملایمت حرارت دهید تغییرات رنگ هر کدام را یادداشت کرده و گازی که از آن متصاعد می شود را به کمک کاغذ تورنسل شناسایی کرده و تغییر رنگ ها را نیز گزارش کنید (به ترتیب آمونیاک، آب، تری اکسید گوگرد خارج می شود و اکسید مس (II) سیاه به وجود می آید که در اثر حرارت به اکسید مس (I) تبدیل می شود).

۴- ۲ میلی لیتر محلول غلیظی از سه نمک ساده مس سولفات ، مضاعف و کمپلکس تهیه کرده سپس نصف هریک از محلول های فوق را را در لوله آزمایش دیگری بریزید و آزمایشات زیر را انجام دهید:

الف) به ۱ میلی لیتر از هر کدام قطره قطره آمونیاک ۶ نرمال اضافه کنید و تغییرات مشاهده شده را تفسیر کنید.

ب) به ۱ میلی لیتر از محلول غلیظ هر کدام چند قطره پتاسیم یدید اضافه کنید و مشاهدات خود را یادداشت کنید.

از دو آزمایش اخیر ( ۴- الف و ۴- ب) چه نتیجه ای می گیرید؟

تعیین درصد مس در آمونیوم مس (II) سولفات به روش یدومتری:

**مواد مورد نیاز:**

استیک اسید، پتاسیم یدید، سدیم تیوسولفات ۰/۱N، چسب نشاسته

**روش کار:**

حدود ۰/۳ گرم از بلورهای های نمک مضاعف را وزن کرده و در ۱۵ میلی لیتر آب حل کنید و به وسیله استیک اسید محلول داخل ارلن را اسیدی کنید. به آن حدود ۱ گرم KI اضافه کنید و یک شیشه ساعت روی آن قرار دهید و مدت ۵ دقیقه در مکان تاریک به حال خود بگذارید تا واکنش کامل شود. سپس شیشه ساعت را برداشته و به وسیله آب مقطر آن را در ارلن بشویید. ید آزاد شده را توسط محلول استاندارد شده سدیم تیوسولفات (۰/۱N) تیترا کنید. برای این کار محلول تیوسولفات را در یک بورت ریخته و سپس قطره قطره به ارلن مایر اضافه کنید تا زمانی که رنگ زرد روشنی به دست آید در این مرحله ۲-۳ قطره معرف چسب نشاسته اضافه کنید تا رنگ محلول آبی شود. اکنون تیتراسیون را ادامه دهید (خیلی آهسته) تا محلول بی رنگ شود. حجم تیوسولفات مصرفی را یادداشت کنید. از روی این حجم، مقدار و سپس درصد مس را در نمونه تعیین کنید.

### آزمایش ۳:

رنگدانه های معدنی (۱)- تهیه رنگدانه آبی آهن و هیدروکسید کروم سبز

مواد مورد نیاز: نمک مور، فروسیانور پتاسیم، سولفوریک اسید ۴N، پتاسیم کلرات،

#### روش کار:

به ۱/۹۶ گرم نمک مور (سولفات مضاعف آهن II و آمونیم)، ۵۰ میلی لیتر آب مقطر و سپس ۲/۱۱ گرم فروسیانور پتاسیم اضافه کنید. رسوب سفید تشکیل می شود. با افزودن ۱/۳ میلی لیتر سولفوریک اسید ۴N، آن را ته نشین کنید. آنگاه ۰/۱۲ گرم پتاسیم کلرات به عنوان اکسیدکننده به آن اضافه کنید و محلول را روی حمام آب گرم تا ۸۰ درجه گرم کنید تا غلیظ شود. رسوب آبی آهن تشکیل شده را به وسیله قیف بوختر و کاغذ صافی صاف کنید. آن را با آب مقطر خوب بشوید تا نمک های قابل حل در آب از آن خارج شوند. سپس رسوب را در آن ۶۰-۶۵ درجه به مدت دو ساعت قرار دهید و وزن آن را تعیین نمایید.

تعیین درجه رنگدانه آبی آهن به وسیله دستگاه اسپکتروفوتومتر

۱- محلول هایی با غلظت های ۲، ۱۰، ۲۵، ۵۰ ppm با استفاده از محلول استاندارد ۲۰۰ ppm آهن III تهیه کنید.

۲- جذب محلول ۲۵ ppm را در طول موج های ۳۹۰-۷۰۰ nm بخوانید و سپس منحنی جذب بر حسب طول موج را رسم کنید و طول موج ماکزیموم را به دست آورید (که برای آبی آهن خالص این طول موج بین ۴۶۰-۴۷۰ nm است).

۳- از آبی آهن تهیه شده ۰/۱ گرم را وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰۰۰ میلی لیتری به حجم برسانید.

- ۴- جذب چهار محلول استاندارد تهیه شده در  $\lambda_{max}$  را بخوانید و منحنی استاندارد را رسم کنید.
- ۵- جذب نمونه ای را که تهیه کرده اید (آبی آهن) در طول موج ماکزیموم به دست آورید. با استفاده از منحنی استاندارد غلظت آهن و سپس درصد رنگدانه آبی آهن را به دست آورید.

### اکسید هیدراته کروم سبز

### تهیه اکسید هیدراته کروم سبز

### مواد مورد نیاز:

سدیم دی کرومات، بوریک اسید

### روش کار:

۲ گرم سدیم دی کرومات را همراه با ۱/۸ 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 ۲ ساعت در کوره دمای ۵۰۰ °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 ۵۰ °C خشک کنید و سپس آن را وزن کنید.



#### آزمایش ۴.

#### رنگدانه های معدنی (۲) - زرد کروم و نارنجی کروم

#### روش ۱ - تهیه زرد کروم

#### مواد مورد نیاز:

استات (نیترات) سرب، آب مقطر، پتاسیم (سدیم) دی کرومات، سود

#### روش کار:

۶/۵ گرم استات سرب را وزن کنید و در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید و سپس ۱/۵ گرم پتاسیم (سدیم) دی کرومات را با محلول استات سرب مخلوط کنید و رسوب را به مدت نیم ساعت در درجه حرارت ۸۰-۹۰ درجه سانتیگراد حرارت داده و بعد آن را صاف نمایید نمونه را خشک کرده و سپس آن را وزن نموده و راندمان عمل را بدست آورید.

#### تهیه نارنجی کروم

۶/۵ گرم استات سرب را در ۶۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید، ۱/۵ گرم پتاسیم دی کرومات به محلول استات سرب اضافه کنید در هنگام جوشیدن ۱۹ میلی لیتر محلول سود  $4N$  به آن اضافه نمایید سپس رسوب قرمز نارنجی را به مدت ۲۰ دقیقه در درجه حرارت  $90^{\circ}C$  بگذارید و سپس آن را صاف کنید و رسوب را با آب شستشو دهید پس از خشک کردن رسوب را توزین نموده و راندمان عمل را گزارش کنید.

#### روش ۲ - تهیه زرد کروم

#### مواد مورد نیاز:

سدیم کرومات، سرب نیترات، سود

### روش کار:

۱ گرم سدیم کرومات چهار آبه را در ۲۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. در بشر دیگری ۱/۴۱ گرم سرب نیترات را در ۱۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. دو محلول را با یکدیگر مخلوط کنید، رسوب زرد رنگ سرب کرومات تشکیل می‌شود. ۱ میلی لیتر از این مخلوط را برداشته بر روی آن قطره قطره سود ۱ نرمال اضافه کنید و سپس مخلوط را تکان دهید و در عین حال به تغییرات رنگ و اندازه ذرات توجه داشته باشید. حال همین عمل را برای همه رسوب کرومات تکرار کنید تا کرومات نارنجی (کرومات بازی سرب) تهیه شود. از ریختن یکباره سود و یا استفاده از سود غلیظ اجتناب شود. کرومات نارنجی تهیه شده را صاف کرده و خشک کرده و راندمان را گزارش کنید.

## آزمایش ۵:

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

مواد مورد نیاز: سولفوریک اسید ۴N، فرو سولفات، پتاسیم دی کرومات، دی فنیل آمین

روش کار:

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

۰/۱ گرم زرد کروم را تقریباً در ۶۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۴N از طریق جوشاندن حل کرده سپس آن را به حجم ۱۰۰ 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. ۱۰ میلی لیتر از محلول را برداشته و ۲ میلی لیتر فرسولفات ۰/۱N به آن بیفزایید و در مجاورت دی فنیل آمین آن را به وسیله پتاسیم دی کرومات ۰/۱N بسنجید. در نقطه پایان سنجش رنگ سبز محلول به رنگ بنفش پررنگ تغییر می کند. از روی حجم پتاسیم دی کرومات ۰/۱N مصرفی، می توان درصد سرب کرومات را حساب کرد.

مقدار کرومات در رنگدانه زرد کروم به طور متوسط و طبق جدول استاندارد باید حدود ۳۵/۹٪ 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 ۰/۱N می توانید مقدار درصد نارنجی کروم را محاسبه کنید. رنگدانه نارنجی کروم خالص باید شامل ۴۰/۸٪  $\text{PbO}$  باشد.

## آزمایش ۶:

## تهیه زاجها و مطالعه بلور آنها

## ۱- زاج پتاسیم کروم III

مواد مورد نیاز: اتانول، سولفوریک اسید، پتاسیم دی کرومات، سدیم هیدروکسید، آب اکسیژنه، آمونیاک، سدیم کربنات، آمونیم پراکسو دی سولفات

## روش کار:

این ترکیب را می توان از کاهش پتاسیم دی کرومات با اتانول در حضور سولفوریک اسید به دست آورد. در این عمل اتانول به استیک اسید اکسید می شود. این زاج به صورت بلور درشت هشت وجهی متبلور می شود. رنگ بنفش این بلورها می رساند که شش مولکول آب با کروم کوئوردیناسیون داده اند. در ۱۰۰ □ ده مولکول آب از دست می دهد و در آب محلول بوده و در رنگرزی، سرامیک، فوتوگرافی و عکاسی از آن استفاده می شود. نقطه ذوب این زاج ۸۹ □ است.



با توجه به اینکه چگالی اتانول  $0.8 \text{ g cm}^{-3}$  است حجم الکل مورد نیاز برای احیای  $0.25$  مول پتاسیم دی کرومات را محاسبه کنید. ۶ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ را به ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر، در یک بشر بیفزایید و  $0.25$  مول پتاسیم دی کرومات را نیز به آن اضافه کنید. محلول حاصل را در یخ سرد کرده و به آرامی و با هم زدن متوالی تمام حجم الکی را که محاسبه کرده اید به آن اضافه کنید. دقت کنید که دمای مخلوط ضمن افزودن الکل از  $60 \text{ □}$  بالاتر نرود در غیر این صورت ماده سبز رنگی (کروم سولفات III) به وجود می آید. محلول حاصل را در یک ظرف تبلور ریخته و بگذارید مدتی بماند تا بلورها کم کم ظاهر شوند محصول را با کاغذ صافی جدا کرده و راندمان را گزارش کنید.

## بررسی واکنش‌های 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.

## ۲- زاج آلومینیم

نقطه ذوب این زاج ۹۲ °C است و در ۲۰۰ °C کاملاً بی‌آب می‌شود.

مواد لازم: آلومینیم سولفات، پتاسیم سولفات

روش کار:

۷/۵ گرم آلومینیم سولفات  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$  را در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. سپس مقدار مناسبی از پتاسیم سولفات را در مقدار کمی آب گرم حل کنید و محلول اشباع تهیه کنید (آب گرم را کم کم به پتاسیم سولفات اضافه نمایید و بهم بزنید تا زمانیکه فقط یکی دو عدد بلور کوچک سولفات باقی بماند) و به محلول آلومینیم سولفات بیفزایید. با سرد شدن تدریجی مخلوط حاصل، بلورها تشکیل می‌شوند. محلول را جهت تشکیل بلور در کمد نگه دارید. بلورها را وزن کرده و راندمان را گزارش کنید.

## ۳- زاج آهن

نقطه ذوب این زاج ۴۱-۳۹ است و نقطه جوش آن ۳۳۰ °C است و در شیمی تجزیه، پزشکی و رنگرزی مورد استفاده قرار می‌گیرد.

مواد لازم: فرو سولفات متبلور، آمونیوم سولفات، سولفوریک اسید ۱M، نیتریک اسید

روش کار:

مقدار ۶/۳۳ گرم فرو سولفات متبلور و ۳ گرم آمونیوم سولفات را در ۲۰ میلی‌لیتر سولفوریک اسید ۱M در یک بشر ۱۰۰ میلی‌لیتری حل کرده، چند قطره نیتریک اسید غلیظ به آن اضافه کنید. مخلوط را تا نزدیکی نقطه جوش گرم کنید (حل کردن نمک‌ها می‌تواند ضمن گرم شدن نیز انجام شود) آهن (II) در اثر گرما و حضور اسید نیتریک به آهن (III) اکسید شده و بلورهای سبز رنگ زاج آهن با سرد کردن تدریجی مخلوط ظاهر می‌شوند. بشر را در کمد قرار دهید تا بلورها به تدریج تشکیل شوند. بلورها را وزن کرده و راندمان را گزارش کنید.

## آزمایش ۷:

### تهیه آب اکسیژنه و بررسی برخی خواص آن

#### مواد مورد نیاز:

سولفوریک اسید ۲۰٪، باریم پراکسید، باریم کربنات، یخ

#### روش کار:

**روش ۱-** در یک ارلن، ۲۵ میلی‌لیتر سولفوریک اسید ۲۰٪ ریخته، پس از سرد کردن آن به تدریج ۵ گرم  $BaO_2$  به آن اضافه کنید. برای بهتر سرد شدن از قطعات یخ استفاده کنید. در این مرحله  $BaSO_4$  ته‌نشین می‌شود. سپس به آن حدود ۵ گرم  $BaCO_3$  جامد اضافه کرده و رسوب را صاف کنید محلول زیرین آب اکسیژنه است.

به این محلول ۲۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۴ نرمال افزوده و آنرا در دستگاه تبخیر کننده در خلاء (روتاری) روی دمای ۷۰ درجه سانتیگراد تنظیم نمائید. رسوب در بالن باقی مانده و مخلوط آب و آب اکسیژنه در بالن بزرگ جمع می‌شود. به ۱۰ میلی لیتر از این محلول ۳۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۴ نرمال اضافه کرده و با پرمنگنات پتاسیم ۰/۱ نرمال تیترا کنید. از روی مقدار مصرفی پرمنگنات، ارزش حجمی محلول آب اکسیژنه به دست می‌آید.

**روش ۲-** ابتدا سدیم دی هیدروژن ارتو فسفات را تهیه کنید:

در یک بشر محلولی از ۵ گرم سود در ۴۰ میلی لیتر آب مقطر و ۸/۳ میلی لیتر اسید ارتو فسفریک اضافه کنید. مخلوط را پس از به هم زدن کامل در حمام آب یخ سرد کنید. این واکنش منجر به تشکیل فراورده مورد نظر می‌شود.

مقدار ۲/۴ گرم سدیم پراکسید پودر شده را به محلول سرد شده سدیم دی‌هیدروژن ارتوفسفات تهیه شده، به تدریج و ضمن سرد کردن و به هم زدن به وسیله یک میله شیشه‌ای اضافه کنید (چنانچه درجه حرارت محیط زیاد پایین باشد بلورهای دی‌سدیم هیدروژن ارتوفسفات ۱۲ آبه متبلور می‌شود). پس از افزایش تمام سدیم پراکسید، بلورها را به وسیله یک قیف بوختر کاملاً تمیز و خشک، صاف کرده و مایع زیر صافی را به یک بشر منتقل کنید. بشر را در یک حمام سرد که درجه حرارت آن حدود ۱- درجه است (از افزایش نمک معمولی به خرده‌های یخ این درجه حرارت به دست می‌آید) سرد نموده تا چنانچه مقدار دیگری از بلورهای دی‌سدیم هیدروژن ارتوفسفات باقی مانده متبلور شود. بلورهای تشکیل شده را به همان روش قبل صاف کرده و خشک کنید. مایع جمع‌آوری شده آب اکسیژنه است از این محلول برای انجام آزمایشات زیر استفاده کنید:

کار تکمیلی:

خواص آب اکسیژنه را بر اساس آزمایشات زیر بررسی نموده و مشاهدات خود را یادداشت کنید.

#### ۱- تجزیه کاتالیزی آب اکسیژنه

آب اکسیژنه به کمک اجسام جامد به خصوص پلاتین نرم و یا  $MnO_2$  سریعاً کاتالیز و تجزیه می‌شود. برای جلوگیری از تجزیه محلول‌های آب اکسیژنه مقدار کمی فسفریک اسید و یا اسیدهای آلی به عنوان آنتی کاتالیزور اضافه می‌کنند. در یک لوله آزمایش حدود ۵ میلی‌گرم پودر دی‌اکسید منگنز قرار داده و چند قطره از محلول آب اکسیژنه به آن اضافه کنید مشاهدات خود را ذکر کنید.

#### ۲- خاصیت کاهش

در یک لوله آزمایش به ۱ میلی‌لیتر پرمنگنات پتاسیم  $0.02M$  چند قطره سولفوریک اسید  $2M$  اضافه کرده و سپس به آن قطره قطره محلول آب اکسیژنه بیفزایید. مشاهدات خود را یادداشت کنید.

#### ۳- خاصیت اکسایش



الف) در یک لوله آزمایش حاوی چند قطره محلول پتاسیم یدید ۱۰٪ چند قطره هیدروکلریک اسید ۲N و چند قطره محلول آب اکسیژنه اضافه نمایید. سپس چند قطره چسب نشاسته به محلول بیفزایید. مشاهدات خود و فرمول واکنش را بنویسید.

ب) کمی آهن (II) سولفات را در آب مقطر حل کنید. پس از سرد کردن چند قطره سولفوریک اسید ۲N و چند قطره محلول آب اکسیژنه اضافه کنید. محتویات ظرف را پس از مخلوط کردن دو قسمت کنید. بر روی یک قسمت محلول پتاسیم هگزا سیانو فرات (II) و بر روی قسمت دیگر محلول پتاسیم تیوسیانات اضافه کنید. در هر دو مورد مشاهدات و فرمول واکنش را بنویسید.

ج) به چند میلی لیتر از محلول آب اکسیژنه که به وسیله سود ۴M قلیایی شده است چند قطره محلول منگنز سولفات اضافه کنید. رسوب به دست آمده را با ذکر فرمول واکنش بنویسید.

## آزمایش ۸:

### تهیه بوریک اسید از بوراکس

#### مواد مورد نیاز:

بوراکس، سولفوریک اسید، گلیسرین ۱M، فنول فتالین، سود ۰/۱N

#### روش کار:

تهیه بوریک اسید:

۳/۶ گرم بوراکس را وزن نموده ۱۲ میلی لیتر آب جوش را به آن اضافه نموده و بوراکس را کاملا حل کنید ( در صورت لزوم حرارت دهید) سپس ۱/۲ گرم سولفوریک اسید غلیظ به آن اضافه کنید. مخلوط بوراکس و سولفوریک اسید را خوب بهم بزنید و بدون سرد کردن بعد از یک ربع ساعت بوریک اسید ته نشین می شود. سپس آن را توسط قیف بوختر صاف کنید و بگذارید تا خشک شود. راندمان را تعیین نمایید.

سنجش بوریک اسید:

۰/۵ گرم بوریک اسید کاملا خشک را در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر گرم اضافه حل کنید سپس محلول حاصل را در بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید. ۱۰ میلی لیتر از محلول به حجم رسیده را به یک ارلن منتقل کنید و به آن ۳۰ میلی لیتر گلیسرین ۱M و چند قطره فنول فتالین اضافه کنید و سپس با سود ۰/۱N تیترا کنید. با توجه به حجم سود مصرفی درجه خلوص بوریک اسید را تعیین کنید.

## آزمایش ۹:

تهیه مس (I) کلرید (پایدار کردن اعداد اکسایش ناپایدار)

مواد مورد نیاز:

سدیم سولفیت، هیدروکلریک اسید ۲M، مس (II) کلرید، استیک اسید غلیظ، الکل، اتر

روش کار:

مس (I) کلرید با کاهش یون‌های مس (I) توسط سولفور دی‌اکسید با یون‌های سولفیت در حضور یون‌های کلرید تهیه می‌شود. وقتی یون‌های مس (I) تشکیل شدند با یون‌های کلرید واکنش داده و تشکیل مس (I) کلرید غیرمحلول می‌دهند.

ابتدا سه محلول زیر را تهیه کنید:

الف) ۵ گرم سدیم سولفیت را در ۲۵ میلی لیتر آب حل کنید.

ب) ۶/۵ گرم مس (II) کلرید را در ۱۲/۵ میلی لیتر آب حل کنید.

ج) با حل کردن ۰/۵ گرم سدیم سولفیت در ۵۰۰ میلی لیتر آب و اضافه کردن ۶ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۲M به آن محلولی از سولفورو اسید تهیه کنید.

محلول سدیم سولفیت را به آهستگی و در حال به هم زدن مداوم به محلول مس (II) کلرید اضافه کنید. محلول تعلیقی مس (I) کلرید را که به این ترتیب تشکیل شده است با حدود نصف محلول سولفورو اسید رقیق کنید، بگذارید تا رسوب ته‌نشین شود و بیشتر محلول روی آن را آهسته خالی کنید. جسم جامد را با مکش روی یک صافی شیشه ای صاف کنید و رسوب روی صافی را به وسیله محلول سولفورو اسید بشویید.

مراقب باشید که مس I کلرید همیشه با یک لایه محلول پوشیده باشد. سرانجام محصول را با قسمت هایی از استیک اسید غلیظ، الکل و اتر بشویید. محصول را در یک آون داغ خشک کنید. مس I کلرید به آهستگی توسط هوای مرطوب اکسید می شود و مس II کلرید بازی را می دهد،  $\text{CuCl}_2$ ،  $\text{Cu(OH)}_2$  بنابراین آن را باید در ظرف های دربسته (دسیکاتور) نگهداری کرد.

کار تکمیلی:

۱- ۱۰-۲۰ میلی لیتر محلول آبی از پتاسیم کلرید تهیه کنید و به این محلول حدود ۱ گرم مس (I)

کلرید اضافه کنید. مشاهدات خود را تفسیر نمایید.

۲- به محلول حاصل چند قطره از اتیلن دی آمین اضافه کنید و رسوبی را که به این ترتیب تشکیل

می شود تشخیص دهید و تفسیر کنید.

## آزمایش ۱۰:

### تهیه سدیم تیوسولفات

#### مواد لازم:

سدیم سولفیت، گوگرد

#### روش کار:

۶ گرم سدیم سولفیت را در ۳۰ میلی لیتر آب داغ حل کنید و ۲ گرم گوگرد اضافه کنید. محلول تعلیقی حاصل را بجوشانید تا تقریباً تمام گوگرد واکنش دهد. آن را تا داغ است صاف کنید و محلول زیر صافی را تبخیر کرده تا تبلور شروع شود محلول را سرد کرده و بلورها را با قیف بوختر صاف نمایید. محصول را در آون در دمای □ ۴۰-۵۰ خشک کنید. راندمان را گزارش کنید.

کار تکمیلی: محلول ۱٪ از محصول تهیه نمایید و برای هر یک از واکنش های زیر از ۲ میلی لیتر محلول استفاده کنید.

- ۱- چند قطره از محلول پتاسیم پرمنگنات اسیدی شده اضافه کنید.
- ۲- ۲ میلی لیتر هیدروکلریک اسید ۲M اضافه کرده و بجوشانید.
- ۳- ۲ میلی لیتر محلول نقره نیترات ۰/۱M را قطره قطره اضافه کنید.
- ۴- به ۲ میلی لیتر از محلول ۰/۱M نقره نیترات محلولی از محصول را قطره قطره اضافه کنید. این واکنش ها را با استفاده از سدیم سولفیت به جای سدیم تیوسولفات تکرار کنید.

## آزمایش ۱۱:

### تهیه آمونیوم فسفو مولیبدات

#### مواد لازم:

آمونیوم هپتامولیبدات، آمونیاک غلیظ، نیتریک اسید غلیظ، آمونیوم فسفات، آمونیوم نترات،

#### روش کار:

محلول‌های زیر را تهیه کنید:

الف) محلول آمونیوم مولیبدات

۶/۱۳ گرم آمونیوم هپتامولیبدات ۲۰ میلی لیتر آب مقطر ۵ میلی لیتر آمونیاک غلیظ (در صورت لزوم این

محلول را می‌توانید صاف کنید)

ب) محلول نیتریک اسید (۲۰ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ + ۳۰ میلی لیتر آب مقطر)

۲۰ میلی لیتر از محلول (الف) را به ۴۰ میلی لیتر (ب) بیفزایید و تکان دهید تا اگر رسوبی تشکیل شد حل

گردد ۲۰۰ میلی لیتر آمونیوم فسفات را درون بشر ۲۵۰ میلی لیتری در ۶-۷ میلی لیتر آب مقطر حل کنید و

سپس ۰/۵ میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ و دو قطره نارنجی متیل بیفزایید (محلول قرمز رنگ می‌شود)

سپس توسط آمونیاک غلیظ خنثی کنید (محلول زرد رنگ می‌شود) و بعد کمی نیتریک اسید غلیظ بیفزایید

تا محلول اسیدی شود محلول گرم را کنید و به آن ۱۰ میلی لیتر ژلاتین بی‌رنگ ویسکوز اضافه کنید. اکنون

۴۰ میلی لیتر محلول الف و ب درست شده در قسمت بالا را به بشر حاوی یون  $\text{PO}_4^{3-}$  بریزید رسوب زرد

رنگ آمونیوم فسفر مولیبدات حاصل می‌شود. نیم ساعت به حال خود بگذارید تا رسوب به طور کامل

تشکیل شود سپس تحت خلاء با استفاده از قیف بوخنر، رسوب را روی کاغذ صافی کنید و با ۱۰۰ میلی لیتر

آمونیوم نترات ۱٪ شستشو دهید. بر روی نمونه ای از آن و به کمک قلع کلرید واکنش کاهش انجام دهید

$\text{Mo}^{6+}$  زرد رنگ به  $\text{Mo}^{5+}$  آبی رنگ تبدیل خواهد شد ( $\text{Sn}^{4+}$  به  $\text{Sn}^{2+}$  اکسید می‌شود).

## آزمایش ۱۲:

## تهیه پتاسیم پرمنگنات از سنگ معدن پیرولوئیت

## مواد مورد نیاز:

سنگ معدن پیرولوئیت پودر شده (یا  $MnO_2$ )، پتاسیم کلرات، پتاسیم هیدروکسید،

## روش کار:

## تهیه پتاسیم پرمنگنات از سنگ معدن پیرولوئیت

ماده اولیه تهیه پتاسیم پرمنگنات سنگ معدن پیرولوئیت است که شامل حداقل ۶۰٪  $MnO_2$  می باشد، برای تهیه پرمنگنات از این سنگ معدن ۵ گرم پتاسیم هیدروکسید و ۲/۵ گرم پتاسیم کلرات را با هم در بوته نیکی ذوب کنید در حالیکه هم میزنید به آرامی ۴ گرم سنگ معدن پیرولوئیت را به صورت پودر درآورید و به آن اضافه کنید. ضمن اضافه کردن پیرولوئیت 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 پیرولوئیت پتاسیم پرمنگنات حاصل را با استفاده از ۱۰۰ میلی لیتر آب جوش استخراج کنید یک قطره از محلول را روی کاغذ صافی بگذارید چنانچه رنگ سبز مشاهده گردید از درون محلول کربن دی اکسید عبور دهید یا مقداری  $H_2SO_4$  به آن اضافه کنید تا اینکه روی کاغذ صافی فقط رنگ بنفش مشاهده شود. محلول را از درون صافی شیشه ای متخلل عبور دهید و زیر صافی را تبخیر کنید تا متبلور شود بلورهای پرمنگنات را پس از صاف کردن در آون □ ۱۰۰ خشک کنید.

تعیین خلوص پرمنگنات تهیه شده:

در حدود ۲ گرم از بلورهای پتاسیم پرمنگنات را به حجم ۲۵۰ میلی لیتر برسانید و آن را داخل بورت بریزید. دقیقاً ۱۰ میلی لیتر اگزالیک اسید ۱N / ۰ و حدود ۲۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۴N را در ارلن مایر بریزید و آن را به وسیله پرمنگنات تیترا کنید. از روی حجم پرمنگنات مصرفی، نرمالیت و غلظت پرمنگنات را نسبت به  $MnO_2$  به کار رفته حساب کنید.

تعیین مقدار  $MnO_2$  موجود در سنگ معدن یا نمونه:

حدود ۰/۵ گرم نمونه ( $MnO_2$  مصرفی در اول آزمایش) را دقیقاً وزن کرده و حدود ۱۵ میلی لیتر سولفوریک اسید ۳M به آن افزوده ۱۰ میلی لیتر آب مقطر به آن اضافه نمایید. سپس به آن دقیقاً حدود ۱ گرم اگزالیک اسید متبلور (در نمونه‌های با درصد خلوص کمتر مقدار کمتری اسید اگزالیک اضافه می‌کنیم) افزوده و محلول را تا ۷۰ درجه سانتیگراد گرم کنید. سپس محلول را در حالیکه روی هیتر و درجه حرارت ۷۰ درجه سانتیگراد قرار دارد و توسط مگنت مرتباً هم می‌خورد، اسید اگزالیک اضافی آن را با  $KMnO_4$  ۰/۱N تا وقتی که اولین قطره پرمنگنات بی‌رنگ شود تیترا کنید. (تیتراسیون برگشتی) حجم پرمنگنات مصرفی را یادداشت کنید.



## آزمایش ۱۳:

## تیتراژ پتاسیم پرمنگنات در محیط های اسیدی، اسیدی قوی و خنثی

تهیه محلول استاندارد سدیم تیوسولفات

۰/۱۹ گرم دی کرومات پتاسیم خشک و ۲ گرم یدید پتاسیم را در ۲۵ میلی لیتر آب مقطر حل نمائید و در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر بریزید و بعد از اضافه کردن ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۴ نرمال با آب مقطر به حجم برسانید. ۵ میلی لیتر از آن را توسط پیپت بردارید و ید آزاد شده را با سدیم تیوسولفات بسنجید. در پایان آزمایش رنگ محلول به علت تشکیل کروم سولفات سبز می شود. از روی حجم تیوسولفات مصرفی، نرمالیه آن را بدست آورید.

واکنش در محیط سولفوریک اسید رقیق

۵۰ میلی لیتر از محلول ۰/۱ مولار پتاسیم پرمنگنات را تا حجم ۲۵۰ میلی لیتر رقیق کنید. ۲۵ میلی لیتر از این محلول را برداشته و به آن ۱۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۴N و ۲ گرم پتاسیم یدید اضافه کنید. ید آزاد شده را با محلول تیوسولفات سدیم استاندارد بسنجید. نرمالیه پرمنگنات را محاسبه و گزارش کنید.

واکنش در محیط هیدروکلریک اسید غلیظ

۰/۵ گرم سدیم کربنات و ۱ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ را در ۲۵ میلی لیتر آب در یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتر ریخته و ۵ دقیقه همراه جوشاندن محلول، دی اکسید کربن را از محیط عمل خارج کنید. ۱۰ میلی لیتر محلول پتاسیم یدید و ۳۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ و ۵ میلی لیتر تتراکلرید کربن به آن اضافه کنید. پتاسیم پرمنگنات استاندارد را به داخل بورت بریزید و تیتراژ نمائید. در هنگام تیتراژ پتاسیم

پرمنگنات را قطره قطره وارد کنید تا یدی که در ابتدا تشکیل می‌شود کاملاً در تتراکلرید کربن به ICl تبدیل شده و بی‌رنگ شود. از روی حجم پتاسیم پرمنگنات مولاریته پتاسیم یدید را تعیین کنید.

#### واکنش در محیط خنثی

۲۵ میلی لیتر پتاسیم یدید ۰/۱ مولار را در بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتر به حجم رسانید. ۲۵ میلی لیتر از آن را در بشر ریخته و در دمای ۸۰ °C در حمام آب حرارت دهید. ۱۵ میلی لیتر پتاسیم پرمنگنات ۰/۱ نرمال به آن اضافه کنید. به محلول ۰/۵ گرم سدیم کلرید اضافه کرده و آن را تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. آب اکسیژنه ۲۰٪ حجمی را تا از بین رفتن رنگ پرمنگنات به آن اضافه کنید. برای خارج کردن زیاده آب محلول را تا دمای ۱۰۰ درجه تا ۵ دقیقه بالا ببرید.  $MnO_2$  تشکیل شده را صاف کرده و محلول زیرین را در بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتر بریزید. محلول را با کاغذ تورنوسل امتحان کنید. به محلول ۲ گرم یدید پتاسیم اضافه کرده و آن را به حجم برسانید. آن را اسیدی کرده و ید آزاد شده را با تیوسولفات سدیم ۰/۱ نرمال با محلول چسب نشاسته بسنجید. از روی حجم تیوسولفات مصرف شده، نرمالیه یدید پتاسیم بکار رفته را محاسبه کنید.

#### واکنش بین محلول پتاسیم پرمنگنات و سدیم فرمات

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

#### روش کار:

۲۰ میلی لیتر فرمات سدیم ۰/۰۵ مولار را در ارلن ۲۵۰ میلی لیتر بریزید. ۱۰ میلی لیتر کربنات سدیم ۱۰٪ به آن اضافه کرده و گرم کنید. سپس ۴۰ میلی لیتر پتاسیم پرمنگنات ۰/۰۲ مولار به آن اضافه کنید تا رنگ صورتی قابل تشخیص باشد (تعیین نقطه پایانی سنجش مشکل است به علت اینکه  $MnO_2$  حضور دارد).  $MnO_2$  تشکیل شده را توسط کاغذ صافی صاف کنید و آن را با ۲۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۴N و ۲۵

میلی لیتر اکسالیک اسید ۰/۱ نرمال حرارت داده تا حل شود. مقدار اضافی اکسالات را با پرمنگنات ۰/۰۲ مولار بسنجید.

## آزمایش ۱۴:

## تهیه پتاسیم یدات

مواد لازم: پتاسیم کلرات، ید و نیتریک اسید، پتاس،

## روش کار:

۳ گرم پتاسیم کلرات را در ۸ میلی لیتر آب گرم حل کرده و به آن  $\frac{3}{5}$  گرم ید و ۱ میلی لیتر نیتریک اسید ۶N بیفزایید و آنگاه مخلوط را گرم کنید تا واکنش شروع شود و واکنش گرما زا است و کلر به سرعت آزاد می شود از این رو و بشر را گرم کنید تا تمامی ید ترکیب شود. حال در حدود ۱۰۰ میلی گرم 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 شده و تبلور آغاز شود محلول را کاملا سرد کنید و آنگاه آب روی آن را خارج کنید. نمک ناخالص را در ۱۵ میلی لیتر آب گرم حل کنید. محلول علاوه بر  $KIO_3$  مقداری نمک اسید  $KH(IO_3)_2$  خواهد داشت از این رو محلولی از  $KOH$  (۵ گرم) در ۵۰ میلی لیتر 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 ۱۰۰ میلی لیتر آب در  $0^\circ C$  و  $25^\circ C$  به ترتیب  $\frac{4}{7}$  و ۱۰ گرم است).

## آزمایش تکمیلی

محلولی که  $\frac{1}{10}$  مول نسبت به  $Na_2SO_3$  و  $\frac{4}{10}$  مول نسبت به سولفوریک اسید باشد تهیه کنید و به آن محلول نشاسته بزنید ۲۵ میلی لیتر از این محلول را در بشر قرار دهید و به آن ۲۵ میلی لیتر پتاسیم یدات یک درصد بیفزایید و محلول را هم بزنید پس از چند ثانیه رنگ آبی در محلول ظاهر می شود واکنشهای انجام شده را بنویسید.

در حدود ۱۰ میلی گرم 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 ۱۳۳ °C است).