



دانشگاه پیام نور

آزمایشگاه شیمی معدنی ۱

(رشته شیمی)

رقیه قدیم خانی دکتر لطفعلی سقطفروش

بسم الله الرحمن الرحيم

پیشگفتار ناشر

کتاب‌های دانشگاه پیام نور حسب مورد و با توجه به شرایط مختلف یک درس در یک یا چند رشته دانشگاهی، به صورت کتاب درسی، متن آزمایشگاهی، فرادرسی، و کمک‌درسی چاپ می‌شوند.

کتاب درسی ثمره کوشش‌های علمی صاحب اثر است که براساس نیازهای درسی دانشجویان و سرفصل‌های مصوب تهیه و پس از داوری علمی، طراحی آموزشی، و ویرایش علمی در گروه‌های علمی و آموزشی، به چاپ می‌رسد. پس از چاپ ویرایش اول اثر، با نظرخواهی‌ها و داوری علمی مجدد و با دریافت نظرهای اصلاحی و متناسب با پیشرفت علوم و فناوری، صاحب اثر در کتاب تجدیدنظر می‌کند و ویرایش جدید کتاب با اعمال ویرایش زبانی و صوری جدید چاپ می‌شود.

متن آزمایشگاهی (م) راهنمایی است که دانشجویان با استفاده از آن و کمک استاد، کارهای عملی و آزمایشگاهی را انجام می‌دهند.

کتاب‌های فرادرسی (ف) و **کمک‌درسی** (ک) به منظور غنی‌تر کردن منابع درسی دانشگاهی تهیه و بر روی لوح فشرده تکثیر می‌شوند و یا در وبگاه دانشگاه قرار می‌گیرند.

مدیریت تولید مواد و تجهیزات آموزشی

فهرست

پیشگفتار	
مقدمه	
هفت	
نه	
۱	آزمایش شماره ۱: تهیه اسید بوریک از بوراکس و بررسی خصوصیات آن
۷	آزمایش شماره ۲: تهیه آب اکسیژنه و بررسی خواص آن
۱۵	آزمایش شماره ۳: تهیه یک نمک مضاعف و یک نمک کمپلکس و مقایسه برخی خواص آن
۲۳	آزمایش شماره ۴: تهیه متاپریدات پتاسیم و تعیین درجه خلوص آن
۲۹	آزمایش شماره ۵: تهیه پتاسیم هگزا نیتروکبالتات (III) و مطالعه واکنش‌های آن
۳۵	آزمایش شماره ۶: تهیه پرمنگنات پتاسیم از سنگ معدن پیرولولوزیت
۴۹	آزمایش شماره ۷: اثر انتقال بار: واکنش‌های منگنز
۵۵	آزمایش شماره ۸: تهیه زاج‌ها و بررسی رشد بلورهای آن‌ها
۶۵	آزمایش شماره ۹: تهیه رنگدانه‌ها
۷۱	آزمایش شماره ۱۰: تهیه سدیم تری پلی فسفات ($\text{Na}_3\text{P}_2\text{O}_7$) و تری فسفریک اسید ($\text{H}_3\text{P}_2\text{O}_7$)
۷۵	آزمایش شماره ۱۱: تهیه فسفات‌های سدیم و تعیین درجه خلوص آن‌ها
۸۳	آزمایش شماره ۱۲: پایدار کردن حالت اکسیداسیون در ترکیبات
۸۷	آزمایش شماره ۱۳: تهیه تیو سولفات سدیم
۹۷	آزمایش شماره ۱۴: تهیه آمونیوم دی کرومات، اکسید کروم، کرومات و تترااکسوکرومات (v)
۱۰۳	آزمایش شماره ۱۵: تهیه پلی یدیدها Me_xNI_x
۱۰۷	آزمایش شماره ۱۶: تهیه فورمات‌های آهن (II) و سرب (II)
۱۱۱	آزمایش شماره ۱۷: تهیه و شناسایی کمپلکس مس (I)
۱۱۵	آزمایش شماره ۱۸: بلورهای یونی و تهیه NaI
۱۲۱	آزمایش شماره ۱۹: تهیه کمپلکس تریس (استیل استو ناتو) آلومینیوم
۱۲۳	جدول تناوبی مندلیف
۱۲۴	منابع

پیشگفتار

با پیشرفت سریع علم، دفتر شورای عالی برنامه ریزی وزارت فرهنگ و آموزش عالی اقدام به تغییر سرفصل‌های درس آزمایشگاه شیمی معدنی (۱) کرد. کتاب حاضر با توجه به این سرفصل‌ها به رشته تحریر درآمد که طیف وسیعتری از آزمایش‌های شیمی معدنی (۱) را در بر دارد. زیرا علاوه بر موضوع آزمایشگاه شیمی معدنی (۱) کاربردهای بالقوه زیادی دارد. مخصوصاً روش‌های مختلفی برای تهیه و سنتز یک ماده تدارک دیده شده است که با استفاده از این کتاب، دانشجویان عزیز شیمی و پژوهشگران علاقه‌مند در صنایع، می‌توانند در استخراج و تعیین درصد مواد با دید وسیعتری مطالعه و بررسی کنند. امید است که این موضوعات، دانشجویان علاقه‌مند شیمی را برای انجام کوشش‌های جدید در این زمینه تشویق و ترغیب کند.

لازم می‌دانم که در نهایت از نتیجه معاضدت‌ها و حمایت‌های بی دریغ انسان‌های وارسته‌ای با رعایت ایجاز، تقدیر و تشکر کنم.

۱. استاد گرانقدر جناب آقای دکتر سید احمد میرشکرایی که با همکاری‌ها، پیشنهادها، راهنمایی‌ها و حمایت‌های خوش ما را بیش از پیش یاری دادند.

۲. مسئولین محترم دانشگاه پیام نور، دفتر تدوین و آماده سازی منابع، کارکنان مرکز چاپ و انتشارات این دانشگاه، که با فراهم آوردن امکانات فنی لازم، چاپ این مجموعه را ممکن ساختند.

۳. از آقای دکتر علیرضا اکبری که ویراستاری کتاب حاضر را بر عهده گرفتند.

۴. از آقای رضا تیمورپور به خاطر کمک در تایپ و تنظیم کتاب حاضر.

۵. از همکاران و دوستانی که با پیشنهادات و انتقادات خود، در هر چه پربار شدن این مقوله، ما را مطلع سازند.

رقیه قدیم‌خانی – دکتر لطفعلی سقط فروش

زمستان ۸۷

مقدمه

در حال حاضر دانشجویان شیمی می‌توانند جنبه‌های مختلف نظری و توصیفی شاخه معدنی این رشته را به تفصیل در کتاب‌های متنوع عرضه شده در بازار نشر مطالعه نمایند. اما در زمینه شیمی معدنی عملی این تنوع و فراوانی وجود ندارد. در ضمن بیشتر دانشجویان به اهمیت کار عملی در آزمایشگاه‌ها و بینش صحیح و کاربردی حاصل از انجام دقیق و آگاهانه آموخته‌های نظری در آزمایش‌های عملی واقف نیستند. کتاب حاضر بر ارتباط نزدیک بین نظریه و عمل در شیمی تأکید داشته و بر این اساس تهیه گردیده است. آزمایش‌های در نظر گرفته شده، بیشتر مبانی درس شیمی معدنی (۱) دوره کارشناسی را در بر می‌گیرد و هر فصل با یک بحث نظری آغاز می‌شود. بحث‌های نظری به‌طور خلاصه آورده شده‌اند و شرح کامل آن‌ها در کتاب‌های درسی مرجع قابل دسترسی است. بیشتر آزمایش‌ها جنبه تهیه‌ای داشته و مجموعه‌ای از آزمایش‌های تکمیلی برای حصول بهره کامل از انجام آن‌ها در نظر گرفته شده است.

آزمایش شماره ۱

تهیه اسید بوریک از بوراکس و بررسی خصوصیات آن

هدف

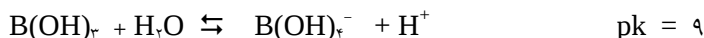
تهیه اسید بوریک از هیدرولیز نمک بوراکس با محلول اسید کلریدریک

مفاهیم نظری

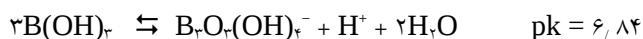
اسید بوریک، اسید بسیار ضعیفی است که از بورات‌ها یا هیدرولیز هالیدهای بور با هیبریداسیون sp^2 و با فرمول $B(OH)_3$ تحت نام اسید ارتوبوریک به دست می‌آید. این اسید به صورت بلورهای سفید سوزنی شکل است که در آن واحدهای $B(OH)_3$ از طریق پیوندهای هیدروژنی به یکدیگر متصل شده‌اند و لایه‌های نامحدودی با تقارن تقریباً شش ضلعی تشکیل می‌دهند. فاصله این لایه‌ها از هم $3.18 \text{ \AA}$ است که مؤید خاصیت تورق خوب آن است.

اسید بوریک در آب تا حدودی حل می‌شود و گرمای انحلال آن عدد منفی بزرگی است، در نتیجه انحلال پذیری آن با افزایش دما به طور مشخصی زیاد می‌شود. اسید بوریک اسیدی ضعیف، منحصراً تک بازی (اسید یک ظرفیتی) است و تصور می‌رود که به صورت اسید لوئیس، یعنی پذیرنده OH^- عمل می‌کند نه دهنده پروتون.

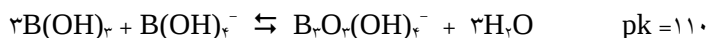
دقیقاً به همین دلیل است که حلالیت آن در آب، با افزایش اسید کلریدریک، اسید سیتریک یا اسید تارتاریک، زیاد می‌شود.



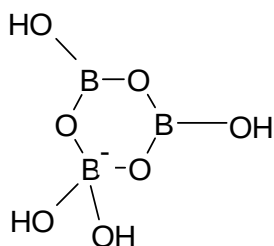
یون $B(OH)_4^-$ در غلظت‌های کمتر از 0.025 M یا برابر آن اساساً فقط به صورت نمونه‌های یک هسته‌ای $B(OH)_4^-$ و $B(OH)_3$ وجود دارند ولی در غلظت‌های بالاتر، قدرت اسیدی افزایش می‌یابد و اندازه‌گیری pH مؤید تشکیل نمونه‌های بسیار مانند است:



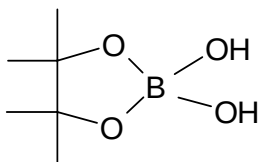
بنا بر شواهد موجود، در محلول‌های مختلف اسید بوریک و بورات‌ها بسیارهایی مثل $B_3O_3(OH)_4^-$ با ساختار فرمول ۱-۱ وجود دارد.



به نظر می‌رسد که بسیار اصلی حلقوی باشد و وجود چنین حلقه‌هایی در بورات‌های متبلور مانند CsO_3 ، B_4O_3 محرز است.

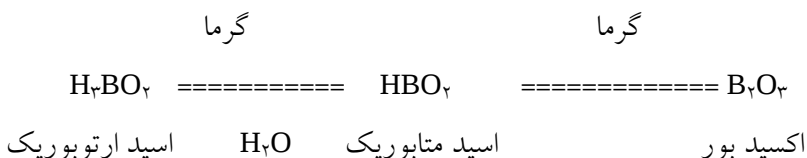


از تعادل سریعی که بین اسید بوریک نشان دار شده با O^{18} و بورات‌ها انجام می‌شود، می‌توان نتیجه گرفت که در محلول، تعادل به سرعت روی می‌دهد. اسید بوریک و بورات‌ها با سرعت فوق العاده زیاد با پلی‌اولها مانند گلیسرول و α -هیدروکسی کربوکسیلیک اسیدها ترکیب شده و کمپلکس‌های بسیار پایداری تشکیل می‌دهند. این ترکیب‌ها اساساً به صورت ۱:۱ هستند.



فرمول (۲-۱)

در نتیجه این واکنش، قدرت اسیدی اسید بوریک افزایش می‌یابد و سنجش مستقیم آن با NaOH امکان‌پذیر می‌شود. تأثیر گرما روی اسید بوریک را می‌توان به صورت زیر نمایش داد:



وسایل مورد نیاز

قیف بوخنر، بشر ۲۵۰ ml، میله چینی یا شیشه‌ای، اسپاتول، کریستالیزور، لوله آزمایش
نوار کاغذ یونیورسال، کاغذ صافی

مواد مورد نیاز

بوراکس، اسید کلریدریک ۲۵٪، اسید سولفوریک غلیظ، پودر منیزیم یا نوار منیزیم،
معرف تورنسل، محلول نیتрат نقره، متیل الکل، محلول سولفات مس، محلول
سولفات آلومینیوم

روش کار

۱. ۴ گرم بوراکس را در ۸ میلی لیتر آب به کمک گرما حل کرده و محلول را با اسید
کلریدریک ۲۵٪ خنثی کنید. (محاسبه مقدار اسید بر عهده دانشجو است). سپس محلول
را به آرامی سرد کرده جسم بلوری حاصل را به وسیله قیف بوخنر صاف کنید.

اسیدبوریک حاصل را در لای کاغذ صافی خشک کنید. محلول زیر صافی را نیز تغلیظ کنید تا ترکیب بلوری آن رسوب کند.

۲. ۵ الی ۶ قطره از محلول را در یک لوله آزمایش بریزید و ۲ الی ۳ قطره اسید سولفوریک غلیظ به آن بیفزایید. تشکیل رسوب بلوری اسید بوریک را مشاهده کنید.

شناسایی و سنجش

۱. کمی از بلورهای اسید بوریک را با گرم کردن در ۱ الی ۲ میلی‌لیتر آب مقطر حل کنید و محلول حاصل را به صورت مساوی در سه لوله آزمایش تمیز منتقل نمایید. به لوله آزمایش اول، ۳ الی ۵ قطره محلول تورنسل خنثی اضافه و تغییر رنگ محلول را مشاهده نمایید.

یک تکه نوار منیزیم یا مقدار بسیار کمی (به اندازه نوک اسپاتول) پودر منیزیم را در لوله آزمایش دوم بریزید و آزاد شدن گاز را مشاهده کنید. این گاز چیست؟ نوار کاغذ یونیورسال را در لوله آزمایش سوم به مدت چند ثانیه نگهدارید، و رنگ آن را با رنگ استاندارد مقایسه کنید. به این ترتیب pH اسید بوریک را نتیجه‌گیری نمایید.

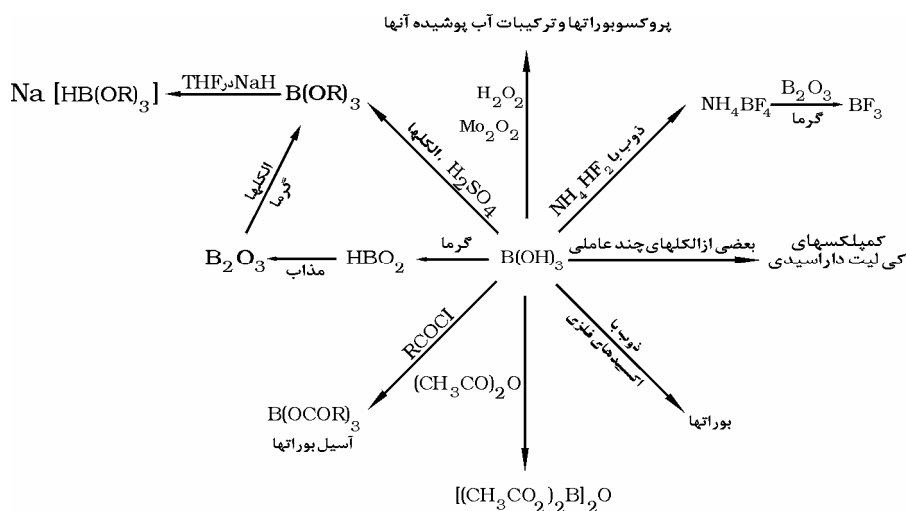
۲. یک میله چینی یا شیشه‌ای را در شعله حرارت دهید. میله داغ را در پودر اسید بوریک وارد کنید و مجدداً روی شعله بگیرید و تغییر رنگ شعله را به دقت مشاهده کنید.

۳-۴. تکه بلور بوراکس، $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ، را در داخل یک بوتله چینی قرار داده و روی آن ۳-۲ قطره اسید سولفوریک غلیظ بریزید. (چگالی اسید سولفوریک ۱/۸۴ باشد) سپس ۶-۵ قطره متیل الکل به مخلوط اضافه کنید و مخلوط را با یک میله شیشه‌ای خوب هم بزنید و میله شیشه‌ای را روی شعله بگیرید. نور حاصل از تری متیل بورات، $\text{B}(\text{OCH}_3)_3$ ، را ببینید. به رنگ شعله نیز توجه کنید.

۴-۳. قطره از محلول اشباع بوراکس را در سه لوله آزمایش به طور جداگانه بریزید. در یکی از لوله‌ها محلول نترات نقره، در دومی محلول سولفات مس و در سومی نیز

تهیه اسید بوریک از بوراکس و بررسی خصوصیات آن ۵

محلول سولفات آلومینیوم بریزید. به رنگ رسوب‌ها توجه کنید. رسوب‌های حاصل، به ترتیب، متابورات نقره، نمک مس $\text{Cu}(\text{OH})\text{BO}_2$ ، و هیدروکسید آلومینیوم است. توضیح دهید که چرا نمک‌های خنثی، یعنی بورات مس و بورات آلومینیوم، در دو لوله آزمایش بعدی تشکیل نمی‌شوند.



پرسش‌ها

۱. واکنش‌های انجام یافته در این آزمایش را نوشته و در مورد آن‌ها توضیح دهید.
۲. در بند (۳) آزمایش‌های شناسایی و سنجش، وقتی که به جای دی متیل الکل از گلیسرول، $\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$ استفاده شود، چه تغییری ایجاد خواهد شد. معادله واکنش مربوطه را بنویسید.
۳. هیپریداسیون پیشنهادی بور در اسید بوریک و شکل ساختمانی آن را نشان دهید.
۴. سدیم تتراپورات نمک چه اسیدی است .
۵. مقداری از اسید بوریک تهیه شده را پس از محاسبه بازده، در زیر میکروسکوپ مطالعه کنید و مشاهدات خود را بنویسید.

۶. اسید بوریک و بوراکس در کدام صنایع شیمیایی مصرف می‌شوند و چه کاربردی دارند؟

۷. در صورت علاقه به تحقیق، روش دیگری غیر از روش‌های ذکر شده در آزمایش فوق برای تهیه اسید بوریک پیشنهاد کنید.

آزمایش شماره ۲

تهیه آب اکسیژنه و بررسی خواص آن

هدف

تهیه آب اکسیژنه از فلزات قلیایی خاکی، اندازه‌گیری ارزش حجمی و بررسی خواص ردوکس آن در مقابل برخی واکنشگرها

مفاهیم نظری

پراکسیدها، مشتقات پراکسید هیدروژن هستند که در آن بجای هر هیدروژن یک فلز یک ظرفیتی و یا دو ظرفیتی وجود دارد. پراکسید فلزات قلیایی و قلیایی خاکی به ترتیب به صورت M_2O_2 و MO_2 است. پراکسیدها به‌طور کلی به دو دسته تقسیم می‌شوند: پلی اکسیدها که با اسید سولفوریک تولید اکسیژن می‌کنند، و هیپراکسیدها که با اسید سولفوریک رقیق به آب اکسیژنه تبدیل می‌شوند. دسته اخیر را نمک‌های آب اکسیژنه می‌نامند. آب اکسیژنه به فرمول عمومی H_2O_2 ، ترکیبی است با خاصیت اسیدی ضعیف، که در محلول آبی سرد به آهستگی، و در اثر گرما به سرعت تجزیه شده و به H_2O و O_2 تبدیل می‌شود.

دمای ذوب و جوش آن به ترتیب $89^\circ C$ و $150^\circ C$ است. ثابت دی الکتریک H_2O_2 بزرگ است، به طوری که در دمای 25 درجه سانتیگراد، مایع خالص آن دارای $\epsilon = 93$ ، و محلول آبی 60% آن دارای $\epsilon = 120$ است. بنابراین H_2O_2 خالص و نیز

محلول آبی آن حلال‌های یونی کننده خیلی خوبی هستند. ولی قدرت حل کنندگی آن به دو علت زیر محدود است :

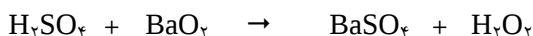
الف) قدرت اکسید کنندگی زیاد

ب) ناپایداری

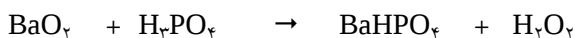
آب اکسیژنه را می‌توان به روش‌های مختلف آزمایشگاهی و صنعتی تهیه کرد.

۱. روش آزمایشگاهی

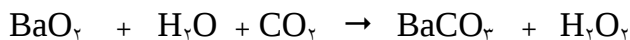
در آزمایشگاه، پراکسید هیدروژن را می‌توان از اثر اسید سولفوریک رقیق بر پراکسید سدیم یا پراکسید باریم آبدار ($\text{BaO}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) در سرما تهیه کرد:



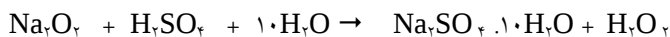
در تهیه نمک‌های باریم از باریتها (BaSO_4) مقداری BaO به دست می‌آید که ممکن است در اثر گرما دادن آن در هوا اکسید شود و به پراکسید تبدیل شود، پراکسید باریم با اسید فسفریک آب اکسیژنه تولید می‌کند :



باریم هیدروژن فسفات نامحلول از آن جدا می‌شود و محلول آبی آب اکسیژنه به دست می‌آید که به وسیله تقطیر در فشار کم می‌توان آن را تغلیظ کرد. با عبور گاز دی اکسیدکربن از محلول پراکسید باریم نیز آب اکسیژنه به دست می‌آید، زیرا کربنات باریم به دست آمده رسوب می‌کند :



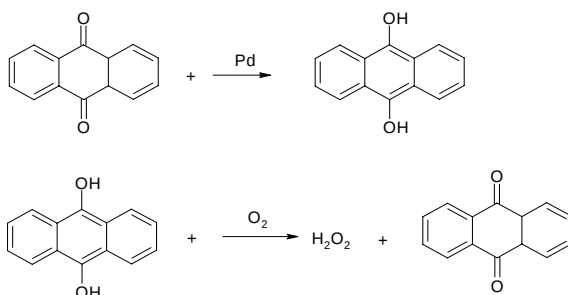
روش دیگری که برای تهیه آب اکسیژنه درمقیاس بزرگ تر وجود دارد، روش مرک است. در این روش از واکنش پراکسید سدیم با اسید سولفوریک سرد ۲۰٪ و سپس خارج کردن سدیم سولفات متبلور ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) آب اکسیژنه به دست می‌آید سپس آن را در فشار کم تقطیر می‌کنند تا به غلظت ۳۰٪ برسد.



۲. روش تهیه در صنعت

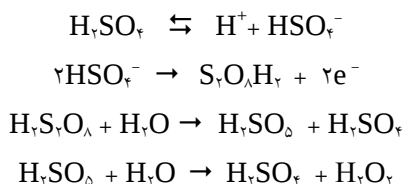
الف) فرآیند خود اکسایش

در این فرآیند یکی از مشتقات آنتراکینون بر اثر واکنش با هیدروژن در مجاورت کاتالیزور پالادیم به آنترا هیدروکینون تبدیل می‌شود. با عبور هوا از مادهٔ اخیر، محلول پر اکسید هیدروژن ۲۰ درصد وزنی به دست می‌آید.



ب) روش الکترولیز

از الکترولیز محلول اسید سولفوریک ۵۰ درصد وزنی یا از الکترولیز محلول اسید سولفوریک و آمونیوم هیدروژن سولفات با شدت جریان زیاد، در آند پراکسید هیدروژن و در کاتد H_2 حاصل می‌شود. در این واکنش، یون پراکسودی سولفات تشکیل می‌شود که از هیدرولیز آن H_2O_2 به دست می‌آید.



محلول پراکسید به دست آمده را به وسیلهٔ تقطیر در دمای بالا و فشار پایین به سرعت جدا می‌کنند، سپس محلول رقیق پراکسید هیدروژن را در فشار کم تقطیر می‌کنند تا محلول آب اکسیژنه ۳۰٪ وزنی به دست آید. حتی می‌توان به وسیلهٔ تقطیر، غلظت آب اکسیژنه را تا ۹۹ درصد وزنی افزایش داد.