

دانشگاه زنجان

دانشکده علوم - گروه شیمی

دستور کار آزمایشگاه شیمی معدنی (I)

فهرست

آزمایش ۱- تهیه آب اکسیژنه و بررسی خواص مهم آن

آزمایش ۲- رنگدانه ها

آزمایش ۳- تهیه پرمنگنات از سنگ معدن پیرولوزیت

آزمایش ۴- تهیه یک کمپلکس و یک نمک مضاعف و بررسی خواص آن ها

آزمایش ۵- پایداری حالت های اکسایش-تهیه ترکیبات مس(I) و کاربرد آن در سلول های خورشیدی

پروسکائیتی

آزمایش ۶- اثرات انتقالات بار- واکنش های منگنز

آزمایش ۷- تهیه و تعیین خلوص هر یک از فسفات های سدیم

آزمایش ۸- رزین های تبادل گر یون

منابع

آزمایش ۱

تهیه آب اکسیژنه و بررسی خواص مهم آن

الف) تهیه آب اکسیژنه

روش کار

در یک ارلن کوچک ۱۳ میلی لیتر سولفوریک اسید ۲۰٪ قرار دهید، سپس آن را در حمام یخ قرار داده و به تدریج ۲/۵ گرم باریم پر اکسید را به آن اضافه کنید. در این حالت باریم سولفات رسوب می‌کند. بعد مقداری باریم کربنات جامد اضافه کرده و رسوب را صاف کنید. محلول زیر صافی آب اکسیژنه است.

ب) بررسی خواص مهم آب اکسیژنه

۱- تجزیه کاتالستی آب اکسیژنه

در یک لوله آزمایش مقدار کمی پودر منگنز دی اکسید بریزید و چند قطره از آب اکسیژنه تهیه شده به آن اضافه کنید. مشاهدات خود را توجیه کرده و فرمول واکنش را بنویسید.

۲- خاصیت احیاء کنندگی

به ۲ قطره پتاسیم پر منگنات ۰/۰۲ مولار چند قطره سولفوریک اسید ۱ مولار اضافه کنید و سپس به آن قطره قطره آب اکسیژنه بیافزائید. مشاهدات خود را توجیه کنید و فرمول واکنش را بنویسید.

۳- خاصیت اکسید کنندگی

-در یک لوله آزمایش حاوی مقداری محلول پتاسیم یدید ۱۰٪، کلریدریک اسید ۲ مولار، چند قطره آب اکسیژنه و چسب نشاسته اضافه کنید. مشاهدات خود را توجیه کنید و فرمول واکنش را بنویسید.

- دو تکه کوچک بلور فرّو سولفات را در مقدار کمی آب حل کنید و آن را در حمام یخ سرد کنید. سپس چند

قطره سولفوریک اسید ۱ مولار و آب اکسیژنه را به آن اضافه کنید و خوب بهم بزنید. حال این محلول را به دو

قسمت تقسیم کرده و آزمایشات زیر را بر روی آن ها انجام دهید.

به قسمت اول پتاسیم هگزاآسیانوفرات (II) بیافزائید.

به قسمت دوم محلول پتاسیم تیوسیانات بریزید.

مشاهدات خود را توجیه کنید و فرمول واکنش را بنویسید.

- به چند میلی لیتر از محلول آب اکسیژنه که شدیداً با سود قلیایی شده است چند قطره محلول منگنز سولفات

اضافه کنید. رسوب حاصل چیست؟

فرمول واکنش انجام شده را بنویسید.

۴- قدرت حجمی آب اکسیژنه را تعریف کنید.

آزمایش ۲

رنگدانه‌ها

اهداف آزمایش:

۱- در این آزمایش با نحوه تهیه رنگدانه‌ها آشنا می‌شوید.

مواد (pigment) و دای‌ها (dye) تقسیم می‌شوند. پیگمنت‌ها صرفاً به منظور تولید رنگ در مصارف مختلف رنگی به دو دسته پیگمنت‌ها

استفاده می‌شوند، در حالی‌که دای‌ها به عنوان فتوکاتالیست و در واکنش‌های انتقال الکترون شرکت می‌کنند. رنگدانه‌های مورد استفاده در صنعت مانند زاج‌ها، که بیش از ۹۰ درصد رنگ‌های اتومبیل از این دسته‌اند.

۲- روش‌های بلورسازی به عنوان یک راه حل برای خالص‌سازی ترکیبات شیمیایی می‌باشد.

الف) تهیه زاج پتاسیم کروم (III) سولفات $KCr(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

۱/۲۵ گرم پتاسیم بی کرومات را در ۱۳ میلی لیتر آب گرم حل کنید. ۱/۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ بیافزاید. بشر را در حمام یخ قرار داده و ۱ میلی لیتر اتانول جهت احیاء بریزید. (اتانول را به تدریج اضافه کنید تا تغییر رنگ از نارنجی به سبز مشاهده گردد.) محلول را در کمد نگهداری کرده تا بلورها ظاهر شوند. سپس صاف و خشک کنید. وزن کنید و راندمان محاسبه کنید.

ب) کرومات‌ها

ب-۱) تهیه کرومات بازیگ سرب

روش کار

محلول(۱): ۲ گرم سرب استات سه آبه را در ۵ میلی لیتر آب به کمک حرارت حل کنید.

محلول(۲): ۱ گرم پتاسیم بی کرومات را در ۵ میلی لیتر آب حل کنید.

محلول(۳): ۰/۴ گرم سود را در ۵ میلی لیتر آب حل کنید.

محلول(۲) را به محلول(۱) اضافه کرده و ۱۷ میلی لیتر آب روی آن بریزید. محلول را حرارت داده و به آرامی بهم بزنید. فرصت دهید که محلول چند دقیقه در حال جوش بماند تا رسوب آن کاملاً ته نشین شود. محلول روی رسوب را جدا کرده و رسوب را با ۱۷ میلی لیتر آب بشوئید و دکانته کنید. در حالی که محتویات بشر را هم می زنید و حرارت می دهید محلول (۳) را به آرامی اضافه کنید و آن را چند دقیقه بجوشانید تا رنگ آن تغییر کند. رسوب نارنجی رنگی به دست می آید که ترکیب مورد نظر است. این ترکیب را سه بار با آب شسته و دکانته کنید و سپس صاف کنید و رسوب را خشک کنید. وزن رسوب را گزارش کنید.

ب-۲) تهیه کروم اکسید هیدراته - سبز $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$

روش کار (۱)

۰/۱ گرم سدیم بی کرومات را در هاون خوب نرم کنید، ۰/۹ گرم بوریک اسید را به آن اضافه کنید و مخلوط را خوب نرم و بهم بزنید. سپس آن را در یک کروزه کاملاً پخش کرده و به مدت ۲ ساعت در کوره ۵۰۰ درجه سانتی گراد قرار دهید. بعد از سرد شدن کوره، کروزه را بیرون آورید و مواد داخل آن را در هاون نرم کنید و به بشر انتقال دهید و روی آن مقداری آب ریخته تا هیدرولیز انجام گیرد. محلول را صاف کرده و رسوب را چند بار بشوئید.

روش کار (۲)

۲/۵ گرم آمونیوم بی کرومات را درون یک بوته چینی به صورت تپه کوچکی در آورده، پنبه الکلی افروخته‌ای را در کنار قله گرفته تا واکنش شروع شود. اگر واکنش قبل از کامل شدن متوقف شود پنبه افروخته را مجدداً به آن نزدیک کنید. جسم نامحلول و سبز رنگ حاصل را چند بار با آب داغ بشوئید تا آب آن کاملاً بی رنگ گردد، سپس آن را صاف و خشک نمائید.

(ب-۳) - تهیه پتاسیم بی کرومات

۲/۸ گرم پتاسیم هیدروکسید را در یک کروزه چینی بریزید و حرارت دهید تا ذوب گردد. ۲/۵ گرم پتاسیم کلرات را با آن مخلوط کرده و سپس ۱ گرم کروم اکسید را کم کم به آن اضافه کنید و خوب به هم بزنید. پس از افزایش کامل کروم اکسید حرارت را شدید تر کرده تا ترکیب حاصل متراکم تر شود و دانه های زرد رنگی در آن دیده شود ، حرارت را تا زمانی ادامه دهید که دانه‌های زرد رنگ به قرمز تبدیل نشود. حال کروزه را به حالت خود گذاشته تا سرد شود. ترکیب حاصل را در ۱۰۰ میلی لیتر آب حل کرده به نحوی که هر بار کروزه تا چهار پنجم از آب پر کرده و خوب به هم بزنید و سپس محلول را در یک بشر ریخته تا ۱۰۰ میلی لیتر آب تمام شود و کروزه کاملاً تمیز شود. پس از انجام این مراحل، محلول را صاف کنید و محلول زرد رنگ زیر صافی را حرارت داده تا حجم آن نصف گردد. بر روی محلول به دست آمده سولفوریک اسید ۱ مولار بریزید تا پتاسیم کرومات زرد رنگ به پتاسیم بی کرومات نارنجی رنگ تبدیل شود. فرمول واکنش ها را بنویسید.

ج) تهیه آبی آهن

روش کار

بر روی یک گرم نمک مور (سولفات مضاعف آهن II آمونیوم)، ۲۵ میلی لیتر آب و ۱ گرم پتاسیم فرو سیانید می ریزیم. رسوب سفیدی تشکیل می شود و با افزودن ۰/۷ میلی لیتر سولفوریک اسید ۲ مولار آن را ته نشین می کنیم. ۰/۷ گرم پتاسیم کلرات را به عنوان اکسید کننده به آن علاوه می کنیم و سپس محلول را روی حمام بخار قرار داده تا کاملاً تغییر رنگ دهد.

پرسش ها

۱-راندمان واکنش های انجام شده را محاسبه کنید.

۲- فرمول واکنش های انجام شده را بنویسید.

۳- نیم واکنش یونی برای واکنش اکسید و احیای تهیه زاج کروم را بنویسید و تفسیر کنید.

۴- کاربرد زاج ها در صنایع چیست؟

آزمایش ۳

اثرات انتقالات بار- واکنش‌های منگنز

۱- به حدود ۲ میلی‌لیتر از منگنز(II) کلرید به آرامی ۵ میلی‌لیتر سدیم هیدروکسید ۴ مولار اضافه کنید. لوله را کج نگه دارید تا سطح بیشتری از مایع در مجاورت هوا قرار بگیرد. مشاهدات خود را توضیح دهید و واکنش‌های انجام شده را بنویسید.

۲- مقدار کمی از آمونیوم کلرید را در ۵ میلی‌لیتر از آمونیاک ۴ مولار حل کرده و آن را به ۲ میلی‌لیتر از محلول منگنز(II) کلرید بیافزایید و اجازه دهید برای مدتی بماند. مشاهدات خود را یادداشت کنید. این آزمایش را با آزمایش دیگری که در آن ۵ میلی‌لیتر از آمونیاک ۴ مولار را به ۲ میلی‌لیتر منگنز(II) کلرید اضافه کرده اید مقایسه کنید.

۳- به ۲ میلی‌لیتر از محلول منگنز(II) کلرید حدود ۰/۵ میلی‌لیتر سدیم کربنات اضافه کنید، محلول را جوشانده و بگذارید مدتی بماند سپس رسوب را چند بار با آب بشوید. رنگ رسوب را یادداشت کرده و سپس به آن کلریدریک اسید ۲ مولار اضافه نمائید. مشاهدات خود را توضیح دهید. واکنش‌های انجام شده را بنویسید.

۴- حدود ۰/۰۱ گرم منگنز دی‌اکسید را به ۵ میلی‌لیتر کلریدریک اسید ۴ مولار علاوه نموده و گرم کنید. واکنش انجام شده را بنویسید.

۵- به ۱ میلی‌لیتر پتاسیم پر منگنات رقیق که با سولفوریک اسید ۲ مولار اسیدی شده است ۵ میلی‌لیتر فرسولفات تازه تهیه شده اضافه کنید. در لوله آزمایش دیگر ۱ میلی‌لیتر پتاسیم پرمنگنات رقیق بریزید و به آن یک قطره سدیم هیدروکسید ۴ مولار و ۵ میلی‌لیتر فرو سولفات تازه تهیه شده اضافه کنید. این دو آزمایش را با هم مقایسه کنید. واکنش‌های انجام شده را بنویسید.

۶- ۵ میلی لیتر پتاسیم یدید را به ۱ میلی لیتر پتاسیم پر منگنات اسیدی شده با سولفوریک اسید ۲ مولار اضافه کنید. این واکنش را با واکنش‌های زیر مقایسه کنید.

- به ۵ میلی لیتر از پتاسیم یدید، ۱ میلی لیتر پتاسیم پر منگنات و یک قطره سود رقیق اضافه کنید.

- به ۵ میلی لیتر پتاسیم یدید ۱ میلی لیتر پتاسیم پر منگنات و ۱ میلی لیتر سود ۴ مولار اضافه کنید.

واکنش‌های انجام شده را بنویسید.

۷- ۲ میلی لیتر از منگنز (II) سولفات را با حجم مساوی از سولفوریک اسید ۴ مولار اسیدی کنید. حدود ۰/۵

گرم آمونیوم پر اکسو دی سولفات به آن اضافه کرده و محلول را بجوشانید و قطره قطره نقره نیترات به محلول

داغ اضافه کنید. واکنش‌های انجام شده را بنویسید.

آزمایش ۴

تهیه پرمنگنات از سنگ معدن پیرولویت

الف) تهیه پرمنگنات

روش کار

۱ گرم پتاسیم هیدروکسید و ۰/۴ گرم منگنز اکسید را با ۰/۵ گرم پتاسیم کلرات در یک کپسول چینی کوچک مخلوط کرده و در کوره 600°C به مدت ۲ ساعت قرار دهید. پس از سرد شدن کوره، کپسول را خارج کرده و به آن ۱۰۰ میلی لیتر آب جوش کم اضافه کنید و خوب هم بزنید تا منگنات سبز رنگ حل شود. محتویات کپسول را در یک بشر خالی کنید و آن را صاف کنید. به محلول زیر صافی کم کم سولفوریک اسید ۳ مولار اضافه کنید تا رنگ محلول عوض شود.

ب) محاسبه راندمان واکنش

روش کار

محلول زیر صافی قسمت الف را به بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و به حجم برسانید و سپس آن را در بورت بریزید. ۱۰ میلی لیتر اکسالیک اسید ۰/۰۱ مولار را در ارلن ۲۵۰ میلی لیتری ریخته و به آن ۲ میلی لیتر سولفوریک اسید ۳ مولار اضافه کنید. چند قطره از پرمنگنات داخل بورت به آن اضافه کنید و تا از بین رفتن رنگ آن حرارت دهید و تیتراسیون را ادامه دهید تا رنگ ارغوانی به مدت ۱ دقیقه پایدار بماند. غلظت پرمنگنات و راندمان را محاسبه کنید.

پرسش‌ها:

۱- معادله واکنش شیمیایی تهیه منگنات و پرمنگنات به روش فوق را بنویسید.

۲- معادله واکنش شیمیایی مربوط به مرحله تعیین راندمان را بنویسید.

۳- سولفوریک اسید در واکنش‌های انجام شده چه نقشی دارد؟

آزمایش ۵

تهیه یک کمپلکس و یک نمک مضاعف و بررسی خواص آنها

الف) تهیه تترا آمین کوپر(II) سولفات $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

۴ میلی لیتر آمونیاک غلیظ و ۵ میلی لیتر آب را در یک بشر ریخته و ۱ گرم از $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ به آن اضافه کنید و هم بزنید تا حل شود. سپس با دقت اتانول را به آرامی از دیواره‌های ظرف به محلول اضافه کنید به طوری که روی آن با الکل پوشیده شود. این محلول را هم نزنید و تکان ندهید، دهانه‌ی ظرف را با شیشه ساعت ببوشانید و اجازه دهید مدتی بماند. بلورها ی تشکیل شده را صاف کرده و با مقداری اتانول شستشو دهید. راندمان را محاسبه کنید.

ب) تهیه کوپریک آمونیوم سولفات

۲ گرم مس(II) سولفات پنج آبه و ۱ گرم آمونیوم سولفات را در ۵ میلی لیتر آب گرم حل کنید. محلول را در حمام یخ سرد کنید. بلورها را صاف کنید. راندمان محاسبه کنید. فرمول واکنش را بنویسید.

آزمایش های تکمیلی:

- ۱-مقدار کمی تترا آمین کوپر(II) سولفات و کوپریک آمونیوم سولفات را به طور جداگانه در دو لوله آزمایش بریزید و در مقدار کمی آب مقطر حل کنید. محلول را رقیق نمایید تا تغییرات مشخصی دیده شود.
- ۲-محلول غلیظی از آمونیوم کوپر(II) سولفات، تترا آمین کوپر(II) سولفات و مس(II) سولفات تهیه کنید.

الف) به ۱ میلی لیتر از هر کدام قطره قطره آمونیاک ۶ مولار اضافه کنید و تغییرات ملاحظه شده را با نوشتن فرمول شیمیایی توضیح دهید.

ب) به ۱ میلی لیتر از هر کدام چند قطره پتاسیم یدید بیافزائید و ملاحظات خود را تشریح کنید.

پ) از دو آزمایش فوق چه نتیجه ای می گیرید؟

ت) فرمول واکنش ها را بنویسید. ج) در تهیه تترا آمین کوپر (II) سولفات به چه دلیل اتانول اضافه می گردد؟

آزمایش ۶

پایداری حالت های اکسایش-تهیه ترکیبات مس(I) و کاربرد آن در سلول های خورشیدی پروسکایتی

الف) تهیه مس(I) تیوسیانات

۱۰۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ مولار مس سولفات را به ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ مولار تیوسولفات سدیم اضافه کنید و ۳۰ دقیقه هم بزنید. ۱۰۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ مولار آمونیم تیوسیانات را به صورت قطره ای در حالت هم زدن در مدت چند ساعت به محلول فوق اضافه کنید. صاف کنید و چند بار با آب دیونیزه و اتانول بدون آب شستشو دهید.

ب) تهیه مس(I) کلرید

ابتدا محلول های زیر را تهیه کنید.

۲/۵ گرم سدیم سولفیت را در ۱۳ میلی لیتر آب حل کنید.

۳ گرم مس(II) کلرید را در ۶ میلی لیتر آب حل کنید.

محلولی از سولفورو اسید با حل کردن ۰/۵ گرم سدیم سولفیت در ۲۵۰ میلی لیتر آب و اضافه کردن ۳ میلی لیتر کلریدریک اسید ۲ مولار تهیه کنید.

زیر هود در حالی که محلول را هم می زنید، سدیم سولفیت را به مس(II) کلرید اضافه کنید. مس(I) کلرید ایجاد می شود. حدود نیمی از سولفورو اسید تهیه شده را به آرامی به آن بیافزائید و صبر کنید تا رسوب ته نشین شود. محلول روی رسوب را در حد امکان خالی کرده و بعد محتویات بشر را با قیف بوختر صاف کنید و با

محلول سولفورو اسید رسوب را بشوئید. در نهایت آن را با مقدار کمی از استیک اسید گلاسیال و اتانول به ترتیب شستشو دهید.

کار تکمیلی

به ۵ میلی لیتر از محلول پتاسیم کلرید حدود ۰/۵ گرم مس (I) کلرید اضافه می کنیم. مشاهدات خود را توجیه کنید.

به محلول حاصل چند قطره اتیلن دی آمین علاوه کنید.

رسوب ایجاد شده چیست؟

فرمول واکنش را بنویسید.

پرسش ها

۱- واکنش های تهیه مس (I) کلرید را بنویسید و راندمان عمل را محاسبه کنید.

۲- دلیل هر مرحله شستشو را توضیح دهید.

آزمایش ۷

تهیه و بررسی خواص تیوسولفات سدیم

مواد مورد نیاز: سدیم سولفیت، گوگرد، محلول آهن(III) سولفات، پتاسیم تیوسیانات، نقره نیترات، پتاسیم

پرمنگنات، سولفوریک اسید ۴ مولار، سود ۴ مولار، کلریدریک اسید ۴ مولار، ید

روش کار: مقدار ۶ گرم سدیم سولفیت را در ۳۰ میلی لیتر آب مقطر جوش حل کنید. مقدار ۲ گرم گوگرد اضافه

کنید و ۳۰ دقیقه روی شعله به شدت هم بزنید. سپس در حالی که داغ است صاف کنید.

بررسی خواص مهم

۱- چند قطره محلول پتاسیم تیوسیانات روی ۱ میلی لیتر محلول آهن(III) سولفات ریخته و قطره قطره

محلول تیوسولفات به آن کنید.

۲- چند قطره محلول نقره نیترات به مقدار کمی محلول تیوسولفات اضافه کنید.

۳- قطره قطره محلول تیوسولفات به ۱ میلی لیتر پرمنگنات اضافه کنید.

۴- به ۱ میلی لیتر پرمنگنات اسیدی شده با سولفوریک اسید ۴ مولار محلول تیوسولفات اضافه کنید.

۵- به ۱ میلی لیتر پرمنگنات قلیایی شده با سود ۴ مولار قطره قطره محلول تیوسولفات اضافه کنید.

۶- به ۲ میلی لیتر محلول تیوسولفات، ۱ میلی لیتر کلریدریک اسید ۴ مولار اضافه کنید و حرارت دهید.

۷- چند دانه بلور ید را به ۲ میلی لیتر آب افزوده و به آن قطره قطره محلول تیوسولفات اضافه کنید.

(از تماس ید با پوست و استشمام بارات آن خودداری کنید)

۸- آزمایش ۲ و ۶ را با سدیم سولفیت انجام دهید و با آزمایش مربوط به تیوسولفات مقایسه کنید.

تغییرات مشاهده شده در هر مرحله را با ذکر فرمول واکنش بررسی کنید.

آزمایش ۸

تهیه و تعیین خلوص هر یک از فسفات های سدیم

الف) تهیه فسفات دی سدیک و تعیین درصد خلوص آن

الف-۱-تهیه فسفات دی سدیک

ابتدا ۵ گرم سدیم کربنات را در یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری بریزید، ۵۰ میلی لیتر آب مقطر ۸۰ درجه بر روی آن بیافزائید. سپس قطره قطره فسفریک اسید ۶۵٪ اضافه کرده تا pH حدود (۸-۸/۵) شود. در این حالت فسفات دی سدیک تهیه شده است.

نصف محلول را برای تهیه فسفات تری سدیک نگه داشته و بقیه را روی حمام حرارت داده تا حجم آن به نصف کاهش یابد و سپس آن را سرد کنید تا رسوب تشکیل شود.

الف-۲-تعیین درصد خلوص Na_2HPO_4

۰/۱ گرم از بلور های فسفات دی سدیک تهیه شده را با توزین دقیق برداشته و در آب مقطر حل کنید و به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید، سپس ۱۰ میلی لیتر از آن را برداشته و با سولفوریک اسید ۰/۵ مولار در حضور معرف متیل اورانژ تیترا کنید.

ب)تهیه فسفات تری سدیک و تعیین درصد خلوص آن

مواد مورد نیاز: فسفات دی سدیک ، سود، سولفوریک اسید ۰/۰۵ مولار، شناساگر متیل اورانژ

وسایل مورد نیاز: کاغذ pH، حمام بخار، قیف شیشه ای ، ارلن، بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری، بورت، پی پت ۱۰

میلی لیتری

ب-۱- تهیه فسفات تری سدیک

بقیه محلول دی سدیک را در حدود ۹۰ درجه سانتی گراد گرم می‌کنیم و به تدریج سود جامد را به آن علاوه نموده و با کاغذ pH ، pH محلول را کنترل می‌کنیم. وقتی که pH در حدود (۱۱/۵ - ۱۰) باشد فسفات تری سدیک تهیه شده است. حال محلول را روی حمام بخار حرارت داده تا حجم آن تقریباً به نصف کاهش یابد. پس از سرد کردن بلورهای تشکیل شده را صاف می‌کنیم و با کمی آب سرد می‌شوئیم.

ب-۲- تعیین درصد خلوص Na_3PO_4

۰/۰۱ گرم از بلورهای فسفات تری سدیک تهیه شده را با دقت توزین کرده و پس از حل کردن در آب مقطر آن را به حجم ۵۰ میلی لیتر می‌رسانیم. ۱۰ میلی لیتر از آن را برداشته و با سولفوریک اسید ۰/۰۵ مولار در حضور متیل اورانژ تیترو می‌کنیم.

ج) تهیه فسفات منو سدیک و تعیین درصد خلوص آن

مواد مورد نیاز: فسفات دی سدیک، فسفریم اسید ۶۵٪، فنل فتالین، سود ۰/۱ مولار
وسایل مورد نیاز: کاغذ pH، حمام بخار، قیف شیشه‌ای، ارلن، بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری، بورت، پی پت ۱۰ میلی لیتری

ج-۱- بقیه فسفات دی سدیک را در حداقل آب گرم حل کرده به طوری که محلول اشباع شده‌ای حاصل گردد. قطره قطره فسفریک اسید ۶۵٪ را افزوده تا pH به ۴/۵ برسد. محلول را روی حمام بخار قرار داده تا حجم نصف شود سپس آن را صاف کرده و با آب شستشو دهید و برای خشک کردن آن را در ۸۰-۱۰۰ درجه قرار دهید.

ج-۲- تعیین درصد خلوص NaH_2PO_4

۰/۱ گرم از فسفات دی سدیک بدون آب را توزین کرده و در آب حل کنید و به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید. ۱۰ میلی لیتر از آن را برداشته و با سود ۰/۱ مولار در حضور فنل فتالئین تیترا کنید. از روی سود مصرفی می توان درجه خلوص را محاسبه کرد.

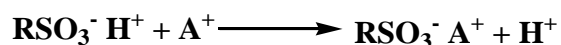
پرسش ها

- ۱- فرمول های تهیه فسفات های مختلف را بنویسید و وزن هر یک را یادداشت کنید.
- ۲- فرمول های واکنش های انجام شده در تعیین درجه خلوص فسفات های مونو ، دی، تری سدیک را بنویسید و درجه خلوص آنها محاسبه نمائید.

آزمایش ۹

رزین های تبادل گر یون

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



به این ترتیب وقتی رزین تبادلگر کاتیون هیدروژنی با کاتیون های محلول در تماس باشد این کاتیون ها با یون های هیدروژن جانشین می شود. رزین تبادلگر آنیون اغلب از پلی استایرن تشکیل شده که دارای مقدار زیادی گروه های آمونیوم است اگر این نوع رزین را در محلولی که برای مثال دارای آنیون است قرار دهیم واکنش زیر صورت می گیرد



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

ظرفیت رزین:

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

تهیه ستون رزین:

درون یک بورت که انتهای آن پشم شیشه یا پنبه گذاشته شده است تا ارتفاع ۱۰ سانتیمتر رزین پر کنید. ستون را طوری تنظیم کنید که سطح آب در ستون از بالای رزین پایین تر نیاید. حباب‌های هوا را در ستون با هم زدن با یک میله شیشه ای بلند خارج کنید. قطره قطره حدود ۴۰ میلی لیتر هیدرو کلریک اسید ۲ نرمال درون ستون بریزید. برای اینکه رزین کاملا به نوع هیدروژنی تبدیل شود سرعت جریان نباید بیش از یک قطره در ثانیه باشد رزین را با آب مقطر شستشو دهید تا اینکه مایع خارج شده از ستون اسیدی نباشد (با نارنجی متیل امتحان کنید) ۲۵ میلی لیتر محلول سولفوریک اسید/ مس سولفات (۰/۱ مولار سولفوریک اسید و ۰/۱ مولار مس سولفات) را به آهستگی از درون ستون عبور دهید. پس از آن ۱۵۰ میلی لیتر آب مقطر از درون ستون عبور دهید. مایع خروجی را که در ارلن جمع آوری می کنیم با pH سنج اندازه گیری کنید.

به ۲۵ میلی لیتر از محلول (سولفوریک اسید و مس سولفات عبور داده شده از ستون) ۲ گرم پتاسیم یدید بیفزایید و دست کم سه دقیقه صبر کنید. ید آزاد شده را با تیوسولفات اندازه بگیرید. از روی حجم تیوسولفات مصرفی مقدار مس و پس از آن یونهای H^+ معادل آنها را حساب کنید



رزین تبادلگر یون موارد استفاده مفیدی در جدا کردن مخلوط یونها به روش کروماتوگرافی و در تجزیه حجمی دارد.

گزارش کار بایستی شامل قسمت های زیر باشد:

۱- مشاهدات تجربی و توضیح در مورد آنها-

۲- ظرفیت رزین مورد استفاده-

۳- پاسخ به پرسشها

پرسش‌ها:

۱- تفاوت رزین آنیونی و کاتیونی چیست توضیح دهید؟-

۲- واکنش تیتراسیون Cu^{+2} با I^- را توضیح دهید

۳- چرا به همراه Cu^{+2} از اسید رقیق استفاده می شود؟

۴- کلیه مراحل محاسبه بهره را بنویسید؟

۵- شرایط اساسی یک رزین سودمند چیست؟

منابع آزمایشگاه شیمی معدنی

1. Cotton, F. A., & Wilkinson, G. (1988). Advanced inorganic chemistry (Vol. 6). New York: Wiley.
2. Atkins, P., & Overton, T. (2010). Shriver and Atkins' inorganic chemistry. Oxford University Press, USA.
3. Miessler, G. L., & Tarr, D. A. (2004). 5th ed., Inorganic Chemistry Pearson Prentice Hall.
4. Huheey, J. E., Keiter, E. A., Keiter, R. L., & Medhi, O. K. (2006). Inorganic chemistry: principles of structure and reactivity. Pearson Education India.
5. Housecroft, C. E. & Sharpe, A. G. (2012). Inorganic Chemistry. 4th ed., Pearson-Prentice Hall, London.
6. Jolly, W. L. (1970). Synthesis and characterization of inorganic compounds.
7. Girolami, G. S., Rauchfuss, T. B., & Angelici, R. J. (1999). Synthesis and technique in inorganic chemistry: a laboratory manual. University Science Books.
8. Butter, E. (1985). NN Greenwood, A. Earnshaw: Chemistry of the elements. Pergamon press oxford 1984, 1542 seiten, 7 anhänge Preis: US \$34.95. ISBN 0-08-022057-6. Crystal Research and Technology, 20(5), 662-662.
9. Arthur I., V. (1989). Vogel's textbook of quantitative chemical analysis. Longman Scientific & Technical.
- ۱۰- تقارن مولکولی و نظریه ی گروه، تالیف رابرت ال کارتر، ترجمه ی دکتر حسن حسینی منفرد، چاپ دوم، انتشارات جهاد دانشگاهی، ۱۳۹۵.
- ۱۱- تجزیه ی کیفی به روش نیمه میکرو^۲ ترجمه افسر علیزاده عظیمی . انتشارات جهاد دانشگاهی. دانشگاه تربیت معلم . ۱۳۶۹
- ۱۲- شیمی تجربی رنگ^۳ تالیف و ترجمه ی احمد مومن هروی وعلیرضا عظیمی ناوایی انتشارات امیر کبیر ، ۱۳۶۸
- ۱۳- سنتز مواد معدنی^۴ تالیف افسر علیزاده ی عظیمی و جهاد دانشگاهی ، دانشگاه تربیت معلم . ۱۳۷۵
- ۱۴- شیمی معدنی عملی^۵ ترجمه ی اردشیر کامکار . انتشارات مرکز نشر دانشگاهی . ۱۳۶۵