



دانشکده علوم پایه

گروه شیمی

آزمایشگاه

شیمی معدنی ۱

صفحه	عنوان
۳	مقدمه
۱۲	آزمایش یک : تهیه یک نمک کمپلکس و مضاعف از مس
۱۵	آزمایش دو : تهیه آلومینیوم آمونیوم سولفات
۱۸	آزمایش سه : سنتز رنگدانه های زرد و نارنجی کروم
۲۹	آزمایش چهار : تهیه پیگمان آبی آهن
۳۴	آزمایش پنج : تهیه پنتا سدیم تری فسفات
۳۸	آزمایش شش : تهیه کلرور مس یک ظرفیتی
۴۰	آزمایش هفت : تهیه اسید بوریک از براکس
۴۳	آزمایش هشت : تهیه سدیم تیوسولفات
۴۶	آزمایش نه : تهیه آب اکسیژنه و بررسی خواص مهم آن
۴۸	آزمایش ده : واکنش های منگنز
۵۳	آزمایش یازده : تهیه پرمنگنات پتاسیم
۵۵	آزمایش دوازده : تهیه حالت های اکسایش وانادیم
۵۸	آزمایش سیزده : تهیه یدات پتاسیم
۶۲	آزمایش چهارده : تهیه سدیم و پتاسیم پریدات و تعیین درجه خلوص آنها
۶۴	آزمایش پانزده : تعیین درصد پیگمان رنگین

مقدمه

مقابله با حوادث

- ۱- مکان نزدیکترین پمپ آتش نشانی و جعبه کمک های اولیه آزمایشگاه را بخاطر داشته باشید.
- ۲- هیچگاه دست و پای خود را گم ننمائید و با کمال خونسردی با حوادث مواجه شوید.
- ۳- برای خاموش کردن آتش هیچگاه از آب استفاده نکنید، بلکه با استفاده از پمپ مخصوص آتش نشانی (انیدرید کربنیک) آنرا خاموش کنید.
- ۴- اگر لباسهایتان آتش گرفت به هیچ وجه با دویدن و جست و خیز آتش را دامن نزنید، بلکه با قرار دادن پتوی مخصوص و با استفاده از پمپ انیدرید کربنیک آنرا خاموش کنید. در این مورد نباید از آب استفاده کرد.
- ۵- سوختگی های ساده را به هیچ وجه با آب نشوئید بلکه با محلول اسید تانیک آنرا شستشو دهید. محلول اسید تانیک (Tannic) محلول ۵ درصد در آب تازه تهیه شده می باشد (معمولاً تا ۲۴ ساعت قابل استفاده است).
- ۶- در مورد سوختگی شدید لباس های سوخته را خارج کنید و به سرعت شخص سوخته را به نزدیکترین بیمارستان یا پزشک برسانید، زخم ها را با پارچه بپوشانید و آب خنک برای آشامیدن به او بدهید.
- ۷- اگر اسید بر روی میز یا زمین ریخته شده، تا آنجا که ممکن است آنرا بوسیله دستمال پارچه ای جمع نمائید و سپس بر روی آن بیکربنات جامد تجارتي افزوده و بعداً بوسیله آب بشوئید.
- ۸- اگر اسید بر روی لباس شما ریخته شده است می توانید آنرا بوسیله محلول رقیق آمونیاک برطرف نمائید.
- ۹- اگر اسید بر روی پوست بدن شما ریخته شده فوراً پوست را با مقدار زیادی آب شسته تا تماماً از بین برود و بعد با محلول سدیم بیکربنات رقیق و بالاخره مجدداً با آب بشوئید و پس از خشک کردن از پماد Burnol استفاده نمائید.
- ۱۰- اگر اسید خورده باشید فوراً با خوردن آب آنرا رقیق نموده سپس مقداری آب آهک یا محلول رقیق بی کربنات بخورید و سپس مقداری شیر بخورید. نایستی شیر را استفراغ نمود.

- ۱۱- قلیای ریخته شده بر روی میز یا زمین پس از جمع آوری با پارچه به وسیله آب شسته شود.
- ۱۲- اگر قلیا، لباس شما را آلوده کرد اول بوسیله اسید استیک رقیق، قلیا را از بین برده و سپس زیادی اسید را به وسیله آمونیاک خنثی کرده و پارچه را با آب بشوئید.
- ۱۳- اگر قلیا بر روی پوست بدن شما ریخته شود فوراً آنرا با اسید استیک رقیق شسته و با آمونیاک رقیق زیادی، اسید را خنثی کنید.

مقررات کار در آزمایشگاه

به منظور جلوگیری از بروز هرگونه حادثه‌ای بایستی نکات زیر را به دقت مطالعه نمائید تا پس از بخاطر سپردن، آنها را به موقع اجرا کنید.

۱- همیشه قبل از ورود به آزمایشگاه و شروع کار، دستور کار و تئوری های مربوط به آن را بایستی با دقت و مفصلاً مطالعه کرد تا بدین وسیله از واکنش های شیمیایی لازم کسب اطلاع نمائید. از این طریق آزمایش کننده درمیابد که آزمایش به چه وسایل و مواد شیمیایی و چه مقدار زمان برای حرارت دادن، درحمام یخ گذاشتن و یا بحال خود گذاشتن و غیره نیاز دارد.

۲- قبل از استفاده از هر گونه ماده شیمیایی، ابتدا اتیکت روی شیشه را بخوانید.

۳- هرگز نبایستی اسپاتول، پی پت، میله شیشه‌ای یا فلزی را وارد ظرف محتوی ماده شیمیایی کنید. برای برداشتن ماده شیمیایی مورد نظر مقدار کمی از آن را در یک بشر یا لوله آزمایش ریخته و بعداً به وسیله اسپاتول یا پی پت به مقدار مورد نیاز از آن را بردارید.

۴- هیچگاه نباید با مواد شیمیایی تماس مستقیم حاصل کنید. از چشیدن یا استنشاق مگر در مواردی که دستور کار ذکر کرده باشد بایستی خودداری نمائید. و چنانچه نیاز به آزمایش بوی ماده‌ای باشد بایستی بخارات آن را با دست سریعاً بطرف بینی هدایت کنید.

۵- در تمام جلسات آزمایشگاه داشتن روپوش سفید، عینک، دستکش، دستمال برای خشک کردن میز کار، حوله برای خشک کردن دست و صورت و در صورت نیاز ماسک لازم و ضروری می باشد.

۶- در صورت بروز هر گونه حادثه، زخم، سوختگی، بایستی فوراً مسئول آزمایشگاه را در جریان امر قرار دهید.

۷- در موقع کار کردن با مواد بودار و سمی حتماً آزمایش را در محفظه مجهز به هواکش (هود) و با نظارت مسئول آزمایشگاه انجام دهید.

۸- چند دقیقه مانده به پایان هر جلسه، بایستی آزمایش را خاتمه دهید و میزکار را همراه با وسایل و لوازم استفاده شده، تمیز و مرتب به تکنسین آزمایشگاه تحویل دهید.

۹- قبل از ترک آزمایشگاه می بایستی شیر آب و شیر گاز را بسته و در صورتیکه از وسایل برقی استفاده شده باشد آنها را خاموش نمائید.

۱۰- تمام نتایج بدست آمده از آزمایش‌ها از قبیل اوزان، نقاط ذوب و جوش، بهره واکنش و سایر نتایج ارقامی و مشاهدات بایستی در دفترچه گزارش کار که در صفحات آن شماره گذاری شده است یادداشت شود تا در موقع لزوم بتوانید به آنها مراجعه کنید.

ایمنی در آزمایشگاه

برای دستیابی به یک ایمنی مطمئن در آزمایشگاه، پذیرش یک سری مقررات لازم و ضروری است البته همه مقررات ایمنی نمی تواند در برگیرنده کلیه مطالب باشد، بعلاوه بخاطر سپردن همه آنها کاری است مشکل، بنابراین برای هر تجربه و آزمایش حتی اگر یک واکنش ساده در لوله آزمایش باشد بایستی تمام خطرات احتمالی آن قبل از شروع کار بررسی و مورد توجه قرار گیرد و در تمام موارد مسئول آزمایشگاه بر انجام کار نظارت داشته باشد. آگاهی از میزان وضعیت و فعالیت شیمیایی مواد مورد استفاده و همچنین چگونگی تأثیر آنها بر روی وسایل و لوازم از اهمیت خاصی برخوردار است. قبل از شروع هر نوع کاری که احتمال خطر در آن می رود آگاهی از چگونگی مقابله با آن و آشنایی با محل قرار گرفتن وسایل دفع آن مانند محل آتش خاموش کن ها و طرز کار با آنها، جعبه کمک های اولیه، روش و محل شستشوی چشم ضروری است بدیهی است که قبل از وقوع هر نوع حادثه بایستی احتیاطات ایمنی را بطور کامل رعایت نمود. مثلاً استفاده از عینک برای حفاظت چشم، پوشیدن روپوش و دستکش در موقع جابجائی مایعات خورنده امریست واجب، حال توجه شما را به نکات ویژه ای که در زیر آمده است جلب می کنیم:

۱- طرز کار کردن با حلالها:

بیشتر حلالهای موجود در آزمایشگاه مانند الکل، دی اتیل اتر، دی سولفورکربن، استن و بنزن مایعاتی فرار و بسیار آتشگیر بوده و به همین جهت بایستی آنها را از محل شعله دور نگاه داشت بخارات اینگونه مایعات به راحتی از روی میز کار عبور (بخصوص به کمک جریان هوا) و در اثر تماس با شعله در فاصله کمی آتش گرفته و سپس به منبع اصلی سرایت کرده و باعث آتش سوزی می گردند.

اشتباهی که معمولاً توسط آزمایش کنندگان روی می دهد حرارت دادن مایعات آتشگیر در ظرف روباز بر روی شعله آزاد می باشد. روش صحیح حرارت دادن در حلال ها اینست که مایع مورد نظر را در یک بالن مجهز به مبرد رفلاکس قرار داده و سپس آنرا بر روی حمام آب یا بخار بر روی پلاک برقی و یا با فرو بردن در حمام آب داغی که شعله آن قبلاً خاموش گردیده است حرارت داد.

نکته دیگری که در مورد حلالها قابل ذکر می باشد این است که همیشه برای خارج کردن حلال بایستی به جای تبخیر کردن، از عمل تقطیر استفاده نمود.

۲- مواد شیمیایی سمی:

بطور کلی مواد شیمیایی به غیر از آب را بایستی سمی فرض نمود. مگر آنکه بطور یقین ثابت شود که سمی نیستند مواد شیمیایی جامد معمولاً از راه دهان و خراش های روی دست و بازو وارد بدن گشته و باعث بروز خطراتی می گردند، بنابراین بایستی همیشه از دستکش پلاستیکی استفاده کرده و از خوردن و سیگار کشیدن در آزمایشگاه خودداری نمود و بعد از انجام هر آزمایش دستها را با آب و صابون کاملاً تمیز شست.

گازها و بخار مایعات فرار، بسیار خطرناک و وجودشان در محل کار بسختی تشخیص داده میشوند. به منظور دادن بعضی از تذکرات درباره میزان سمیت تعدادی از ترکیبات و مواد شیمیایی مضر در جدول T.L.V تنظیم گردیده است در این جدول (Threshold limit values) T.L.V برحسب p.p.m در شرایط متعارفی مقیاس است. از میزان سمیت گازها در هوا، آن نماینده غلظت گازی است که شخص می تواند بطور مداوم و بدون هیچگونه عارضه بدی در آن غلظت کار نماید. اگر این غلظت اندکی افزایش یابد بایستی زمان کار کردن را به حداقل رساند. بعضی از مواد شیمیایی بسیار فعال و زود اثر بوده و تماس با آنها حتی برای مدت کمی خطرناک و گاهی منجر به مرگ میگردند.

این ترکیب ها در جدول T.L.V با علامت C که ارزش سیلینگ (Ceiling values) نامیده میشود، مشخص گردیده اند. هم چنین در جدول T.L.V سمیت گازها به طور نسبی مشخص شده است، مثلاً اسید سیانیدریک (HCN) با T.L.V برابر با ۱۰ خیلی سمی می باشد و بنابراین مواد دیگری چون AsH_3 , BF_3 , F_2 , HCl , $\text{Ni}(\text{CO})_4$, NO_2 , SO_2 که دارای مقادیر T.L.V برابر ۱۰ و یا کمتر می باشند بایستی دارای سمیت فوق العاده زیادی باشند. این گونه مواد خیلی فرار بوده و از غلظت گازی بالایی برخوردار می باشند. از طرفی مواد شیمیایی مثل اتانول به علت داشتن T.V.L بزرگ (۱۰۰۰) و فراریت پایین، مضر می باشند.

متأسفانه در بیشتر آزمایشگاه های شیمی، غلظت گازهای سمی را به علت نداشتن وسایل و تسهیلات لازم نمی توان به آسانی اندازه گیری نمود. به طور کلی برای پیش گیری از خطرات ناشی از گازها و مایعات فرار سمی همیشه بایستی آن ها را در زیر یک هود مناسب مورد استفاده قرار داد.

جیوه مایعی است که معمولاً در آزمایشگاه های غیر آلی به کار می رود. فشار بخار آن در 20°C برابر $10^{-3} \times 1/7$ میلیمتر جیوه می باشد؛ که فشاری قابل ملاحظه و دور از تحمل انسان است. خوشبختانه استفاده

از تهویه در آزمایشگاه به مقدار زیادی از فشار واقعی آن می کاهد. جیوه ماده ای است سمی و باعث اختلالات فیزیکی و دماغی مثل لرزش عضلانی و غیره می گردد. این گونه عوارض از علائم اولیه ی مسمومیت با بخار جیوه در غلظت های زیاد می باشد و بیشتر در معادن جیوه و آزمایشگاه هایی که در آن ها جیوه به حالت آزاد وجود دارد و از نظر تهویه مناسب نمی باشند رخ می دهد. به همین علت بایستی جیوه را در شیشه های در بسته و غیر قابل نفوذ نگهداری نمود و از ریختن آن در هنگام جابجایی جلوگیری به عمل آورد. حال چنانچه به طور اتفاقی جیوه بر روی زمین ریخته شود بهترین راه آن است که آن را مطابق شکل زیر در یک بطری شیشه ای به روش مکیدن در خلاء ایجاد شده توسط خرطوم آبی جمع آوری نمود. با این وجود باز هم قطراتی از جیوه در شکاف ها و بعضی مجاری باقی می ماند که برای کم کردن فشار بخار آن به طور موقت می توان بر روی آن پودر گوگرد ریخته تا در سطح جیوه یک لایه از سولفور جیوه تشکیل گردد.

سایر منابع خطر از جابجایی اسید های غلیظ ، قلیاها ، سدیم فلزی ، برم و غیره ناشی می گردد. یکی از مسائل مهم در آزمایشگاه ها دور ریزی باقی مانده های خطرناک می باشند. از ریختن مواد زاید شیمیایی در دستشویی جداً خودداری نمایید چون اکثر دستشویی های موجود در آزمایشگاه ها دارای سیفون های باز بوده و گازها می توانند به آسانی راه بازگشت به هوای آزمایشگاه را پیدا نمایند. مثلاً برای دور ریختن باقی مانده ی سیانورها ابتدا بایستی آن ها را از نظر شیمیایی غیر فعال کرده و سپس در فاضلاب ریخت. سدیم را هیچ گاه نبایستی در سطل زباله انداخت بلکه برای از بین بردن آن بایستی از متانول استفاده نمود.

۳- محفظه های مجهز به هواکش (هود)

تمام واکنش های خطرناک و مواد فرار زیان آور بایستی در زیر چنین محفظه هایی به کار گرفته شوند. این کار شامل کلیه ی عملیات از قبیل : حرارت دادن با اسید های غلیظ ، تبخیر کردن ، خشک کردن و ... می گردد. یک بخار سمی در این محفظه ها می تواند هنوز هم خطرناک باشد بنابراین بایستی آزمایش را طوری طرح ریزی نمود که گازها و بخارهای خطرناک که در هنگام فعل و انفعال ایجاد می گردند قبل از اینکه دستگاه ها و وسایل موجود در این محفظه ها را ترک نمایند در تله به دام افتاده و به طریق شیمیایی از بین برده شوند نه این که در داخل محفظه رها گردند.

۴- سیگار کشیدن

سیگار کشیدن در آزمایشگاه ممکن است باعث بروز خطرهای زیر گردد:

I- انفجار در محل تمرکز مواد آتش زا

II- پیدایش محصولات سمی در اثر پیرولیز بخارها (به خصوص آلکیل کلرایدها به علت تولید فسژن

III- مواد جامد سمی و ... که ممکن است از جمع گشتن دود سیگار بر روی میز کار به وجود

آید به همین دلیل بایستی از خوردن و آشامیدن در آزمایشگاه خودداری نمود.

۵- آزمایش های شب مان

آزمایش هایی که می بایست برای مدت یک شب بمانند و برای آنکه شخص ناواردی باعث توقف آن نگردد ، بایستی برچسبی همراه با نام آزمایش کننده و تذکرات لازم بر روی آن چسبانده شود. و در صورت امکان بهتر است که آزمایش های شب مان در یک اتاقک ضد آتش انجام گیرد. برای جلوگیری از قطع ارتباطات لوله های آبی در مواقع کم و زیاد شدن فشار آب ، بایستی از بست های مطمئن و یک کلید خودکار جهت خاموش کردن دستگاه برقی استفاده نمود.

جدول T.L.V مربوط به گازها و مایعات فرار

نام ترکیب شیمیایی	T.L.V بر حسب PPM	نام ترکیب شیمیایی	T.L.V بر حسب PPM
اسید استیک	۱۰	سیکوهگزان	۲۰۰
انیدرید استیک	۵	سیکلو پنتا دی ان	۷۵
استن	۱۰۰۰	دکابوران	۰.۰۵
استونیتریل	۴۰	دی بوران	۰.۱
آمونیک	۵۰	P - دی کلروبنزن	۷۵
آنیلین	۵	۱و۲-دی کلرواتان	۵۰
آرسنیک	۰.۰۵	دی کلرو متان	۵۰۰
بنزن	۲۵ C	دی اتیل آمین	۲۵
تری فلوئورید بور	۱ C	دی اتیل اتر	۴۰۰
برم	۰.۱	N,N دی متیل فرآمید	۱۰
برمو اتان	۲۰۰ C	دی متیل سولفات	۱
برمو متان	۲۰ C	P- دی اوگزان	۱۰۰
۱و۳ بوتادی ان	۱۰۰۰	اتان تیول	۱۰ C
بوتیل آمین	۵ C	اتیل استات	۴۰۰
دی اکسید کربن	۵۰۰۰	اتانول	۱۰۰۰
دی سولفور کربن	۲۰	اتیل آمین	۱۰
منواکسید کربن	۵۰	اتیل دی آمین	۱۰
تتراکلرید کربن	۱۰	فلوئور	۰.۱
کلر	۱ C	فرمالدهید	۵ C
تری فلوئورید کلر	۰.۱ C	n-هگزان	۵۰۰
کلرو بنزن	۷۵	هیدرازین	۱
کلرو اتان	۱۰۰۰	اسیدبرمیدریک بدون آب	۲۰
کلروفرورم	۵۰ C	اسید کلریدریک	۵ C

نام ترکیب شیمیایی	T.L.V بر حسب PPM	نام ترکیب شیمیایی	T.L.V بر حسب PPM
سیکلو هگزان	۲۰۰	اسید سیانیدریک	۱۰
اسید فلوئوریدریک	۲	پرکلریل فلوئورید	۲
آب اکسیژنه ۹۰٪	۱	فنول	۵
سیانید هیدروژن	۰.۰۵	فسژن	۰.۱
سولفورید هیدروژن	۱۰	فسفین	۰.۲۰
ید	۰.۱ C	تری کلرید فسفر	۰.۰۵
متان تیول	۱۰	پریدین	۵
متانول	۲۰۰	هگزا فلوئورید سلنیوم	۰.۰۵
کربونیل نیکل	۰.۰۰۱	انیدرید سولفورو	۵
اسید نیتریک	۲۵	سولفوریل فلورید	۵
نیترو بنزن	۱	هگزا فلورید تلور	۰.۰۲
دی اکسید ازت	۵ C	تترا هیدرو فوران	۲۰۰
تری فلوئورید ازت	۱۰	تولون	۲۰۰
نیترومتان	۱۰۰	تری اتیل آمین	۲۵
دی فلوئور اکسیژن	۰.۰۵	پاراگزیلن	۱۰۰
اوزون	۰.۰۱	پنتابوران	۰.۰۰۵

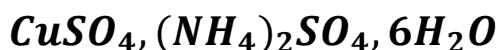
تهیه یک نمک کمپلکس و یک نمک مضاعف از مس

تئوری:

بسیاری از نمک ها در محلول مائی (آبی) بصورت هیدراته متبلور می شوند، مثل $CuSO_4, 5H_2O$ و $FeSO_4, 7H_2O$ واحدهای سازنده بلور در این موارد یونهای هیدراته هستند. مثل $[Cu(H_2O)_4]^{2+}$ و $SO_4(H_2O)^{2-}$ در بلور سولفات مس پنج آبه. بسیاری از فلزات واسطه یونهای کمپلکس پایداری می دهند که در آنها یون فلز متصل به مولکولها و یون های غیر از آب است نظیر $[Fe(CN)_6]^{3-}$ ، $[Co(NH_3)_6]^{3+}$ ، نمک هایی که دارای این قبیل یونهای کمپلکس هستند ترکیبات کئوردیناسیون یا کمپلکس نامیده می شوند. یعنی نمک های کمپلکس از ترکیب دو جسم حاصل می شوند و خواص شیمیایی و فیزیکی مختص به خود دارند و خواص اجسام تشکیل دهنده را نشان نمی دهند.

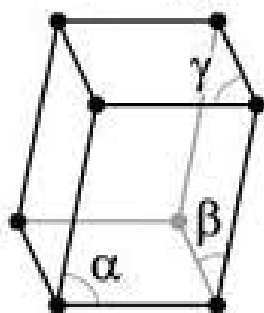
یک نمک مضاعف وقتی حاصل می شود که دو نمک با هم در یک نسبت مولی ساده متبلور شوند. این نمک های مضاعف شکل بلوری خاص خود را دارند و ضرورتی نیست که با شکل بلوری هیچکدام از دو نمک سازنده آن یکی باشد. مثلاً زاج ها در ردیف نمک های مضاعف به فرمول عمومی $M^{2+}M^{3+}(SO_4)_2, 12H_2O$ هستند که یک نمونه آن زاج پتاسیم آلومینیوم است $Al_2(SO_4)_3, K_2SO_4, (24H_2O)$ دسته دیگر از زاجها به فرمول عمومی $M^{2+}M^{1+}(SO_4)_2, 6H_2O$ می باشند که یک نمونه از آن فروآمونیم سولفات است $(NH_4)_2SO_4, FeSO_4, 6H_2O$. نمک های مضاعف در حالت محلول، خواص هر یک از یون های سازنده خود را نشان می دهند. در این آزمایش یک نمونه نمک مضاعف و یک نمونه نمک کمپلکس تهیه می شود.

روش تهیه نمک مضاعف کوپریک آمونیوم سولفات شش آبه:



۰/۰۱ مول سولفات مس پنج آبه و ۰/۰۱ مول سولفات آمونیوم را در ۷ میلی لیتر آب مقطر و در یک بشر حل نمایید. اگر لازم بود به ملایمت حرارت دهید تا نمک ها کاملاً حل شوند. محلول را به حال خود بگذارید تا سرد شده و بلور تشکیل گردد. در حالیکه عمل تبلور انجام می گیرد نمک کمپلکس را تهیه نمایید.

مشخصات بلور منو کلینیک:

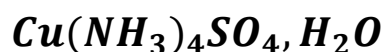


$$a \neq b \neq c$$

$$\alpha = \gamma = 90$$

$$\beta \neq 90$$

روش تهیه نمک کمپلکس تترا آمین مس (II) سولفات منو هیدرات:



۰/۰۰۵ مول سولفات مس پنج آبه کاملاً پودری را به بشر محتوی ۵ میلی لیتر آمونیاک ۶ M اضافه نموده ، بهم بزنید تا تمامی سولفات حل شود (در صورت عدم انحلال نمک مقدار بیشتری از محلول آمونیاک اضافه شود). از کنار بشر ۸ میلی لیتر اتیل الکل به آهستگی بیافزایید، بطوریکه محلول توسط الکل پوشیده شود، این مخلوط را هم بزنید و تکان ندهید بلکه درب محلول را با شیشه ساعت پوشانده به حال خود بگذارید تا نمک کمپلکس تشکیل شود. پس از تشکیل نمک، مخلوط را به آهستگی و به ملایمت بهم بزنید تا مطمئن شوید عمل تشکیل رسوب تکمیل شده است. پس از ته نشین شدن رسوب، مایع فوقانی را خارج نمایید. به کمک ۵ میلی لیتر محلول ۱:۱ آمونیاک غلیظ و اتیل الکل بلورها را صاف نموده و سرانجام با ۵ میلی لیتر اتیل الکل شستشو دهید و تا آنجا که امکان دارد بلورها را به کمک هوا خشک نمایید.

مقایسه پاره ای خواص از نمک های ساده، مضاعف و کمپلکس:

در حدود ۵۰۰ میلی گرم سولفات مس پنج آبه را در یک لوله آزمایش پیرکس حرارت دهید تا به نوع انیدر (بدون آب) آن تبدیل گردد ($CuSO_4$). سپس ۲ تا ۳ میلی لیتر آب مقطر به آن بیافزایید و تغییر رنگی را که مشاهده می کنید یادداشت نمایید. اینک قطره قطره ۵ میلی لیتر آمونیاک ۶ مولار بیافزایید و مشاهدات خود را یادداشت کنید. (ابتدا هیدروکسید مس (II)، سپس کمپلکس تتراآمین مس (II) تشکیل می شود). رنگ دو لوله آزمایش را با هم مقایسه کنید و گزارش دهید که هر رنگ مربوط به کدام یون است. هر یک از دو لوله آزمایش را به طور جداگانه با ۲۰ میلی لیتر آب مقطر رقیق کرده، تغییر رنگی را که مشاهده می نمایید یادداشت کنید. (فقط در یکی از لوله ها رسوب هیدروکسید مس آبی رنگ حاصل می شود)

مقدار کمی از هر یک از نمک ها را در لوله های آزمایش جداگانه قرار داده به ملایمت حرارت دهید. تغییرات هر کدام را یادداشت کرده، گاز خروجی هر لوله را به کمک کاغذ تورنسل مرطوب شناسایی کنید {به ترتیب آمونیاک، آب، تری اکسید گوگرد، اکسید مس (II) سیاه بوجود می آید، که در اثر حرارت اکسید مس (II) به اکسید مس (I) قرمز رنگ تبدیل می شود}

پرسش:

- ۱- نمک های مضاعف و کمپلکس را تعریف نمایید.
- ۲- کلیه واکنش ها را به طور کامل بنویسید.
- ۳- آرایش الکترونی، نوع هیبریداسیون و شکل فضایی $[Cu(H_2O)_4]^{2+}$ ، $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ و $[CuF_6]^{3-}$ که سومی ممان مغناطیسی ۲/۸ بورمگنتون دارد، را مشخص نمایید.

$$\mu\sqrt{n(n+2)}, Z_{Cu}=29$$

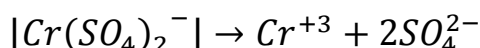
- ۴- در طول آزمایش تغییر رنگ های مشاهده شده را یادداشت نمایید و معلوم کنید هر رنگ مربوط به وجود کدام یون می باشد؟
- ۵- در تجزیه حرارتی نمک مضاعف و کمپلکس چه تفاوتی وجود دارد؟

(تفاوت با تغییر رنگ کاغذ PH معلوم می گردد)

تهیه آلومینیوم آمونیوم سولفات

تئوری

زاج ها در حقیقت نمک های مضاعف هستند و ضریب پایداری آنها به اندازه ای کم است که با هر معرفی می توان وجود یون های سازنده آنها را تشخیص داد. در اثر انحلال ، ابتدا تولید یون کمپلکس کرده ، سپس تفکیک شده و به صورت یون ساده در می آیند.



تمام نمک هایی که فرمول عمومی آنها $M_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$ باشد و در آنها M یک فلز سه ظرفیتی مانند $M: Al^{+3}, Fe^{+3}, Cr^{+3}$ یک فلز یک ظرفیتی از دسته قلیاییها $(Na^+, Ti^+, CS^+, Rb^+, K^+, NH_4^+)$ باشد ، زاج نامیده می شود.

زاج ها ، در دمای اتاق در آب کم محلولند و انحلال آنها از تالیوم به سمت سزیم کمتر می شود. در زیر فرمول شیمیایی ، نام و رنگ بعضی از زاج ها آورده شده است.

$NH_4[Cr(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$	زاج کروم-آمونیم	بنفش
$K[Cr(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$	زاج کروم-پتاسیم	بنفش تیره
$Na[Cr(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$	زاج کروم-سدیم	بنفش
$NH_4[Al(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$	زاج آلومینیوم-آمونیم	سفید
$Na[Al(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$	زاج آلومینیوم-سدیم	سفید
$K[Al(SO_4)_2] \cdot 12H_2O$	زاج آلومینیوم-پتاسیم	سفید

مواد لازم:

آلومینیوم (براده یا تیکه ای)، سدیم هیدرواکسید، آمونیاک، سولفوریک اسید

روش آزمایش:

در یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری مقدار ۰/۵ گرم آلومینیوم به ۶ میلی لیتر آب اضافه کنید و به آن ۱۵ میلی لیتر سود ۲ مولار بتدریج در چندین نوبت اضافه کنید. بعد از هر افزایش سود بگذارید گاز حاصل کاملاً خارج شود، در صورت لزوم مخلوط را بجوشانید تا آلومینیوم کاملاً حل شود. محلول را با آب تا ۴۰ میلی لیتر رقیق و سپس صاف نمائید.

در یک آزمایش جداگانه مقدار ۱۵ میلی لیتر سود ۲ مولار را با سولفوریک اسید ۲ مولار تیترو کنید و مقدار اسید لازم برای این تیتراسیون را تعیین کنید.

محلول صافی آلومینات را با ۵۰ میلی لیتر آب رقیق کنید و ضمن حرارت دادن و بهم زدن همان مقدار اسیدی که برای خشتی کردن ۱۵ میلی لیتر سود مصرف شده قطره قطره به آن اضافه کنید. رسوب هیدراته آلومین را صاف و دوباره با آب گرم بشوئید. بدون خشک کردن، رسوب را در ۲۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۲ مولار در حال جوش بریزید و کاغذ صافی را نیز با همان اسید بشوئید. این محلول را تا حل شدن کامل آلومین بجوشانید. سپس بگذارید درجه حرارت محلول کمی از نقطه جوش سردتر شود و به تدریج ضمن بهم زدن ۱۰ میلی لیتر آمونیاک ۲ مولار اضافه کنید. اگر مقداری آلومین رسوب گردید، به اندازه کافی سولفوریک اسید ۲ مولار اضافه کنید تا حل شود. محلول بدست آمده را روی حمام بخار آب با شعله کم، تا شروع عمل تبلور تبخیر کنید. محلول را بحال خود بگذارید تا خنک شود، زاج بدست آمده را روی قیف بوخنر صاف کنید و در هوا خشک نمائید.

پرسش ها:

- ۱- فرمول واکنش های انجام گرفته در آزمایش فوق را بنویسید.
- ۲- ساختمان زاج چگونه است ؟
- ۳- آیا کاتیونهای دیگر می توانند جایگزین آمونیوم یا آلومینیوم شوند ؟
- ۴- اصطلاح ایزومرف را تعریف کنید؟ آیا ترکیبات ایزومرف ساختمان های مشابه دارند ؟
- ۵- برای پایداری یک زاج بهتر است یون M^{3+} کوچک باشد یا بزرگ، جواب خود را با ذکر مثال توضیح دهید ؟ (M) = فلز)

سنتز رنگدانه های زرد و نارنجی کروم

تئوری:

رنگدانه ها ذرات جامدی هستند که برای به وجود آوردن خصوصیات معینی در رنگ پراکنده می شوند، این خصوصیات عبارتند از: رنگ ظاهری ، پوشاندگی ، دوام و استحکام مکانیکی و محافظت سطوح فلزی در مقابل خوردگی.

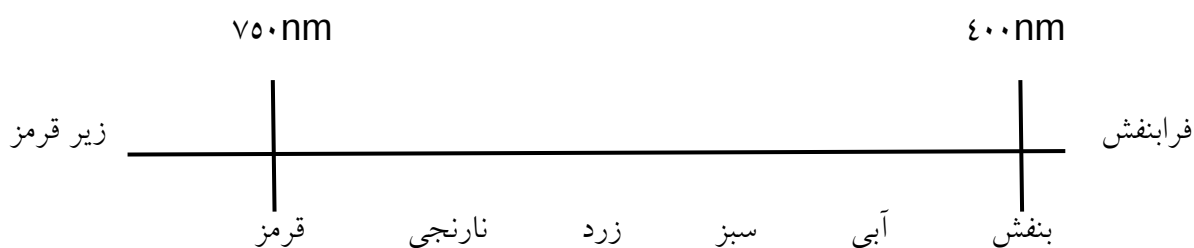
رنگدانه ها به دو گروه اصلی تقسیم می شوند ، رنگدانه ها و رنگدانه یارها.

الف) رنگدانه ها: رنگدانه ها به دو دسته معدنی و آلی تقسیم می شوند که از نظر خواص و کاربرد از همدیگر متمایز و متفاوت هستند.

ب) رنگدانه یارها: رنگدانه یارها موادی هستند که در رنگپایه نامحلولند و عملاً هیچ نقشی در دادن رنگ و پوشاندگی به رنگپایه ندارند این مواد تنها به منظور تعدیل و اصلاح خواص رنگ مورد استفاده قرار میگیرند.

خصوصیات عمومی رنگدانه:

رنگ: نور از جنس امواج الکترومغناطیسی است، که طیف وسیعی را با طول موج های بسیار متنوع تشکیل می دهد. اما فقط نور سفید است که چشم قادر به دیدن آن می باشد. این طیف از امواجی به طول ۴۰۰ تا ۷۵۰ نانومتر تشکیل شده است. شکل زیر ارتباط بین رنگ های مختلف و طول موج را نشان می دهد.



امواج با طول موج بین ۴۰۰ تا ۷۵۰ نانومتر را طیف نور مرئی می نامند، و رنگ ها در داخل این طیف جای می گیرند. امواج با طول موج بالاتر از ۷۵۰ nm (فرکانس پایین تر) را امواج زیر قرمز و امواج با طول موج پایین تر از ۴۰۰ nm (فرکانس بالا تر) را امواج فرابنفش می نامند ، که انرژی بالایی داشته و قدرت یونیزه کنندگی از خود بروز می دهند.

هنگامی که نور سفید بر روی شیء می تابد ممکن است به یک یا چند روش زیر اثر کند:

(۱) نور ممکن است کاملاً از سطح شیء مورد نظر منعکس یا پراکنده شود که در این صورت شیء به رنگ سفید ظاهر شود.

(۲) نور ممکن است کاملاً جذب سطح شیء مورد نظر شده که در این صورت شیء به رنگ سیاه نمایان خواهد شد. عملاً شیء وجود ندارد که انعکاس یا جذب نور توسط آن به طور کامل صورت گیرد، با این وجود سطوح برخی از اشیاء نظیر منیزیم اکسید تا حدود زیادی نور را منعکس و سطوح کربن سیاه خالص تا حدود زیادی نور را جذب میکنند.

(۳) وقتی نور به شیء می تابد، آن شیء بعضی از طول موجهای مشخص را جذب و بعضی دیگر را منعکس می کند، در نتیجه شیء مورد نظر به صورت رنگین نمایان می شود که طبیعت طول موج های منعکس شده، رنگ ظاهری شیء را مشخص می کند.

در عمل اگر حالت سوم با حالت اول توأم باشد، قسمت اعظم نور رسیده به شیء منعکس و فقط طول موج های کمی جذب آن می شود. در این صورت شیء روشن تر به نظر می رسد، اما اگر حالت سوم توأم با حالت دوم باشد، قسمت اعظم نور رسیده به شیء جذب و فقط طول موج های کمی منعکس می شود و در آن صورت شیء به رنگ تیره تر نمایان خواهد شد.

هنگامی که مخلوطی از رنگدانه های رنگین در معرض نور سفید قرار می گیرد، رنگ مشاهده شده آنها به خصوصیات جذب و انعکاس یکایک رنگدانه های موجود در مخلوط بستگی دارد. برای مثال مخلوطی از

رنگدانه های زرد و آبی را در نظر بگیرید، آبی طول موج های قرمز، نارنجی و زرد را جذب میکند، در صورتی که زرد طول موج های آبی و بنفش را جذب می کند و مخلوط آنها به رنگ سبز نمایان می شود، رنگ سبز از تفریق مخلوط رنگ ها به دست می آید.

از طرف دیگر، مخلوطی از رنگدانه های سبز و قرمز، بر خلاف رنگ های اصلی در اثر جذب، رنگ زرد را تولید نخواهند کرد. بنابراین در مخلوط کردن رنگدانه ها، رنگ زرد به عنوان رنگ اصلی شناخته میشود و رنگدانه های اصلی قرمز، زرد و آبی می باشند. با وجود این، با هر ترکیبی از این سه رنگدانه اصلی غیرممکن است که به رنگ سفید دست یابیم بلکه در نتیجه تأثیرات جذب، طیفی از رنگهای خاکستری به دست می آید.

پایداری در مقابل نور

اشعه فرابنفش خورشیدی بر پیوندهای شیمیایی اثر میگذارد، در مواردی باعث شکستن و در مواردی باعث پیوند آنها میشود. این پدیده در مورد رنگدانه ها نیز صادق است و باعث تیرگی یا زردشدگی آنها می شود. به عبارت دیگر تغییر ساختار شیمیایی باعث تغییر طیف جذبی رنگدانه می شود و آرایش رنگی رنگدانه تغییر می کند. طبیعی است که اگر رنگدانه قابلیت جذب اشعه فرابنفش را داشته باشد، به طوری که ساختار شیمیایی آن تغییر نکند و انرژی جذب شده را به صورت گرما از دست بدهد، رنگدانه هایی با پایداری رنگی بالا می باشند. پایداری یک رنگدانه در مقابل نور به عوامل مختلفی بستگی دارد که عبارتند از :

الف) ساختار شیمیایی

ساختار شیمیایی بیشتر رنگدانه های معدنی در شکل خالص خود و همچنین به جز استثناهایی، در حالت مخلوط با دیگر رنگدانه ها، پایداری خوبی در مقابل نور دارند. در صورتی که رنگدانه های آلی در حالت خالص و مخلوط با کم رنگ کننده ها پایداریشان در مقابل نور بسیار متغیر است، با وجود این، حقیقت جالب توجه این است که پایداری رنگدانه های آلی در مقابل نور و پایداری عمومی آنها با افزایش اندازه مولکولی و ترکیب آنها بهبود می یابد.

ب) درجه خلوص:

منظور از خلوص؛ همراه نبودن سایر رنگدانه ها با رنگدانه مورد نظر می باشد. یک رنگدانه ممکن است که در حالت خالص در مقابل نور پایدار باشد ولی وقتی با رنگدانه کمرنگ کننده سفید (یا رنگدانه های دیگر) مخلوط شود ممکن است پایداریش را در مقابل نور از دست بدهد، که میزان پایداری در مقابل نور بستگی به میزان کم رنگ کننده افزوده شده دارد.

ج) شرایط فیزیکی:

پایداری یک رنگدانه در مقابل نور مقدار کمی به اندازه ذرات بستگی دارد، ولی گاهی اوقات ساختار بلوری و پایداری در مقابل نور به هم ارتباط دارند. برای مثال، ترکیبات کروم دار سرب و یا نوع آنتاز رنگدانه تیتانیم دی اکسید نسبت به نوع روتیل بیشتر تحت تأثیر نور قرار می گیرد.

د) شرایط در معرض قرار گرفتن رنگدانه:

پایداری رنگدانه در مقابل نور، فقط هنگامی حائز اهمیت است که رنگدانه درون فاز مایع رنگ پخش شده باشد و در این صورت طبیعت فاز مایع بر روی کارایی رنگدانه تأثیرگذار خواهد بود. وقتی که پایداری رنگدانه در مقابل نور به تنهایی اندازه گیری می شود فیلم رنگدانه پخش شده تحت شرایط کنترل شده ای در معرض نور فرابنفش قرار می گیرد. در صورتی که عملاً در هنگام کاربرد رنگ، این فیلم در معرض شرایط جوی کنترل نشده ای مثلاً باران و نور خورشید واقع می شود که این شرایط کم و بیش بر کارایی فیلم تأثیر میگذارند. به طور کلی واژه دوام یک فیلم رنگ به کارایی آن فیلم هنگامی که در معرض شرایط بیرونی قرار می گیرد اطلاق می شود.

قابلیت انحلال رنگدانه ها:

الف - قابلیت انحلال رنگدانه ها در آب:

رنگدانه های معدنی به جز یک یا دو استثناء مخصوصاً ترکیبات کروم دار روی و استرانسیوم، همگی در آب نامحلولند. در میان رنگدانه های آلی، اکثریت در آب نامحلولند اما تعدادی از آنها تمایل به رو افتادن در آب گرم را دارند.

(رو افتادن: اصطلاحی است که جهت توصیف تغییر رنگ دهندگی یا بدرنگی به کار می رود. گاهی اوقات بر اثر اعمال یک رنگ سفید یا روشن بر روی یک رنگ تیره آشکار می شود).

ب- قابلیت انحلال رنگدانه در حلال ها، رزین ها و روغن ها

رنگدانه های معدنی در حلال ها، رزینها و روغن های مصرفی در صنعت رنگسازی نامحلولند. قابلیت انحلال رنگدانه های آلی علاوه بر نوع رنگدانه، به طبیعت و میزان گروههای استخلافی موجود در مولکول آنها نیز بستگی دارد. به طور کلی تونرها، لیکها نسبت به رنگدانه های دیگر کمتر محلولند. اما حلال های قوی مثل کتونها و استرها نسبت به سایر حلال های هیدروکربنی مصرفی بیشتر موجب بروز پدیده رو افتادن می شوند. تعداد کمی از رنگدانه ها یا حلال های هیدروکربنی که مصرف زیادی در صنعت رنگ دارند ایجاد رو افتادن می کنند.

ج) ناخالصی های محلول در آب رنگدانه ها:

در ساخت بسیاری از رنگدانه ها مقداری از انواع کلریدها و سولفاتهای محلول در آب به صورت محصولات فرعی همراه با رنگدانه اصلی تولید می شود. گاهی اوقات خارج کردن کامل این مواد مشکل است و در بسیاری از موارد مصرف وجود آنها چندان مهم و تعیین کننده نیست. اما اگر این رنگدانه ها در آسترهای اولیه برای فلزات به کار رود حتی مقادیر جزئی از این نمک ها می توانند باعث تحریک و تسریع عمل خوردگی شوند لذا به همین خاطر توصیه می شود که قبل از استفاده از رنگدانه مورد نظر میزان اینگونه نمک های موجود در آن را تعیین کرد. بهترین روش تعیین میزان ناخالصی های محلول در آب برای یک رنگدانه در استاندارد انگلیسی ۳۴۸۳، بخش های C₂ و C شرح داده شده است.

اندازه ذرات:

اندازه ذرات یک رنگدانه تأثیر بسزایی در بعضی از خصوصیات رنگ نظیر درخشندگی و برق، قدرت پوشش، ممانعت از ته نشینی و یکنواختی دارد. حداقل اندازه ذرات رنگدانه، که قابلیت پخش نور و پوشاندگی عالی از خود نشان دهد، باید تقریباً نصف اندازه طول موج نوری باشد که بر آن می تابد. این حداقل بین ۰/۲ تا ۰/۴ میکرون می باشد. در پایین تر از این حدود، ذرات قابلیت انعکاس نور خود را از دست می دهند و در بالاتر از آن، امکان انعکاس بیشتر نور توسط ذرات کم می شود (قدرت پوشش کاهش

می یابد). رنگدانه ها اندازه های متنوعی دارند که از حدود ۰/۰۱ میکرومتر، در مورد بعضی از دوده ها شروع شده و به ۵۰ میکرومتر در مورد بعضی از رنگدانه یارها میرسند. هیچ یک از نمونه های رنگدانه های موجود اندازه های یکسان و یکدستی ندارند و در حقیقت مجموعه ای از ذرات با اندازه های مختلف میباشند، اما اندازه درصد بالایی از ذرات به یک عدد مشخص نزدیکتر است و اندازه تعداد کمی از ذرات در بالا و پایین عدد قرار می گیرد و به همین خاطر اندازه ذرات یک رنگدانه را همان عدد مشخص، تعیین می کند. رنگدانه های جدید عموماً عاری از ذرات درشت و ذرات بسیار ریز می باشند. زیرا درشت بودن ذرات موجب می شود که در هنگام پخش کردن رنگدانه در رنگ احتیاج به عملیات بیشتری باشد، در حالی که اگر اندازه ذرات بسیار ریز باشد قدرت پوشانندگی کمی خواهند داشت و یا اصلاً قدرت پوشانندگی ندارند. البته گمان می رود که دلایل برنزه شدن بعضی از رنگدانه ها مانند آبی پروس، نیز اندازه بسیار ریز ذرات می باشد. اندازه ذرات بسیاری از رنگدانه یارهای طبیعی بزرگتر از اندازه ذرات رنگدانه های مصنوعی می باشد. به همین علت باید اندازه اینگونه رنگدانه ها را از طریق عملیات آسیا و جدا سازی در آسیاهای مناسب، مانند آسیای ریموند یا دستگاههای میکرونیزه کننده به حد مطلوب کاهش داد.

کل ذرات:

مواد جامد، یا بی شکل هستند یا بلورین: ذرات مواد بلوری ممکن است معکبی، کروی و یا گره گره، تیغه ای، سوزنی یا ورقه ای و... باشند. شکل ذرات رنگدانه تأثیراتی بر خصوصیات رنگ می گذارد که عبارتند از: - سیالیت رنگ

- مقاومت رنگدانه در مقابل ته نشین شدن

- پایداری یا دوام فیلم رنگ

فعالیت شیمیایی:

احتمال دارد که یک رنگدانه در شرایطی موجب انجام واکنش هایی در داخل رنگ شود که مصرف آن را محدود کند. به عنوان مثال بعضی از رنگدانه ها، مانند روی اکسید که یک اکسید آفوتراست را نباید با رزینهایی که گروههای اسیدی زیاد دارند، مخلوط کرد. زیرا در این صورت واکنشی انجام می گیرد که موجب ژل شدن رنگ داخل قوطی می شود. با در مورد نمک های سرب که گاز هیدروژن سولفید موجود

در فضای مناطق صنعتی با آن وارد واکنش شده و به سرب سولفید سیاه رنگ تبدیل می شود به همین علت چنین رنگهایی در محیط های آلوده به سولفوریک اسید، تیره میشوند: $Pb^{2+} + H_2S \rightarrow PbS + 2H^+$

پایداری گرمایی:

دانستن دمایی که در آن دما، ساختار شیمیایی با طبیعت رنگدانه تغییر می کند، بسیار مهم است. بخصوص زمانی که بخواهیم از رنگدانه ها برای ساخت رنگ های کوره ای و رنگ های مقاوم در مقابل گرما استفاده کنیم. اطلاعاتی از این قبیل را می توان در کتاب های مربوط به رنگدانه ها ، رنگ ها و بروشورهای کارخانه های سازنده رنگدانه ها پیدا کرد. به هر حال، داشتن چنین شناختی در فرموله کردن رنگ ها بسیار مهم است. اغلب رنگدانه های معدنی و بسیاری از رنگدانه های آلی برای مدتهای کوتاه بدون تجزیه شدن، دماهای تا $120^\circ C$ را تحمل می کنند. اما در دماهای بالاتر از 120° مقاومت تعدادی از رنگدانه ها به شدت کاهش می یابد و این موضوع یکی از مورد طبقه بندی رنگدانه ها می باشد.

زرد کروم $PbCrO_4$

این رنگدانه ممکن است به تنهایی مصرف شود و یا بر حسب نوع رنگشان با سایر نمک های سرب ممزوج شده باشد رنگ آنها از زرد کمرنگ و لیمویی تا نارنجی و سرخ متغیر است. تنوع وسیع آن به ترکیب درصد تشکیل دهنده آن ساختار بلوری و اندازه اجزاء رنگدانه بستگی پیدا می کند. بنابراین، عواملی لازم است کنترل شود تا رنگ دلخواه به دست آید. از جمله مواد خام، غلظت واکنش دهنده ها، دما، اسیدی یا قلیایی بودن محلول هنگام رسوب گیری، همزدن و مخلوط کردن مواد می باشند.

جدول ۷-۱ رابطه بین ترکیبات مختلف همراه با سرب کرومات و رنگ آنها

ترکیبات شیمیایی	رنگ
سرب کرومات + سرب سولفات + آلومینا	زرد کمرنگ
سرب کرومات + سرب سولفات (مقدار نسبی دو جزء تعیین کننده درجه رنگ است)	لیمویی
سرب کرومات خالص	زرد متوسط
سرب کرومات + سرب هیدروکسید	نارنجی
سرب کرومات + سرب مولیبدات + سرب سولفات	سرخ

ترکیبات سرب، اساساً در دسته مواد سمی قرار دارند و معمولاً در قوانین محیط زیست برای استفاده از آنها مقررات خاصی برای تولید کنندگان و مصرف کنندگان وضع می شود. استفاده از رنگ های دارای رنگدانه های سرب برای رنگ کردن وسایلی که در دسترس بچه هاست (اسباب بازی) به طور اکید و خاصی منع شده است. حتی توصیه می شود که در ساخت رنگ های تزئینی که بیشتر در دسترس کودکان می باشند، از این قبیل رنگدانه ها استفاده نشود. موارد استفاده از رنگدانه های سرب کرومات و مشتقات آن بیشتر در رنگ هایی است که چه مستقیم و چه غیرمستقیم از دسترس انسان دور باشد.

شدت رنگ رنگدانه لیموئی کروم را می توان با تغییر نسبت سرب سولفات به سرب کرومات در هنگام رسوب گیری رنگدانه، تنظیم کرد. افزایش مقدار سرب سولفات، منجر به تولید رنگدانه کم رنگ تر میشود. رنگدانه لیموئی کروم، معمولاً در سه نوع کم رنگ، طبیعی و پررنگ تهیه می شود. درجه قرمزی این سه رنگدانه نسبت به رنگدانه زرد کم رنگ بیشتر است و دارای ساختار بلوری تک محوری مورب می باشد.

رنگدانه زرد متوسط سرب کرومات معمولی $PbCrO_4$ می باشد که ساختمان بلوری تک محوری مورب دارد. شدت رنگ این رنگدانه نسبت به رنگدانه لیموئی بیشتر است و درجه قرمزی آن نیز بالاتر می باشد. رنگدانه نارنجی، سرب کرومات، بازی می باشد که درجه رنگ آن را میتوان با تغییر دادن نسبت سرب کرومات به سرب هیدروکسید تنظیم کرد.

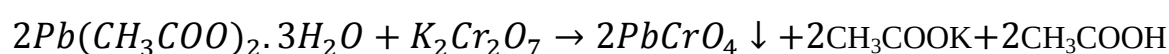
اگر سرب کرومات را توأم با سرب مولیبدات رسوب گیری کنیم، محصولات عمل رنگدانه های سرخ یا نارنجی پررنگ با درخشندگی و پوشانندگی استثنایی می باشند. اغلب مقداری سرب سولفات نیز همزمان رسوب داده می شود تا رنگ و پایداری رنگدانه بهبود یابد. نسبت اجزای متشکله رنگدانه سرخ تقریباً ۸۰ درصد سرب کرومات، ۱۲ درصد سرب مولیبدات و ۸ درصد سرب سولفید می باشد. رنگدانه سرخ بسته به میزان اجزاء تشکیل دهنده آن در سه نوع مختلف از نظر درجه رنگ تهیه می شود.

تهیه این رنگدانه، به روش رسوب دادن با استفاده از محلول نمک های سرب و محلول کروماتها با محلول مخلوط کروماتها با سولفات یا مولیبدات، میباشد. هرگاه بخواهیم برای تهیه این نمک ها از لیتارژ (سرب اکسید) استفاده کنیم، باید ابتدا آن را به نیترات یا استات محلول در آب تبدیل کنیم. اما در بعضی موارد نمک های بازی، از قبیل استات یا کلرید بازی، به صورت تعلیقی مورد استفاده قرار می گیرند. عموماً سرب نیترات بر سرب استات ترجیح داده می شود. زیرا رنگدانه حاصل از آن، ثبات نوری بیشتری دارد.

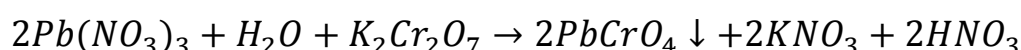
معمولاً منبع کروماتهای مصرفی سدیم دی کرومات می باشد زیرا اولاً این ماده ازنمک پتاسیم ارزاتر است و ثانیاً خاصیت انحلال پذیری آن زیاد میباشد و در نتیجه راحتتر حل شده و تهیه محلول آن آسانتر خواهد بود.

روش تهیه زرد کروم:

برای تهیه آن، باید ۳/۸۷g سرب استات را در ۵۰ ml آب حل کرده و به این محلول ۱/۵ g پتاسیم دی کرومات اضافه شود. رسوب را به مدت نیم ساعت در درجه حرارت ۸۵-۹۰°C روی بخار آب قرار داده و سپس صاف می کنند. در دمای ۱۰۰°C کاملاً خشک می شود.



در صورتی که سرب نیترات به جای سرب استات به کار رود، واکنش به صورت زیر خواهد بود.

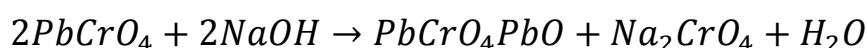


نارنجی کروم $PbCrO_4$

نارنجی کروم، از نظر شیمیایی همان سرب کرومات بازی می باشد. دامنه تغییر رنگ نارنجی کروم از نارنجی روشن تا نارنجی تیره است که به اندازه ذرات آن مربوط می شود وقتی که ذرات درشت تر هستند، رنگ آن قرمز تر و یا نارنجی تیره تری نسبت به نارنجی روشن است. اندازه ذرات به شدت قلیا مربوط میشود که در نتیجه با افزایش قلیا ذرات درشت تر و مات تری حاصل می شود.

روش تهیه نارنجی کروم:

ابتدا ۳/۸۷g سرب استات را در ۵۰ ml آب حل کنید. سپس به آن ۱/۵ g پتاسیم دی کرومات بیافزایید. در هنگام جوشیدن، به آن ۲۰ml سود ۴ نرمال اضافه کنید رسوب قرمز نارنجی حاصل را به مدت ۲۰ دقیقه در درجه حرارت ۹۰°C روی بخار آب قرار دهید، سپس صاف کرده و خشک کنید.



توضیح: در هر دو آزمایش فوق موارد دیگری نظیر دی کرومات پتاسیم، نمک های سرب، کربنات سرب و قلیاهایی نظیر سود و کربنات سدیم می توان بکار برد.

خصوصیات سرب کرومات

مهمترین خصوصیات سرب کرومات عبارتند از :

- وزن مخصوص ۵/۹-۶/۲
- جذب روغن ۱۲-۱۶
- ضریب انکسارنوری ۲/۴

این رنگدانه ها، همگی درخشان هستند، از قدرت پوشاندگی خوب و قدرت هم رنگ کنندگی بالایی برخوردارند. پایداری عمومی آنها خوب است. اما در گذشته، هنگامی که فیلم رنگ های حاوی این رنگدانه ها به مدت طولانی در معرض هوا قرار می گرفتند به خصوص در سطوح خارجی، کمی تیره رنگ می شدند. امروزه این رنگدانه ها را طوری می سازند که عیب یاد شده را نداشته باشند، با وجود این، وقتی که رنگ حاوی این رنگدانه ها در مناطق صنعتی مورد استفاده قرار می گیرد، به علت وجود گاز هیدروژن سولفید، فیلم رنگ تیره می شود و زمانی که در معرض گاز گوگرد دی اکسید قرار می گیرند، تمایل به سفید شدگی پیدا می کند.

سرب کرومات در مقابل فاز مایع رنگ غیرفعال بوده و با اکثر رنگدانه های دیگر سازگاری دارد. با وجود این توصیه می شود که این رنگدانه های حاوی سولفیدها، مانند آبی لاجورد، مخلوط نشود زیرا در این صورت به علت تشکیل ماده سیاه رنگ سرب سولفید، رنگ رنگدانه تیره می شود وقتی که این رنگدانه با آبی پروس مخلوط می شود، رنگدانه های سبزکروم به دست می آید.

طرز شناسایی سرب کرومات

اگر این رنگدانه را با محلول رقیق هیدروکلریک اسید حرارت دهیم تا اندازه ای حل می شود و محلولی به دست می آید که حاوی یونهای سرب و کرومات می باشد. از این محلول می توان برای شناسایی یون های سرب و کرومات استفاده کرد. اگر محلول به مدت طولانی جوشانیده شود، ممکن است همراه با آزاد شدن اکسیدهای کلر، کرومات به نمک کرومیت تبدیل شود که تمام این ترکیبات سمی می باشند و باید از تنفس آنها شدیداً دوری کرد.

پرسش ها:

- ۱- معادله واکنش های بکار رفته در تهیه زرد کروم و نارنجی کروم را بنویسید.
- ۲- راندمان عمل را برای زرد کروم و نارنجی کروم محاسبه نمایید.
- ۳- آیا می توان از Cr(III) به زرد کروم رسید؟ روش عملی چگونه است؟

تهیه پیگمان آبی آهن

تئوری:

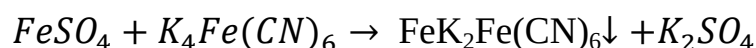
این رنگدانه ها ترکیبات فروسیانید آهن می باشند که یک فلز قلیایی یا آمونیاک نیز همراه آنها است. اگر فلز قلیایی، پتاسیم باشد، آنها را آبیهای پتاس یا غیر برنزی و اگر همراه با آمونیاک باشند آنها را آبیهای برنزی می نامند. اصطلاحات برنزی و غیر برنزی مربوط به میزان شباهت رنگ فیلم خشک رنگ های ساخته شده از این رنگدانه ها با رنگ فلز برنز می باشد.

آبیهای غیر برنزی یا آبیهای پتاس

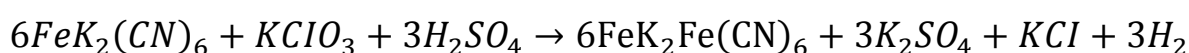
این رنگدانه ها را معمولاً اشکالی از پتاسیم آهن (III) فروسیانید $KFe[Fe(CN)_6]$ میدانند و می توان آنها را به دو روش مستقیم و غیر مستقیم تهیه کرد. این رنگدانه ها به صورت بسیار ریزی رسوب می کنند و همین مسئله باعث شده است که در هنگام تهیه، فیلتر کردن رسوب آنها بسیار به سختی انجام گیرد. به همین علت عمل رسوب گیری آنها در 50°C یا نزدیک به این درجه حرارت انجام می گیرد تا اندازه ذرات رسوب به حدی باشد که مشکلات فیلتر کردن بر طرف شود.

روش غیر مستقیم تهیه آبیهای غیر برنزی:

محلول بسیار گرمی از پتاسیم فروسیانید به غلظت ۱۰٪ به آرامی و همراه با هم زدن به محلول بسیار گرمی از آهن (II) سولفات با غلظت ۱۰٪ که حاوی یک درصد سولفوریک اسید می باشد اضافه می شود، (دمای محلول آهن (II) سولفات بین ۹۵ الی 100°C درجه می باشد) در نتیجه این عمل، طبق معادله زیر، رسوب سفید پتاسیم آهن (II) فروسیانید به وجود می آید:



سطح رسوب ایجاد شده در نتیجه اکسید شدن توسط اکسیژن هوا سریعاً آبی می شود، اکنون رسوب حاصل را باید از طریق اکسیداسیون به آهن(III) فروسیانید که همان رنگدانه آبی غیر برنزی میباشد، تبدیل کنند که این عمل را می توان توسط تعدادی از مواد اکسید کننده از قبیل کلراتها، بی کرومات و گاز کلر انجام داد. برای این کار از هوا نیز می توان استفاده کرد. به شرط آنکه برای جلوگیری از تشکیل آهن (III) اکسید محیط عمل به حد کافی اسیدی شود، از میان مواد نامبرده به میزان وسیعی مورد استفاده قرار می گیرد. و محیط عمل توسط سولفوریک اسید، اسیدی می شود تحت این شرایط می توان معادله واکنش انجام یافته را به صورت زیر نشان داد:



آبی پروس

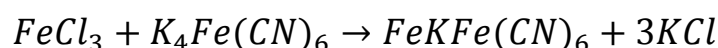
برای آگاهی از کامل شدن اکسیداسیون یک قطره از مخلوط واکنش را برروی یک کاغذ صافی می گذارند. در نتیجه این عمل لکه آبی رنگی برروی کاغذ صافی ایجاد می شود که حلقه روشنی در اطراف آن مشاهده می شود. پس از آن یک قطره از محلول آمونیوم تیوسیانات یا پتاسیم را به صورتی برروی کاغذ صافی میگذارند که در تماس با حلقه روشن باشد، تشکیل رنگ قهوه ای مایل به قرمز کامل شدن اکسیداسیون است و در غیر اینصورت هیچ رنگی تولید نخواهد شد.

مراحل بعدی، شامل صاف کردن و شستشو دادن رنگدانه به وجود آمده است که به علت پایین بودن وزن مخصوص رنگدانه و بسیار ریز بودن ذرات آن این مراحل بسیار به آهستگی صورت می گیرد. خارج کردن نمک های محلول از درون رنگدانه بسیار مشکل اما مهم است، زیرا وجود چنین نمک هایی منجر به سخت شدن رنگدانه می شود.

عمل خشک کردن رنگدانه باید در درجات حرارت پایین، ترجیحاً در ۵۰-۶۰ °C درجه صورت گیرد، در غیر این صورت رنگدانه در خلال خشک شدن تبدیل به یک ماده سخت می شود و در نتیجه آسیاب و پخش کردن آن در فازهای مایع رنگ به سختی انجام خواهد شد.

روش مستقیم تهیه آبیهای غیر برنزی

محلول بسیار گرمی از آهن(III) کلرید با غلظت ده درصد را در حضور هیدروکلریک اسید به محلول جوشانی از پتاسیم فروسیانید به غلظت ده درصد اضافه می کنند. در نتیجه این عمل، طبق معادله زیر رسوب پتاسیم آهن(III) فروسیانید (آبی غیر برنزی) به وجود می آید:

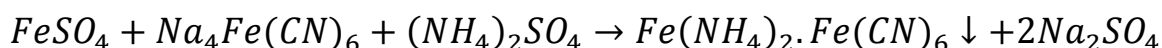


پس از آن، مراحل صاف کردن، شستشو و خشک کردن مطابق آنچه که در روش غیر مستقیم متداول نیست، زیرا که روش غیر مستقیم ارزانتر است و رنگدانه به دست آمده از این روش درخشان تر نیز میباشد.

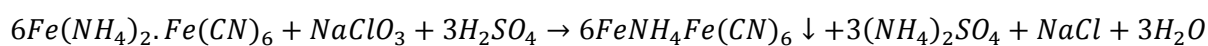
آبی های برنزی

تفاوت این رنگدانه ها با رنگدانه های آبی غیربرنزی در جانشین شدن رادیکال آمونیوم بجای سدیم میباشد، دومین تفاوت در ماده اولیه مصرفی برای تهیه آنها می باشد که در اینجا از سدیم فروسیانید استفاده میشود.

این رنگدانه معمولاً به روش غیر مستقیم تهیه می شود و مراحل تهیه آنها شبیه مراحل تهیه آبیهای غیربرنزی است. محلول بسیار گرمی از سدیم فروسیانید با غلظت ده درصد را در حضور آمونیوم سولفات به محلول بسیار گرمی از آهن(II) سولفات با غلظت ده درصد اضافه می کنند.



سپس رسوب سفید حاصل را با سدیم کلرات در حضور سولفوریک اسید، اکسید می کنند:



آبی برنزی

رنگدانه حاصل را صاف کرده و شستشو می دهند و بالاخره در درجه حرارت ۵۰-۶۰°C خشک می کنند.

*دراین آزمایش یک رنگدانه آبی برنزی آهن را به روش فوق سنتز می کنیم.

روش کار:

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 بوخنر 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.

خواص رنگدانه های آبی پروس:

نظر به مشکلات موجود در فرآیند خشک کردن این رنگدانه ها و مشکلات بعدی حاصل از این مرحله که در مراحل آسیاب و پخش کردن آنها پیش می آید، کارهای نسبتاً زیادی انجام شده است تا در فرآیند تولید این رنگدانه ها روغن را جانشین آب کنند. اما ثابت شده است که خصوصیات آبدوستی یا جذب آب این رنگدانه ها موجب گردیده که عملیات جانشین سازی روغن و آب بسیار به سختی صورت گیرد، این رنگدانه ها تمایل به مهاجرت به درون فازهای روغنی از خود نشان نمی دهند. اما در صورت استفاده از بعضی مواد فعال کننده سطح کاتیونی یا غیر یونی این امکان وجود دارد که بتوان خصوصیات سطحی این رنگدانه ها را تغییر داد. به این ترتیب صاف کردن آبی پروس و هم عمل جانشینی روغن به جای آب بسیار آسان صورت خواهد گرفت. در عمل جانشینی روغن به جای آب، خصوصیات آبی پروس از آبدوستی به آبریزی تغییر می یابد.

آبی پروس در مقابل اسیدهای معدنی و آلی مقاوم است اما توسط قلیاها تجزیه می شود. بنابراین عکس العمل این رنگدانه در مقابل اسیدها و قلیاها برعکس رنگدانه آبی لاجورد می باشد.

طرز شناسایی آبی پروس:

این رنگدانه زمانی که در یک بوته چینی به شدت حرارت داده شود ، شروع به سوختن می کند سوختن آن همراه با آزاد شدن گازهای سیانورژن می باشد و در پایان ماده ای باقی می ماند که به میزان زیادی حاوی آهن (III) اکسید است. آبی پروس توسط اسیدها مورد حمله قرار نمی گیرند. اما قلیاها سبب تجزیه آن می شوند.

کاربرد رنگدانه های آبی پروس:

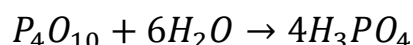
نوع غیر برنزی این رنگدانه در ساخت رنگ و نوع برنزی آن در ساخت مرکب چاپ به کار می رود. با توجه به خاصیت آبی پروس در مقابل قلیاها ، این رنگدانه برای استفاده در ساخت رنگ هایی که بر روی سطوح قلیایی ، نظیر سطوح گچی و بتونی اعمال می شوند و یا در رنگهای پایه آبی مناسب نیست. این رنگدانه تا زمانی که فتالوسیانین آبی شناخته نشده بود به مقدار زیاد در رنگ سازی مصرف می شد، اما در سالهای اخیر مصرف آن محدود شده است. آبی برنز استفاده گسترده ای در صنعت چاپ دارد.

تهیه پنتاسدیم تری فسفات

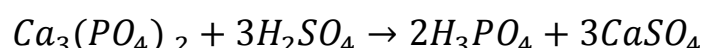
تئوری:

فسفات‌ها

از احتراق فسفر در اکسیژن فراوان، فسفر (V) اکسید (فسفریک اکسید)، P_4O_{10} بوجود می‌آید که پودری سفید رنگ است و میل شدیدی به آب دارد. بسیاری از فسفریک اسیدهای گوناگون از افزودن آب به P_4O_{10} تولید میشوند. مهمترین اسید فسفر در حالت H^+ ، اورتوفسفریک اسید (فسفریک اسید) نامیده میشود.



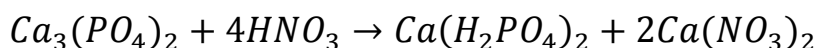
در صنعت، از اثر سولفوریک اسید بر سنگ فسفات دار، فسفریک اسید به دست می‌آید.



این ترکیب، جامدی بیرنگ است ولی معمولاً به صورت محلول ۸۵٪ به فروش می‌رسد.

اسیدهای دیگر مانند H_3PO_2 (اسید هیپوفسفری)، H_3PO_3 (اسید فسفری)، HPO_3 (اسید متافسفریک) و $H_4P_2O_7$ (اسید پیروفسفریک) را می‌توان نام برد. هر کدام از این اسیدها، نمک‌های مختلفی با فلزات قلیایی خاکی تولید میکنند که از همه مهمتر، نمک‌های سدیم اسید اورتوفسفریک می‌باشد. مانند NaH_2PO_4 (فسفات منوسدیک)، Na_2HPO_4 (فسفات دی سدیک) و Na_3PO_4 (فسفات تری سدیک). هر کدام از این نمکها تعدادی مولکول آب تبلور همراه دارند که بر حسب درجه حرارت، مقدار آنها متغیر می‌باشد. ماده اولیه این نمکها فسفات دی سدیک می‌باشد.

فسفات‌ها، اجزاء مهمی از کودهای شیمیایی تجارتي هستند. از آنجایی که نیترا‌تها، نیز از اجزاء تشکیل دهنده کودهای شیمیایی محسوب می شود، مخلوطی که از اثر نیتریک اسید بر سنگهای فسفات حاصل می شود، کود شیمیایی بسیار مؤثری خواهد بود.



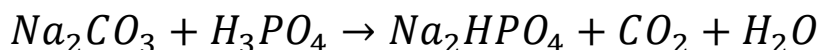
فسفات دی سدیک (فسفات دی بازیک) Na_2HPO_4

مواد لازم:

سدیم کربنات ، فسفریک اسید ، سولفوریک اسید ، معرف متیل اورانژ (هلیانتین)

روش کار:

ابتدا ۱۰ گرم سدیم کربنات را در یک بشر ۲۵۰ml بریزید. ۱۰۰ml آب مقطر ۸۰ °C به آن بیافزایید. PH محلول را اندازه بگیرید. سپس کم کم در حدود ۱ ml فسفریک اسید ۶۵٪ به محلول اضافه کنید. هر بار پس از افزودن فسفریک اسید، محلول را امتحان کنید تا وقتی که PH محیط ۸-۸/۵ شود. محلول حاصل را روی شعله قرار دهید تا حجم آن به $\frac{1}{3}$ حجم اولیه برسد. سپس محلول تغلیظ شده را روی حمام آب گرم (بن ماری) قرار دهید تا بلورهای تشکیل شده سطح محلول نمایان شوند. بلورهای حاصل را صاف کرده و شستشو دهید. کاغذ صافی محتوی بلور را در یک کریستالیزور منتقل کرده و در آون ۸۰ °C قرار دهید تا خشک شود.



تعیین درجه خلوص Na_2HPO_4 :

۲۵/۰ گرم از بلورهای فسفات دی سدیک رابه طور دقیق وزن کنید. در آب مقطر حل کرده به حجم ۱۰۰ml در یک بالن ژوژه برسانید. ۱۰ml از آن را برداشته با سولفوریک اسید $\frac{N}{10}$ در مجاورت معرف هلیانتین بسنجید. از حجم سولفوریک اسید مصرفی، درصد خلوص آن را به دست آورید.

کاربرد: در صنایع غذایی، سرامیک و پاک کننده ها کاربرد دارد.

فسفات منوسدیک NaH_2PO_4

مواد لازم:

فسفات دی سدیک بدون آب، سود $\frac{N}{10}$ ، معرف فنل فتالین، رزین مبادله کننده یون

روش کار:

ابتدا فسفات دی سدیک را در دمای $80^{\circ}C$ به مدت ۲۴ ساعت قرار دهید تا آب تبلور خود را از دست بدهد سپس آن را در حداقل آبگرم حل کنید به طوری که محلول اشباعی از آن به دست آید. با افزودن فسفریک $65\% PH$ محلول اشباع شده را به $4/5$ برسانید. محلول را روی حمام آبگرم قرار دهید تا حجم آن به $\frac{1}{10}$ حجم اولیه کاهش یابد. محلول غلیظ شده حاصل را سرد کنید. بعد از تشکیل بلورها، آنها را صاف کرده و با حداقل آب مقطر سرد شستشو دهید. سپس آن را در $80-100^{\circ}C$ به مدت دو ساعت قرار دهید.

تعیین درصد خلوص NaH_2PO_4 :

0.25 گرم از فسفات منوسدیک بدون آب را به طور دقیق وزن کرده و در 20 ml آب مقطر حل کنید. محلول حاصل را از رزین مبادله کننده عبور دهید. سپس رزین را با 100 ml آب مقطر بشوئید.

10 ml از محلول خارج شده از ستون را که شامل فسفریک اسید است برداشته و با سود $\frac{N}{10}$ در مجاورت فنل فتالین بسنجید. با توجه به حجم سود مصرفی، درجه خلوص فسفات منوسدیک را به دست آورید.

کاربرد: در صنایع غذایی، در تهیه بکینگ پودر استفاده می شود.

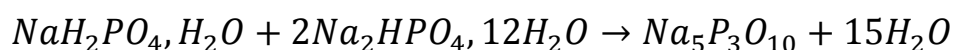
پنتاسدیم تری فسفات $Na_5P_3O_{10}$

مواد لازم:

فسفات منوسدیک ، فسفات دی سدیک

روش کار:

پنتا سدیم تری فسفات از فسفات منو سدیک و فسفات دی سدیک به نسبت ۱-۲ به دست می آید. اگر فسفات دی سدیک ۱۲ مولکول آب داشته باشد. ۱/۵ گرم فسفات منوسدیک و ۷/۸ گرم فسفات دی سدیک را کاملاً مخلوط کنید و در کوره $540-580^{\circ}C$ به مدت ۲ ساعت قرار دهید.



اگر در نسبت مولی دقت نشود، ممکن است نتیجه مطلوبی به دست نیاید، $Na_5P_3O_{10}$ به میزان کم تشکیل شود.

تعیین درصد خلوص پنتاسدیم تری فسفات $Na_5P_3O_{10}$:

۰/۲۵ گرم پنتاسدیم تری فسفات را به طور دقیق وزن کرده و ۲۵۰ ml آب مقطر حل کنید و به داخل ستون بریزید. سپس ۲۰۰ ml آب مقطر به آرامی از ستون عبور دهید. محلول حاصل از ستون که همان $H_5P_3O_{10}$ می باشد را به روش PH متری با محلول سود $\frac{N}{10}$ بسنجید. PH محلول را بعد از افزودن هر میلی لیتر سود اندازه بگیرید، نقاط اکی والان را به دست آورید و با توجه به حجم سود مصرفی در نقطه اکی والان، درصد خلوص آن را به دست آورید.

کاربرد: در صنایع غذایی، در نرم سازی آب (از بین بردن سختی آب) استفاده می شود.

پایدار کردن حالت اکسیداسیون در ترکیبات - تهیه کلورمس یک ظرفیتی

تئوری:

کلور مس یک ظرفیتی (CuCl) با استفاده از کاهش یونمس (II) با کمک گوگرد دی اکسید یا یون سولفیت در مجاورت یون کلور به دست می آید. یون مس (I) به محض تشکیل با یون کلورور متحده شده و کلورور مس (I) نامحلول حاصل می شود.

ابتدا محلول های زیر را تهیه کنید:

الف) ۱۰ g سولفیت سدیم را در ۵۰ ml آب حل کنید.

ب) ۱۳ g کلرید مس (II) را در ۲۵ ml آب حل کنید.

ج) محلول اسید سولفورو را با حل کردن ۱ g سولفیت سدیم در یک لیتر آب اضافه نمودن ۱۲ ml اسید کلریدریک ۲M تهیه کنید.

محلول (الف) را با آرامی به محلول (ب) در حالیکه هم می زنید اضافه کنید. کلرید مس (I) حاصل را که به حالت تعلیق است با حدود نصف محلول (ج) رقیق کنید و آن را به حالت خود بگذارید تا ته نشین شود. حتی الامکان مایع فوقانی را خارج کنید. رسوب را روی صافی شیشه ای sinteredGlass صاف کنید. رسوب را توسط بقیه محلول (ج) شستشو دهید مواظب باشید که روی رسوب همیشه بوسیله محلول پوشیده باشد. بالاخره رسوب را با اسید استیک کلاسیال، الکل و اتر شستشو دهید. رسوب را در اتو و در ۴۰-۵۰ درجه خشک کنید.

کلرید مس (I) به کندی در هوای مطوب اکسید می شود و به کلرید مس (II) با فرمول $\text{Cu}(\text{Cl})_2 \cdot 3\text{Cu}(\text{OH})_2$ تبدیل می شود از این رو باید در ظرف سربسته نگهداری شود.

۱- حدود ۱۰-۲۰ ml محلول کلرید پتاسیم تهیه کنید و حدود ۱g کلرید مس (I) به آن بفزائید نتیجه مشاهدات خود را یادداشت کنید. $CuCl$ در آب نامحلول ولی در KI (اشباع) بصورت $CuCl_2$ در آمده و حل می شود.

۲- حال به آن چند قطره اتیلن دی آمین بیفزایید و رسوب حاصل را شناسایی کنید.

گزارش کار باید شامل موارد زیر باشد:

۱- کلیه واکنش ها و معادلات مربوط

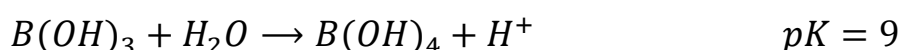
۲- مشاهدات

۳- راندمان واکنش

تهیه اسید بوریک از براکس

تئوری:

از بوراتها یا هیدرولیز هالیدهای بور ، اسید بوریک به صورت بلورهای سوزنی شکل سفید بدست می آید. در اسید بوریک واحدهای $B(OH)_3$ از طریق پیوندهای هیدروژنی با هم ارتباط پیدا کرده تشکیل ورقه با لایه های نامحدودی می دهند که تقریباً تقارن شش ضلعی دارند. فاصله لایه ها از یکدیگر $3/18$ انگسترم است و این امر سهولت متورق شدن این بلورها را توجیه می کند. حلالیت اسید بوریک در آب نسبتاً کم بوده و اسید ضعیفی می باشد که به عنوان پروتون دهنده عمل نمی نماید بلکه به عنوان اسید لوویس یا پذیرنده OH عمل می نماید.



اسید بوریک و بوراتها با دی اولها یا پلی اولها کمپلکس های پایداری تولید می نمایند قدرت اسیدی اسید بوریک با افزایش مواد کمپلکس دهنده فوق (نظیر گلیسرول) آنقدر افزایش می یابد که تیتراژ مستقیم آن با $NaOH$ امکان پذیر می گردد. در اثر ذوب شدن اسید بوریک ، B_2O_3 به صورت شیشه بدست می آید. مذاب حاصله به آسانی اکسیدهای فلزی را در خود حل کرده شیشه های بورات می دهد ، پیرکس شیشه ای از بور و سیلیکاتها می باشد.

در صنعت با استفاده از معادن بورات نظیر، راسوریت $Na_2B_4O_7, 4H_2O$ و اکلسیت

$NaCaB_5O_9, 8H_2O$ ، کلمانیت $Ca_2B_6O_{11}, 5H_2O$ نینکالو $Na_2B_4O_7, 18H_2O$ ابتدا بوراکس

تهیه می شود و پس از تغلیظ بوراکس، آن را با اسید سولفوریک اسیدی می نمایند. در نتیجه اسید بوریک حاصل می شود.

سنگ معدن خام در عمق ۳۵۰ تا ۸۰۰ در زیرزمین یافت می شود با مقادیر مناسبی از خاک رس مخلوط می باشد. پس از استخراج آن را خرد کرده و سپس کلسینه می نمایند. تا ناخالصی ها گرفته شده و تغلیظ شود . بوراکسی که بدست می آید در جه خلوص ۴۵٪ را دارد . از جوشاندن سنگ معدن

گولانیت ($Ca_2B_6O_{11}, 5H_2O$) با محلول سدیم کربنات به مدت ۳ ساعت بوراکس حاصل می شود بعد از صاف کردن محلول ، فرصت می دهند تا بوراکس متبلور شده و آن را جدا می کنند.

روش کار:

۳/۶ گرم بوراکس را وزن کرده در ارلن ۲۵۰ میلی لیتری بریزید و ۱۲ میلی لیتر آب جوش و ۱/۲ گرم اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه نمایید مخلوط بوراکس و اسید سولفوریک را خوب بهم بزنید. بدون سرد کردن پس از ۱۰ دقیقه اسید بوریک ته نشین می شود سپس آن را توسط قیف بوخنر صاف کنید رسوب را به مدت ۱۰ دقیقه در اتو در دمای ۶۰ تا ۷۰ درجه سانتی گراد خشک نموده و سپس وزن نمایید. با استفاده از وزن محصول راندمان عمل را نسبت به بوراکس بکار برده شده تعیین کنید.

سنجش اسید بوریک:

اسید بوریک اسید ضعیفی است در آب مانند یک اسید یک ظرفیتی با $pK_a = 9/2$ عمل می کند. سنجش اسید بوریک با دقت کافی ممکن نیست . مگر در عمل تشکیل کمپلکس بین الکلها و اسید بوریک که خاصیت اسیدی آن تقویت می شود برای پایداری کمپلکس های بورات و بالا بردن قدرت اسیدی اسید بوریک از پلی الکلها به مقدار زیاد در محیط عمل استفاده می شود.

سنجش اسید بوریک توسط سود 0.1N :

۰/۵ گرم اسید بوریک کاملاً خشک را وزن نموده سپس در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر جوش حل نمایید و محلول حاصل را به بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری منتقل نموده و به حجم برسانید.

۱۰ میلی لیتر از محلول فوق را برداشته و به آن ۳۰ میلی لیتر گلیسرین ۱ مولار به آن اضافه نموده در مجاورت فنل فتالین توسط سود 0.1N آن را تیترو نمایید. سپس درصد خلوص اسید بوریک را محاسبه نمایید. یک بار دیگر این عمل را تکرار کنید و به جای گلیسرین ۱ مولار از گلیسرین ۰/۱ مولار استفاده کنید و نتیجه را با قبل مقایسه کنید.

تعیین درصد خلوص بوراکس

در حدود ۹/۵ گرم بوراکس را توزین نموده در آب گرم حل کرده و در بالن ژوژه ۵۰۰ میلی لیتری به حجم برسانید ۲۵ میلی لیتر از آن را در ارلن ریخته و در مجاورت متیل اورانژ توسط ۰.۱N HCl بسنجید. رنگ معرف در ابتدا زرد و در پایان سنجش قرمز نارنجی می شود. با استفاده از حجم اسید مصرفی درصد خلوص بوراکس را محاسبه نمایید.

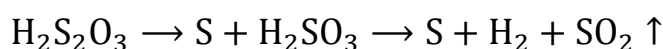
پرسش:

- ۱- نقش گلیسرین در تیتراسیون و فرمول کمپلکس آن را بنویسید.
- ۲- چرا اسید بوریک یک اسید یک ظرفیتی می باشد.
- ۳- واکنش تهیه اسید بوریک از بوراکس و اسید سولفوریک را بنویسید.
- ۴- فرمول گسترده اسید بوریک و بوراکس را رسم کنید.
- ۵- اختلاف درصد خلوص اسید بوریک هنگام سنجش با گلیسرین ۱ مولار و ۰/۱ مولار را توجیه کنید.
- ۶- تفاوت بور با عناصر هم گروه خود چیست ؟

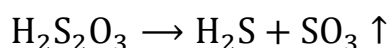
تهیه سدیم تیوسولفات

تئوری:

سدیم تیوسولفات نمک اسید تیوسولفوریک می باشد که این اسید برخلاف نمک هایش بسیار ناپایدار است، اگر به محلول تیوسولفات سدیم، محلول یک اسید قوی مثلاً اسید کلریدریک افزوده شود، پس از اندک مدتی گوگرد رسوب نموده و محلول شدیداً بوی انیدرید سولفور می دهد.



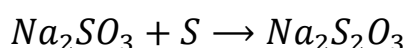
در محیط غیر آبی (اتری) اسید تیوسولفوریک به صورت زیر تجزیه می گردد:



همانطور که میدانیم تحت شرایطی سولفیت ها با اکسیژن طبق واکنش زیر اکسید شده و تبدیل به سولفات

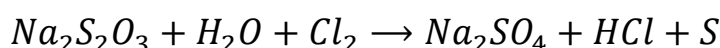


واکنشی به مانند واکنش فوق بین سولفیت سدیم و گوگرد نیز انجام می شود:

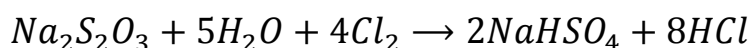


کاربرد تیوسولفات سدیم:

تیوسولفات سدیم به آسانی کلر را احیاء می نماید.



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



در کارخانجات نساجی با تیوسولفات، کلری را که در موقع سفید کردن در نسوج می ماند جدا می نمایند.

در عکاسی سدیم تیوسولفات بعنوان داروی ثبوت مصرف می گردد. زیرا تیوسولفات بر هالوژنهای نقره اثر کرده به آسانی را حل می نماید ولی بر خود نقره بی اثر است.



در شیمی تجزیه واکنش آهن تیوسولفات وید اساس سنجش های یدومتری می باشد.

برای تهیه نمک تیوسولفات می توان از سولفیت سدیم و گل گوگرد استفاده نمود ، اگر سولفیت سدیم در دسترس نباشد می توان آن را از اثر گاز SO_2 برکربنات سدیم بدست آورد یا ، گاز SO_2 از اثر اسید سولفوریک غلیظ بر پودر مس تهیه می گردد.

روش کار:

۶ گرم سولفیت سدیم را همراه با ۳۰ میلی لیتر آب مقطر در یک بشر ۳۰۰ میلی لیتری وارد نموده و تا نقطه جوش حرارت دهید تا حل گردد. ۲ گرم گوگرد اضافه نموده و محلول تعلیقی حاصل را بجوشانید تا تقریباً تمام گوگرد وارد واکنش شود. محصول را تا داغ است صاف نمائید. محلول زیر صافی را تبخیر نموده تا تبلور شروع شود. سپس در حمام یخ سرد نموده ، توسط پمپ خلاء صاف نمائید. ماده بدست آمده را در یک آون در دمای ۴۰ تا ۵۰ درجه سانتی گراد خشک نمائید. وزن محصول را بدست آورده و بازده سنتز تیوسولفات را معلوم کنید.

تعیین آب تبلور محصول بدست آمده :

۲/۴۸ گرم از نمک بدست آمده را در آب مقطر حل نموده در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری به حجم برسانید و آن را توسط محلول استاندارد تیترو نمائید. برای تهیه محلول استاندارد ۱/۲۷ گرم ید و ۱ گرم پتاسیم یدید را همراه با آب مقطر در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری وارد نموده و با اضافه نمودن آب مقطر بعد از انحلال کامل حجم برسانید. ۱۰ میلی لیتر از محلول نمک بدست آمده را در ارلن ۲۵۰ میلی لیتری وارد نموده در مجاورت چسب نشاسته با محلول استاندارد تیترو نمائید. حجم استاندارد مصرفی را یاد داشت کنید.

کار تکمیلی:

۱- محلول ۱٪ از نمک تیوسولفات بدست آمده تهیه نموده و هر بار ۲ میلی لیتر از آن را در لوله آزمایش ریخته و هر یک از واکنشهای زیر را بررسی نمایید.

الف) چند قطره از محلول پتاسیم پرمنگنات اسیدی شده به آن اضافه کنید.

ب) ۲ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲ مولار اضافه کرده و بجوشانید.

پ) ۲ میلی لیتر نیترات نقره ۰/۱ مولار را قطره قطره به آن اضافه کنید.

ت) به ۲ میلی لیتر محلول نیترات نقره ۰/۱ مولار قطره قطره از محلول ۱٪ نمک تیوسولفات اضافه نمایید.

۲- واکنشهای فوق را با استفاده از سدیم سولفیت تکرار کرده نتایج را بررسی نمایید.

۳- واکنش های کار تکمیلی را بنویسید.

۴- درجه آبدار شدن محصول را با استفاده از حجم مصرفی استاندارد تعیین نمایید.

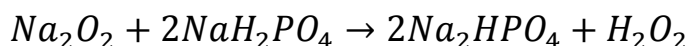
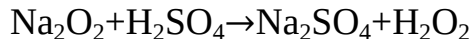
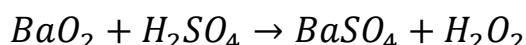
تهیه آب اکسیژنه ، H_2O_2 و بررسی خواص مهم آن:

آب اکسیژنه از لحاظ خواص شیمیایی بین آب و اکسیژن قرار گرفته است.

این ترکیب اسیدی ضعیف است و نمک های آن (پراکسیدها) توسط آب کاملاً هیدرولیز شده و تولید آب اکسیژنه و هیدراکسید فلزی را می نماید. آب اکسیژنه در محلول آبی سرد به آهستگی و در گرما به مقدار زیاد تجزیه شده ، H_2O ، O_2 می دهد.

طرز تهیه آب اکسیژنه:

در آزمایشگاه می توان محلول آب اکسیژنه را از اسیدی کردن پراکسیدهای فلزات قلیایی و یا قلیایی خاکی در حرارت های پایین طبق واکنش های زیر تهیه نمود.



همچنین از اکسیداسیون آندی H_2SO_4 نیز می توان آب اکسیژنه تهیه نمود. در این روش ابتدا $H_2S_2O_8$ حاصل می شود که بعداً در محلول آبی به H_2O_2 و H_2SO_4 تجزیه می گردد.

روش اول: تهیه آب اکسیژنه با استفاده از پراکسیدباریم و اسید سولفوریک

در بالن کوچک ۵۰cc اسید سولفوریک ۲۰٪ قرار داده و پس از سرد نمودن کامل به تدریج تقریباً ۱۰ گرم BaO_2 به آن اضافه کنید. جهت بهتر سرد کردن گاه گاهی به آن قطعات کوچک یخ بیفزایید. در این حالت $BaSO_4$ ته نشین می شود سپس به آن $BaCO_3$ جامد اضافه نموده و رسوب را صاف کنید. مادر آب حاصل ، محلول آب اکسیژنه می باشد. به محلول حاصل حدود ۲۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۴ نرمال اضافه کنید و آن را در دستگاه تبخیر در خلاء (evaporator) قرار دهید. درجه حرارت آن را بر روی ۷۰°C تنظیم کنید، تشکیل جسم جامد سفید رنگ در بالن نشان دهنده پایان تبخیر در نوبت اول است. آب و

آب اکسیژنه در بالن بزرگ جمع می شود. ۱۰ میلی لیتر از آن را بردارید و برروی آن در حدود ۳۰ میلی لیتر سولفوریک چهار نرمال اضافه کنید و بوسیله پرمنگنات پتاسیم $0.1N$ آن را بسنجید. از روی مقدار پرمنگنات مصرفی ارزش حجمی آب اکسیژنه را در مرحله اول تعیین کنید، مخلوط آب و آب اکسیژنه را می توانید دوباره با قرار دادن در دستگاه تبخیر در خلاء تغلیظ نمایید. این بار آب اکسیژنه که دارای نقطه جوش بالاتر از آب می باشد در بالن کوچک باقی می ماند، ۱۰ میلی لیتر از آن را بردارید و بوسیله پرمنگنات طبق روش گفته شده بسنجید و ارزش حجمی آب اکسیژنه را برای بار دوم تعیین نمایید و با مقدار بدست آمده در بار اول مقایسه نمایید.

اگر دستگاه در دست نباشد طبق روش زیر عمل کنید:

آب اکسیژنه بدست آمده را به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید و ۲۵ cc از آن را با پرمنگنات $N \ 0.01$ تیترو کنید. در پایان عمل رنگ صورتی پرمنگنات باقی می ماند از روی حجم پرمنگنات مصرفی ارزش حجمی آب اکسیژنه را حساب کنید.

پرسش:

۱- نرمالیه و ارزش حجمی آب اکسیژنه تهیه شده را گزارش کنید.

۲- PH آب اکسیژنه چیست؟ (اسیدی - بازی - خنثی)

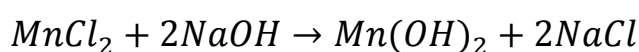
۳- فرمول ساختمانی آب اکسیژنه را رسم کنید.

واکنش های منگنز Mn^{2+}

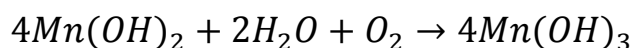
تئوری:

در آزمایشات مربوطه به یون منگنز معمولاً از محلولهای کلرید منگنز و یا سولفات منگنز استفاده می شود.

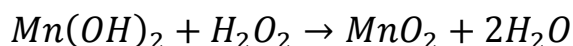
۱- واکنش با محلول سدیم هیدروکسید:



رسوب $Mg(OH)_2$ سفید رنگ است و در مقدار اضافی مصرف حل نمی شود. این رسوب در مجاورت هوا به سرعت اکسید شده و به رنگ قهوه ای یا شامل منگانیک هیدروکسید $Mn(OH)_3$ و یا شامل منگنز دی اکسید آبدار، $MnO_2 \cdot xH_2O$ است.

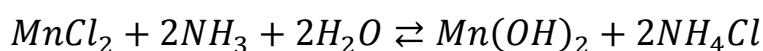


افزایش مقدار کمی H_2O_2 به رسوب $Mn(OH)_2$ آن را سریعاً به دی اکسید منگنز اکسید می کند.

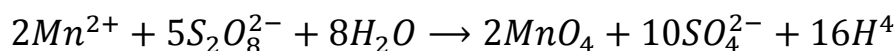


۲- واکنش با محلول آمونیاک :

در حضور نمک های آمونیاک به علت غلظت پایین یون هیدروکسید و نرسیدن به حاصلضرب حلالیت (Ksp) ، $Mn(OH)_2$ رسوب هیدروکسید منگنز تشکیل نمی شود. مقادیر خوبی از رسوب سفید رنگ $Mn(OH)_2$ در محلول های آمونیاکی حل میشود. در مجاورت هوا رسوب قهوه ای رنگ منگانیک هیدروکسید یا دی اکسید منگنز آبدار در محلول های آمونیاکی تشکیل می شود. این موضوع گاهی به جدا سازی منگنز از یونهای دیگر فلزی کاربرد دارد. در رسوب گیری از آهن و آلومینیوم و کروم می توان به محلول مقدار زیادی از آمونیوم کلرید اضافه کرد و رسوب حاصله را تا حد ممکن سریع صاف کرد. تحت این شرایط مقادیر بسیار جزئی از منگنز رسوب خواهد کرد.

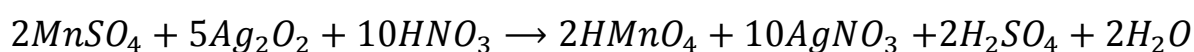
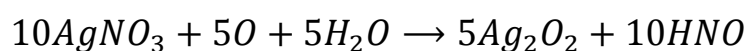
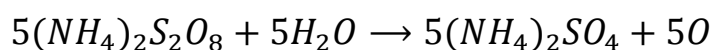


۳- واکنش با آمونیوم پرسولفات:

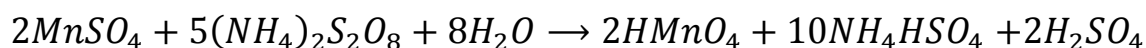


نمک های منگنز در اسید سولفوریک یا اسید نیتریک رقیق و در حالت داغ با پر سولفات واکنش کرده و منگنز دی اکسید آبدار تشکیل می شود اگر محلول حاوی مقداری از یونهای نقره بعنوان کاتالیزور باشد اکسایش تا مرحله تبدیل به پرمنگنات ادامه خواهد یافت و محلول به رنگ صورتی مایل به قرمز در خواهد آمد. در واقع پراکسید نقره بعنوان یک حد واسط ناپایدار تشکیل شده و بعنوان یک اکسید کننده عمل می کند . (در واکنش یونهای نظیر کلریدها ، برمیدها یا یدیدها و دیگر نمک هایی که با نقره تولید رسوب می کنند نباید حضور داشته باشند).

واکنش های کلی بصورت زیر است.



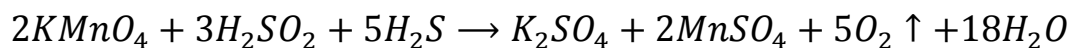
واکنش نهایی بصورت زیر است:



واکنش های MnO_4

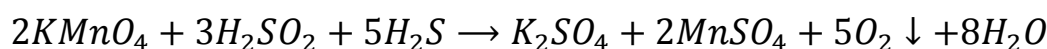
۱- واکنش با H_2O_2

افزایش H_2O_2 به $KMnO_4$ و اسیدی کردن محیط بوسیله اسید سولفوریک رقیق باعث از بین رفتن رنگ پرمنگنات و آزاد شدن اکسیژن طبق واکنش زیر می شود.



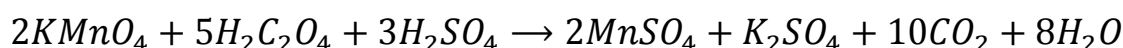
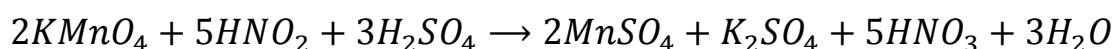
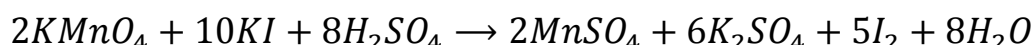
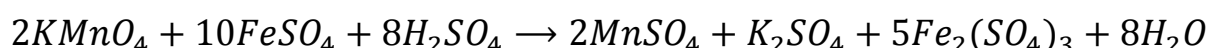
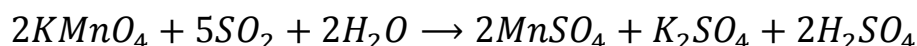
۲- واکنش با هیدروژن سولفیت:

در حضور اسید سولفوریک رقیق واکنش هیدروژن سولفیت با پرمنگنات پتاسیم باعث از بین رفتن رنگ پتاسیم پرمنگنات و نیز رسوب کردن S خواهد شد.



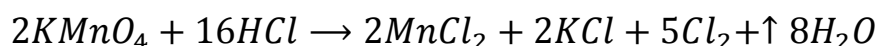
در مجاورت اسید سولفوریک رقیق نتایج مشابهی با معرف های کاهنده دیگر حاصل می شود. معرفهایی نظیر دی اکسید گوگرد ، سولفات آهن ، یدید پتاسیم ، سدیم نیتريت و اگسالیک اسید پس واکنش را انجام می دهند.

در مورد آخر واکنش در ۶۰ درجه انجام می شود .



در محلولهای قلیایی پرمنگنات بی رنگ شده و دی اکسید منگنز رسوب می کند. در حضور محلول سدیم هیدروکسید بر اثر جوشاندن پتاسیم یدید به پتاسیم یدات و سدیم سولفیت به سدیم سولفات تبدیل می شود.

۳- واکنش با اسید کلریدریک غلیظ:

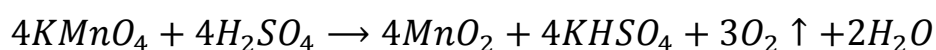
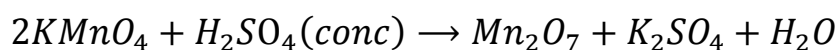


۴- واکنش با اسید سولفوریک غلیظ (خطرناک):

پرمنگنات در اسید سولفوریک غلیظ حل شده و تولید محلول سبز رنگ منگنز هپتوکسید (پرمنگنات انیدرید) Mn_2O_7 می کند. محلول فوق در درجه حرارت معمولی بطور خود به خود منفجر می شود و

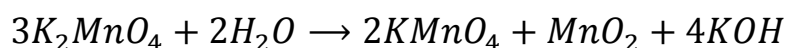
اگر محلول گرم شود انفجار شدیدی رخ خواهد داد (این آزمایش در صورتی که توسط دانشجویان انجام می شود ، باید با مقادیر بسیار کم و تحت مراقبت مسئولان آزمایشگاه انجام شود).

اما پتاسیم پرمنگنات با اسید سولفوریک رقیق ضمن آزاد سازی گرما گاز اکسیژن متصاعد میکند.

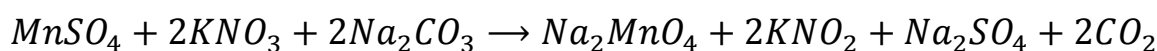


۵- واکنش با محلول هیدروکسید پتاسیم:

در اثر گرم کردن محلول غلیظ پرمنگنات پتاسیم با محلول غلیظ هیدروکسید پتاسیم محلول سبز رنگ منگنات پتاسیم حاصل شده و اکسیژن آزاد می شود. هنگامی که محلول منگنات پتاسیم دوباره ظاهر می شود.



هنگامی که ترکیبی از منگنز با نیترات پتاسیم و سدیم کربنات ترکیب شود منگنات ایجاد میشود.



۶- اثر حرارت :

هنگامی که پتاسیم پرمنگنات در یک لوله آزمایش حرارت داده شود و از آن اکسیژن خالص متصاعد شده و یک باقی مانده سیاه رنگ حاصل شود. باقی مانده حاوی منگنات پتاسیم و دی اکسید منگنز است و اگر مقدار کمی آب به آن اضافه شده سپس صاف شود محلول سبز رنگ حاوی منگنات پتاسیم بدست می آید.

برای انجام واکنش های زیر می توانید از محلول های منگنز(II) کلراید یا منگنز (II) سولفات استفاده کنید. قبل از انجام آزمایش واکنش های احتمالی را پیش بینی وبا مشاهده های خود مقایسه و توجیه کنید.

الف - به 2 ml از منگنز (II) کلراید به آرامی سدیم هیدروکساید 4 M بیفزایید لوله را به طور مایل به حال خود بگذارید تا سطح بیش تری از محلول در تماس با هوا باشد. مشاهده های خود را یادداشت کنید.

ب - 5 ml محلول آمونیاک 4M را روی مقدار کمی آمونیوم کلراید اضافه کرده و به صورت محلول در آورید. این محلول را به 2 ml منگنز (II) کلراید اضافه کنید. مشاهده های خود را یادداشت کنید. واکنش های انجام شده را بنویسید.

پ - مقدار اضافی محلول کربنات سدیم را به 2 ml محلول منگنز (II) کلراید اضافه کنید. محلول را بجوشانید و سپس آن را به حال خود بگذارید. رسوب را چندین بار به وسیله ی دکانتاسیون شست و شو دهید. سپس کمی اسید کلریدریک 2M به رسوب اضافه کنید. مشاهده های خود را یادداشت کنید.

ت - 2 ml محلول منگنز (II) سولفات را با 2 ml اسید سولفوریک 4M اسیدی کنید. حدود 0.5 g آمونیوم پراکسی دی سولفات اضافه کنید و بجوشانید. به محلول داغ یک قطره محلول نترات نقره بیفزایید. مشاهده های خود را یادداشت کنید. در مورد واکنش هایی که انجام می گیرد اظهار نظر کنید.

ث - 1 gr دی اکسید منگنز را به حدود 5 ml اسید کلریدریک 4M بیفزایید و حرارت دهید. محصول های عمل را شناسایی کنید.

ج - محلول تازه تهیه شده ی سولفات آهن (II) را به حدود 1 ml محلول رقیق پرمنگنات پتاسیم اضافه کنید. محلول را با اسید سولفوریک 2 M اسیدی کنید. این واکنش را با افزایش مقدار اضافی سولفات آهن (II) به حدود 1ml پرمنگنات پتاسیم که به آن یک قطره سود 4M اضافه شده مقایسه کنید.

چ - مقدار اضافی از محلول پتاسیم یداید را به حدود 1ml محلول پتاسیم پرمنگنات که با اسید سولفوریک 2 M اسیدی شده بیفزایید.

ح - مقدار اضافی از محلول پتاسیم یداید را به حدود 1 ml محلول پتاسیم پرمنگنات که به آن یک قطره محلول 4M سولفوریک اسید ریخته شده بیفزایید.

خ - پتاسیم یداید را به 1 ml محلول پرمنگنات پتاسیم که هم دارای حجم خود سود 4M است اضافه نمایید.

گزارش باید شامل موارد زیر باشد:

ب- معادله های شیمیایی کلیه ی واکنش ها

الف- کلیه ی مشاهده ها و نتیجه گیری

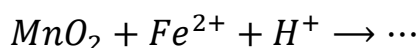
تهیه پرمنگنات پتاسیم

تئوری:

چنانچه از سنگ معدن پیرولولزیت برای تهیه پرمنگنات استفاده می شود قبل از تهیه باید مقدار درصد MnO_2 موجود در آن را مشخص نمود.

روش تعیین MnO_2 درصد در سنگ پیرولولزیت :

۰/۱ گرم از سنگ معدن پودر شده را وزن کرده در یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری بریزید. سپس ۲۵ میلی لیتر سولفات فرو ۰/۱ مولار به آن بیفزایید ارلن را به مدت ۱/۵ ساعت در حمام جوش حرارت دهید تا جسم سفید رنگ در ته ارلن ته نشین شود. اگر رسوب سفید نبود با میله شیشه ای ته پهن ، ذرات رنگی را خرد کنید تا حل شوند. سپس ۱۰۰ میلی لیتر آب جوش به آن اضافه نموده و حاصل را توسط پرمنگنات ۰/۱ نرمال بسنجید. چون نرمالیه سولفات فرو و پرمنگنات مصرفی برابر است ، بنابراین اگر حجم پرمنگنات مصرفی برابر ۷ میلی لیتر باشد. این حجم با حجم Fe^{2+} باقی مانده در محلول برابر است. پس مقدار Fe^{2+} که صرف تبدیل MnO_2 سنگ معدن به Mn^{2+} شده، بدست می آید.



روش عملی تهیه پرمنگنات پتاسیم :

۵ گرم هیدروکسید پتاسیم و ۲/۵ گرم کلرات پتاسیم را با هم در بوته نیکلی ذوب کنید. در حالیکه مخلوط را هم می زنید ۲ گرم دی اکسید منگنز یا سنگ معدن اضافه نمایید. با ادامه افزایش دی اکسید منگنز یا سنگ معدن ماده مذاب سفت می شود. در این مرحله چند دانه هیدروکسید پتاسیم می توان اضافه کرد تا مذاب حالت سیال داشته باشد. پس از کامل شدن افزایش دی اکسید منگنز ، بگذارید مذاب خشک شود و آن را با ۲ قسمت ۱۰۰ میلی لیتری آب جوش استخراج کنید. یک قطره از محلول را روی کاغذ صافی بگذارید چنانچه رنگ سبز مشاهده گردید از درون محلول در حالی که گرم است (۵۰°C) از صافی شیشه ای عبور دهید تا این که روی کاغذ صافی فقط رنگ بنفش مشاهده شود. محلول را از درون صافی شیشه ای

عبور دهید. محلول زیر صافی را تبخیر نمایید تا تبلور شروع شود، آن را سرد و سپس صاف کنید بلورهای پرمنگنات را در اتو، دمای 100°C خشک کنید.

برای تعیین درجه خلوص پرمنگنات بدست آمده آن را توسط اسید اگزالیک تیترا نمایید. روش دیگر تعیین درجه خلوص سنجش پرمنگنات پتاسیم با استفاده از اسپکتروفتومتر می باشد.

پرسش:

۱- کلیه واکنش های مراحل سنتز را کامل و موازنه شده بنویسید.

متبلور کردن پتاسیم پرمنگنات :

مواد لازم : محلول پتاسیم پرمنگنات تهیه شده از سنگ معدن

محلولی از پتاسیم پرمنگنات را در یک ارلن خلاء بریزید و آن را به خرطوم آبی وصل کنید در ارلن را به وسیله لاستیک محکم ببندید. سپس ارلن را روی حمام آبگرم تا 60°C مطابق شکل زیر گرم کنید. پس از تبخیر تقریباً تمامی آب موجود در پتاسیم پرمنگنات آن را در تشتک شیشه ای بریزید و بگذارید تا مدتی در سرما متبلور شود در ضمن، می توان قبل از عمل بلور شدن، یک تکه کوچکی از بلور پتاسیم پرمنگنات خالص (۹۹٪) جهت تسریع عمل تبلور به آن اضافه کنید، آن گاه بلورها را توسط طلقی شیشه ای صاف کنید و با حرارت سشوار آن را خشک کنید.

تعیین خلوص پتاسیم پرمنگنات :

مواد لازم: پتاسیم پرمنگنات متبلور شده اسید اگزالیک $0.1N$ ، سولفوریک اسید $4N$

در حدود ۲ گرم از بلورهای پتاسیم پرمنگنات را وزن کنید. به حجم معینی (100ml) برسانید. آن را در بورت 50ml میلی لیتری بریزید. 10ml میلی لیتری اسید اگزالیک $0.1N$ را در یک بالن 250 میلی لیتری ریخته و به آن 20ml سولفوریک اسید $4N$ نرمال اضافه کنید. سپس روی حمام آبگرم آن را تا 60°C گرم کنید. آنگاه شیر بورت را باز کرده و آنقدر پتاسیم پرمنگنات به اسید اگزالیک اضافه کنید تا دیگر رنگ صورتی پتاسیم پرمنگنات از بین نرود سپس با تعیین نرمالیه پتاسیم تهیه شده، درصد خلوص آن را به دست آورید.

تهیه حالت های اکسایش وانادیم

تئوری:

عنصر وانادیم از اولین سری عناصر واسطه با آرایش الکترونی $3d^3$ دارای چهار حالت اکسایش VO_2^+ , VO_2^{2+} , V^{3+} , V^{2+} به رنگ های به ترتیب ، زرد ، آبی ، فیروزه ای و بنفش می باشد. وانادیم با عدد اکسایش ۴ و ۵ به صورت یون های دی اکسووانادیم (VO_2^+ پروانادیل) و اکسو وانادیم VO_2^{2+} (وانادیل) در محلول های اسیدی وجود دارد. برای بررسی وانادیم از محلول VO_2^+ استفاده میشود، برای تهیه VO_2^+ ، متاوانادات آمونیم را در محلول اسید سولفوریک وارد کرده ، ابتدا اسید وانادیک HVO_3 ناپایدار حاصل می شود که به اکسید وانادیم V_2O_5 رسوب نارنجی تبدیل می گردد. این ترکیب در اضافی اسید سولفوریک حل شده و محلول $(VO_2)_2SO_4$ زرد رنگ می دهد. در این آزمایش محلول پروانادیل را با کاهنده های متفاوت احیاء نموده و ۴ حالت اکسایش وانادیم مشاهده می شود. در یک روش احیاء محلول وانادیم با عدد اکسایش ۵ با ملغمه ی روی احیائی گردد که محلول احیا شده بنفش می شود. این محلول در برابر هوا بسیار حساس بوده و سریع اکسیده می شود. به همین دلیل گاهی از V^{2+} برای حذف اکسیژن از گازهای بی اثر استفاده می شود. روش های دیگر شامل کاهش توسط سولفیت سدیم و سولفات فرو می باشند. در هر دو روش اخیر محلول VO_2^+ پس از کاهش آبی رنگ می شود. در کلیه روش های احیاء فوق محلول کاهیده شده را توسط پرمنگنات استاندارد تیتر نموده و عدد اکسایش جدید وانادیم بدست آورده می شود. در پایان هر سنجش وانادیم با پرمنگنات اکسیده شده و زرد لیمویی می گردد. یک قطره پرمنگنات اضافی، رنگ زرد را مایل به نارنجی می نماید.

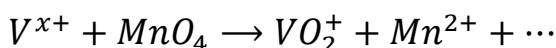
توجه: این نکته حائز اهمیت است که ملغمه ی روی باید از تماس هوا محفوظ بماند و همواره روی آن پوشیده از آب باشد در غیر اینصورت چنانچه مدت کوتاهی در معرض هوا قرار گیرد تأثیر آن به طور نسبی یا کامل از بین می رود. برای تهیه محلول VO_2^+ ، $6/8$ گرم ($0/4$ مول) متاوانادات آمونیم را در یک لیتر آب مقطر می ریزیم. 1300 میلی لیتر اسید سولفوریک ۳ مولار به آهستگی به آن افزوده و پس از هم زدن و

سرد کردن حجم محلول را به ۴ لیتر می‌رسانیم. چنانچه متاوانادات آمونیم مرطوب باشد، آن را چندین روز در مجاورت P_2O_5 قرار داده تا خشک گردد. محلول تهیه شده فوق ۰/۱ مولار است.

روش کار:

۱- کاهش وانادیم ۵ (VO_2^+) توسط ملغمه روی:

برای تهیه ملغمه، ۴ گرم روی به اندازه مش ۲۰ را در یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری ریخته و ۲۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ مولار $HgCl_2$ به آن بیافزایید. محتوی ظرف را به مدت ۲ الی ۳ دقیقه بچرخانید تا اینکه فلز روی ظاهری درخشان پیدا کند و ذرات حالت چسبنده داشته باشد. در این حالت ملغمه آماده است. قسمت عمده محلول روی آن را بیرون بریزید و ملغمه حاصل را چندین بار با آب شستشو داده و آب شستشو را بیرون بریزید. (برای جلوگیری از تماس هوا با ملغمه، سطح ملغمه باید همواره با مایع پوشیده باشد) حال ملغمه روی آماده برای استفاده است. ۱۰ میلی لیتر محلول VO_2^+ ، ۰/۱ مولار را در ظرف حاوی ملغمه بریزید، در ظرف را بسته و آن را به مدت چند دقیقه خوب بچرخانید. همراه با چرخاندن یا حرکت دادن به تغییر رنگ ها توجه کنید. وقتی رنگ محلول بنفش گردید ملغمه را ته نشین ساخته، محلول بنفش رنگ را به ارلن ۲۵۰ میلی لیتر دیگری منتقل نمایید. بدون اینکه ملغمه منتقل شود. ملغمه را ۲ الی ۳ بار توسط ۵ الی ۱۰ میلی لیتر آب مقطر شستشو دهید و آب شستشو را به محلول بنفش اضافه کنید. محلول را مدتی هوا دهید (توسط پمپ خلاء یا خرطوم آبی) تا رنگ بنفش از بین برود، به محلول حاصل ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک ۳ مولار بیافزایید و تا نقطه جوش آن را داغ کرده سپس توسط پرمنگنات ۰/۱ نرمال بسنجید. با استفاده از حجم پرمنگنات مصرفی درجه اکسایش یون وانادیم را محاسبه نمایید. برای محاسبه لازم است فرمول واکنش را نوشته و ضرایب را معلوم نمایید.



۲- کاهش وانادیم ۵ (VO_2^+) توسط سولفیت سدیم:

۱۰ میلی لیتر از محلول VO_2^+ ۰/۱ مولار را به یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری بریزید. ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک ۳ مولار و ۱ گرم سولفیت سدیم اضافه نموده، محلول را زیر هود بچرخانید، سپس آن را

بجوشانید تا تمامی گاز SO_2 خارج شود. (با کاغذ آغشته به پرمنگنات ، خارج نشدن گاز SO_2 را معلوم نمایید) محلول را به صورت داغ با پرمنگنات ۰/۱ نرمال تیترو کنید.

۳- کاهش وانادیم ۵ توسط آهن (II):

در یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری مقدار ۱۰ میلی لیتر محلول ۰/۱ مولار VO_2^+ ، ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک ۳ مولار، ۲ میلی لیتر اسید فسفریک ۸۵٪ و ۰/۵ گرم سولفات فروهفت آبه بریزید. محلول را هم زده و ۳ دقیقه به حال خود بگذارید. ۰/۵ گرم پراکسی دی سولفات آمونیم اضافه نمایید ، این ترکیب قادر است Fe^{2+} اضافه را اکسید کند ولی نمی تواند نمونه کاهیده شده وانادیم را اکسید کند. محلول را ۲ دقیقه خوب بهم زده و آن را در دمای معمولی با پرمنگنات ۰/۱ نرمال تیترو کنید.

پرسش:

- ۱- حالت اکسایش وانادیم کاهیده شده را در هر سه مرحله بدست آورید.
 - ۲- فرمول کلیه واکنش های سنجش با پرمنگنات را کامل و موازنه شده بنویسید.
 - ۳- فرمول کلی واکنش های کاهش وانادیم را با کاهنده های ذکر شده بنویسید.
 - ۴- علت استفاده از ملغمه روی به جای پودر روی چیست ؟
 - ۵- در کاهش وانادیم توسط آهن نقش اسید فسفریک و پراکسی دی سولفات آمونیم چیست ؟ (با ذکر کامل فرمول)
 - ۶- خارج نشدن گاز SO_2 و اکسید نشدن آهن (II) اضافی چه اشکالی را سبب می شوند ؟
 - ۷- واکنش پرمنگنات را با گاز SO_2 بنویسید.
- لازم به ذکر است کلیه فرمول های واکنش های اکسیداسیون احیاء را باید با استفاده از اعداد اکسایش و تغییرات آنها موازنه نمایید.

تهیه یدات پتاسیم

تئوری:

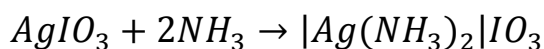
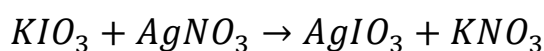
واکنش های آنیون یدات:

حلالیت: نمک های یدات و فلزات قلیایی در آب محلول هستند. گرچه نمک های دیگر فلزات و یدات نیز کمی محلول هستند اما معمولاً حلالیت کمتری از کلراتها یا بروماتهای مشابه دارند. بعنوان مثال در ۲۵°C درجه یدات سرب ۰/۰۳ gr/lit، یدات نقره ۰/۰۶ gr/lit، یدات باریم ۰/۲۲ gr/lit، یدات کلسیم ۳/۷ gr/lit، یدات پتاسیم ۸۱/۳ gr/lit و یدات سدیم ۹۰ gr/lit در آب محلول هستند، یدیک اسید جامد کریستالی است و در ۲۰°C، ۲۳۳۰ gr/lit در آب حل می شود.

به عنوان مثال بعضی واکنش های پتاسیم یدات به شرح زیر است.

۱- واکنش با محلول نترات نقره:

رسوب سفید رنگ نترات نقره در محلول آمونیاک محلول است، اما به سختی در اسید نیتریک رقیق حل می شود.



اگر محلول آمونیاکی رسوب، قطره قطره با محلول اسید سولفوریک مخلوط شود، یدید نقره رسوب می کند و رسوب حاصل می گردد. محلول غلیظ آمونیاک نیز حل نمی گردد (برخلاف برومات).

۲- واکنش با محلول کلرید باریم:

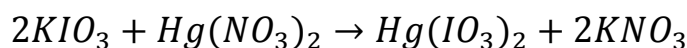
رسوب سفید یدات باریم (برخلاف کلرات) به سختی در آب گرم و اسید نیتریک رقیق محلول است اما در الکل نامحلول است (برخلاف یدید). اگر رسوب یدات باریم بخوبی شسته شود و با مقدار کمی از اسید

سولفور و ۱ تا ۲ میلی لیتر تتراکلرید کربن مخلوط شود رسوب به رنگ بنفش در خواهد آمد و گاز ید آزاد خواهد کرد.

$$2KIO_3 + BaCl_2 \rightarrow Ba(IO_3)_2 + 2KCl$$

۳- واکنش با محلول نترات جیوه:

رسوب یدات جیوه (برخلاف کلرات و برومات آن) سفید رنگ است.

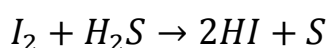
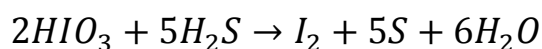
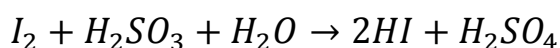
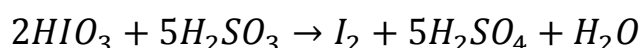
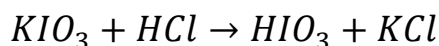


محلول استات سرب نیز به همین ترتیب رسوب یدات سرب تولید می کند.

محلول کلرید جیوه به علت خصلت کووالانسی عملاً یونیزه نشده و بنابراین رسوبی ایجاد نمی کند.

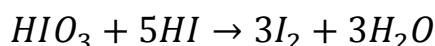
۴- واکنش با دی اکسید گوگرد یا سولفید هیدروژن:

عبوردی اکسید گوگرد یا سولفید هیدروژن از درون یک مخلوط یدات که با اسید کلریدریک اسیدی شده است باعث آزاد شدن ید می شود. این موضوع را می توان بوسیله افزایش محلول نشاسته یا کلروفوم یا کربن تتراکلرید به محلول تحقیق کرد. هر گاه معرف اضافی مصرف شود ید بیشتر کاهش یافته و به هیدرویدیک اسید تبدیل می شود.



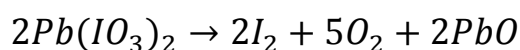
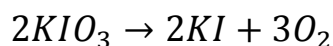
۵- واکنش با محلول یدید پتاسیم:

هرگاه محلول هایی از پتاسیم یدید و پتاسیم یدات با هم مخلوط شده و با محلولی از اسید استیک یا اسید تارتاریک ، اسیدی شود ، ید به سرعت آزاد می شود (می توان از تست کلروفرم یا کربن تتراکلرید استفاده کرد).



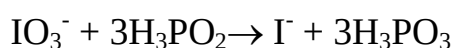
۶- تأثیر حرارت

در نتیجه حرارت ، نمک های یدات فلزات قلیایی به اکسیژن و یدید تجزیه می شوند. بیشتر یداتهای فلزات دو ظرفیتی به ید و اکسیژن تبدیل شده و مقداری اکسید فلزی نیز حاصل می شود.



۷- تست محلول نشاسته - اسید هیپوفسفرو:

یداتها بوسیله اسید هیپوفسفرو به یدید ها کاهش می یابند. واکنش در سه مرحله انجام می شود:



مرحله اول سریع و مرحله سوم کند است. ید حاصل را می توان سریعاً بوسیله واکنش با نشاسته شناسایی کرد. کلراتها و بروماتها تحت این شرایط واکنش انجام نمی دهند. یک قطره از محلول یدات را روی شیشه ساعت انداخته و آن را با یک قطره محلول نشاسته مخلوط کنید. سپس یک قطره از محلول رقیق اسید هیپوفسفرو اضافه نمایید یک رنگ آبی گذرا تشکیل خواهد شد.

۸- تست تیوسیانات پتاسیم:

یداتها در محلول اسیدی با تیوسیانات واکنش کرده و ید آزاد می کنند.



وسایل لازم: بشر، پی پت، ارلن، هود، هم زن (میله شیشه ای)

مواد لازم: پتاسیم کلرات ید، اسید نیتریک، محلول پتاس، سدیم سولفات، اسید سولفوریک، نشاسته

۳ گرم پتاسیم کلرات را در ۸ میلی لیتر آب گرم حل کرده و به آن ۳/۵ گرم ید و یک میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ بیافزایید و آن گاه مخلوط را گرم کنید تا واکنش شروع شود واکنش گرمازا است و کلر به سرعت آزاد می شود، از این رو بشر محتوی مخلوط را زیر هود قرار دهید، تا زمانی که واکنش پیشرفت می کند حرارت دادن لازم نیست لکن وقتی واکنش کند شد بشر را حرارت دهید تا تمامی ید ترکیب گردد. حال در حدود ۱۰۰ میلی گرم ید نرم بیافزایید تا کسری از ید که در نتیجه رقیقه از دست رفته جبران شود و به جوشاندن محلول ادامه دهید تا تمامی و زیادی ید خارج شوند و تبلور آغاز شود. محلول را کاملاً سرد کنید و آن گاه آب روی آن را خارج نمایید.

نمک ناخالص را در ۱۵ ml 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 ۵ گرم KOH را در ۵۰ ml آب به آهستگی بیافزایید تا محلول خنثی گردد. (با کاغذ لیتموس آزمایش کنید). حال محلول را در آب یخ سرد کنید تا KIO_3 متبلور شود (قابلیت انحلال پتاسیم یدات در ۱۰۰ میلی لیتر آب در صفر درجه و ۲۵ درجه به ترتیب ۴/۷ و ۱۰ گرم می باشد).

آزمایش پتاسیم یدات:

محلولی که ۰/۰۱ مول نسبت به Na_2SO_3 و ۰/۰۴ مول نسبت به اسید سولفوریک باشد تهیه کند 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 بیافزایید و محلول را هم بزنید، بعد از چند ثانیه رنگ آبی در محلول ظاهر می گردد. واکنش های انجام شده را بنویسید.

در حدود ۱۰ میلی گرم پتاسیم کلرات خشک را در لوله آزمایش بریزید و به آن کمی اسید سولفوریک غلیظ افزوده و حرارت دهید (این آزمایش را با دقت و احتیاط کافی انجام دهید زیرا واکنش اغلب با انفجار همراه می باشد و دمای لازم ۱۳۳ درجه است).

این آزمایش را با پتاسیم یدات خشک تکرار نمایید. مشاهدات خود و واکنش های انجام شده را بنویسید. راندمان را در هر مورد محاسبه کنید.

تهیه سدیم پریدات NaIO_4 و یا پتاسیم پریدات KIO_4 از نمک MIO_3 (یا $\text{M}=\text{Na}$, $\text{M}=\text{K}$) و تعیین درجه خلوص آن

مواد لازم: پتاسیم یدات - براکس - پتاسیم هایدروآکاید - اسید بوریک - اسید کلریدریک غلیظ - کاغذ صافی - پتاسیم پراکسی دی سولفات - پتاسیم یدات - اسید نیتریک غلیظ - پتاسیم تیوسولفات $0.1N$ - کاغذ تورنسل

وسایل لازم:

بشر ۱۵۰ و ۲۵۰ سی سی ، همزن ، پیپت ۱۰ سی سی ، قیف ، کاغذ صافی ، سه پایه ، گیره ، تور ، کریستالیزور متوسط و بزرگ ، مزور ۲۵ و ۱۰۰ سی سی ، ارلن ۲۵۰ سی سی ، کاغذ تورنسل ، بورت

روش کار:

$2/5$ g گرم پتاسیم یدات را در $2/5$ ml آب مقطر (درون بشر ۲۵۰ سی سی) حل کرده و آن را آرام بجوشانید. به آن 4 g پتاسیم پراکسی دی سولفات اضافه کنید. در حالیکه محتوی بشر را هم می زنید ، 3 g پتاسیم هایدروآکساید دانه ای را یک به یک اضافه کنید و مخلوط را به مدت ۲۰ دقیقه در حمام آبی با ملایمت حرارت دهید. (در این مرحله پتاسیم دی مزو پریدات به فرمول $\text{K}_4\text{I}_2\text{O}_9$ تشکیل می شود). حال آب مقطر ۲۵ سی سی افزوده و محلول را سرد نمایید ، در صورتیکه رسوبی موجود باشد مجموعه را از صافی عبور دهید. ماده روی صافی (سفید رنگ) پتاسیم سولفات است که مزاحم عمل می باشد. محلول را سرد کرده در حالیکه در حمام یخ قرار داده اید با استفاده از پیپت قطره قطره محلول اسید سیتریک بیافزایید تا رنگ کاغذ تورنسل که در محلول است (آبی) ، رنگ اسیدی (قرمز) را نشان دهد. پس از رنگین شدن کاغذ تورنسل یک میلی لیتر دیگر از همان اسید اضافه کرده به کمک خرطوم آبی رسوب سفید رنگ حاصل (KIO_4) را جدا نموده و با کمترین مقدار آب مقطر سرد شستشو داده و در هوا خشک نمایید.

تعیین درجه خلوص (تجزیه کمی):

۱۰۰ mg از نمک خشک حاصل را دقیقاً توزین و درارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر کاملاً حل نمایید. به آن ۲ g براکس $Na_2B_4O_7$ و تا حد اشباع اسید بوریک H_3BO_3 بیفزایید بعد ۳ گرم پتاسیم یدید KI افزوده ، مجموعه را به مدت ۳ دقیقه به حال خود بگذارید (پریادات به یدات و ید تبدیل می شود) اکنون ید آزاد شده را توسط سدیم تیوسولفات $0.1N$ تیترا نمایید تا آخرین نشانه رنگ زرد که مربوط به ید است از بین برود.

حجم تیوسولفات مصرف شده را یاد داشت نمایید. به همین محلول در حدود ۲-۱ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ افزوده (یدات ، یدور و اسید کلریدریک با هم واکنش داده و ید آزاد می کنند.) تیتراسیون را ادامه دهید تا مجدد آخرین نشانه رنگ زرد از بین برود ، حجم ثانوی را نیز یادداشت نمایید.

گزارش کار باید شامل موارد زیر باشد:

- ۱- تمام واکنش ها را بطور کامل بنویسید.
- ۲- نسبت حجم های تیوسولفات مصرف شده چیست؟
- ۳- راندمان واکنش و درجه خلوص آن را تعیین نمایید (درجه خلوص پتاسیم پریادات)
- ۴- نقش براکس و اسید بوریک چیست ؟

تعیین درصد پیگمان رنگین در $PbCrO_4$

تعیین مقدار درصد $PbCrO_4$, CrO_4^{2-}

۰/۱ گرم زرد کروم ($PbCrO_4$) را تقریباً در ۲۰۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۲ نرمال حل شود سپس حجم آن را به ۲۵۰ میلی لیتر برسانید. رسوب سفید رنگی که در ته بالن می ماند $PbSO_4$ است و قابلیت انحلال کمی دارد. ۱۰ میلی لیتر از محلول را برداشته و ۲ میلی لیتر سولفات فرو ۰/۱ نرمال به آن بیافزایید (توسط پیپت حبابدار) و در مجاورت دی فنیل آمین آن را توسط دی کرومات پتاسیم ۰/۱ نرمال بسنجید. در نقطه پایان سنجش، رنگ سبز محلول برنگ بنفش پررنگ تغییر می یابد.

از روی حجم دی کرومات پتاسیم ۰/۱ نرمال مصرفی، می توان درصد کرومات سرب را حساب کرد.

تعیین مقدار درصد Pb^{2+} و CrO_4^{2-} در $PbCrO_4$

مقدار درصد CrO_4^{2-} در پیگمان زرد کروم متوسط (طبق جدول استاندارد) باید ۳۵/۹٪ باشد. حال از روی درصد $PbCrO_4$ تهیه شده، مقدار درصد یون CrO_4^{2-} را تعیین کنید. سپس مقدار درصد Pb^{2+} را هم محاسبه نمائید، این مقدار باید در حدود ۶۲٪ باشد.

تعیین درجه پیگمان رنگین در نارنجی کروم، $PbCrO_4PbO$

مانند روش فوق عمل کرده و از روی مقدار دی کرومات مصرفی N ۰/۱ مقدار درصد خلوص نارنجی کروم را محاسبه کنید. پیگمان رنگین نارنجی کروم خالص باید شامل ۴۰/۸٪ PbO باشد.

موارد استعمال:

زرد کروم و نارنجی کروم به عنوان مواد رنگی در رنگرزی به کار می روند اما در حضور سولفید یا ترکیبات سولفورده تغییر رنگ می دهند.