

روش های تجربی برای سنتز و بررسی خواص ترکیبات معدنی

مؤلفان:

بهاره هدایتی سقاواز

هدی پاسدار

دانشیار دانشکده شیمی دانشگاه آزاد اسلامی

واحد تهران شمال

پاسدار، هدی، ۱۳۵۲ - Hoda, Pasdardar	سرشناسه
روشهای تجربی برای سنتز و بررسی خواص ترکیبات معدنی / مولفان هدی پاسدار، بهاره هدایتی سقاواز ویراستار رضا غیائی.	عنوان و نام پدیدآور
تهران : دانشگاه آزاد اسلامی، واحد تهران شمال، ۱۳۹۶.	مشخصات نشر
۱۴۷ ص.	مشخصات ظاهری
978-964-10-4834-3	شابک
فیا	وضعیت فهرست نویسی
ترکیبهای معدنی -- سنتز	موضوع
Inorganic compounds -- Synthesis	نوع
کمپلکسهای فلزی واسطه	موضوع
Transition metal complexes	موضوع
ترکیبهای فلزی واسطه	موضوع
Transition metal compounds	موضوع
میمی معدنی -- دستنامههای آزمایشگاهی	موضوع
Chemistry, Inorganic -- Laboratory manuals	موضوع
شیمی -- واکنشها	موضوع
Chemical reactions	موضوع
هدایتی سه ر. بهاره، ۱۳۶۷ -	شناسه افزوده
دانشگاه آزاد اسلامی، واحد تهران شمال	شناسه افزوده
Islamic Azad University, Tehran North Branch	شناسه افزوده
۱۳۹۶۱۵۶QD ۲۹ پ	رده بندی کنگره
۵۴۱/۳۹	رده بندی دیویی
۴۸۶۳۰۸۸	شماره کتابشناسی ملی
۲۰۰۰۰ ریال	قیمت
لیتوگرافی، چاپ و صحافی : سازمان چاپ و انتشارات دانشگاه آزاد اسلامی	

پیشگفتار مؤلفان

سپاس خداوند متعال را که توانسته‌ایم اندوخته‌های تجربی خود را در این کتاب جمع آوری و در اختیار علاقه‌مندان به علم شیمی قرار دهیم. هدف از این کتاب آشنایی دانشجویان دوره کارشناسی و کارشناسی ارشد شیمی معدنی با روش‌های سنتز، بررسی ساختار و ویژگی‌های کمپلکس‌های فلزهای واسطه با درک مفاهیم بنیادی از آن است. شایان ذکر است با وجود تلاش و توجه زیاد در حین تألیف این کتاب، احتمال وجود نواقص در آن غیر ممکن نمی‌باشد. لذا از خوانندگان محترم خواهشمندیم ما را از نظرات ارزشمند خود مطلع فرمایند. در پایان از جناب آقای دکتر رضا غیائی استاد دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران شرق به خاطر کمک‌های بی‌دریغشان در ویرستاری این کتاب و خانم رضوانه دلجو که در آخر جلد و صفحه‌آرایی این کتاب را بر عهده داشته‌اند کمال تشکر را داریم. امید است که به کتاب این برای خوانندگان محترم مفید و سودمند واقع شود.

هدی پاسدار - بهاره هدایتی سقاواز

H_pasdar@iaui-tnb.ac.ir

Bahare.hedayati67@gmail.com

فهرست مطالب

پیشگفتار.....	۱
آزمایش اول: تهیه کمپلکس های کبالت (III).....	۱۶
الف) تهیه کمپلکس کربانو تترامین کبالت (III) نیترات.....	۲۶
ب) تهیه کمپلکس بنزائین کبالت (III) کلرید (روش مستقیم).....	۲۹
ج) تهیه کمپلکس کلرو بنزائین کبالت (II) کلرید (روش غیر مستقیم).....	۳۰
د) تهیه کمپلکس هگزامین کبالت (II) کلرید.....	۳۲
ه) تهیه کمپلکس سدیم هگزامینو کبالتات.....	۳۴
آزمایش دوم: شناسایی کمپلکس ها به روش هدایت سفیدی.....	۳۶
آزمایش سوم: تهیه ایزومرهای هندسی سیس و ترانس پتاسیم دی اگزال بی نوئوکرومات (III).....	۴۳
الف) تهیه ایزومر ترانس.....	۵۱
ب) تهیه ایزومر سیس.....	۵۲
ج) آزمایش خلالت.....	۵۳
د) تهیه کمپلکس پتاسیم تریس اگزال تو کرومات (III).....	۵۴
تعیین درصد اگزالات.....	۵۶

- ۵۷..... تعیین درصد کروم
- ۵۹..... آزمایش چهارم: تهیه ایزومر ترانس دی کلرو بیس انیلن دی آمین کبالت (III) کلرید
- ۶۲..... آزمایش پنجم: تهیه کمپلکس های نیترو و نیتريتو پنتامین کبالت (III) کلرید
- ۶۳..... الف)تهیه کمپلکس پنتا آمین نیتريتو کبالت (III) کلرید
- ۶۴..... ب)تهیه کمپلکس پنتا آمین نیترو کبالت (III) کلرید
- ۶۶..... آزمایش ششم: تهیه کمپلکس های نیکل (II)
- ۶۶..... الف)تهیه کمپلکس نیکل آمین نیکل (II) تترا فلورو بورات
- ۶۸..... ب)تهیه کمپلکس پنتاسم هگزا نیو، یانانو و کربن (II)
- ۷۰..... آزمایش هفتم: مهندسی بلور در کمپلکس های حاصل از واکنش نمک مس و لیگاند اگزالاتو
- ۷۵..... آزمایش هشتم: تهیه کمپلکس پنتاسم تریس اگزالاتو ف (III)
- آزمایش نهم: تعیین درصد خلوص کمپلکس های سیس و ترانس پنتاسم دی اگزالاتو دی اکوتو کرومات (III) به روش اسپکتروفتومتری
- ۷۸.....
- ۸۶..... آزمایش دهم: بررسی آیدار شدن کمپلکس کلرو پنتامین کبالت (III) کلرید
- ۹۴..... آزمایش یازدهم: تعیین ساختار یون کمپلکس به روش جاب
- ۱۰۲..... آزمایش دوازدهم: بررسی خاصیت های مغناطیسی کمپلکس های فلزی
- ۱۲۱..... آزمایش سیزدهم: تهیه کمپلکس تریس استیل استوانو منگنز (III)
- آزمایش چهاردهم: تعیین جفت های الکترونی لیگاند های آب، آمونیاک و انیلن دی آمین یا نیکل در میدان
- ۱۲۵..... هشت وجهی

۱۳۲ آزمایش پانزدهم: تهیه کمپلکس های مس حاصل از لیگاند تری آمینو تری پروپیل آمین

۱۳۵ الف)تهیه کمپلکس $[Cu(trpn)N_3]ClO_4$

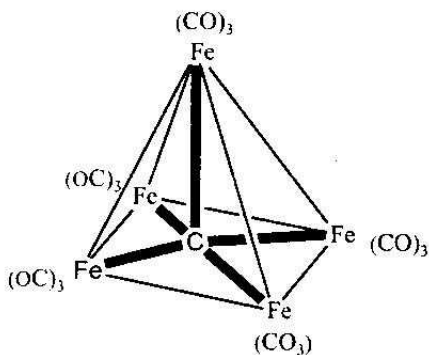
۱۳۶ ب)تهیه کمپلکس $[Cu_2(trpn)(NO_2)(H_2O)](ClO_4)_3$

۱۳۷ ج)تهیه کمپلکس $[Cu_2(trpn)(OH)](ClO_4)_3$

www.ketab.ir

پیشگفتار

شیمی کوئوردیناسیون



در ترکیب‌های کوئوردیناسیون یا کمپلکس، فلزها به وسیله‌ی گروه‌هایی محاصره می‌شوند که لیگاند نامیده می‌شوند. لیگاندها دست کم یک یا چند جفت الکترون را با اشتراک یک جانبه یعنی داتیو (Dative) در اختیار اتم مرکزی قرار می‌دهند. انواع گروه‌هایی که ممکن است در پیرامون یک یون فلزی قرار گیرند بسیار متنوع اند ولی می‌توان آن‌ها را به طور کلی دو نوع دانست: لیگاندهایی که از طریق اتم کربن به اتم یا یون فلزی متصل می‌شوند و لیگاندهایی که این نوع پیوند را ندارند. گروه اول ترکیب‌های الی فلزی نام دارند. به تعداد لیگاندهایی که پیرامون اتم مرکزی قرار می‌گیرند عدد کوئوردیناسیون گفته می‌شود. بین شکل هندسی و عدد کوئوردیناسیون یک رابطه‌ی قطعی وجود دارد، زیرا در ترکیب‌های کوئوردیناسیون تعداد الکترون‌های d می‌تواند بر

شکل هندسی اثر بگذارد. ابتدا متداول‌ترین اعداد کوئوردیناسیون و شکل‌های هندسی

بررسی می‌شود [۱].

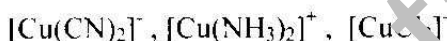
عدد کوئوردیناسیون دو

این عدد کوئوردیناسیون به نسبت نادر است و به طور عمده در کمپلکس‌های

مربوط به کاتیون‌های d^{10} ، مانند Cu^+ ، Ag^+ و Au^+ و همچنین در Hg^{2+} مشاهده می‌

شود. شکل مربوط به این عدد کوئوردیناسیون خطی است، نمونه‌هایی از این کمپلکس‌ها

عبارت اند:

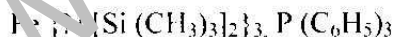


عدد کوئوردیناسیون سه

این عدد کوئوردیناسیون نیز نامتداول است. مهم‌ترین شکل هندسی مربوط به این

عدد کوئوردیناسیون مثلث مسطح است. گاهی این عدد کوئوردیناسیون در کمپلکس‌هایی

با لیگاند های حجیم دیده شده است. نمونه‌هایی از این عدد کوئوردیناسیون عبارت اند از:



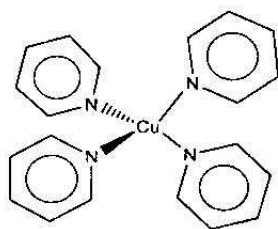
عدد کوئوردیناسیون چهار

این عدد کوئوردیناسیون بسیار مهم است و چندین کمپلکس فلزهای واسطه با این

عدد کوئوردیناسیون تشکیل می‌شوند. برای این دسته از کمپلکس‌ها دو ساختار چهار

وجهی (tetrahedral) و مربع مسطح (square planner) مشاهده می شود. مثال هایی

از این نوع را در شکل های ۱ و ۲ مشاهده می کنید.

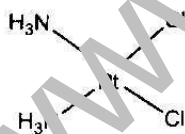


$[\text{Cu}(\text{py})_4]^+$

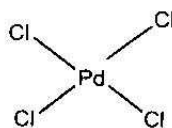


MnO_4^-

شکل ۱: ترکیب های با آرایش هندسی چهار وجهی



$\text{Pt}(\text{Cl}_2)(\text{NH}_3)_2$



PdCl_4

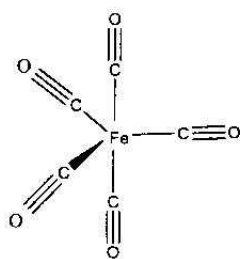
شکل ۲: ترکیب هایی با آرایش هندسی مربع مسطح

عدد کوئوردیناسیون پنج

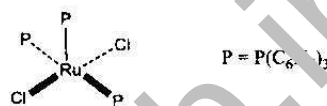
ساختارهای ممکن برای عدد کوئوردیناسیون ۵ عبارت‌اند از دو هرمی سه گوش

(Trigonal bipyramidal) و هرم با قاعده مربع (Square pyramidal). این عدد

کوئوردیناسیون بیشتر در فلزهای واسطه ردیف اول جدول تناوبی دیده می‌شود.



$\text{Fe}(\text{CO})_5$



$\text{RuCl}_2\{\text{P}(\text{C}_6\text{H}_5)_3\}_3$

شکل ۱- ترکیب‌ها با عدد کوئوردیناسیون پنج

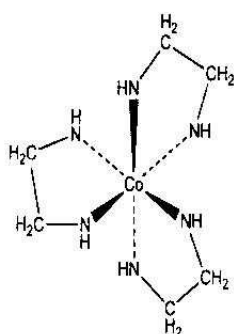
عدد کوئوردیناسیون شش

این عدد کوئوردیناسیون متداول‌ترین و پایدارترین عدد کوئوردیناسیون در ترکیب

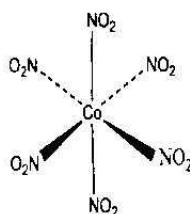
های فلزهای واسطه است. این کمپلکس‌ها به صورت هشت وجهی (Octahedral) و

منشور مثلثی مشاهده می‌شوند. مثال‌هایی از آرایش هشت وجهی در شکل ۴ نشان داده

شده است.



$[Co(en)_3]^{3+}$



$[Co(NO_2)_6]^{3-}$

سفر ۴- ترکیب هایی با عدد کوئوردیناسیون شش

اعداد کوئوردیناسیون بالاتر از شش

کمپلکس هایی با عدد کوئوردیناسیون بالاتر از شش به دلیل ناپایداری کمپلکس تر هستند. دلیل ناپایداری این کمپلکس ها این است که با افزایش تعداد لیگاندها، رانش الکترواستاتیک و گشتاور فضایی زیاد شده و پیوندها سست می شود [۲].

انواع لیگاندها

بیشتر لیگاندها آنیونی یا مولکول های خنثی هستند که در حالت الکترون می باشند. متداول ترین آن ها، F^- ، Cl^- ، Br^- ، CN^- ، NH_3 ، H_2O و OH^- هستند. چنین لیگاندهایی وقتی یک جفت الکترون به اتم مرکزی بدهند، لیگاندهای تک دندانه-ای نامیده می شوند.