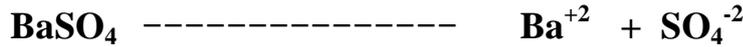


## تجربة رقم (4)

### تقدير الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم

## Determination of Sulphate as Barium Sulphate

تعتمد طريقة التقدير على الإضافة البطيئة لمحلول كلوريد الباريوم  $BaCl_2$  المخفف الى محلول الكبريتات الساخن والمحمض بحامض  $HCl$ .



يبلغ تركيز الحامض نحو (0.05) عياري وذلك للأسباب التالية :

1- يمكن الحصول على دقائق كبيرة من الراسب

2- تكون دقائق الراسب أكثر نقاوة

ففي محلول (0.1) عياري من حامض  $HCl$  فان ذوبان كبريتات الباريوم يعادل (10ملغم/لتر) تقريبا في درجة (20م) وفي محلول (1) عياري فان الذوبان يقارب (87ملغم/لتر) ولكن تقل قابلية الذوبان بوجود زيادة من كلوريد الباريوم في المحلول .

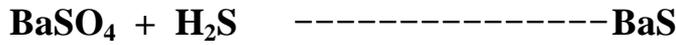
ان اختيار الترسيب في محيط حامضي بحدود (0.05) عياري وبوجود تركيز معتدل من كلوريد الباريوم من شأنه ان يقلل من ذوبان كبريتات الباريوم الى درجة كبيرة بحيث يمكن تجاهلها . ولأجل تجفيف راسب كبريتات الباريوم يجب حرق الراسب لعدم امكانية تجفيفه بدرجة حرارة واطئة (110-115 م ) لكون ماء التبلور مرتبط بقوة بالشبكة البلورية للراسب ويمكن التخلص من هذا الماء عند درجة الحرارة العالية فقط ولهذا يجب ان تحرق كبريتات الباريوم بدرجة حرارة اكثر من (500 م) للتخلص من الماء اذ ان هذا الملح ثابتا حتى في درجات الحرارة العالية .



الراسب قد يختزل في درجات الحرارة العالية بواسطة ورقة الترشيح . اضافة الى احتمال تفكك الملح الى اوكسيد الباريوم وثالث اوكسيد الكبريت



ولكن يمكن الحصول على نتائج جيدة عند تفحيم ورقة الترشيح عند اقل درجة حرارة ممكنة دون ان تشتعل مع ترك الجفنة غير مغطاة الى ان تزول ورقة الترشيح عمليا .  
اما التفكك الطفيف الى كبريتيد الباريوم (BaS) فيمكن ارجاعه بتبريد الراسب والجفنة بعد الحرق ثم اضافة قطرات من حامض (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) المخفف ثم اعادة التسخين حتى يطرد الحامض غير المستعمل في التفاعل على شكل ابخرة :



#### المواد والأدوات المستعملة

- 1- نموذج لملاح الكبريتات (مثلا كبريتات الصوديوم او البوتاسيوم )
- 2- حامض الهيدروكلوريك المركز
- 3- محلول كلوريد الباريوم (10%)
- 4- محلول نترات الفضة
- 5- حامض الكبريتيك المخفف (1:1)

#### طريقة العمل

- 1- ضع في بيكر سعة (400) مل ( 0.15 )غم من ملح كبريتات الصوديوم او البوتاسيوم (مزود بمحرك زجاجي وزجاجة ساعة )
- 2- اضف الى البيكر 1مل من HCl المركز ثم خفف الى حجم (200مل)
- 3- سخن الى درجة الغليان
- 4- اضف ببطء مع التحريك المستمر (10)مل من محلول كلوريد الباريوم المخفف(كعامل مرسب) (10%) وضع زجاجة الساعة فوق البيكر
- 5- سخن بهدوء لمدة 20 دقيقة ثم اترك الراسب يركد

الكيمياء التحليلية الوزنية العملي-الفصل الثاني - المرحلة الثانية - قسم العلوم-مدرس المادة: أ.م.رحيم جعفر

6- افحص السائل الرائق لمعرفة اكتمالية الترسيب باضافة (5)قطرات من كلوريد الباريوم(اذا اظهر تعكر في المحلول تضاف (3)مل مرة اخرى من (  $BaCl_2$  ) .

7- اترك الراسب يركد ثم اعد العملية السابقة للفحص مرة ثانية لتصبح كمية اضافية من  $BaCl_2$  في المحلول .

8- اترك الراسب يركد ثم احتفظ به الى اليوم التالي يركد تماما والحصول علىدقائق كبيرة الحجم وسهلة الترشيح .

9- رشح في اليوم التالي ( ثم افحص الراشح باضافة قطرات من كلوريد الباريوم للتأكد من اكتمال الترسيب (تأكد بان جميع الراسب الموجود في البيكر قد تم جمعه وصبه على ورقة الترشيح)

10-اغسل ورقة الترشيح بالماء الساخن الى ان يصبح الراشح خالي من الكلوريد(باضافة 5 قطرات من نترات الفضة لماء الغسيل )

11-ضع الورقة مع الراسب في جفنة خزفية نظيفة وجافة وموزونه ثم سخن الى درجة الاحمرارثم برد قبل حرق الورقة لتجنب الاختزال احرق لتصبح الورقة رماد .

12-استخرج الوزن

### الحسابات والنتائج

وزن الجفنة فارغة = غم

وزن الجفنة مع الراسب بعد الحرق = غم

وزن الراسب = غم

وزن الراسب x المعامل الوزني

نسبة الكبريتات المئوية = ----- x 100

وزن النموذج

وزن  $SO_4$

المعامل الوزني = ----- = 0.41155

وزن  $BaSO_4$

المناقشة

- س1 / يضاف محلول كلوريد الباريوم الى محلول الكبريتات الساخن
- س2 / يتم ترسيب الكبريتات في وسط حامضي (0.05) عياري ؟ لماذا
- س3/ يزداد التلوث كلما زادت كمية كلوريد الباريوم في المحلول؟
- س4/ تحرق كبريتات الباريوم في درجات حرارة عالية؟
- س5/ كيف يمكن تجنب عملية الاختزال بورقة الترشيح
- س6/ يضاف حامض الكبريتيك المخفف الى الجفنة بعد الحرق للراسب ( $BaSO_4$ )