الجامعة المستنصرية

كلية التربية الاساسية

قسم العلوم

الكيمياء التحليلية الوزنية

للمرحلة الثانية

اعداد

أ.م . رحيم جعفرعزيز

1445هـ 2024م

(التحليل الوزني)

التحليل الوزني Gravimetric Analysis

يقصد بالتحليل الكمي الوزني هو تعيين المادة سواء كانت عنصر أو مركب أو ايونا من مزيج معين بطريقة كمية أما عن طريق ترسيب أو عن طريق التطاير . وإذا كان المطلوب لإيجاد تركيز عنصر معين يتم استخراج تركيز العنصر من تركيز المركب المترسب بطريقة تناسبية أو باستخدام العامل الوزني

ومع إن نتائج التحليل الوزني أكثر دقة من طرق طرق التحليل الحجمي إلا إن الأخيرة هي المفضلة بسبب بطئ التحليل الوزني . ومن بين أفضل الطرق الوزنية في التحليل هي طريقة الترسيب . حيث يتم تحويل العينة للمادة المهيأ للتحليل إلى محلول بطريقة ملائمة ثم يتم ترسيب العنصر المراد تقديره كمركب غير ذائب . وبعدها يرشح الراسب ويغسل جيدا ثم يحرق أو يجفف . ثم تحسب كمية العنصر من تحديد وزن الراسب ومعرفة صيغته التركيبية ويعبر عن العنصر بالنسبة المئوية

طرق التحليل الوزني

هناك عدة طرق تستخدم في التحليل الوزني

1– طريقة الانحلال والتطاير Voltilization Method

أ – انحلال المواد الصلبة في درجات الحرارة العالية :

ان تسخين بعض المركبات الكيمياوية بدرجات حرارية عالية تنتج مركبات اوعناصر جديدة وبمواصفات تختلف عن المادة الاولى والتي يمكن وزنها

$$CaO_{(s)} + CO_{(g)} \longrightarrow CaCO_{3(s)}$$

$$MgCO3_{(s)} \longrightarrow MgO_{(s)} + CO_{2(g)}$$

نلاحظ ان المادة الصلبة $MgCO_3$, $CaCO_3$ قد انحلت الى مادة صلبة اخرى معلومة التركيب الكيميائي ويمكن وزنها بسهولة وانحلال هذه المواد يتطلب درجة حرارة عالية . وقد حررت غاز CO_2 المتطاير.

ب – امتصاص النواتج الغازية :

هذه الطريقة تعتمد على نواتج الغازات الناتجة لتحلل المادة الكيميائية لمادة ذات امتصاصية نوعية ومن ثم وزنها بالميزان مثلا" خليط من H_2O , CO_2 .

2- طريقة العزل Isolation Method

نعزل في هذه الحالة كمية مكونة معينة من المادة المحللة في حالة حرة ونقية وتوزن في الميزان الحساس وتستعمل هذه الطريقة في تعيين العناصر في السبائك (هي مجموعة من العناصر تتحد مع بعضها البعض بنسب وزنية ثابتة لتعطي مركبات للعناصر تختلف في صفاتها عن صفات العناصر الحرة) تستعمل هذه الطريقة في تعيين الذهب والنحاس كميا في سبائكها , اذ يتم اذابة السبيكة في الماء الملكي وأيتم عزل الذهب عن طريق اختزال ايوناته بواسطة بيروكسيد الهيدروجين الذي لايوثر على ايونات النحاس وبالتالي نحصل على الذهب بحالته النقية بعد غسله بحامض الهيدروكلوريك المخفف وتجفيفه .

اما المحلول المتبقي والذي يحتوي على ايونات النحاس فيمكن ترسيبه من خلال امرار تيار كهربائي وجمع النحاس بحالته النقية على الكاثود .

3- طريقة الترسيب (Precipitation method)

وتتضمن تكوين الراسب فمثلا" لتعيين ايون الكبريتات لمادة ما. يذاب وزن معين من تلك المادة في الماء وتحمض بحامض HNO_3 ويضاف اليها نترات الباريوم حيث يتكون راسب من كبريتات الباريوم .

يفصل الراسب بالترشيح ثم يغسل بالماء المقطر ومن ثم يجفف ويحرق ويوزن ثم تحسب منه النسبة المئوية للكبريتات في ال النظرية نموذج المحلل , هذه الطرق تحتاج الى وقت لذلك اصبحت من الطرق الاخيرة التي يلجى اليها المحللون ولكن يجب ان يتعلمها الكيميائي بسبب ان الاسس النظرية لها مهمة كالفصل والتبلور والتجفيف .

صفات الراسب الجيد المستعمل في التحليل الوزني

1- تركيبه البلوري معروف

2- ان يكون قليل الذوبانية

3- يجب ان تكون بلوراته كبيرة بحيث يمكن ترسيبها

4- نقي (خالي من الشوائب)

5- يكون ذات ثباتية عالية بدرجات الحرار ة

6- ان يكون ذو وزن جزيئي كبير

7- ان يكون غير متميع

خطوات الترسيب

1- وزن كمية معلومة وبشكل مضبوط من النموذج

2- اذابة النموذج

3- اضافة المعامل المرسب

4- الترشيح (فصل الراسب)

5- غسل الراسب

6- التجفيف اوالحرق

7- الوزن

8- اجراء الحسابات المطلوبة

انواع الرواسب

1- رواسب متخثرة Curdy Precipitate: هذه الرواسب تكون على شكل عالق غروي لا يمكنها تكوين بلورات كبيرة ومثالها Ag Cl

2- رواسب جيلاتينية Gelatinous Precipitate: أثناء تكوين هذه الرواسب يتم حجر كمية من الماء والعديد من الملوثات وتكون ذات مساحة سطحية كبيرة مقارنة بكتلتها.

3- رواسب بلورية Crystalline Precipitate: تكون هذه الرواسب منتظمة الشكل وذات بلورات مميزة منفصلة سهلة الترشيح واكثر نقاوة من الرواسب الأخرى.

النموذج او العينة

يمكن ان تكون بحالة صلبة او سائلة او غازية وان طريقة اخذ العينة تختلف في كل حالة من تلك الحالات ويجب ان تكون العينة صغيرة وملائمة لنقلها الى المختبر . ويفضل ان يكون المحلل الكيميائي على معرفة مسبقة بالامور التالية عند اختيار طريقة التحليل:

1 - مصدر العينة

2 - شكلها الخارجي

3 - مكوناتها . وان لم تكن معروفة فيفضل اجراء تحليل نوعي (وصفي) قبل التحليل الكمي

4 - مقدار الرطوبة

5 - بعض الخواص الفيزياوية مثل درجة الغليان او درجة الانصهار والوزن الجزيئي لمكونات النموذج .

الخطوات التي تسبق عملية التحليل الكمي الوزني

1 -النمذجة : وهي طريقة الحصول على نموذج يمثل العينة بشكل صحيح اذا كانت العينة غير متجانسة

2 -عداد النموذج ويمثل طحن ومزج وجانسة العينة الصلبة والتخلص من الرطوبة

3 -قياس النوذج وذلك بقياس حجم وكتلة النموذج لغرض التعبير الصحيح للمكون المراد تقديره

4 -اذابة النموذج ويمثل استعمال مذيب مناسب لجميع اجزاء العينة

5 -فصل المواد المتداخلة

في عملية الرسيب ينبغي ان تخضع الراسب لشروط معينة وهي :-

1 - ان يكون للرواسب تركيب كيميائي معروف بشكا مضبوط ويجب ان تتطابق النسبة المئوية لمكونات الراسب مع تلك الموشرة لها بصيغة الكيميائية

2 - يجب ان تكون ذوبانية الرواسب على اقل ما يمكن ويجب ان تحصل خسارة ملموسة في كمية الراسب عند جمعه وترسيبه وغسله .

خطوات التحليل الكمي الوزني الترسيبي

1 تهيئة الراسب

يشمل تهيئة جميع المحاليل اللازمة لترسيب إضافة إلى تحضير ووزن النموذج المراد تقديره.

2 الترسيب

يتكون الراسب نتيجة عمليتين الأولى تتكون جسيمات صغيرة قطرها (1–100) نانومتر تسمى النوى والثانية نمو النوى إلى جسيمات كبيرة . ولا تظه ر النوى مباشرة بعد إضافة العامل المرسب إلى محلول النموذج بل يلاحظ في معظم الأحيان فترة زمنية تسمى فترة ظهور الراسب .

3- هضم الراسب(التعمير) Digestion (or Aging

بصورة عامة تكون ذوبا ني ة الدقائق الصغيرة للراسب اكبر من ذوبا ني ة الدقائق الكبيرة وهذه الدقائق الصغيرة تعود وتترسب على الدقائق الكبيرة إذا أعطيت الوقت الكافي لذلك . وعملية الهضم تساعد على نمو البلورات كما تساعد على تكتل الرواسب الغروية . والعملية هي تسخين الراسب والمحلول الأم عند (90–95) م وتركه لفترة زمنية.

3 ترشيح الراسب Filtration

الغرض من عملية الترشيح هو فصل الراسب عن المحلول الأم . وعملية الترشيح تكون أسهل وأسرع إذا كانت البلورات كبيرة . وتزداد العملية صعوبة كلما كانت البلورات كبيرة . وتزداد العملية صعوبة كلما كانت البلورات صغيرة . لذا فان ترشيح الرواسب الغروية أصعب من ترشيح الرواسب البلورية عادة .

4 غسل الراسب

تجري عملية الترسيب عادة من محاليل تحتوي على ايونات غريبة عدى الايونات المطلوب ترسيبها . ولهذا فان الرواسب المتكونة على الأغلب ملوثة . وعملية الغسل تصبح ضرورية لإزالة بقايا هذه الملوثات على سطح الراسب . كما تكون ضرورية (عملية الغسل) لتقليل نسبة أو كمية الايونات الملوثة على سطح الراسب .

5 ⊣التجفيف والحرق

تجري عمليات التجفيف على الأغلب بين (110–150) م باستخدام أفران التجفيف (Oven) . أما عملية الحرق فتجري بدرجة حرارة أعلى من 250 م وحتى 1200 م وهنا يستعمل مصباح غازي أو فرن تصل درجة حرارته إلى 1200 م .

6 ⊣الوزن

بعد انتهاء من عملية حرق الراسب (أو تجفيفه) ينقل الراسب إلى مجفف Disicator وتترك في داخل المجفف حتى تبرد وتأخذ درجة حرارة المختبر ثم توزن .

7 ⊣الحسابات

يعتمد التحليل الكمي الوزني على وزن شيئين اثنين هما النموذج الأصلي والمادة المراد تقديرها ومن ثم الربط بين الاثنين لإيجاد النسبة المؤية أو تركيز المادة المطلوبة . في كثير من الأحيان لايمكن وزن المادة المراد تقديرها بشكل مباشر أثناء التحليل . بل إن التحليل ينتج مادة أخرى توزن ثم تربط بوزن المادة المحللة وهذا الربط يتم بواسطة العامل الوزني Gravimetric Factor أو يسمى العامل الكيمياوي .

قواعد عامة لإيجاد العامل الوزني

1 ⊣إن العامل الوزني يجب أن يحتوي على الصيغة الكيميائية للمادة المراد تقديرها في البسط والصيغة الكيميائية للمادة المعلومة في المقام .

2 ⊣إذا كان هناك ذرة مشتركة (غير الأوكسجين) بين الطبقتين في البسط والمقام فعلينا بضرب البسط والمقام أو كليهما برقم أو برقمين مختلفين يجب أن يكون عدد هذه الذرات المشتركة في البسط والمقام متساوية .

الحسابات في التحليل الكمي الوزني

في التحليل الكمي الوزني عادة يكون الوزن النهائي ليس للمادة المبحوث عنها مباشرة بل على الاغلب لمادة اخرى تحويها فمثلا عند ترسيب كبريتات الباريوم من محلول كلوريد الباريوم والامثلة على ذلك كثيرة CaO عند تقديرالكالسيوم.

وفي نهاية عملية التحليل يصبح من الضروري اجراء حسابات لمعرفة كمية المادة المبحوث عنها بعد معرفة المادة الموزونة.

مثال :

اذيب نموذج من الحديد يزن 0.2 غم وبعد تاكسد الحديد الثنائي في النموذج الى الحديد الثلاثي على شكل هيدروكسيد الحديديك ورشح الراسب وجفف الراسب واحرق في درجة 1000 م الى Fe_2O_3 ووزن فكان وزنه 0.11 غم احسب النسبة الوزنية للحديد في النموذج ؟

الحل: M.W. of Fe_2O_3 = 160

$$\text{Wt. of Fe} = \frac{2\times 56}{160}\times 0.11 = 0.077$$

$$\text{\% Fe} = \frac{100\times 0.077}{0.2} = \text{\% 38.5}$$

المعامل الوزني Gravimetric Factor or Chemical Factor :

(Gf) هو النسبة الكتلة المولية بين للمكون المراد تقديرة الى الكتلة المولية الوزنية (صيغة الراسب)

$$\text{المعامل الوزني Gf} = \frac{\text{وزن الجزيئي او وزن الصيغة للمادة س (المطلوبة) (M)}}{\text{وزن الجزيئي او وزن الصيغة للمادة الموزونة الناتجة (M)}}$$

$$\text{النسبة المئوية للمادة س(المطلوبة)} = \frac{\text{وزن المادة الناتجة x المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100\ \%$$

$$\text{النسبة المئوية للمادة س} = \frac{\text{وزن المادة الناتجة x (س M.W / M.W الناتجة)}}{\text{وزن النموذج}} \times 100\ \%$$

اهمية المعامل الوزني : يقوم بتحويل وزن المادة الناتجة الى مايعادلها من وزن المادة المطلوبة(س)

ايجاد المعامل الوزني لبعض المواد

المادة المراد تقديرها	المادة الموزونة	المعامل الوزني
Cl	AgCl	A.w.Cl / M.w. AgCl
SO_4	$BaSO_4$	M.w. SO_4 / M.w.$BaSO_4$

Fe	Fe_2O_3	$2A.w.Fe / M.w.Fe_2O_3$
In	In_2O_3	$2(A.w.In) / M.w.In_2O_3$
HgO	$Hg_5(IO_6)_2$	$(M.w.HgO) / 5M.w.Hg_5(IO_6)_2$
I	$Hg_5(IO_6)_2$	$(A.w.I) / M.w.Hg_5(IO_6)_2$ 2
P	$Mg_2P_2O_5$	A.w.P) / M.w. $2(Mg_2P_2O_5$

امثلة

س/ احسب العامل الوزني للكلوريد في راسب كلوريد الفضة؟

$$Gf = \frac{\text{Mof Cl}}{\text{M of AgCl}} = \frac{35.5}{143.5} = 0.25$$

س/ احسب العامل الوزني ل $Na_5P_3O_{10}$ في $Mg_2P_2O_7$ ؟ **ج=1.1o5**

العلاقة بين كتلة المادة المراد تقديرها في الراسب مع كتلة الراسب (الصيغة الوزنية) وايجاد النسبة المئوية

m المادة المطلوب تقديرها = Gf x m الصيغة الوزنية

$$\text{للمكون المراد تقديره \%} = \frac{\text{m للمادة المطلوبة}}{\text{m النموذج}} \times 100\ \%$$

$$\text{للمكون المراد تقديره \%} = \frac{\text{Gf x m الصيغة الوزنية}}{\text{m النموذج}} \times 100\ \%$$

س/ ما كتلة CaO الناتج من حرق 3.164 من اوكزالات الكالسيوم (CaC_2O_4) بشكل تام؟

$$Gf = \frac{\text{M of CaO}}{\text{M of } CaC_2O_4} = \frac{56}{128} = 0.4375$$

الصيغة الوزنية $m\ Cao = Gf \times m\ CaC_2O_4$

$= 0.4375 \times 3{,}164 = 1.384\ g$

المرسبات (عوامل الترسيب)

Precipitants (precipitation agents)

هي المادة التي تضاف الى المحلول لترسيب المادة المطلوبة

والمرسبات على نوعين :

1– مرسبات لاعضوية Inorganic Precpitant

2– مرسبات عضوية Organic Precpitant

1– المرسبات اللاعضوية : هي اما ان تكون املاحا لحوامض ضعيفة مثل الكبريتيدات والكاربونات والكرومات والكبريتات او هيدروكسيدات الفلزات وينشا عنها تكوين املاحا شحيحة الذوبان او اكاسيد مائية مع المجاميع المراد تحليلها اوتعيينها . ومن اهم المرسبات اللاعضوية محلول الامونيا الذي يستعمل لترسيب Al, Fe وكبريتيد الهيدروجين H_2S لترسيب As, Sn, Ge , Zn , Cu وكبريتيد الامونيوم لترسيب ايونات Co , Hg .

عيوبها :

تكون غير متخصصة أي يرسب اكثر من عنصر حيث يرسب المرسب اللاعضوي في ان واحد عدد من ايونات الفلزات مما يسبب تداخل عند تحليل احدهما بوجود الاخر.

2–المرسبات العضوية : وهي مركبات عضوية تستعمل لترسيب بعض الايونات الفلزية حيث تكون بعض المركبات الحلقية معقدة ضئيلة الذوبان جدا مثل مركب ثنائي مثل كلايوكسيم الذي يستعمل لترسيب النيكل في وسط قاعدي

ماهي اهم الصفات الواجب توفرها في المرسب ؟

1- ان يكون متخصص

2- ان يكون راسب ذو وزن جزيئي كبير

3- ان يكون راسب قليل الذوبانية

4- ان يكون راسب سهل الغسل والترشيح

5- ان يكون راسب ذو نقاوة عالية

6- ان يعطي ناتج شديد اللون

كيفية كتابة التقرير

اسم التجربة : تعيين نسبة ماء التبلور في ملح كلوريد الباريوم المائي $BaCl_2.XH_2O$

قام بالتجربة :

اسماء المشاركين :

1–.....

2–.....

3–.....

الجزء النظري :

المواد والادوات المستعملة

طريقة العمل :

الحسابات :

المناقشة :

الكيمياء التحليلية الوزنية

تجربة رقم (1)

اسم التجربة : تعيين الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم

Determination of Calcium as Ca-Oxalate

يرسب الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن الذي يحتوي على حامض HCl مع اوكزالات الامونيوم او حامض الاوكزاليك ومعاملة المحلول الناتج مع هيدروكسيد الامونيوم :

$$Ca^{+} + C_2O_4^{-2} + H2O \longrightarrow CaC_2O_4.H_2O$$

$$CaCO_3 + (NH_4)_2C_2O_4 \longrightarrow CaC_2O_4.H_2O$$

يفضل ان يكون الترسيب في محلول حامضي له (pH=4) . فاذا اضيفت اوكزالات الامونيوم الى محيط متعادل اوضعيف القاعدية فان تلوث الراسب (اوكزالات الكالسيوم) يكون اكبر, هذا من جهه ومن جهه اخرى فان دقائق الراسب تكون صغيرة الحجم . واذا تمت عملية الترسيب في درجة حرارة المختبر فان دقائق الراسب الناتج تكون صغيرة الحجم وبذلك يصعب ترشيحه . تزداد قابلية ذوبان الملح بازدياد حموضة المحلول وبازدياد درجة الحرارة , ولغرض الحصول على بلورات كبيرة فيجب زيادة الذوبانية وعلى هذا فينبغي ان يجري الترسيب في محيط حامضي مع التسخين .

عند حرق مادة اوكزالات الكالسيوم عند در جة حرارة عالية عند 500 م فانها تتحول الى كاربونات الكالسيوم

$$CaC_2O_4.H_2O \longrightarrow CaCO_3 + CO + H_2O$$

عند حرق الاوكزالات عند درجة حرارة (900– 1000م) فتتحول الى CaO

$$CaC_2O_4.H_2O \longrightarrow CaO + CO_2$$

المواد والادوات المستعملة

1 –ملح الكالسيوم(CaCO3)
2 –حامض الهيدروكلوريك (1:1)
3 –دليل المثيل الاحمر
4 –محلول اوكزالات الامونيوم4%
5 –محلول الامونيا 1:1

6 –محلول اوكزالات الامونيوم

طريقة العمل

1 –خذ بيكر سعة 400 مل ونظفه جيدا ثم جففه في فرن واستخرج وزنه وهو فارغ.
2 –ضع 0.5 غم من كاربونات الكالسيوم في بيكر
3 –اضف اليه10 مل من الماء المقطر
4 –اضف اليه 3–5 مل من حامض HCl المخفف(1:1)
5 –رج الخليط الى ان تذوب جميع الكاربونات
6 –سخن المحلول الى الغليان لمدة 5 دقائق لطرد CO_2
7 –اكمل الحجم بالماء الى 200 مل ثم اضف له قطرتين من المثيل الاحمر
8 –سخن المحلول حتى الغليان
9 –حضر في بيكر صغير سعة 100مل محلول يتكون من (2غم من اوكزالات الامونيوم في 50 مل ماء) ثم اضفه بصورة بطيئة الى المخلول الاول المغلي
10 اضف الى محتويات البيكر محلول الامونيا بشكل قطرات الى ان يتغير اللون من الاحمر الى الاصفر
11 ضع المحلول على لهب ضعيف دون ان يغلي لمدة ساعة لكي يركد الراسب
12 برد المحلول ثم رشح
13 اغسل الراسب وهو على ورقة الترشيح بواسطة محلول 0.1% من اوكزالات الامونيوم البارد
14 انقل الورقة الى جفنه خزفية نظيفة وجافة (استخرج وزنها قبل الاستعمال)
15 احرق الراسب مع الورقة على لهب مصباح بنزن او في فرن الحرق في درجة حرارة 500 م عند الوزن على هيئة كاربونات الكالسيوم .

او جفف ورقة الترشيح مع الراسب في الفرن عند درجة حرارة 100–115 م عند الوزن على هيئة اوكزالات الكلسيوم $CaC_2O_4.H_2O$ الا ان هذه الطريقة غير مفضلة (نسبة الخطا في هذه الطريقة 0.5–1 %)

16 برد الجفنة ثم استخرج وزنها

الحسابات والنتائج

في حالة الوزن على هيئة اوكزالات الكالسيوم

وزن الجفنة مع المادة قبل التجفيف = غم

وزن الجفنة مع المادة بعد التجفيف = غم

$$\text{النسبة المئوية للكالسيوم} = \frac{\text{وزن اوكزالات الكالسيوم } CaC_2O_4.H_2O \times \text{المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

$$\text{المعامل الوزني} = \frac{\text{وزن } Ca}{\text{وزن صيغة } CaC_2O_4.H_2O} = 0.2743$$

اسئلة للمناقشة

1–لماذا يفضل ان يكون المحيط حامضي

2– تكون دقائق الراسب الناتج صغيرة فلا يمكن ترشيحه في درجة حرارة المحتبر.

3– هل يمكن استخدام دليل اخر غير المثيل الاحمر ولماذا

4– يوضع المحلول على لهب ضعيف لمدة ساعة دون ان يصل الى درجة الغليان؟

تجربة رقم (2)

اسم التجربة : تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

Determination of Chloride as Silver Chloride

يمكن تعيين الكلوريد في نموذج يذوب في الماء باضافة زيادة من محلول نترات الضة الى محلول الكلوريد

$$Ag^{+} + Cl^{-} \longrightarrow AgCl$$

$$AgNO_3 + NaCl \text{ ---------- } AgCl + NaNO_3$$

والغرض من تحميض المحلول بحامض النتريك فهو لمنع ترسب بعض املاح الفضة ككاربونات الفضة (Ag_2CO_3) وفوسفات الفضة (Ag_3PO_4) التي تترسب من المحلول المتعادل او القاعدي فيما اذا وجدت ايونات CO^{-2} و PO^{-3} ي المحلول , كذلك يساعد المحلول الخامضي في الحصول على راسب (AgCl) قابل للترشيح بسهولة . فبتسخين وتحريك المحلول الذي يحتوي على راسب (AgCl) تتكتل الدقائق الغروية المتكونه مبدئيا وعندئذ يصبح المحلول رائقا بعد ان كان عكرا .

ومن خواص الراسب انه ملح ابيض قليل الذوبان بالماء , فقابلية ذوبانه نحو (0.0014) غم/لتر عند درجة حرارة الغرفة ولكنها تزداد درجة الحرارة . وهذا الملح حساس للضوء وللعوامل المختزلة . اما وزنه لا يتغير عند تسخينه بين (70–600 م) وهو ينصهر عند (455 م) ويبدا بالتناقص فوق (600 م) .

المواد والادوات المستعملة

1 –ملح الكلوريد الذائب في الماء
2 –حامض النتريك المخفف (1:1)
3 –محاول نترات الفضة (0.1) عياري0
4 –حامض النتريك المخف (.015) عياري

طريقة العمل

1 –زن بدقة (0.2) غم من كلوريد الصوديوم في بيكر سعة 250 مل نضيف وجاف مزود بقضيب زجاجي ومغطى بزجاجة ساعة .
2 –اضف الية 100 مل من الماء المقطر الخالي من الكلوريد وذوب الملح بالتحريك ثم اضف الية (3–5) مل من حامض النتريك المخفف (1:1)
3 –في مكان خافت الاضاءة اجر العمليات التالية

4- رسب الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة باضافة حوالي (20) مل من محلول نترات الفضة (0.1) عياري وتجري الاضافة ببطئ مع التحريك المستمر الى المحلول البارد .

5- بعد ان يستقر الراسب اض بضع قطرات الى المحلول الرائق فوق الراسب وذلك للتاكد من تمام الترسيب .

6- سخن الخليط بسرعة الى قرب درجة الغليان لمدة دقيقة لكي يتكتل الراسب , بعد ذلك توقف عن التسخين واترك الراسب ليستقر . تاكد مرة اخرى من تمام الترسيب باضافة بضع قطرات من محلول AgNO3 الى الرائق . عند عدم ظهور تعكر للرائق احفظ البيكر مع محتوياته في مكان مظلم لمدة ساعة على الاقل قبل اجراء عملية الترشيح .

7-زن ورقة الترشيح وهيئ جهاز الترشيح

8- رشح الراسب , انقل الراسب كميا الى ورقة الترشيح وانقل الدقائق الصغيرة من راسب (AgCl) الملتصقة بالبيكر بمساعدة قضيب التنضيف واغسله بحامض النتريك المخفف حوالي (0.015) عياري البارد باضافة وجبات صغيرة منه ولمرات عديدة حتى تزول اثار نترات الفضة ويمكن التاكد من ذلك بجمع (5) مل من راشح الغسيل في انبوبة اختبار وفحصه باضافة قطرتين من حامض HCl (0.1)عياري فان لم يظهر راسب محسوس يكتفي بالغسل واخيرا اغسل الراسب بالماء المقطر لطرد معظم حامض النتريك (HNO3) الموجود .

9- جفف الراسب الى درجة (130) م لمدة ساعة واحدة . ودعها تبرد ثم سجل وزن ورقة الترشيح مع الراسب حتى ثبوت الوزن . ثم احسب وزن الراسب .

الحسابات

$$\text{العامل الوزني (G.F)} = \frac{\text{A.W.(Cl)}}{\text{M.W.(AgCl)}} = 0.2474$$

$$\text{النسبة المئوية للكلوريد} = \frac{\text{Wt. Of AgCl}}{\text{Wt.of Sample}} \times 0.2474 \times 100$$

اسئلة للمناقشة

1 –يحمض محلول الكلوريد في التجربة بحامض النتريك

2 –يحفظ البيكر مع محتوياته من المادة مغطى وفي مكان مظلم

3 –تضاف قطرات من نترات الفضة الى المحلول الرائق بهد استقرار الراسب

4 –يكون التسخين الى درجة الغليان ؟

5 –يستخدم حامض النتريك المخفف كعامل غاسل للراسب ولايستخدم حامض HCl المخفف .

تجربة رقم (3)

اسم التجربة : تقدير الحديد بترسيبه على هيئة هيدروكسيد الحديديك

$$Fe^{+3} + 3\,NH_4OH \;====== Fe(OH)_3 + 3NH_4^+$$

$$2Fe(OH)_3 \text{ ----------} Fe_2O_3 + 3H_2O$$

يترسب ايون الحديد الثلاثي على شكل اوكسيد الحديد المائي $Fe_2O_3 . xH_2O$ باستخدام الامونيا كعامل مرسب . وممكن حصول الترسيب الكمي في المحيط الحامضي الضعيف .

$$Fe + 3NH_3 + 3H_2O \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots Fe(OH)_3 + NH_4$$

التركيب الكيميائي للراسب المتكون متغير وغير معروف بالضبط , حيث يحوي عدد غير معروف من جزيئات الماء منها مرتبطة كيميائيا بالراسب ومنها ممتزه , فالراسب يحرق حتى الاحمرار لغرض تحويله الى اوكسيد الحديديك Fe_2O_3 ويوزن على هذا الشكل الكثير من الايونات الفلز تترسب على شكل هيدروكسيدات الامونيا ومنها ما يترسب بمحيط حامضي ضعيف مثل الكروم الثلاثي والالمنيوم والتيتانيوم والزركون يعتبر راسب هيدروكسيد الحديديك (اوكسيد الحديد المائي) من الرواسب الغروية المعروفة لذا يجب ان يجري الترسيب في محاليل ساخنة قرب درجة الغليان .

طريقة العمل

1 – خذ بيكر سعة 250 مل وضع فيه 0.5 غم من ملح كبريتات الحديدوز الامونيومية .
2 – اذب الملح باضافة 40 مل ماء مقطر ثم اضف للمزيج 10 مل من حامض HCl المخفف بسنبة 1:1
3 – اضف 1مل من حامض النتريك المركز الى المزيج (لغرض اكسدة الحديد الثلاثي الى ثنائي)
4 – اغلي المحلول لمدة 5دقائق الى ان يكتسب المحلول لونا اصفر .
5 – اضف محلول الامونيا المحضر بسبة 1:1 مع التحريك المستمر(تكون الاضافة ببطء)
6 – سخن بلطف لمدة 10 دقائق (تجنب الوصول الى درجة الغليان) واترك الراسب يركد (يكون الترسيب تاما اذا كان المحلول العلوي فوق الراسب عديم اللون).
7 – رشح ثم أضف إلى الراسب 100 مل من محلول نترات الامونيوم بسبة 1:1 (سخن محلول نترات الامونيوم الى درجة الغليان قبل الإضافة) امزج جيدا واتركه ليركد .
8 – رشح واغسل الراسب مرة ثانية باضافة 100 مل من محلول نترات الامونيوم الساخن (للتخلص من اثار ايونات الكلوريد لهذا المحلول)

9 – انقل ورقة الترشيح الى جفنة خزفية واحرقها حتى الاحمرار (دون ان تلتهب الورقة) ثم احرق بدرجة 500–550 درجة مئوية.

10 – برد الجفنة ثم استخرج الوزن

<u>الحسابات والنتائج</u>

وزن الجفنة فارغة = غم

وزن الجفنة مع المادة قبل الحرق

وزن الجفنة مع المادة بعد الحرق

$$\text{المعامل الوزني} = \frac{\text{وزن الصيغة للحديد}}{\text{وزن الصيغة لاوكسيد الحديديك } Fe_2O3} = \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots$$

$$\text{النسبة المئوية للحديد في النموذج} = \frac{\text{وزن الراسب x المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100 = \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots$$

<u>المناقشة</u>

س1/ يترسب ايون الحديد Fe على شكل اوكسيد الحديد المائي ($Fe_2O_3xH_2O$) باستخدام الامونيا كعامل مرسب ؟

س2/ يجري الترسيب في هذه التجربة في محاليل ساخنة؟

س3/ يحرق الراسب الى درجة الاحمرار؟

س4/ اضافة $HNO3$ المركز الى المزيج؟

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 .

$$Ba^{+2} + SO_4^{-2} \xrightarrow[(0.5)\ HCl]{} BaSO_4$$

$$BaCl_2 + NaSO_4 \text{ ---------- } BaSO_4 + 2\ NaCl$$

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 شانه 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 .

$$BaSO_4.xH_2\text{----------} \qquad BaSO_4.xH_2O \text{ ---------- } BaSO_4 + xH_2O$$

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

$$BaSO_4 + 4C \qquad BaS + 4CO$$

$$BaSO_4 \qquad BaO + SO_3$$

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_2SO_4) المخفف ثم اعادة التسخين حتى يطرد الحامض غير المستعمل في التفاعل على شكل ابخرة :

$$BaS \qquad BaSO_4 + H_2S$$

<u>المواد والأدوات المستعملة</u>

1. **–نموذج لملح 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)**

<u>طريقة العمل</u>

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**
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 للتاكد من اكتمال الترسيب (تاكد 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

$$\text{نسبة الكبريتات المئوية} = \frac{\text{وزن الراسب} \times \text{المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

$$\text{المعامل الوزني} = \frac{\text{وزن } SO_4}{\text{وزن } BaSO_4} = 0.41155$$

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 الجفنةبعد الحرق للراسب($BaSO_4$)

تجربة رقم (5)

اسم التجربة : تقدير االرصاص بترسبه على شكل كبريتات الرصاص

الجزء النظري

يفصل الرصاص عن كافة الايونات التي تكون أملاح ذائبة مع الكبريتات . ألا إن ايونات الفلزات مثل الكالسيوم والسترونتيوم والباريوم والفضة والزئبق وغيرها من الايونات التي تكون رواسب مع الكبريتات تترسب لذا يجب فصلها قبل إجراء عملية الترسيب . وكذلك فان وجود حامض HCl وحامض النتريك HNO_3 تزيد كثيرا من ذوبانية كبريتات الرصاص بالإضافة إلى احتمال ترسبها معه ترسبا مصاحبا , لذا يجب ابعاد هذه الحوامض عن طريق تبخير المحلول مع حامض الكبريتيك المركز مرتين لحد ظهور ابخرة بيضاء من SO_3 .

ان ذوبانية كبريتات الرصاص بحامض الكبريتيك المخفف هي 5 ملغم/لتر وهي اقل من ذوبانية الراسب بالماء (45 ملغم/لتر) والسبب هو فعل او تأثير الايون المشترك ولذا يفضل غسل الراسب بمحلول مخفف من حامض الكبريتيك .

$$Pb(NO_3)_2 + H_2SO_4 \qquad PbSO_4 + HNO_3$$

طريقة العمل

1 –ضع 0.5 غم من نترات الرصاص (مادة سامة وسهلة الذوبان في الماء) في بيكر سعته 400 مل .

2 –أضف إلى البيكر 20 مل ماء ثم أضف 2 مل من حامض الكبريتيك المركز .

3 –امزج جيدا ثم سخن على حمام مائي حتى خروج أبخرة بيضاء من ثالث اوكسيد الكبريتيك بعد طرد كل النترات .

4 –برد المحلول ثم خفف بإضافة 40 مل ماء , ثم اضف 3مل من حامض الكريتيك المركز

5 –امزج الخلط جيدا واتركه ليركد نصف ساعة .

6 –رشح ثم اغسل الراسب بحامض H_2SO_4 المخفف ثم انقل الراسب وورقة الترشيح الى جفنة خزفية نظيفة وجافة وموزونه .

7 –جفف في فرن كهربائي عند حرارة 500–600 درجو مئوية

8 –برد ثم استخرج وزن الراسب (كبريتات الرصاص)

الحسابات والنتائج

وزن الجفنة فارغة = غم

وزن الجفنة مع الراسب بعد التجفيف = غم

وزن الراسب = غم

$$\text{النسبة المئوية للرصاص في النموذج} = \frac{\text{وزن الراسب} \times \text{المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

$$\text{المعامل الوزني} = \frac{\text{وزن صيغة الرصاص Pb}}{\text{وزن صيغة } PbSO_4} = 0.6832$$

المناقشة

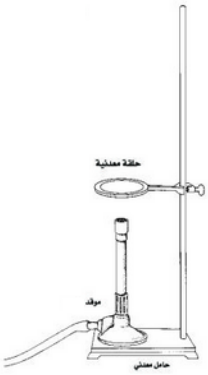
س1 / يكون الرصاص أملاح ذائبة مع الكبريتات

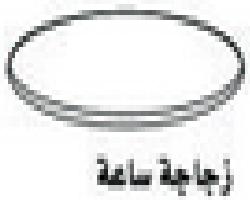
س2/ يجب إبعاد حامض HCl و HNO_3 بتبخير المحلول مع حامض الكبريتيك المركز مرتين لحد ظهور أبخرة بيضاء

س3 / يفضل غسل الراسب بمحلول مخفف من حامض الكبريتيك ؟

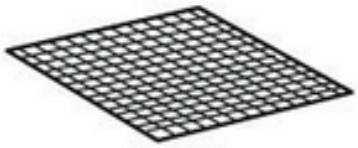
الادوات المستخدمة في التحليل الحجمي

جفنة




زجاجة ساعة

سخان كهربائي


شبكة تسخين

قمع زجاجي

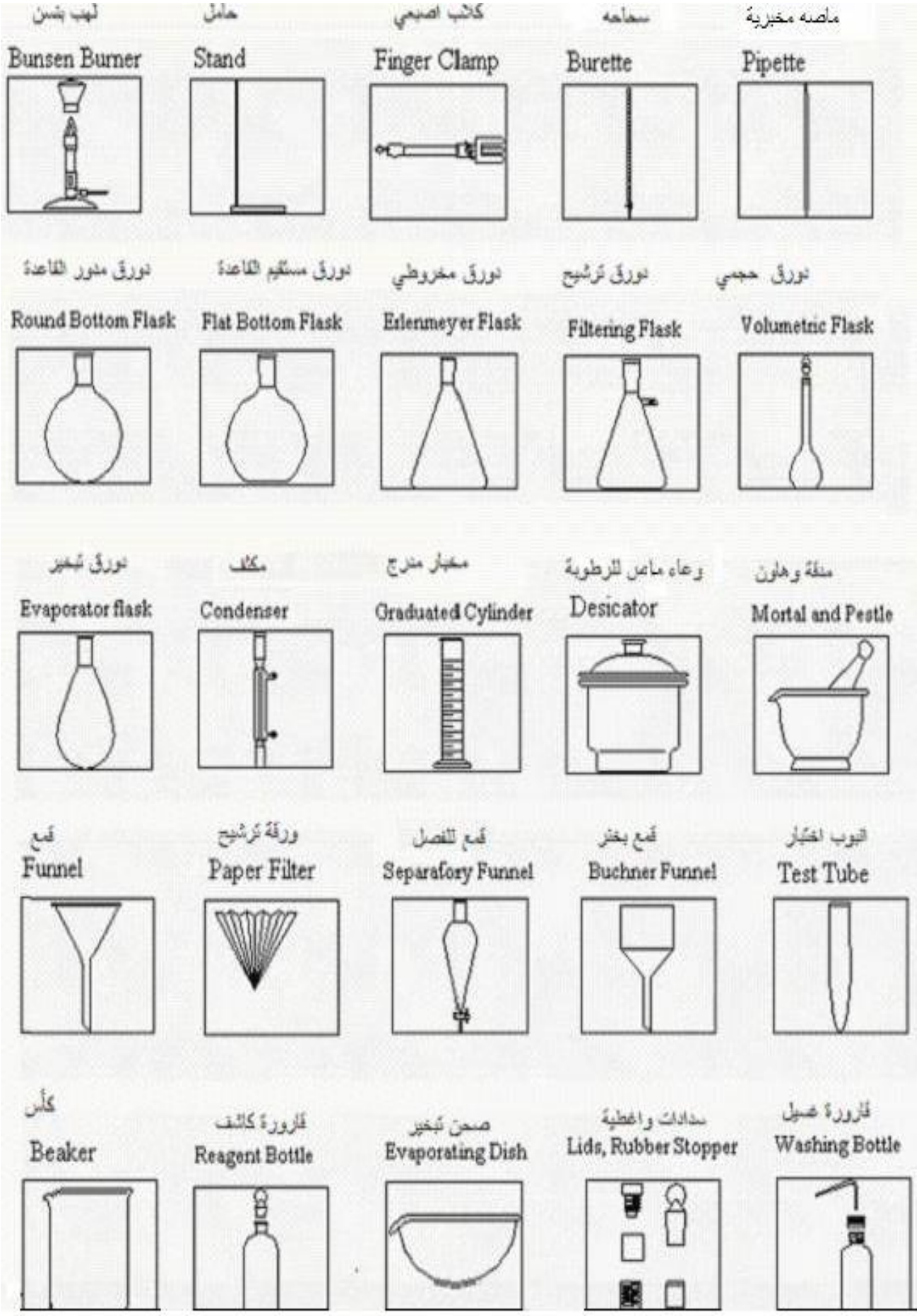
كؤوس زجاجية مدرّجة

مدق

ميزان رقمي

ورق ترشيح

دورق مخروطي


لهب بنسن
Bunsen Burner
حامل
Stand
كلاب اصبعي
Finger Clamp
سحاحه
Burette
ماصه مخبرية
Pipette
دورق مدور القاعدة
Round Bottom Flask
دورق مستقيم القاعدة
Flat Bottom Flask
دورق مخروطي
Erlenmeyer Flask
دورق ترشيح
Filtering Flask
دورق حجمي
Volumetric Flask
دورق تبخير
Evaporator flask
مكثف
Condenser
مخبار مدرج
Graduated Cylinder
وعاء ماص للرطوبة
Desicator
منقة وهاون
Mortal and Pestle
قمع
Funnel
ورقة ترشيح
Paper Filter
قمع للفصل
Separafory Funnel
قمع بخنر
Buchner Funnel
انبوب اختبار
Test Tube
كأس
Beaker
قارورة كاشف
Reagent Bottle
صحن تبخير
Evaporating Dish
سدادات واغطية
Lids, Rubber Stopper
قارورة غسيل
Washing Bottle