

اعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسم حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. لينا عادل صابر السالم

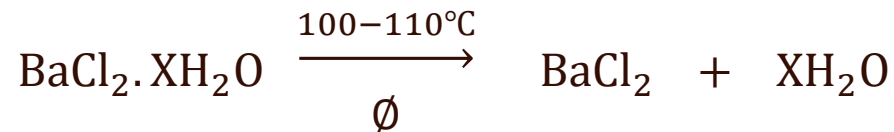
كلية التربية للعلوم الصرفة

تجربة (1)

حساب نسبة وعدد جزيئات ماء التبلور في $BaCl_2 \cdot XH_2O$

نظرية التجربة :-

تعتبر هذه التجربة من الأمثلة على طرق التبخر حيث أن فيها يتم استخدام بلورات ملح كلوريد الباريوم المائي , أي أن فيها نسبة معينة من ماء التبلور $BaCl_2 \cdot XH_2O$ حيث يمثل X عدد جزيئات الماء التي من خلال هذه التجربة نستطيع إيجادها مهما كانت النسبة صغيرة أو كبيرة عن طريق وضع المادة في جفنة في الفرن لمدة معينة وعند درجة حرارة $100 - 110^\circ C$ والمعادلة توضح التفاعل :-



طريقة العمل :-

- 1-** تؤخذ جفنة وتغسل جيداً ثم توضع في الفرن إلى أن تجف ثم توضع في الديسكيتير (المجفف) لمدة 5 دقائق .
- 2-** توزن الجفنة وهي فارغة ويسجل الوزن ومن دون تصفير الميزان تزن بعدها ما يقارب (0.7g) من $\text{BaCl}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ ثم يسجن وزن الجفنة مع النموذج قبل التسخين .
- 3-** توضع الجفنة مع النموذج داخل الفرن لمدة (min 45) عند درجة حرارة $100 - 110^\circ\text{C}$ للحصول على بدون ماء .
- 4-** نخرج الجفنة ثم نضعها داخل المجفف ومن ثم نوزنها مرة اخرى لنحصل على وزن الجفنة مع النموذج بعد التسخين .

الحسابات :-

1- وزن الجفنة وهي فارغة $X =$

2- وزن الجفنة مع النموذج $0.7 + X =$ (قبل التسخين)

3- وزن الجفنة مع النموذج $y =$ (بعد التسخين)

4- وزن الماء وزن النموذج قبل التسخين - وزن النموذج بعد التسخين .

$$\text{النسبة المئوية لماء التبلور} = \frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن النموذج قبل التسخين}} * 100$$

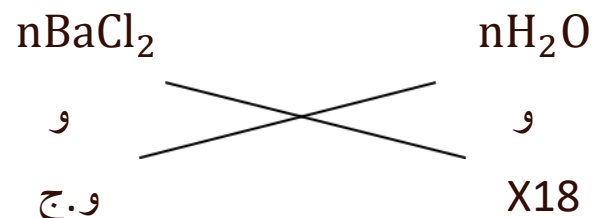
عدد جزيئات الماء	<u>وزن الماء</u>	<u>وزن الملح بدون ماء</u>
و.ج	و.ج	و.ج
و	و	و
	X18	208

عدد جزيئات الماء () $X =$

$$n = \frac{Wt}{M. Wt} \quad n = \frac{\text{و}}{\text{و.ج}}$$

لحساب عدد جزيئات الماء :-

عدد مولات الماء عدد مولات الملح



يعوض وزن الملح اللامائي (وزن النموذج بعد التسخين) أو (0.7 - وزن الماء) لا يجوز .

$$\frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن النموذج قبل التسخين}} = \% \text{ للماء}$$

0.07

↑

يفضل أن يؤخذ الوزن العملي

من حاصل الطرح (وزن النموذج مع الجفنة قبل التسخين وزن الجفنة وهي فارغة)

تجربة (2) الوزن العملي حصراً طريقة وزنية ترسيبيه

تعيين الكلوريد وزنياً على هيئة كلوريد الفضة

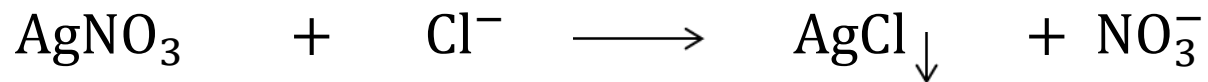
Determination of chloride as silver chloride

نظرية التجربة :-

يمكن تعيين الكلوريد في نموذج يذوب في الماء بإضافة

1- زيادة من محلول نترات الفضة إلى المحلول الكلوريد الحمض .

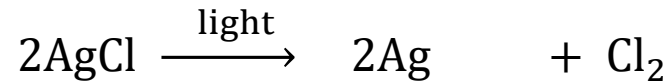
2- لكي يمنع ترسيب املاح الفضة فوسفات الفضة , كربونات الفضةالخ
بحامض النتريك المخفف ثم وزن راسب كلوريد الفضة بعد ترشيحه وغسله وتجفيفه .



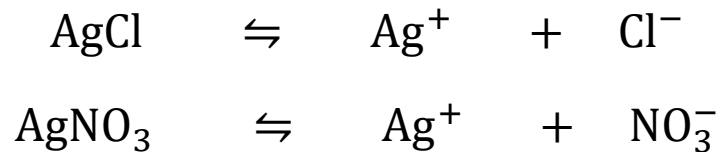
راسب ابيض

صفات الراسب :-

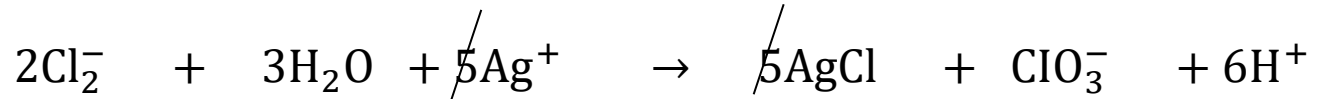
كلوريد الفضة راسب ابيض غروي قليل الذوبان في الماء إذ تبلغ قابلية ذوبانه (1.4mg/L) بدرجة حرارة 20°C وتزداد بزيادة درجة الحرارة حيث تبلغ (21.7 mg/L) عند درجة حرارة ولهذا يتم الترسيب والترشيح ثم الغسل في المحاليل الباردة . كما أنه يختلف عن بقية الرواسب بحساسيته للضوء إذ يكتسب الراسب عادة لون بنفسجي أو رمادي بسبب تراكم دقائق الفضة الناتجة من التحلل الضوئي للراسب حيث يتحلل إلى عنصر الفضة والكلور وعليه يترك في مكان مظلم .



كما وان قابلية ذوبان الراسب تقل بوجد تركيز متوسط من العامل المرسب (نترات الفضة) بفعل الأيون المشترك .



بالإضافة إلى أن التراكيز المتوسطة من العامل المرسب تعمل على اكتمال الترسيب اما الزيادة الكبيرة من زيادة) للكلوريد الحقيقية المئوية للنسبة أعلى زيادة إلى تؤدي خاطئة نتائج تعطي فإنها AgNO_3 (في الوزن) والسبب هو أن الكلور الناتج من التحلل الضوئي لكلوريد الفضة يتفاعل مع الماء مكوناً أيونات الكلوريد وهذه الأخيرة تتفاعل مع الفضة الزائدة هذه مكونة كلوريد الفضة إضافي .



Interferences

المتداخلات

1- الايونات السالبة مثال



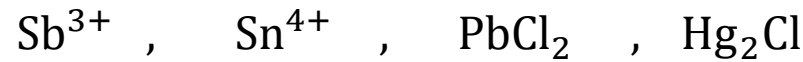
تكون مركبات غير ذائبة في الوسط المتعادل أو القاعدي مع الفضة بينما تكون هذه المركبات ذائبة في الوسط الحامضي .

والايونات السالبة مثل



تكون مركبات غير ذائبة في الوسط الحامضي ويجب إذابتها .

2- الايونات الموجبة مثل



وهي ايونات المعادن الثقيلة وتكون مركبات غير ذائبة مع الكلوريد في الوسط الحامضي يجب ازلتها



3- المواد التي تختزل كلوريد الفضة إلى فضة يجب ازلتها والسليولوز ولهذا لا تستعمل ورقة الترشيح

Procedure

طريقة العمل :-

25ml from Cl^- + 25ml D.W + 8ml AgNO_3

يضاف قطرة قطرة مع الرج

تسخين على الهيتز لمدة 2min ————— يترك في مكان مظلم لمدة 30-45min



تؤخذ الجفنة

وهي فارغة

تجري عملية الترشيح



يوضع داخل الفرن ليجف

بدرجة حرارة 110°C لمدة ساعة

باستخدام جهاز التبخير (Bukhnur)

الحسابات :- Calculations

$$100 * \frac{\text{الجزء}}{\text{الكل}} = \%$$

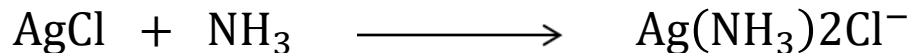
$$100 * \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} = \text{Cl}^{-}\%$$

∴ لا نعرف صيغة النموذج فقط نعلم أنه حاوي على أيون Cl^{-} نستخدم العامل العددي .

$$100 * \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} = \text{Cl}^{-}\% \quad \text{العامل العددي}$$

يعطى 0.1g

$$\frac{\text{و. ج } \text{Cl}^{-} (\text{الوزن الذري للأيون})}{\text{و. ج } \text{AgCl} (\text{الوزن الجزيئي لهيئة الراسب})} = \text{العامل العددي}$$



معقد ذائب



تجربة رقم (3)

تقدير الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم

Determination of Sulphate as barium Sulphate

نظرية التجربة :-

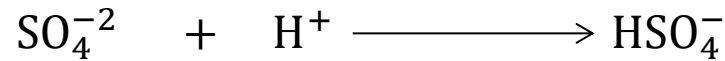
يتم ترسيب الكبريتات على هيئة راسب أبيض من كبريتات الباريوم وتعتمد الطريقة على الإضافة البطيئة لمحلول كلوريد الباريوم بحامض المحمضة الكبريتات من ساخن محلول إلى المخفف BaCl_2 الهيدروكلوريك المخفف ذو العيارية 0.05N .



يرشح الراسب الأبيض المتكون ويغسل بالماء المقطر الساخن ثم يحرق في فرن درجة حرارته ويوزن على هيئة كبريتات الباريوم .

س/ نلاحظ أن ذوبانية الراسب تزداد بازدياد الحوامض المعدنية ؟

ج/ وذلك بسبب تكوين أيون الكبريتات



تبلغ قابلية ذوبان كبريتات الباريوم في الماء 3 ملغم / لتر (3mg/L) في درجات الحرارة الاعتيادية .

حيث تزداد الذوبانية تبعاً ففي محلول (0.1N) من حامض HCl تبلغ ذوبانية BaCl_2 (10 mg/L) في درجة حرارة 20 م زيادة بوجود الذوبانية تقل ولكن (78 L/gm (تقارب (N1) محلول وفي
من في المحلول . (أي زيادة من أيون Ba^{+2} .

إن اختيار الترسيب في محيط حامضي بحدود (0.05N) وبوجود زيادة معتدلة من كلوريد الباريوم من شأنه أن يقلل ذوبانية الراسب إلى درجة يمكن تجاهلها

لاختيار محيط الراسب بهذه الحامضية **أسباب** منها : -

1- يمنع ترسيب الأملاح الأخرى للباريوم مثل والتي تذوب في المحاليل المتعادلة .

2- يعطي بلورات أو دقائق كبيرة من الراسب .

3- يعمل على زيادة عملية الترسيب .

4- تكون دقائق الراسب أكثر نقاوة وبالتالي يسهل ترسيبها

س/ ما هو سبب إضافة زيادة من العامل المرسب ؟

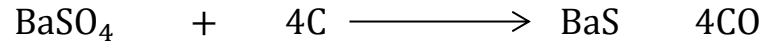
ج/ يقلل من ذوبانية الراسب بفعل الأيون المشترك .



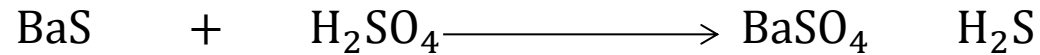
ملاحظة :- في هذه التجربة يجب حرق الراسب لعدم إمكانية تجفيفه بدرجات حرارة واطئة (110-
115 م حرارة درجات في الراسب يحرق ولذلك البلورية الشبكة في بقوة مرتبط التبلور ماء لكون)

عالية .

ملاحظة :- بالرغم من أن هذا الراسب يكون ثابت الا أنه قد يختزل بسهولة عند درجة بواسطة كاربون ورقة الترشيح .



وهذا الاختزال ممكن أن نتحاشاه عند تفحيم ورقة الترشيح عند أقل درجة حرارة ممكنة مع ترك البودقة غير مغطاة إلى أن تزول ورقة الترشيح عملياً . أما التفكك الطفيف لكبريتات الباريوم فيمكن إرجاعه بالتبريد الراسب والبودقة ثم إضافة بضع قطرات من حامض الكبريتيك ثم التسخين بلطف لطرده الحامض الغير مستعمل على شكل أبخرة .



طريقة العمل :-

توضع في بيكر 1 وتسخن إلى الغليان على الهيتز SO_4^{2-} 25ml + D.W 25ml \longrightarrow

توضع في بيكر 2 وتسخن إلى ما دون الغليان BaCl_2 8ml \longrightarrow

تضاف محتويات البيكر 2 إلى البيكر 1 قطرة مع التحريك .



يسخن المحلول الناتج في حمام مائي لمدة 45min

يكشف عن إكمال عملية الترسيب بإضافة قطرة من العامل المرسب على الراشح إذا تعكر يعني لم يكتمل الترسيب

يرشح المحلول بواسطة ورقة الترشيح ويغسل بالماء المقطر الساخن .

بعد اسبوع

نحرق على مصباح بنزن إلى أن تنقطع الابخرة .

ثم نحرق في فرن درجة حرارته 200°C لمدة نصف ساعة (30min).

الحسابات

$$100 * \frac{\text{الجزء}}{\text{الكل}} = \%$$

$$100 * \frac{\text{وزن الراسب}}{0.1\text{g وزن النموذج}} = \text{SO}_4^{-2} \%$$

$$\frac{\text{SO}_4^{-2} \text{ ج. و.}}{\text{BaSO}_4 \text{ ج. و.}} = \text{العامل العددي}$$

تجربة (4)

تقدير الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم

Determination of Calcium as Calcium Oxalate

Theory

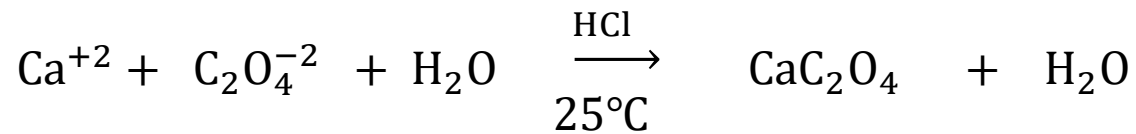
نظرية التجربة :-

يرسب الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع أوكزالات الألمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الألمونيوم NH_4OH

Theory

نظرية التجربة :-

يرسب الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع أوكزالات الألمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الألمونيوم NH_4OH

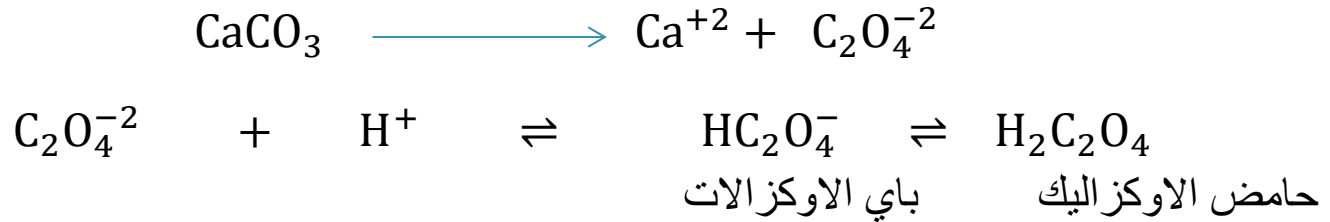


يوزن الراسب على عدة أشكال إما على هيئة أوكزالات الكالسيوم المائية في 25°C .



حيث تبلغ قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم المائية H_2O . CaC_2O_4 (6.7mg/L) عند 25 م°
 و (14mg/L) عند 95 م° الذوبان قابلية فتكون الألمنيوم أو كزالات على والحوية المتعادلة المحاليل في أما
أقل بكثير لذلك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب في التقدير الوزني الكمي للكالسيوم .

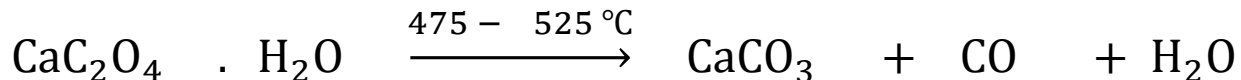
أما زيادة تركيز أيونات الهيدروجين في المحلول فتؤدي إلى زيادة قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم نتيجة
 لزوال أيونات الاوكزالات من النظام بنسب تحولها إلى أيونات (البي اوكزالات $HC_2O_4^-$ وإلى حامض
 الاوكزاليك عند حامضية أعلى).



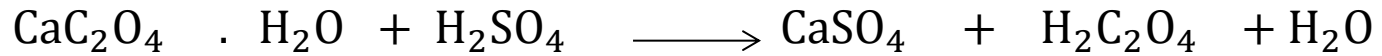
وقد يعامل راسب الاوكزالات الكالسيوم قبل الذوبان بإحدى الطرق التالية :-

1- تجفيف اوكزالات الكالسيوم H_2O . CaC_2O_4 عند درجة حرارة 110 م° وزنه بهذه الصورة . إلا
 أن هذه الطريقة غير مفضلة .

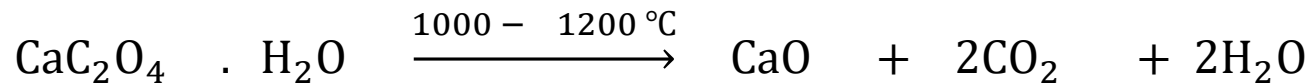
2- حرق اوكزالات الكالسيوم عند درجة . الكالسيوم كاربونات إلى كميّاً تتحول بحيث 500 ± 25 م°



3- معاملة الراسب مع حامض الكبريتيك ثم وزن الكبريتيك الكالسيوم الناتجة بعد طرد الكمية الزائدة من الحامض



4- حرق الراسب أو تسخينه عند درجة حرارة يمكن تحويله إلى أوكسيد الكالسيوم . إذ تعتبر هذه الطريقة الأكثر استخداماً .



لكن يجب وزن الراسب بسرعة لأنه يمتص الرطوبة بسرعة .

طريقة العمل :- Procedurer

1- نأخذ بيكرين , البيكر الاول نضع فيه

ويسخن إلى الغليان لمدة 2 – 3 min M.R 3 – 2 drop 25 ml D . W + 25 ml Ca^{+2}

البيكر الثاني نضع 10-8 فيه من محلول أوكزالات الألمنيوم ويسخن تسخين هين .

2- نضيف البيكر الثاني على الاول قطرة قطرة مع التحريك المستمر .

3- نعاذل المحلول بإضافة محلول الأمونيا قطرة قطرة إلى أن يتحول اللون الأحمر —> أصفر

4- نضع البيكر على حمام مائي لمدة ساعة حتى يتغير لونه إلى —> البرتقالي

5- نضيف بضع قطرات من محلول الاوكزالاات للتأكد من إكمال عملية الترسيب .

6- نرشح بواسطة الجفنة .

7- نغسل بمحلول اوكزالاات الالمونيوم المخفف والبارد .

8- نجفف الراسب بالفرن بدرجة 150 °C – 115 لمدة ساعة (60 min) ثم نبرد بالمجفف ونوزن .

الحسابات :-

ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم

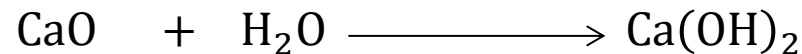
$$\% \text{ Ca} = \frac{\text{الجزء}}{\text{الكل}} * \text{العامل الوزني} * 100$$

$$100 * \frac{\text{و.ج. } \text{Ca}^{+2}}{\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}} * \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} = 100 * 0.2743 * \frac{\text{CaC}_2\text{O}_4}{0.1} =$$

36%

المناقشة :-

1- لماذا ينكسر الإناء الحاوي على عند إضافة الماء إليه ؟



2- ماذا نقصد بعملية تعميم الراسب ؟

3- مالفائدة من تسخين المحلول في الحمام المائي ؟

4- ما الفائدة من تسخين اوكزالات الالمونيوم قبل إضافتها ؟

5- مالفائدة من إضافة الدليل ؟

6- مالفائدة من إضافة الالمونيوم

ج/ حتى يصبح المحلول متعادل أو قاعدي

- يسخن تسخين **هين** لأنه لو سخن اوكزالات الالمونيوم حتى الغليان سوف تتفكك إلى أمونيوم واوكزالات ثم تتفكك الاوكوزالات إلى والذي يكون على شكل غاز .

ج/ الفائدة من اضافة الدليل للتأكد من وسط التفاعل إن يجب أن يكون وسط الترسيب قاعدي .

- تسخين اوكزالات الالمونيوم إلى ما دون الغليان لكي لا تذوب عند تسخينها .

- تكون قابلية ذوبان الراسب أقل بكثير باستخدام محلول مخفف من اوكزالات الامونيوم المخفف في عملية الغسل .



تجربة (5)

تقدير الكالسيوم على هيئة كاربونات الكالسيوم .

Determination of Calcium as Calcium carbonate

الجزء النظري :- نفسه في تجربة (4)

طريقة العمل :- نفسها إلى خطوة الترشيح

7- نرشح بواسطة ورقة الترشيح .

8- نحرق ورقة الترشيح مع المادة في جفنة (بورقة خزفية) تفحم وتحرق فوق لهب مصباح بنزن إلى أن تتحول إلى رماد أبيض .

9- نضع الجفنة في فرن درجة حرارته $500 \pm 25^{\circ}\text{C}$ لمدة ساعتين . (120 min)

10- نبردها في المجفف desiccator .

11- نزنها .

الحسابات :-

$$\text{العامل الوزني} = \frac{\text{و. ج } \text{Ca}^{+2}}{\text{و. ج } \text{CaCO}_3} = 0.4004$$

$$\text{Ca}\% = \frac{\text{وزن } \text{CaCO}_3}{0.1} * 0.4004 * 100$$

المناقشة :-

س/ ما الفرق بين الطريقتين ؟ وأيها أفضل ؟

$$\therefore \text{Ca } \% = 36$$

التجربة رقم (1)

اعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسم حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. ليلى عادل صابر السالم

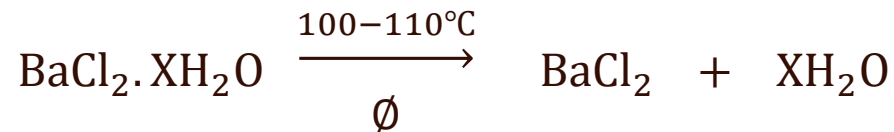
كلية التربية للعلوم الصرفة

تجربة (1)

حساب نسبة وعدد جزيئات ماء التبلور في $BaCl_2 \cdot XH_2O$

نظرية التجربة :-

تعتبر هذه التجربة من الأمثلة على طرق التبخر حيث أن فيها يتم استخدام بلورات ملح كلوريد الباريوم المائي , أي أن فيها نسبة معينة من ماء التبلور $BaCl_2 \cdot XH_2O$ حيث يمثل X عدد جزيئات الماء التي من خلال هذه التجربة نستطيع إيجادها مهما كانت النسبة صغيرة أو كبيرة عن طريق وضع المادة في جفنة في الفرن لمدة معينة وعند درجة حرارة $100 - 110^\circ C$ والمعادلة توضح التفاعل :-



طريقة العمل :-

- 1-** تؤخذ جفنة وتغسل جيداً ثم توضع في الفرن إلى أن تجف ثم توضع في الديسكيتير (المجفف) لمدة 5 دقائق .
- 2-** توزن الجفنة وهي فارغة ويسجل الوزن ومن دون تصفير الميزان تزن بعدها ما يقارب (0.7g) من $\text{BaCl}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ ثم يسجن وزن الجفنة مع النموذج قبل التسخين .
- 3-** توضع الجفنة مع النموذج داخل الفرن لمدة (min 45) عند درجة حرارة $100 - 110^\circ\text{C}$ للحصول على بدون ماء .
- 4-** نخرج الجفنة ثم نضعها داخل المجفف ومن ثم نوزنها مرة اخرى لنحصل على وزن الجفنة مع النموذج بعد التسخين .

الحسابات :-

1- وزن الجفنة وهي فارغة $X =$

2- وزن الجفنة مع النموذج $0.7 + X =$ (قبل التسخين)

3- وزن الجفنة مع النموذج $y =$ (بعد التسخين)

4- وزن الماء وزن النموذج قبل التسخين - وزن النموذج بعد التسخين .

$$\text{النسبة المئوية لماء التبلور} = \frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن النموذج قبل التسخين}} * 100$$

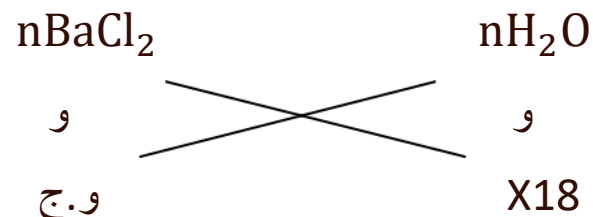
عدد جزيئات الماء	<u>وزن الماء</u>	<u>وزن الملح بدون ماء</u>
و.ج	و.ج	و.ج
و	و	و
	X18	208

عدد جزيئات الماء () $X =$

$$n = \frac{Wt}{M. Wt} \quad n = \frac{\text{و}}{\text{و.ج}}$$

لحساب عدد جزيئات الماء :-

عدد مولات الماء عدد مولات الملح



يعوض وزن الملح اللامائي (وزن النموذج بعد التسخين) أو (0.7 - وزن الماء) لا يجوز .

$$\frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن النموذج قبل التسخين}} = \% \text{ للماء}$$

0.07

↑

يفضل أن يؤخذ الوزن العملي

من حاصل الطرح (وزن النموذج مع الجفنة قبل التسخين وزن الجفنة وهي فارغة)

تجربة (4)

اعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسم حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. ليلى عادل صابر السالم

كلية التربية للعلوم الصرفة

تجربة (4)

تقدير الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم

Determination of Calcium as Calcium Oxalate

Theory

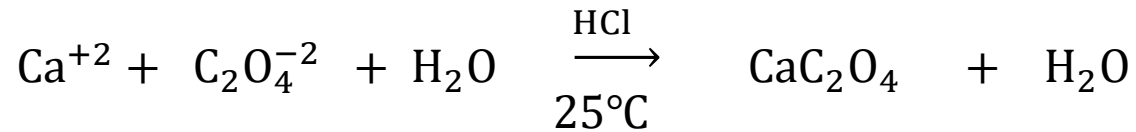
نظرية التجربة :-

يرسب الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع أوكزالات الألمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الألمونيوم NH_4OH

Theory

نظرية التجربة :-

يرسب الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع أوكزالات الألمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الألمونيوم NH_4OH

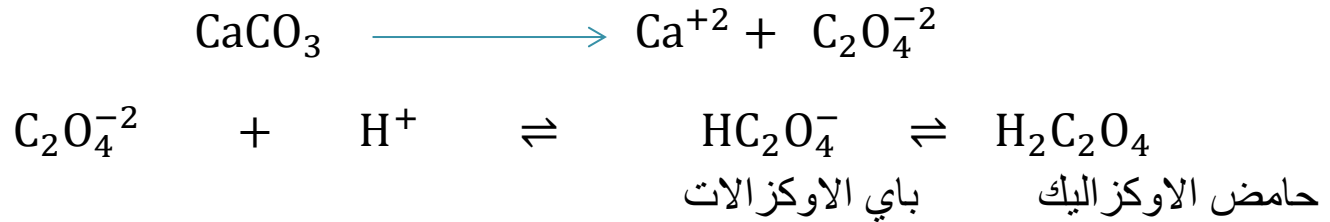


يوزن الراسب على عدة أشكال إما على هيئة أوكزالات الكالسيوم المائية في 25°C .



حيث تبلغ قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم المائية H_2O . CaC_2O_4 (6.7mg/L) عند 25 م°
 و (14mg/L) عند 95 م° الذوبان قابلية فتكون الألمنيوم أو كزالات على والحوية المتعادلة المحاليل في أما
أقل بكثير لذلك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب في التقدير الوزني الكمي للكالسيوم .

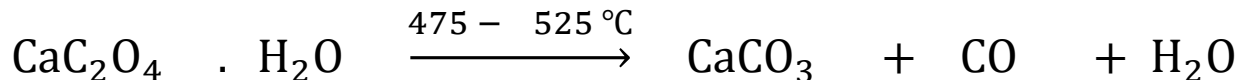
أما زيادة تركيز أيونات الهيدروجين في المحلول فتؤدي إلى زيادة قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم نتيجة
 لزوال أيونات الاوكزالات من النظام بنسب تحولها إلى أيونات (البي او كزالات $HC_2O_4^-$ وإلى حامض
 الاوكزاليك عند حامضية أعلى).



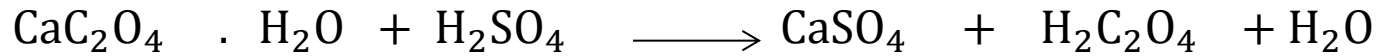
وقد يعامل راسب الاوكزالات الكالسيوم قبل الذوبان بإحدى الطرق التالية :-

1- تجفيف او كزالات الكالسيوم H_2O . CaC_2O_4 عند درجة حرارة 110 م° وزنه بهذه الصورة . إلا
 أن هذه الطريقة غير مفضلة .

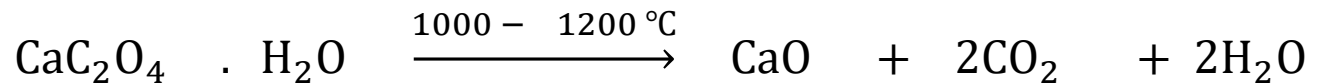
2- حرق او كزالات الكالسيوم عند درجة . الكالسيوم كاربونات إلى كميّاً تتحول بحيث 500 ± 25 م°



3- معاملة الراسب مع حامض الكبريتيك ثم وزن الكبريتيك الكالسيوم الناتجة بعد طرد الكمية الزائدة من الحامض



4- حرق الراسب أو تسخينه عند درجة حرارة يمكن تحويله إلى أوكسيد الكالسيوم . إذ تعتبر هذه الطريقة الأكثر استخداماً .



لكن يجب وزن الراسب بسرعة لأنه يمتص الرطوبة بسرعة .

طريقة العمل :- Procedurer

1- نأخذ بيكرين , البيكر الاول نضع فيه

ويسخن إلى الغليان لمدة 2 – 3 min M.R 25 ml D . W + 2 – 3 drop Ca^{+2} 25ml

البيكر الثاني نضع 10ml - 8 فيه من محلول أوكزالات الألمنيوم ويسخن تسخين هين .

2- نضيف البيكر الثاني على الاول قطرة قطرة مع التحريك المستمر .

3- نعاذل المحلول بإضافة محلول الأمونيا قطرة قطرة إلى أن يتحول اللون الأحمر —> أصفر

4- نضع البيكر على حمام مائي لمدة ساعة حتى يتغير لونه إلى —> البرتقالي

5- نضيف بضع قطرات من محلول الاوكزالاات للتأكد من إكمال عملية الترسيب .

6- نرشح بواسطة الجفنة .

7- نغسل بمحلول اوكزالاات الالمونيوم المخفف والبارد .

8- نجفف الراسب بالفرن بدرجة $115 - 150^{\circ}\text{C}$ لمدة ساعة (60 min) ثم نبرد بالمجفف ونوزن .

الحسابات :-

ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم

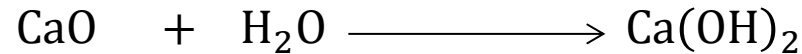
$$\% \text{Ca} = \frac{\text{الجزء}}{\text{الكل}} * \text{العامل الوزني} * 100$$

$$100 * \frac{\text{و.ج. } \text{Ca}^{+2}}{\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}} * \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} = 100 * 0.2743 * \frac{\text{CaC}_2\text{O}_4}{0.1} =$$

36%

المناقشة :-

1- لماذا ينكسر الإناء الحاوي على عند إضافة الماء إليه ؟



2- ماذا نقصد بعملية تعميم الراسب ؟

3- مالفائدة من تسخين المحلول في الحمام المائي ؟

4- ما الفائدة من تسخين اوكزالات الالمونيوم قبل إضافتها ؟

5- مالفائدة من إضافة الدليل ؟

6- مالفائدة من إضافة الالمونيوم

ج/ حتى يصبح المحلول متعادل أو قاعدي

- يسخن تسخين **هين** لأنه لو سخن اوكزالات الالمونيوم حتى الغليان سوف تتفكك إلى أمونيوم واوكزالات ثم تتفكك الاوكوزالات إلى والذي يكون على شكل غاز .

ج/ الفائدة من اضافة الدليل للتأكد من وسط التفاعل إن يجب أن يكون وسط الترسيب قاعدي .

- تسخين اوكزالات الالمونيوم إلى ما دون الغليان لكي لا تذوب عند تسخينها .

- تكون قابلية ذوبان الراسب أقل بكثير باستخدام محلول مخفف من اوكزالات الامونيوم المخفف في عملية الغسل .



تجربة (2)

اعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسم حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. ليلى عادل صابر السالم

كلية التربية للعلوم الصرفة

تجربة (2) الوزن العملي حصراً طريقة وزنية ترسيبيه

تعيين الكلوريد وزنياً على هيئة كلوريد الفضة

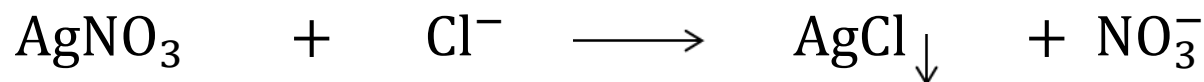
Determination of chloride as silver chloride

نظرية التجربة :-

يمكن تعيين الكلوريد في نموذج يذوب في الماء بإضافة

1- زيادة من محلول نترات الفضة إلى المحلول الكلوريد الحمض .

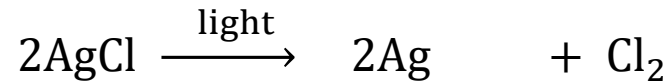
2- لكي يمنع ترسيب املاح الفضة فوسفات الفضة , كربونات الفضةالخ
بحامض النتريك المخفف ثم وزن راسب كلوريد الفضة بعد ترشيحه وغسله وتجفيفه .



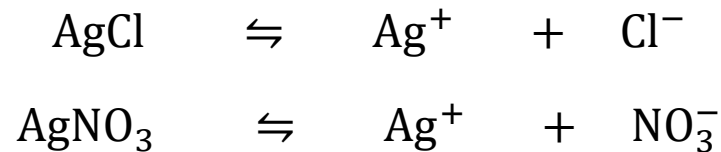
راسب ابيض

صفات الراسب :-

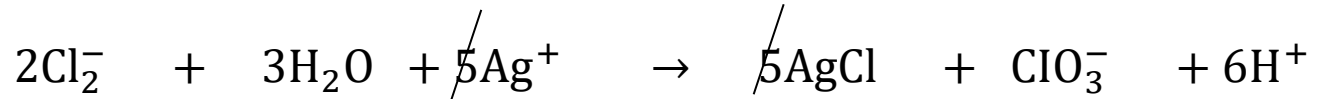
كلوريد الفضة راسب ابيض غروي قليل الذوبان في الماء إذ تبلغ قابلية ذوبانه (1.4mg/L) بدرجة حرارة 20°C وتزداد بزيادة درجة الحرارة حيث تبلغ (21.7 mg/L) عند درجة حرارة ولهذا يتم الترسيب والترشيح ثم الغسل في المحاليل الباردة . كما أنه يختلف عن بقية الرواسب بحساسيته للضوء إذ يكتسب الراسب عادة لون بنفسجي أو رمادي بسبب تراكم دقائق الفضة الناتجة من التحلل الضوئي للراسب حيث يتحلل إلى عنصر الفضة والكلور وعليه يترك في مكان مظلم .



كما وان قابلية ذوبان الراسب تقل بوجد تركيز متوسط من العامل المرسب (نترات الفضة) بفعل الأيون المشترك .



بالإضافة إلى أن التراكيز المتوسطة من العامل المرسب تعمل على اكتمال الترسيب اما الزيادة الكبيرة من زيادة) للكلوريد الحقيقية المئوية للنسبة أعلى زيادة إلى تؤدي خاطئة نتائج تعطي فإنها AgNO_3 (في الوزن) والسبب هو أن الكلور الناتج من التحلل الضوئي لكلوريد الفضة يتفاعل مع الماء مكوناً أيونات الكلوريد وهذه الأخيرة تتفاعل مع الفضة الزائدة هذه مكونة كلوريد الفضة إضافي .



Interferences

المتداخلات

1- الايونات السالبة مثال



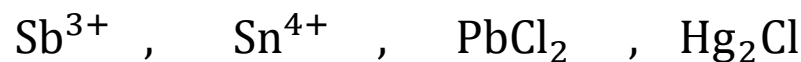
تكون مركبات غير ذائبة في الوسط المتعادل أو القاعدي مع الفضة بينما تكون هذه المركبات ذائبة في الوسط الحامضي .

والايونات السالبة مثل



تكون مركبات غير ذائبة في الوسط الحامضي ويجب إذابتها .

2- الايونات الموجبة مثل



وهي ايونات المعادن الثقيلة وتكون مركبات غير ذائبة مع الكلوريد في الوسط الحامضي يجب ازلتها



3- المواد التي تختزل كلوريد الفضة إلى فضة يجب ازلتها والسليولوز ولهذا لا تستعمل ورقة الترشيح

Procedure

طريقة العمل :-

25ml from Cl^- + 25ml D.W + 8ml AgNO_3

يضاف قطرة قطرة مع الرج

تسخين على الهيتز لمدة 2min ————— يترك في مكان مظلم لمدة 30-45min



تؤخذ الجفنة

وهي فارغة

تجري عملية الترشيح



يوضع داخل الفرن ليجف

بدرجة حرارة 110°C لمدة ساعة

باستخدام جهاز التبخير (Bukhnur)

الحسابات :- Calculations

$$100 * \frac{\text{الجزء}}{\text{الكل}} = \%$$

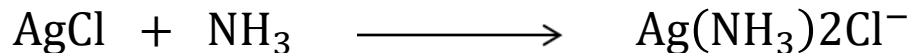
$$100 * \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} = \text{Cl}^{-}\%$$

∴ لا نعرف صيغة النموذج فقط نعلم أنه حاوي على أيون Cl^{-} نستخدم العامل العددي .

$$100 * \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} = \text{Cl}^{-}\% \quad \text{العامل العددي}$$

يعطى 0.1g

$$\frac{\text{و. ج } \text{Cl}^{-} (\text{الوزن الذري للأيون})}{\text{و. ج } \text{AgCl} (\text{الوزن الجزيئي لهيئة الراسب})} = \text{العامل العددي}$$



معقد ذائب

