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 جزئيات ماء التبلور في $BaCl_2.XH_2O$

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 $BaCl_2.XH_2O$ 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 $100 - 110°C$ والمعادلة توضح التفاعل :-

$$BaCl_2.XH_2O \xrightarrow[\emptyset]{100-110°C} BaCl_2 + XH_2O$$

طريقة العمل :-

1- تؤخذ جفنة وتغسل جيداً ثم توضع في الفرن إلى أن تجف ثم توضع في الديسكيتر (المجفف) لمدة 5 دقائق .

2- توزن الجفنة وهي فارغة ويسجل الوزن ومن دون تصفير الميزان تزن بعدها ما يقارب (0.7g) من $BaCl_2.XH_2O$ ثم يسجن وزن الجفنة مع النموذج قبل التسخين .

3- توضع الجفنة مع النموذج داخل الفرن لمدة (45 min) عند درجة حرارة $100 - 110°C$ 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 $= X + 0.7$ **(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 جزئيات الماء

وزن الماء		وزن الملح بدون ماء
و.ج		و.ج
و		و
X18		208

عدد جزيئات الماء ( ) = X

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

لحساب عدد جزيئات الماء :-

عدد مولات الماء عدد مولات الملح

nH_2O و X18

$nBaCl_2$ و و.ج

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

$$\% \text{ للماء} = \frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن النموذج قبل التسخين} \simeq 0.07}$$

↑

يفضل أن يؤخذ الوزن العملي

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

تجربة (2)
الوزن العملي حصرا 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 المحمض .

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

$$AgNO_3 + Cl^- \longrightarrow AgCl\downarrow + NO_3^-$$

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 بحساسيتهُ 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 .

$$2AgCl \xrightarrow{light} 2Ag + Cl_2$$

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

$$AgCl \leftrightharpoons Ag^+ + Cl^-$$

$$AgNO_3 \leftrightharpoons Ag^+ + NO_3^-$$

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 الاخيرة تتفاعل مع الفضة الزائدة هذه مكونة كلوريد الفضة إضافي .

$$2Cl_2^- + 3H_2O + 5Ag^+ \rightarrow 5AgCl + ClO_3^- + 6H^+$$

المتداخلات Interferences

1- الايونات السالبة مثال

$$CO_3^{2-} \quad , \quad PO_4^{-3} \quad , \quad C_2O_4^{=} \quad , \quad CrO_4^{=} \quad , OH^-$$

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

والايونات السالبة مثل

$$I^- \quad , \quad Br^- \quad , \quad CN^- \quad , \quad SCN^- \quad , \quad S^{2-}$$

تكون مركبات غير ذائبة في الوسط الحامضي ويجب إذابتها .

2- **الايونات الموجبة** مثل

$$Sb^{3+} \quad , \quad Sn^{4+} \quad , \quad PbCl_2 \quad , \quad Hg_2Cl$$

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

.

$$Sb^{3+} + H_2O + Cl^- \rightleftharpoons 2H^+ + SbOCl$$

BiOCl

3- **المواد التي تختزل كلوريد الفضة إلى فضة** يجب إزالتها والسليلوز ولهذا لا تستعمل ورقة الترشيح

Procedure

طريقة العمل :-

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

يضاف قطرة قطرة مع الرج

تسخين على الهيتر لمدة 2min ← ترك في مكان مظلم لمدة 30 -45min ← توزن الجفنة وهي فارغة ← تجري عملية الترشيح ← يوضع داخل الفرن ليجف بدرجة حرارة 110°C لمدة ساعة باستخدام جهاز التبخير (Bukhnur)

الحسابات :- Calculations

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

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

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

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

يعطى 0.1g

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

$$AgCl + NH_3 \longrightarrow Ag(NH_3)2Cl^{-}$$

معقد ذائب

$$Ag + NHO_3 \longrightarrow AgNO_3$$ لمدة 6 دقائق

تجربة رقم (3)

تقدير الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم

Determination of Sulphate as barium Sulphate

نظرية التجربة :-

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

$$BaCl_2 + SO_4^{-2} \longrightarrow BaSO_4 \downarrow$$

راسب أبيض

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

$$SO_4^{-2} \quad + \quad H^+ \longrightarrow HSO_4^-$$

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

حيث تزداد الذوبانية تباعاً 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 gm/L) تقارب (1N) 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 الاخرى 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 ترشيحها

س/ ما هو سبب إضافة زيادة من العامل المرسب ؟

ج/ يقلل من ذوبانية الراسب بفعل الأيون المشترك .

$$BaSO_4 \rightleftharpoons Ba^{+2} + SO_4^{-2}$$

$$BaCl_2 \rightleftharpoons Ba^{+2} + 2Cl^{-}$$

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) ٥ عالية .

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

$$BaSO_4 \quad + \quad 4C \longrightarrow BaS \quad 4CO$$

وهذا الاختزال ممكن أن نتحاشاهُ 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 لطرد الحامض الغير مستعمل على شكل أبخرة .

$$BaS \quad + \quad H_2SO_4 \longrightarrow BaSO_4 \quad H_2S$$

طريقة العمل :-

25from SO_4^{-2} ml + D.W 25ml توضع في بيكر 1 وتسخن إلى الغليان على الهيتر ⟶

8ml from $BaCl_2$ توضع في بيكر 2 وتسخن إلى ما دون الغليان ⟶

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

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

$$SO_4^{-2}\% = \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج } 0.1g} * \text{العامل العددي} * 100$$

$$\text{العامل العددي} = \frac{\text{و . ج } SO_4^{-2}}{\text{و . ج } BaSO_4}$$

تجربة (4)

تقدير الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم

Determination of Calcium as Calcium Oxalate

نظرية التجربة :- **Theory**

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوكزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم NH_4OH

نظرية التجربة :- **Theory**

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوكزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم NH_4OH

$$Ca^{+2} + C_2O_4^{-2} + H_2O \xrightarrow[25°C]{HCl} CaC_2O_4 + H_2O$$

يوزن الراسب على عدة أشكال إما على هيئة أوكزالات الكالسيوم المائية في25°C .

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O \xrightarrow{500°C} CaCO_3 \xrightarrow{1000-1200\,°C} CaO$$

حيث تبلغ قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم المائية $CaC_2O_4 \cdot H_2O$ عند 25 م° $(6.7mg/L)$ و عند 95 م° $(14mg/L)$ في أما الذوبان قابلية فتكون الألمنيوم أوكزالات على والحاوية المتعادلة المحاليل 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).

$$CaCO_3 \longrightarrow Ca^{+2} + C_2O_4^{-2}$$

$$C_2O_4^{-2} + H^+ \rightleftharpoons HC_2O_4^- \rightleftharpoons H_2C_2O_4$$

باي الاوكزالات حامض الاوكزاليك

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

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

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

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O \xrightarrow{475 - 525\ ^\circ C} CaCO_3 + CO + H_2O$$

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

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O + H_2SO_4 \longrightarrow CaSO_4 + H_2C_2O_4 + H_2O$$

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

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O \xrightarrow{1000 - 1200\,^{\circ}C} CaO + 2CO_2 + 2H_2O$$

لكن يجب وزن الراسب بسرعة لأنه يمتص الرطوبة بسرعة .

طريقة العمل :- Proceducer

1- نأخذ بيكرين , البيكر الاول نضع فيه

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

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

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

3- نعادل 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 الاوكزالات للتأكد من إكتمال عملية الترسيب .

6- نرشح بواسطة الجفنة .

7- نغسل بمحلول اوكزالات الالمونيوم المخفف والبارد .

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

الحسابات :-

ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم

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

$$= \frac{CaC_2O_4}{0.1} * 0.2743 * 100 = \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} * \frac{\text{و . ج } Ca^{+2}}{\text{و. ج } CaC_2O_4 \ . \ H_2O} * 100$$

36%

المناقشة :-

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

$$CaO + H_2O \longrightarrow Ca(OH)_2$$

2- ماذا نقصد بعملية تعمير 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 الامونيوم

ج/ حتى يصبح المحلول متعادل أو قاعدي

- يسخن تسخين هين لأنه لو سخن اوكزالات الامونيوم 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 .

$$NH_4C_2O_4 \overset{\Delta}{\rightleftharpoons} NH_4 + C_2O_4^{-2} . 2CO_2$$

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 °م لمدة ساعتين . (120 min)

10- نبردها في المجفف desiccator .

11- نزنها .

الحسابات :-

$$\text{العامل الوزني} = \frac{\text{و. ج } Ca^{+٢}}{\text{و. ج } CaCO_{٣}} = ٠.٤٠٠٤$$

$$Ca\% = \frac{\text{وزن } CaCO_3}{0.1} * 0.4004 * 100$$

المناقشة :-

س/ مالفرق بين الطريقتين ؟ وأيهما أفضل ؟

$$\therefore \quad Ca\ \% = 36$$

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. لينا عادل صابر السالم

كلية التربية للعلوم الصرفة

تجربة (1)
حساب نسبة وعدد جزئيات ماء التبلور في $BaCl_2.XH_2O$

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 $BaCl_2.XH_2O$ 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 $100 - 110°C$ والمعادلة توضح التفاعل :-

$$BaCl_2.XH_2O \xrightarrow[\emptyset]{100-110°C} BaCl_2 + XH_2O$$

طريقة العمل :-

1- تؤخذ جفنة وتغسل جيداً ثم توضع في الفرن إلى أن تجف ثم توضع في الديسكيتر (المجفف) لمدة 5 دقائق .

2- توزن الجفنة وهي فارغة ويسجل الوزن ومن دون تصفير الميزان تزن بعدها ما يقارب (0.7g) من $BaCl_2.XH_2O$ ثم يسجن وزن الجفنة مع النموذج قبل التسخين .

3- توضع الجفنة مع النموذج داخل الفرن لمدة (45 min) عند درجة حرارة $100 - 110°C$ 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 $= X + 0.7$ **(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 جزئيات الماء

وزن الماء		وزن الملح بدون ماء
و.ج		و.ج
و		و
X18		208

عدد جزيئات الماء ( ) = X

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

لحساب عدد جزيئات الماء :-

عدد مولات الماء عدد مولات الملح

nH_2O و X18

$nBaCl_2$ و و.ج

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

$$\% \text{ للماء} = \frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن النموذج قبل التسخين} \simeq 0.07}$$

↑

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. لينا عادل صابر السالم

كلية التربية للعلوم الصرفة

تجربة (4)

تقدير الكالسيوم وزنياً على هيئة أوكزالات الكالسيوم

Determination of Calcium as Calcium Oxalate

نظرية التجربة :- **Theory**

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوكزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم NH_4OH

نظرية التجربة :- **Theory**

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوكزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم NH_4OH

$$Ca^{+2} + C_2O_4^{-2} + H_2O \xrightarrow[25°C]{HCl} CaC_2O_4 + H_2O$$

يوزن الراسب على عدة أشكال إما على هيئة أوكزالات الكالسيوم المائية في25°C .

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O \xrightarrow{500°C} CaCO_3 \xrightarrow{1000-1200\,°C} CaO$$

حيث تبلغ قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم المائية $CaC_2O_4 \cdot H_2O$ عند 25 م° $(6.7mg/L)$ و عند 95 م° $(14mg/L)$ في أما الذوبان قابلية فتكون الألمنيوم أوكزالات على والحاوية المتعادلة المحاليل 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).

$$CaCO_3 \longrightarrow Ca^{+2} + C_2O_4^{-2}$$

$$C_2O_4^{-2} + H^+ \rightleftharpoons HC_2O_4^- \rightleftharpoons H_2C_2O_4$$

باي الاوكزالات حامض الاوكزاليك

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

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

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

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O \xrightarrow{475 - 525\ ^\circ C} CaCO_3 + CO + H_2O$$

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

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O + H_2SO_4 \longrightarrow CaSO_4 + H_2C_2O_4 + H_2O$$

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

$$CaC_2O_4 \cdot H_2O \xrightarrow{1000 - 1200\,^{\circ}C} CaO + 2CO_2 + 2H_2O$$

لكن يجب وزن الراسب بسرعة لأنه يمتص الرطوبة بسرعة .

طريقة العمل :- Proceducer

1- نأخذ بيكرين , البيكر الاول نضع فيه

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

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

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

3- نعادل 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 الاوكزالات للتأكد من إكتمال عملية الترسيب .

6- نرشح بواسطة الجفنة .

7- نغسل بمحلول اوكزالات الالمونيوم المخفف والبارد .

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

الحسابات :-

ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم

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

$$= \frac{CaC_2O_4}{0.1} * 0.2743 * 100 = \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} * \frac{\text{و . ج } Ca^{+2}}{\text{و. ج } CaC_2O_4 \ . \ H_2O} * 100$$

36%

المناقشة :-

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

$$CaO + H_2O \longrightarrow Ca(OH)_2$$

2- ماذا نقصد بعملية تعمير 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 الامونيوم

ج/ حتى يصبح المحلول متعادل أو قاعدي

- يسخن تسخين هين لأنه لو سخن اوكزالات الامونيوم 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 .

$$NH_4C_2O_4 \overset{\Delta}{\rightleftharpoons} NH_4 + C_2O_4^{-2} . 2CO_2$$

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. لينا عادل صابر السالم

كلية التربية للعلوم الصرفة

تجربة (2)
الوزن العملي حصرا 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 المحمض .

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

$$AgNO_3 + Cl^- \longrightarrow AgCl\downarrow + NO_3^-$$

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 بحساسيتهُ 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 .

$$2AgCl \xrightarrow{light} 2Ag + Cl_2$$

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

$$AgCl \leftrightharpoons Ag^+ + Cl^-$$

$$AgNO_3 \leftrightharpoons Ag^+ + NO_3^-$$

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 الاخيرة تتفاعل مع الفضة الزائدة هذه مكونة كلوريد الفضة إضافي .

$$2Cl_2^- + 3H_2O + 5Ag^+ \rightarrow 5AgCl + ClO_3^- + 6H^+$$

المتداخلات Interferences

1- الايونات السالبة مثال

$$CO_3^{2-} \quad , \quad PO_4^{-3} \quad , \quad C_2O_4^{=} \quad , \quad CrO_4^{=} \quad , OH^-$$

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

والايونات السالبة مثل

$$I^- \quad , \quad Br^- \quad , \quad CN^- \quad , \quad SCN^- \quad , \quad S^{2-}$$

تكون مركبات غير ذائبة في الوسط الحامضي ويجب إذابتها .

2- **الايونات الموجبة** مثل

$$Sb^{3+} \quad , \quad Sn^{4+} \quad , \quad PbCl_2 \quad , \quad Hg_2Cl$$

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

.

$$Sb^{3+} + H_2O + Cl^- \rightleftharpoons 2H^+ + SbOCl$$

BiOCl

3- **المواد التي تختزل كلوريد الفضة إلى فضة** يجب إزالتها والسليلوز ولهذا لا تستعمل ورقة الترشيح

Procedure

طريقة العمل :-

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

يضاف قطرة قطرة مع الرج

تسخين على الهيتر لمدة 2min ← ترك في مكان مظلم لمدة 30 -45min ← توزن الجفنة وهي فارغة ← تجري عملية الترشيح ← يوضع داخل الفرن ليجف بدرجة حرارة 110°C لمدة ساعة باستخدام جهاز التبخير (Bukhnur)

الحسابات :- Calculations

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

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

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

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

يعطى 0.1g

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

$$AgCl + NH_3 \longrightarrow Ag(NH_3)2Cl^{-}$$

معقد ذائب

$$Ag + NHO_3 \longrightarrow AgNO_3$$ لمدة 6 دقائق