

إعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسن حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. لينا عادل صابر السالم

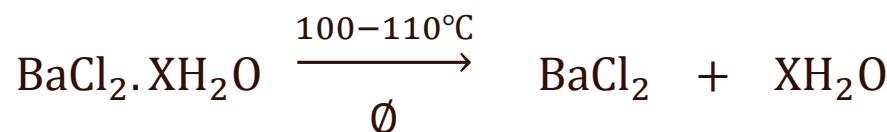
كلية التربية للعلوم الصرفة

## تجربة (1)

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

#### نظريّة 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  $110^{\circ}C - 100$  والمعادلة توضح التفاعل :-



## طريقة العمل :-

- 1- تؤخذ جفنة وتحشى جيداً ثم توضع في الفرن إلى أن تجف ثم توضع في الديسكيتر (المجف) لمدة 5 دقائق .
- 2- توزن الجفنة وهي فارغة ويسجل الوزن ومن دون تصفيير الميزان تزن بعدها ما يقارب (0.7g) من  $\text{BaCl}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$  ثم يسجى 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 أخرى لنجعل 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 جزيئات الماء  $= \frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن الملح بدون ماء}}$

$$\frac{208}{208 - 18} = \frac{208}{190}$$

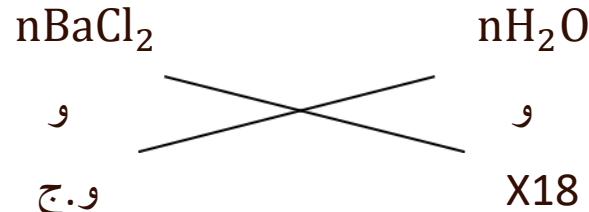
عدد جزيئات الماء ( )  $= X$

$$n = \frac{Wt}{M \cdot Wt}$$

$$n = \frac{W}{W - M}$$

## 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 .

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

↑

**يفضل أن يؤخذ الوزن العملي**

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

## تجربة (2) الوزن العملي حسرا طريقة وزنية ترسبيه

تعين الكلوريد وزنياً على هيئة كلوريد الفضة

Determination of chloride as silver chloride

**نظيرية التجربة :-**

يمكن تعين الكلوريد في نموذج يذوب في الماء بإضافة

1- زيادة من محلول نترات الفضة إلى محلول الكلوريد المحمض .

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



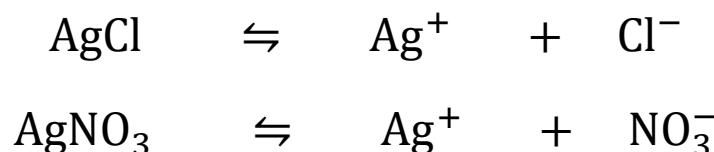
راسب أبيض

## صفات الراسب :

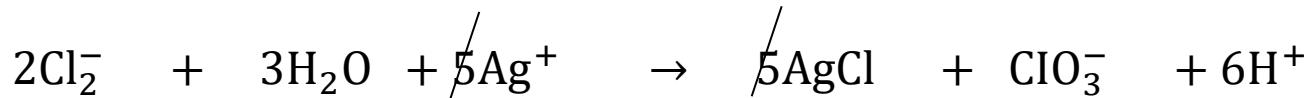
كلوريد الفضة راسب أبيض غروي قليل الذوبان في الماء إذ تبلغ قابلية ذوبانه (  $1.4\text{mg/L}$  ) بدرجة حرارة  $20^\circ\text{C}$  وتزداد بزيادة درجة الحرارة حيث تبلغ (  $21.7\text{ mg/L}$  ) عند درجة حرارة . ولهذا يتم الترسيب والترشيح ثم الغسل في المحاليل الباردة . كما أنه يختلف عن بقية الرواسب بحساسيته 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 بوجود تركيز متوسط من العامل المرسب (نترات الفضة ) بفعل الأيون المشترك .



بالإضافة إلى أن التراكيز المتوسطة من العامل المرسيب تعمل على اكمال الترسيب أما الزيادة الكبيرة من زيادة (الكلوريد الحقيقية المؤدية للنسبة أعلى زيادة إلى تؤدي خاطئة نتائج تعطي فإنها  $\text{AgNO}_3$  في الوزن) والسبب هو أن الكلور الناتج من التحلل الضوئي للكلوريد الفضة يتفاعل مع الماء مكوناً أيونات الكلوريد وهذه الأخيرة تتفاعل مع الفضة الزائدة هذه مكونة كلوريد الفضة إضافي.



### Interferences

### المتدخلات

1- الإيجونات السالبة مثل



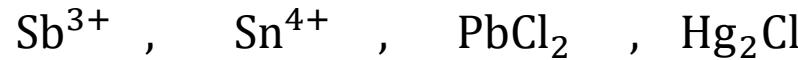
تكون مركبات غير ذائبة في الوسط المتعادل أو القاعدي مع الفضة بينما تكون هذه المركبات ذائبة في الوسط الحامضي.

والإيجونات السالبة مثل

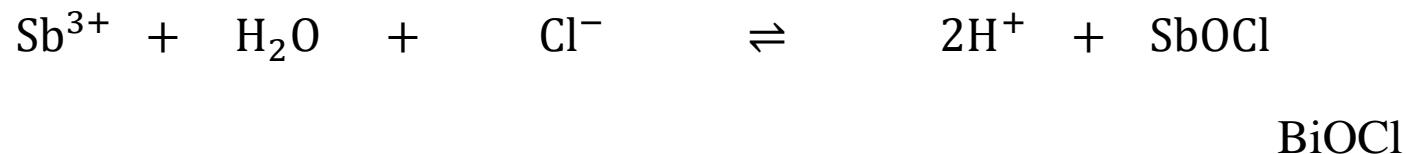


تكون مركبات غير ذائبة في الوسط الحامضي ويجب إذابتها.

## 2- الايونات الموجبة مثل



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



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

## Procedure

طريقة العمل :-

25ml from  $\text{Cl}^-$  + 25ml D. W + 8ml  $\text{AgNO}_3$

يضاف قطرة قطرة مع الرج

— بترك في مكان مظلم لمدة 30-45min —

— تسخين على الهايت لمرة 2min —



— تونون الجفنة —

— تجري عملية الترشيح —

— يوضع داخل الفرن ليجف —

— وهي فارغة —

— بدرجة حرارة  $110^{\circ}\text{C}$  لمدة ساعة —

— باستخدام جهاز التبخير (Bukhnur) —

## الحسابات :- Calculations

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

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

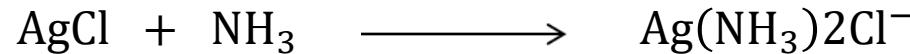
∴ لا نعرف صيغة النموذج فقط نعلم أنه حاوي على أيون  $\text{Cl}^-$  نستخدم العامل العددي.

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



يعطى 0.1g

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



معقد ذاتي



# تجربة رقم ( 3 )

تقدير الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم

Determination of Sulphate as barium Sulphate

**نظريّة التجربة :-**

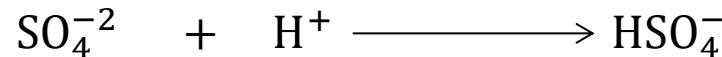
يتم ترسيب الكبريتات على هيئة راسب أبيض من كبريتات الباريوم وتعتمد الطريقة على الإضافة البطيئة لمحلول كلوريد الباريوم بحامض المحمضة الكبريتات من ساخن محلول إلى المخفف الهيدروكلوريك المخفف ذو العيارية  $0.05N$  .



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 تباعاً في محلول (0.1N) من حامض HCl تبلغ ذوبانية  $\text{BaCl}_2$  (10 mg/L) في درجة حرارة 20 م زيادة بوجود الذوبانية تقل ولكن (N1) تقارب (78) gm/L محلول وفي ٥ من في محلول . (أي زيادة من أيون  $\text{Ba}^{+2}$  .

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

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

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

2- يعطي بلورات او دقائق كبيرة من الراسب .

3- يعمل على زيادة عملية الترسيب .

4- تكون دقائق الراسب أكثر نقاوة وبالتالي يسهل ترشيحها

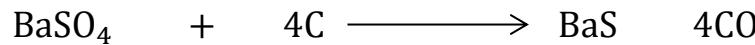
**س/ ما هو سبب إضافة زيادة من العامل المرسب ؟**

ج/ يقلل من ذوبانية الراسب بفعل الأيون المشترك .

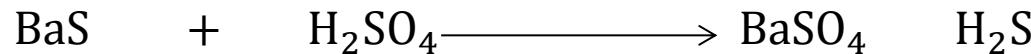


**ملاحظة** :- في هذه التجربة يجب حرق الراسب لعدم إمكانية تجفيفه بدرجات حرارة واطئة (110-115 م حرارة درجات في الراسب يحرق ولذلك البلورية الشبكة في بقعة مرتبطة التبلور ماء لكون ) ° عالية .

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



وهذا الاختزال ممكن أن تتحاشاه 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 بعض قطرات من حامض الكبريتيك ثم التسخين بلطف لطرد الحامض الغير مستعمل على شكل أبخرة .

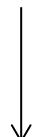


طريقة العمل :-

توضع في بيكر 1 وتسخن إلى الغليان على الهيتر  $\xrightarrow{25 \text{ ml from } \text{SO}_4^{2-} \text{ ml} + \text{ D.W } 25 \text{ ml}}$

توضع في بيكر 2 وتسخن إلى ما دون الغليان  $\xrightarrow{8 \text{ ml from } \text{BaCl}_2}$

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 المرسيب على الراشح إذا تعكر يعني لم يكتمل الترسيب

يرشح المحلول بواسطة ورقة الترشيح ويغسل بالماء المقطر الساخن .

بعد أسبوع

نحرق على مصباح بنزن إلى أن تنقطع الابخرة .

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

الحسابات

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

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

$$\frac{\text{SO}_4^{2-}}{\text{BaSO}_4} = \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} * \text{العامل العددي}$$

# تجريه ( 4 ) تقدير الكالسيوم وزيناً على هيئة أوکزالات الكالسيوم

## Determination of Calcium as Calcium Oxalate

### Theory

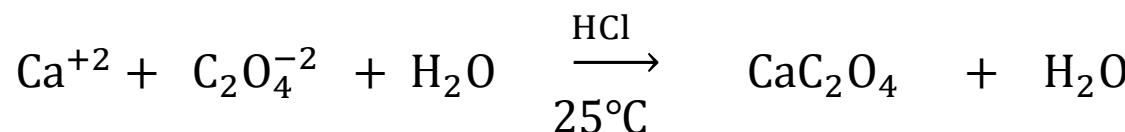
نظريه التجربه :-

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوکزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوکزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم  $\text{NH}_4\text{OH}$

### Theory

نظريه التجربه :-

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوکزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوکزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم  $\text{NH}_4\text{OH}$

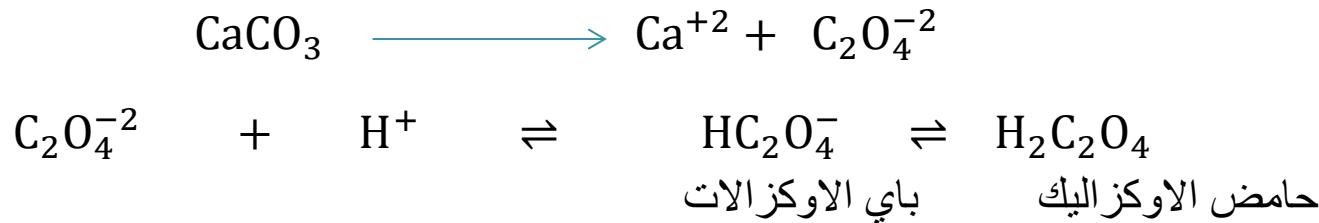


يوزن الراسب على عدة أشكال إما على هيئة أوکزالات الكالسيوم المائية في  $25^\circ\text{C}$  .



حيث تبلغ قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم المائية  $6.7 \text{ mg/L}$   $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  عند  $25^\circ\text{C}$  و  $(14 \text{ mg/L})$  عند  $95^\circ\text{C}$  الذوبان قابلية فتكون الألمنيوم اوكزالات على والحاوية المتعادلة المحاليل في أما أقل بكثير لذلك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب في التقدير الوزنی الكمي للكالسيوم .

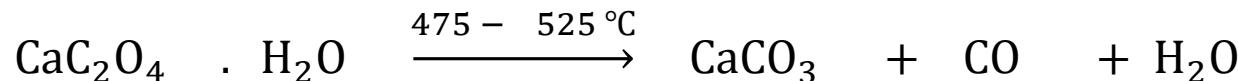
أما زيادة تركيز أيونات الهيدروجين في محلول فتؤدي إلى زيادة قابلية ذوبان أوكزالات الكالسيوم نتيجة لزوال أيونات الأوكزالات من النظام بحسب تحولها إلى أيونات (البي) أوكزالات  $\text{HC}_2\text{O}_4^-$  وإلى حامض الأوكزاليك عند حامضية أعلى .



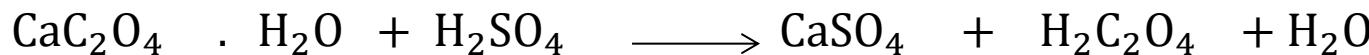
وقد يعامل راسب الاوكزالات الكالسيوم قبل الذوبان بإحدى الطرق التالية :-

1- تجفيف اوكزالات الكالسيوم  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  عند درجة حرارة  $110^\circ\text{م}$  وزنه بهذه الصورة . إلا أن هذه الطريقة غير مفضلة .

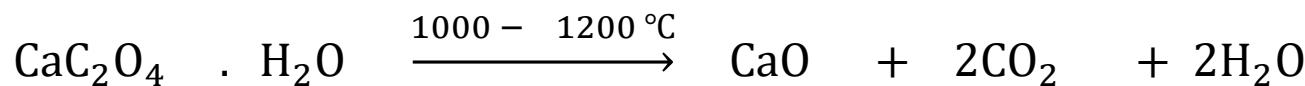
**2- حرق اوكزالات الكالسيوم عند درجة . الكالسيوم كarbonات إلى كمياً تتحول بحيث  $25 \pm 500$  م°**



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 :- **Proceduer**

1- نأخذ بيكرتين ، البيكر الاول نضع فيه

25ml  $\text{Ca}^{+2}$  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 يتتحول اللون الأحمر —→ أصفر

4- نضع البيكربونات على حمام مائي لمدة ساعة حتى يتغير لونه إلى —→ البرتقالي

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

6- نرشح بواسطة الجفنة .

7- نغسل بمحلول اوكزالات الالمنيوم المخفف والبارد .

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

الحسابات :-

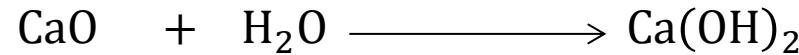
ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم

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

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

36%

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



2- ماذا نقصد بعملية تعمير الراسب ؟

3- مالفائدة من تسخين محلول في الحمام المائي ؟

4- ما الفائدة من تسخين اوكرزات الامونيوم قبل إضافتها ؟

5- مالفائدة من إضافة الدليل ؟

6- مالفائدة من إضافة الامونيوم

ج/ حتى يصبح محلول متعادل أو قاعدي

- يسخن تسخين هين لأنه لو سخن اوكرزات الامونيوم حتى الغليان سوف تتفكك إلى أمونيوم وأوكرزات ثم تتفكك الاوكرزات إلى والذي يكون على شكل غاز .

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

- تسخين اوكزالات الامونيوم 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 كarbonates 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) تفحّم 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 :-

$$\text{العامل الوزني} = \frac{\text{Ca}^{+2} \text{ ج}}{\text{CaCO}_3 \text{ ج}} = \frac{40.04}{40.04}$$

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

## المناقشة :-

س/ مالفرق بين الطريقتين؟ وأيهما أفضل؟

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

# التجربة رقم ( ١ )

اعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسن حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. لينا عادل صابر السالم

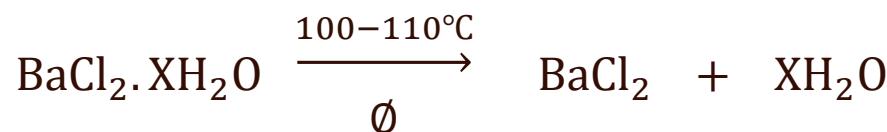
كلية التربية للعلوم الصرفة

## تجربة (1)

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

#### نظريّة 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  $110^{\circ}C - 100$  والمعادلة توضح التفاعل :-



## طريقة العمل :-

- 1- تؤخذ جفنة وتحشى جيداً ثم توضع في الفرن إلى أن تجف ثم توضع في الديسكيتر (المجف) لمدة 5 دقائق .
- 2- توزن الجفنة وهي فارغة ويسجل الوزن ومن دون تصفيير الميزان تزن بعدها ما يقارب (0.7g) من  $\text{BaCl}_2 \cdot \text{XH}_2\text{O}$  ثم يسجى 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 أخرى لنجعل 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 جزيئات الماء  $= \frac{\text{وزن الماء}}{\text{وزن الملح بدون ماء}}$

$$\frac{208}{208 - 18} = \frac{208}{190}$$

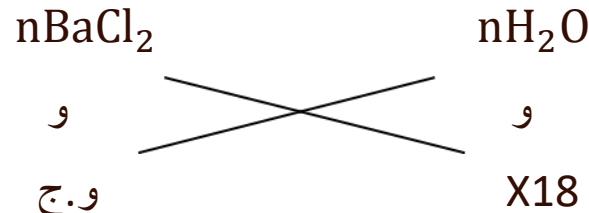
عدد جزيئات الماء ( )  $= X$

$$n = \frac{Wt}{M \cdot Wt}$$

$$n = \frac{W}{W - M}$$

## 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 .

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

↑

**يفضل أن يؤخذ الوزن العملي**

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

# تجربة ( 4 )

إعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسن حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. لينا عادل صابر السالم

كلية التربية للعلوم الصرفة

# تجريه ( 4 ) تقدير الكالسيوم وزيناً على هيئة أوکزالات الكالسيوم

## Determination of Calcium as Calcium Oxalate

### Theory

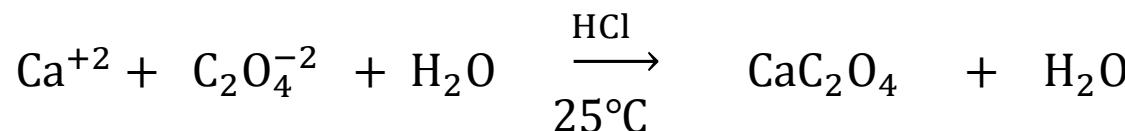
نظريه التجربه :-

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوکزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوکزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم  $\text{NH}_4\text{OH}$

### Theory

نظريه التجربه :-

يرسب الكالسيوم وزيناً على هيئة اوکزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوکزالات الالمنيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع هيدروكسيد الالمونيوم  $\text{NH}_4\text{OH}$

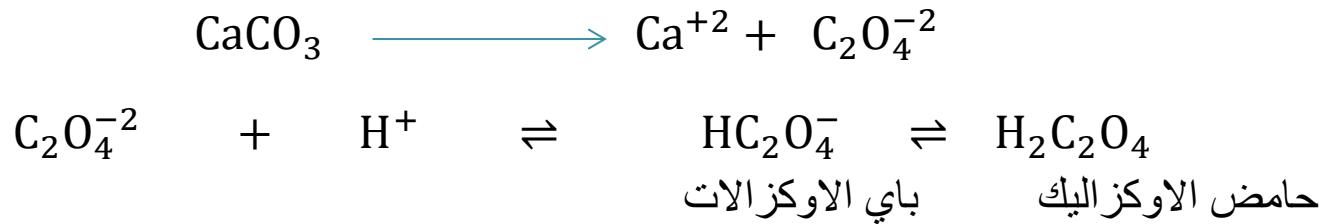


يوزن الراسب على عدة أشكال إما على هيئة أوکزالات الكالسيوم المائية في  $25^\circ\text{C}$  .



حيث تبلغ قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم المائية  $6.7 \text{ mg/L}$   $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  عند  $25^\circ\text{C}$  و  $(14 \text{ mg/L})$  عند  $95^\circ\text{C}$  الذوبان قابلية ف تكون الألمنيوم أووكزالات على والحاوية المتعادلة المحاليل في أما  $\text{Al}^{3+}$  أقل بكثير لذلك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب في التقدير الوزني الكمي للكالسيوم .

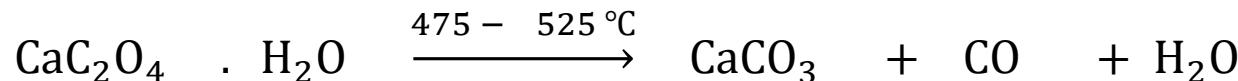
أما زيادة تركيز أيونات الهيدروجين في محلول فتؤدي إلى زيادة قابلية ذوبان أوكزالات الكالسيوم نتيجة لزوال أيونات الأوكزالات من النظام بسب تحولها إلى أيونات (البي) أوكزالات  $\text{HC}_2\text{O}_4^-$  وإلى حامض الأوكزاليك عند حامضية أعلى .



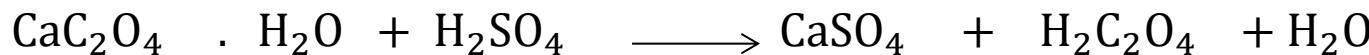
وقد يعامل راسب الاوكزالات الكالسيوم قبل الذوبان بإحدى الطرق التالية :-

1- تجفيف اوكزالات الكالسيوم  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  عند درجة حرارة  $110^\circ\text{م}$  وزنه بهذه الصورة . إلا أن هذه الطريقة غير مفضلة .

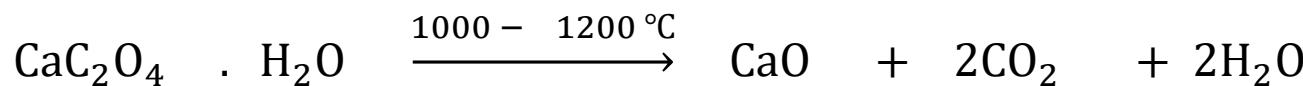
2- حرق اوكزالات الكالسيوم عند درجة . الكالسيوم كarbonات إلى كمياً تتحول بحيث  $25 \pm 500$  م°



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 :- **Proceduer**

1- نأخذ بيكرتين ، البيكر الاول نضع فيه

25ml  $\text{Ca}^{+2}$  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 يتتحول اللون الأحمر —→ أصفر

4- نضع البيكربونات على حمام مائي لمدة ساعة حتى يتغير لونه إلى —→ البرتقالي

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

6- نرشح بواسطة الجفنة .

7- نغسل بمحلول اوكزالات الالمنيوم المخفف والبارد .

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

الحسابات :-

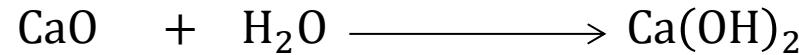
ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم

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

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

36%

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



2- ماذا نقصد بعملية تعمير الراسب ؟

3- مالفائدة من تسخين محلول في الحمام المائي ؟

4- ما الفائدة من تسخين اوكرزات الامونيوم قبل إضافتها ؟

5- مالفائدة من إضافة الدليل ؟

6- مالفائدة من إضافة الامونيوم

ج/ حتى يصبح محلول متعادل أو قاعدي

- يسخن تسخين هين لأنه لو سخن اوكرزات الامونيوم حتى الغليان سوف تتفكك إلى أمونيوم وأوكرزات ثم تتفكك الاوكرزات إلى والذي يكون على شكل غاز .

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

- تسخين اوكزالات الامونيوم 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)

إعداد استاذ المقرر

ا.م.د. عمر عبد الحي

ا.م.د. محمد يحيى ضمرة

م. ميسن حسام

م.م احلام احمد شهاب

م.م. لينا عادل صابر السالم

كلية التربية للعلوم الصرفة

## تجربة (2) الوزن العملي حسرا طريقة وزنية ترسبيه

تعين الكلوريد وزنياً على هيئة كلوريد الفضة

Determination of chloride as silver chloride

**نظيرية التجربة :-**

يمكن تعين الكلوريد في نموذج يذوب في الماء بإضافة

1- زيادة من محلول نترات الفضة إلى محلول الكلوريد المحمض .

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



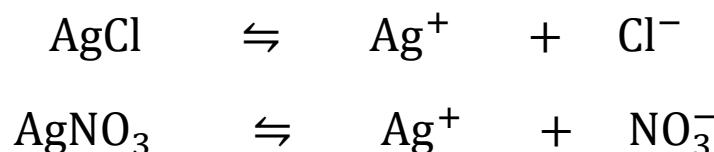
راسب أبيض

## صفات الراسب :

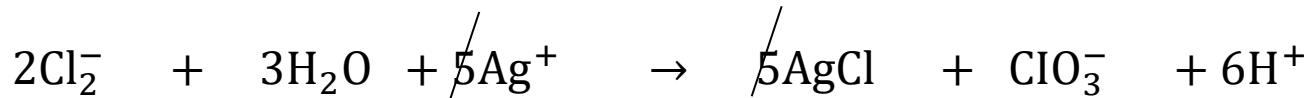
كلوريد الفضة راسب أبيض غروي قليل الذوبان في الماء إذ تبلغ قابلية ذوبانه (  $1.4\text{mg/L}$  ) بدرجة حرارة  $20^\circ\text{C}$  وتزداد بزيادة درجة الحرارة حيث تبلغ (  $21.7\text{ mg/L}$  ) عند درجة حرارة . ولهذا يتم الترسيب والترشيح ثم الغسل في المحاليل الباردة . كما أنه يختلف عن بقية الرواسب بحساسيته 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 بوجود تركيز متوسط من العامل المرسب (نترات الفضة ) بفعل الأيون المشترك .



بالإضافة إلى أن التراكيز المتوسطة من العامل المرسيب تعمل على اكمال الترسيب أما الزيادة الكبيرة من زيادة (الكلوريد الحقيقية المؤدية للنسبة أعلى زيادة إلى تؤدي خاطئة نتائج تعطي فإنها  $\text{AgNO}_3$  في الوزن) والسبب هو أن الكلور الناتج من التحلل الضوئي للكلوريد الفضة يتفاعل مع الماء مكوناً أيونات الكلوريد وهذه الأخيرة تتفاعل مع الفضة الزائدة هذه مكونة كلوريد الفضة إضافي.



### Interferences

### المتدخلات

1- الإيجونات السالبة مثل



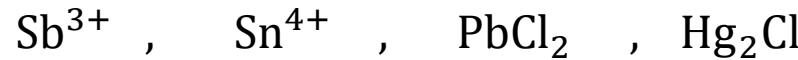
تكون مركبات غير ذائبة في الوسط المتعادل أو القاعدي مع الفضة بينما تكون هذه المركبات ذائبة في الوسط الحامضي.

والإيجونات السالبة مثل

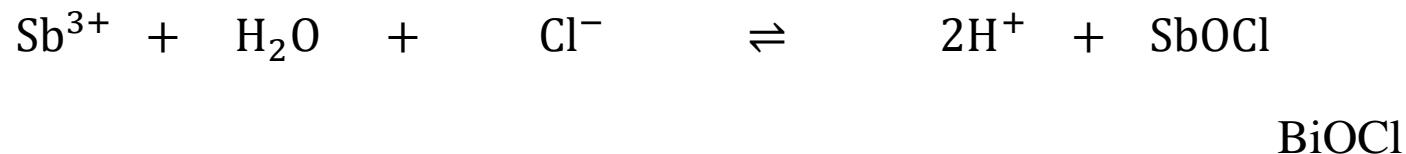


تكون مركبات غير ذائبة في الوسط الحامضي ويجب إذابتها.

## 2- الايونات الموجبة مثل



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



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

## Procedure

طريقة العمل :-

25ml from  $\text{Cl}^-$  + 25ml D. W + 8ml  $\text{AgNO}_3$

يضاف قطرة قطرة مع الرج

— بترك في مكان مظلم لمدة 30-45min —

— تسخين على الهايت لمرة 2min —



جتون الجفنة

تجري عملية الترشيح



يوضع داخل الفرن ليجف

وهي فارغة

بدرجة حرارة  $110^\circ\text{C}$  لمدة ساعة

باستخدام جهاز التبخير (Bukhnur)

## الحسابات :- Calculations

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

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

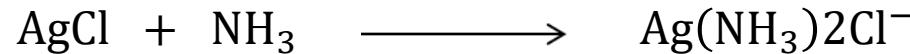
∴ لا نعرف صيغة النموذج فقط نعلم أنه حاوي على أيون  $\text{Cl}^-$  نستخدم العامل العددي.

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



يعطى 0.1g

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



معقد ذاتي

