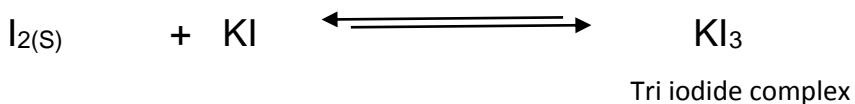


## تجربة 9: إزالة اليود من محلول الماء برجه مع رباعي كلوريد الكاربون

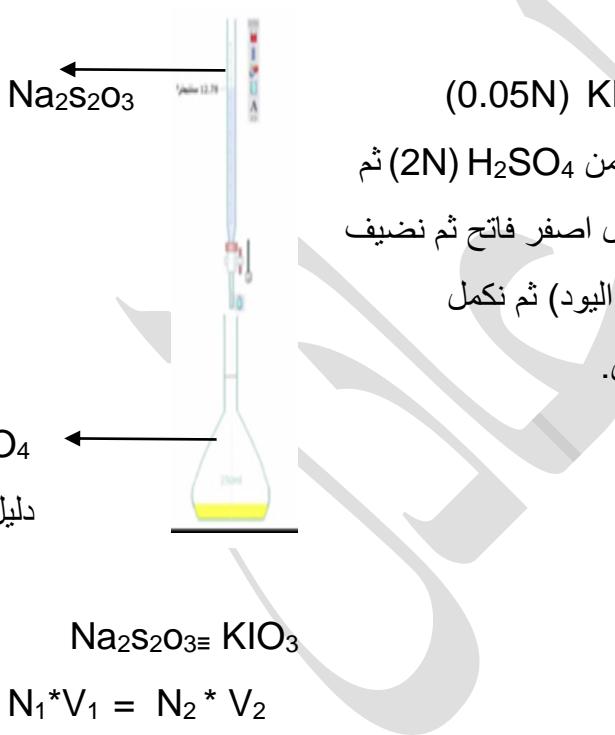
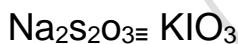
يعتبر اليود قليل الذوبان في الوسط المائي وله بخار سام اذ ان تركيز محلول اليود المائي المشبع هو فقط 0.001 فور مللي بدرجة حرارة الغرفة لهذا يمكن الحصول على تركيز أعلى بوجود أيون اليوديد أي عن طريق إضافة  $KI$  نتيجة تكون معقد ثلاثي اليوديد الذائب



و عند إضافة المذيب العضوي والرج القوي يتحول قسم من المعقد الذائب ويكون في حالة توازن مع محلول حيث ينتقل اليود إلى الطبقة العضوية.

### طريقة العمل:-

1- ضبط عيارية ثايوسلفات الصوديوم  
 ضع في الدورق المخروطي 10 مل من  $KIO_3$  (0.05N) ثم اضاف 5 مل من  $H_2SO_4$  (2N)  
 ثم اضاف 5 مل من محلول  $KI$  ثم اضاف 5 مل من  $Na_2S_2O_3$  الى ان يصبح لون محلول اصفر فاتح ثم نضيف دليل النشا (النشا يتجزأ بوجود كمية كبيرة من اليود) ثم نكمل التسخين الى ان يصبح لون محلول عديم اللون.

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_2 =$$

## 2-إيجاد عيارية وعدد غرامات اليود الكلية قبل الاستخلاص

خذ 10 مل من محلول اليود في دورق مخروطي ثم سح مع مقابل الثايوسلفات باستخدام دليل النشا الى ان يتغير اللون الى عديم اللون ثم احسب العيارية وعدد الغرامات لكل 10 مل



$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_2 =$$

$$1L \quad 1N \quad \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 127g \quad 1N \quad \text{I}_2$$

$$1L \quad 1N \quad \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \equiv 0.127g \quad \text{I}_2$$

$$X = 0.127 \cdot N \text{ of } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

X تمثل عدد غرامات اليود الكلية لكل 10 مل قبل الاستخلاص

## 3-استخلاص اليود (مرحلة واحدة)

خذ 10 مل من محلول اليود في قمع فصل واضف اليه 10 مل من رابع كلوريد الكاربون ورج لمرة 10 دقائق ثم افصل الطبقة العضوية عن المائية (العصبية تهمل) والمائية تسح مع الثايوسلفات المضبوطة العيارية مسبقا.



$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_2 =$$

$$X = 0.127 \cdot N \text{ of } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot V \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$$

X تمثل عدد غرامات اليود في الطبقة المائية بعد الاستخلاص

## 4-إيجاد عيارية وعدد غرامات اليود بعد الاستخلاص مرتين

خذ 10 مل من محلول اليود في قمع فصل واضف اليه 5 مل من رابع كلوريد الكاربون ورج لمرة 15 دقائق ثم افصل الطبقة العضوية عن المائية (العصبية تهمل) ثم اضاف 5 مل من رابع كلوريد الكاربون ورج لمرة 15 دقيقة ثم افصل الطبقة العضوية وسح الطبقة المائية مع الثايوسلفات المضبوطة العيارية مسبقا.



$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_2 =$$

$$X = 0.127 * N \text{ of } Na_2S_2O_3 * V \text{ } Na_2S_2O_3$$

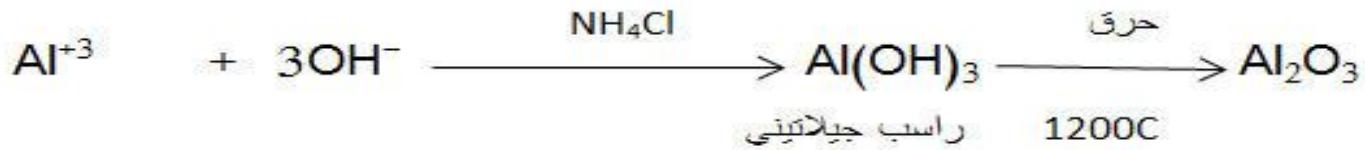
X تمثل عدد غرامات اليود في الطبقة المائية بعد الاستخلاص بمرحلتين

$$\%E = \frac{\text{عدد غرامات اليود بمرحلة واحدة}}{\text{عدد غرامات اليود الكلية}}$$

$$\%E = \frac{\text{عدد غرامات اليود بمرحلتين}}{\text{عدد غرامات اليود الكلية}}$$

تجارب المرحلة الثانية  
الكيمياء التحليلية العملي  
التحليل الوزني  
إعداد م.م. لينا عادل صابر

## تجربة (٧) تقدير الالمنيوم على هيئة أوكسيد الالمنيوم



هذه الطريقة معرضة للأخطاء أو الصعوبات بسبب الطبيعة الجيلاتينية للراسب الماصل للرطوبة حيث يكون صعب الترشيح وبالتالي يمكن أن يمتنز بعض هيدروكسيدات المعادن الأخرى التي في الغالب لا تترسب بواسطة محلول الامونيا وتميل إلى أن تبقى في المحلول خصوصاً مع وجود زيادة من محلول الامونيا يبدأ الترسيب عند  $\text{pH}=3$  ويكتمل عند  $\text{pH}=6.5-7.0$  وعند الوصول إلى  $\text{pH}=9$  يبدأ بالذوبان ولذلك يفضل استخدام أدلة لمتابعة سير التفاعل ومنها

**دليل المثيل الاحمر**  $\text{PH}=4.2-6.3$

**دليل المثيل البرتقالي**  $\text{PH}=3.1-4.4$

**دليل الفينوفثالين**  $\text{pH}=8.0-9.6$

يعلم محلول كلوريد الامونيوم

١- محلول منظم عن طريق الايون المشترك بتقليل تركيز الايون الهيدروكسيد في محلول الذي يؤدي الى ذوبان الراسب،

٢- كما يساعد على تكتل الراسب ،

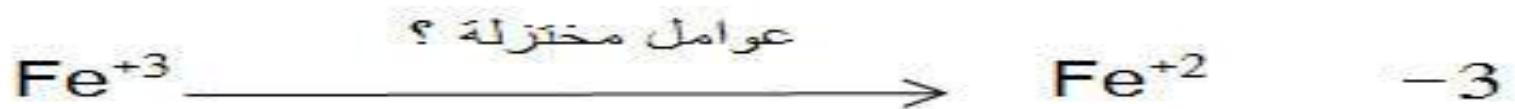
٣- بالإضافة الى انه يمنع التطاير الغير محسوس للألمنيوم اثناء الحرق،

٤- بالإضافة الى الطبيعة الامفوتيриة لهيدروكسيد الالمنيوم ،



وأخيراً يتم الترسيب في محليل ساخنة ولا يستخدم الماء البارد في عملية الغسل ؟

# المتدخلات



## طريقة العمل

25ml from  $\text{Al}^{+3}$   
+ 25ml D.W.  
+ 5ml  $\text{NH}_4\text{Cl}$

+

3-5 drops R.M  
يغلي لمدة ٣-٥  
دقائق



أضافة محلول الامونيا  
قطرة قطرة الى ان يتتحول  
الى اللون الاصفر مع  
تجنب الزيادة ؟



حرق في فرن  
كهربائي  
عند  $1200^\circ\text{C}$

ترشيح بورقة الترشيح ثم  
تحرق الورقة  
غسل محلول بنترات  
الامونيوم او كلوريد  
الامونيوم

يوضع في حمام مائي لمدة 25- 20



## الحسابات

- ايجاد العامل الوزني ؟
- ايجاد النسبة المئوية



$$\text{وزن الراسب} \times \frac{100}{\text{وزن النموذج}} = \text{عامل الوزني} \%$$

شکر لاصنایل

تجارب المرحلة الثانية  
الكيمياء التحليلية العملي  
التحليل الوزني  
إعداد م.م. لينا عادل صابر

# تجربة ٧:



تقدير الباريوم على هيئة  
كثيريات الباريوم

نظريّة التجربة:

تختلف هذه الطريقة عن الطرق الأخرى  
بسبب تكون الراسب بمحلول متجانس  
حيث لا يضاف العامل المرسب مباشرة  
ولكن يتكون في المحلول ببطيء أي  
الترسيب ببطيء (الترسيب بمحلول  
متجانس هو التكوين للعامل المرسب  
داخل محلول الترسيب ببطيء وانتظام  
عن طريق تفاعل كيميائي

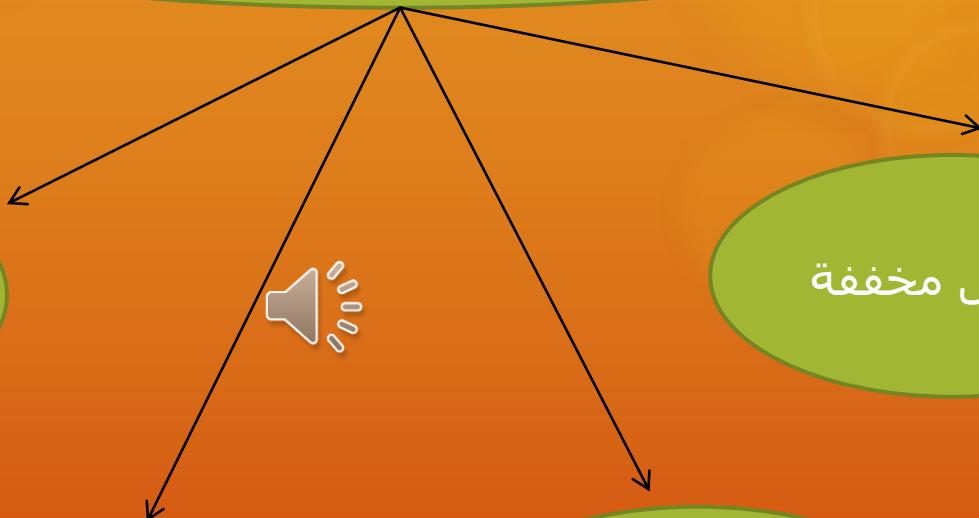
## الطرق المستخدمة للحصول على راسب جيد

ظروف الترسيب

محاليل مخففة

التحريك

الاضافة البطيئة



يمكن تقدير الباريوم بترسيبيه بمحلول متجانس على هيئة كبريتات الباريوم وذلك بتكوين ايون الكبريتات ببطيء وانتظام خلال المحلول حتى نحصل على بلورات كبيرة الحجم منتظمة الشكل . وهناك تفاعلين رئيسيين هما:

○ التحلل المائي لحامض السلفاميك hydrolysis of sulphamic acid.

○ ٢- ثانوي مثيل الكبريتات



راسب



ان الترسيب في محلول متجانس من الميزات المفيدة في التحليل الوزني حيث تترسب البلورات بيضاء و تكون كبيرة و منتظمة الشكل والحجم مما يساعد على ترشيحها و غسلها بسهولة كما ان الراسب المتكون يكون خالياً من الشوائب السطحية والداخلية (الامتصاص والامتزاز) مما يسهل عملية الحرق و بدرجات حرارية اقل من الطرق الاعتيادية وبالرغم من كل هذه المزايا فان هنالك سلبيات له هي:

- ١- الترسيب على جدران الاواني او قضيب التحرير.
- ٢- الوقت اطول ويحتاج مذيبات عضوية غالبة الثمن.

## طريقة العمل:

- ١-ضع في بيكر ٢٥ مل من محلول الباريوم ثم اضف اليه ٢٥ مل من الماء المقطر.
- ٢-سخن على هيتر لمدة ٣-٥ دقائق.
- ٣-اضف ١٠ مل من حامض السُّلْعَامِيَّكَ  قطرة قطرة مع التحريك.
- ٤-سخن بالحمام المائي لمدة ٤٠-٤٥ دقيقة.
- ٥-رشح محلول وهو ساخن.
- ٦-اغسل بالماء الحار.
- ٧-فحم ورقة الترشيح على لهب مصباح بنزين.
- ٨-احرق الراسب عند ١٠٠٠-٨٠٠ درجة مئوية.
- ٩-برد ثم اوزن.

شكرا لا صغاركم

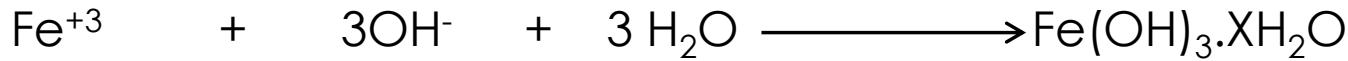
## تجربة ٨



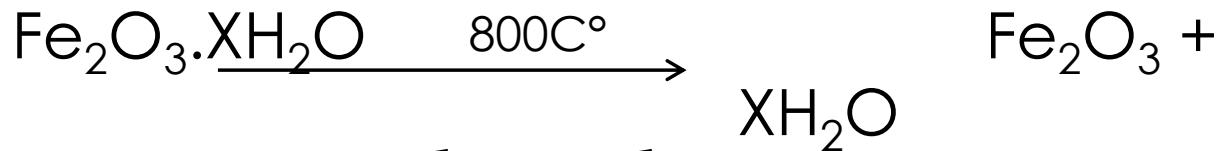
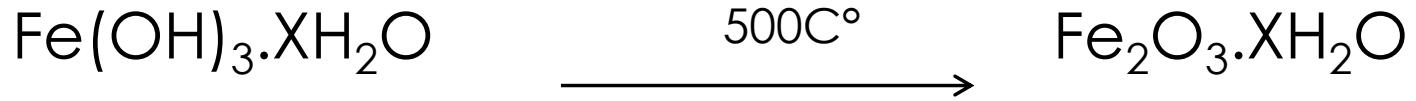
تقدير الحديد على هيئة أوكسيد  
الحديديك:  
**Determination of iron as ferric oxide**

تجارب المرحلة الثانية  
الكيمياء التحليلية العملي  
التحليل الوزني  
إعداد م.م. لينا عادل صابر

يمكن تقدير الحديد بترسيبه على هيئة أوكسيد الحديديك المتميئ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$ )



حيث يتربس الحديديك بوجود زيادة معتدلة من محلول الامونيا على هيئة راسببني محمر من هيدروكسيد الحديديك ان الراسب المتكون من النوع الجيلاتيني (أي غير متختز ككلوريد الفضة او بلوري ككبريتات الباريوم) يحتوي على (x) غير محدد من جزيئات الماء جزء ممتص والآخر غير مرتبط وبالتالي فان التوزيع الكيميائي غير معروف كما ان لديه قابلية ذوبان تقدر ب  $10^{-38}\text{ mg/l}$  ولذلك فان الترسيب الكمي ممكن ان يحدث حتى في الوسط الحامضي الضعيف وذلك لأن قابلية الذوبان عالية اي باتجاه السالب وبعد الترسيب والترشيح والغسل يحرق الراسب الى اوكسيد الحديديك اللامائي

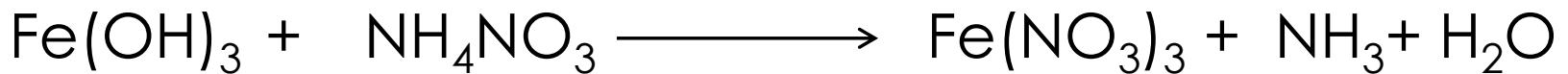


يرشح الراسب ترشيحاً اعٌتيادياً ولا يمكن ان نرشحه بالجهاز (بوخنر) لأن الراسب جيلاتيني ، ويجب ان تكون ورقة الترشيح عديمة الرماد(ashless filter paper) مع ملاحظة عدم ملئ ورقة الترشيح الى ثلاثة ارباعها.

وبعد ذلك يغسل الراسب بمحلول نترات الامونيوم الساخن وليس بمحلول كلوريد الامونيوم لكون الراسب متسامي



ثم غسل المحلول بمحلول الغسيل



نحرق نترات الحديديك بواسطة جفنة مفتوحة وبوجود وفرة من الاوكسجين حيث تتحول الى اوكسيد الحديديك



## المتدخلات:

ايونات موجبة  $\text{OH}^- + (\text{Cr, Zr, Ti, Al})$  ← هيدروكسيدات غير ذائبة.

( $\text{Co, Ni, Cd}$ ) تكون مركبات ذائبة وتدلي الى احتباس الشوائب.

(الارسينات، الفوسفات، السليكات، والفنادات) ايونات سالبة + الموجبة (ايون الحديد) ← قاعدة ضعيفة مركبات غير ذائبة يجب ان تزال

الحامض العضوية ومركبات الهيدروكسيل واملاحها تكون مركبات ذائبة

الايونات السالبة التي تكون معقدات مع الحديديك مثل  $[\text{FeP}_2\text{O}_7]^{3-}$  و  $[\text{FeF}_6]^{3-}$ .

## طريقة العمل

- ١- ضع ٢٥ مل من ايون الحديديك D.W + ٢٥ مل من الـ
- ٢- سخن الى الغليان على هيتر لمدة ٣-٢ دقائق.
- ٣- اضف محلول الامونيا قطرة قطرة مع التحريك والتاكيد من اضافة زيادة من الامونيا عن طريق حاسة الشم.
- ٤- سخن على الهيتر لمدة ٣-٢ دقيقة.
- ٥- نغلي محلول في حمام مائي لمدة ٢٠ دقيقة.
- ٦- رشح محلول بواسطة ورقة الترشيح.
- ٧- اغسل بمحلول نترات الامونيوم بتركيز  $0.1\text{N}$ .
- ٨- فحم ورقة الترشيح على لهب مصباح بنزن.
- ٩- احرق الراسب عند  $800^\circ\text{C}$  درجة مئوية لمدة نصف ساعة.
- ١٠- برد في الديسكيتر ثم اوزن.

- ١-لا يستخدم الماء ك محلول غسل دائمًا.
- ٢-لماذا نغسل الراسب بمحلول نترات الامونيوم.
- ٣-لديك مزيج من الحديد وزنيد؟



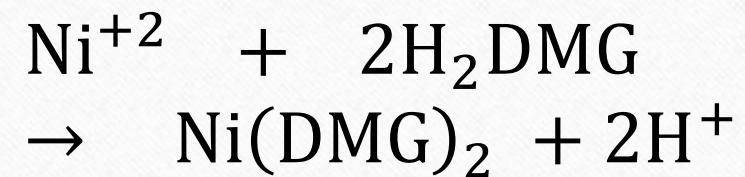
تجارب المرحلة الثانية  
الكيمياء التحليلية العملي  
التحليل الوزني  
إعداد م.م. لينا عادل صابر

## التجربة ٨

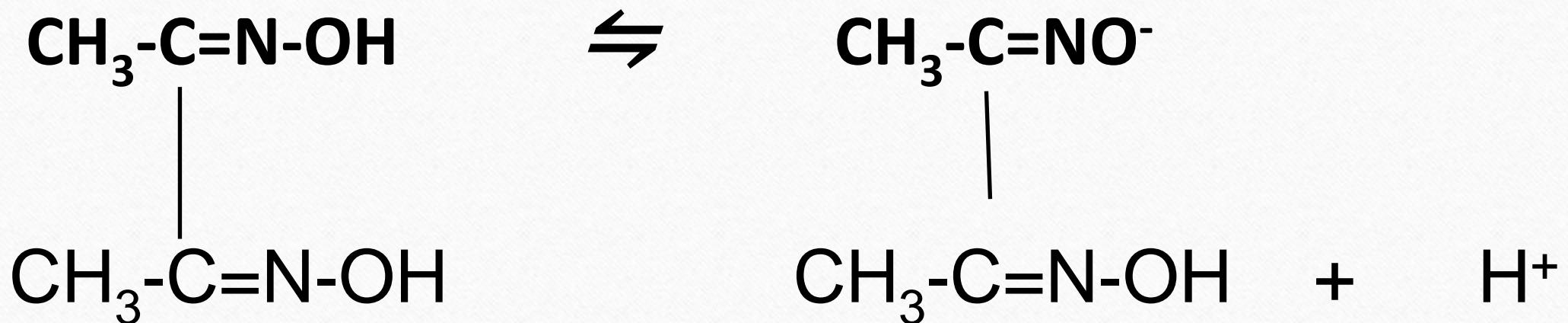
---

تقدير النيكل على هيئة داي مثيل كلاي اوكيزيم - النيكل

ترسيب النيكل على هيئة راسب احمر من داي مثيل كلاري او كزيم النيكل في وسط قاعدي ضعيف كاستخدام محلول الامونيا المخففة او استعمال محلول منظم من خلات الامونيوم وحامض الخليك اذ يتحد النikel مع جزيئين من العامل المرسب (DMG) محرراً ايونيين من الهيدروجين يتعادلان بدورهما مع زيادة من محلول الامونيا



وهو بذلك اي العامل المرسب يسألك سلوك حامض ضعيف فيعطي عند تأينه واحد من الهيدروجين



يعد ال DMG من المرسبات ذات التخصصية العالية اذ يتفاعل مع النيكل لوحده دون غيره وذلك في الاوساط القاعدية الضعيفة وباستخدام المحاليل المنظمة ويعتبر من المرسبات المخلبية والتي هي عبارة عن مركبات عضوية تكون ايونات الفلزات مركبات معقدة تناصقية توافقية حلقية غير متجانسة ذات اثنين او اكثر من المجاميع الوظيفية احدهما تكون مجموعة حامضية كمجموعة الكاربوكسيل او الهيدروكسيل او المركبتان والثانية تناصقية تعااضدية تحتوي على ازدواج الكترونية غير مشتركة كمجموعة النيترو- الامينو- ايمينو والاووكزيم وكلا المجموعتين من نفس المعقد وتكون عادة شحيدة الذوبان في المحاليل المائية والمتعادلة اي غير مشحونة.

# الجزء العملي

## طريقة العمل

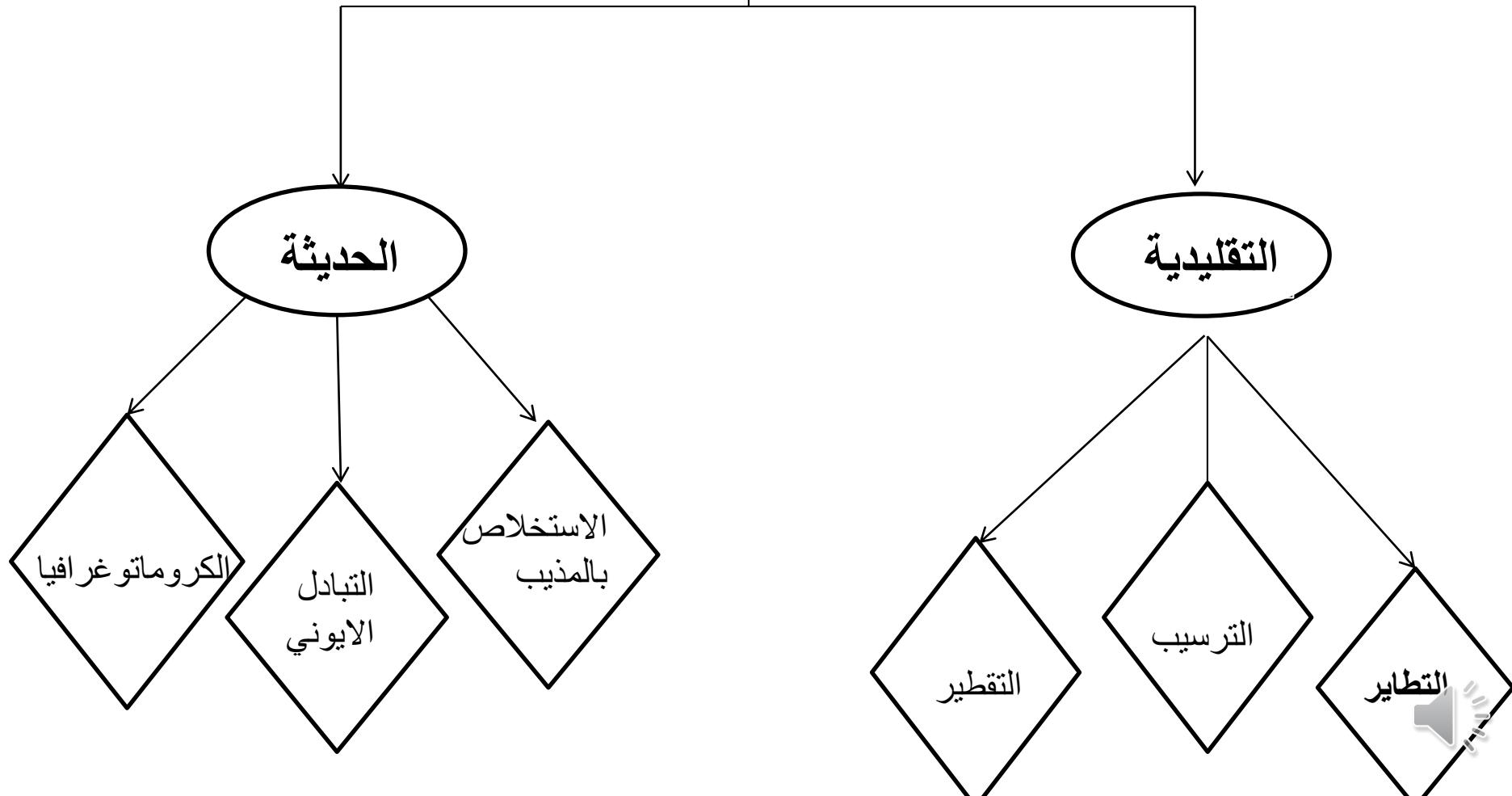
١. ضع في بيكر ٢٥ مل من محلول حاوي على ايونات النيكل والمحمض مسبقاً بحامض الهيدروكلوريك في بيكر سعة ٢٥٠ مل
٢. ثم اضاف اليه ٢٥ مل من الماء المقطر وقم بالتسخين على الهايتر الى حد  $80^{\circ}\text{C}$  - ٧٠ لمدة ٣ - ٤ دقائق.
٣. اضاف ١٠ مل من ثنائي مثيل كلاي اوكيزيم ثم اضاف محلول الامونيا من السحاحة قطرة قطرة مع التحريك المستمر ثم اضاف زيادة لحين انبعاث رائحة الامونيا
٤. انقل البيكر الى حمام مائي لمدة نصف ساعة
٥. اترك محلول لكي يستقر لمدة ساعة ثم رشح بورقة ترشيح واغسل بالماء المقطر البارد
٦. احرق الراسب عند ١١٠ - ١٢٠ درجة مئوية لمدة ساعة.
٧. اوزن الراسب واحسب النسبة المئوية.

## الحسابات

$$\text{النسبة المئوية \%} = N i^{+2} = 100 \times \frac{\text{وزن الراسب} \times \text{العامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}}$$

تجارب المرحلة الثانية  
الكيمياء التحليلية العملي  
التحليل الوزني  
إعداد م.م. لينا عادل صابر

# طرائق الفصل



الاستخلاص بالذيب وهو عملية انتقال (انتشار او توزيع) المذاب بين طورين سائلين غير ممترجين نتيجة الاختلاف في قابلية ذوبان المذاب في كلا السائلين.

يكون احد الطورين عضوي والآخر مائي ويتم الوصول الى حالة التوازن عندما تتساوى الطاقة الحرية في كلا الطورين

### الفصل جيدا يتطلب

- ١- ان يكون السائلين غير ممترجين
- ٢- ودرجة غليان الذيب المستخدم واطئة جدا بحيث يمكن استعادة الذيب
- ٣- الاختلاف في قابلية ذوبان المذاب بين السائلين .

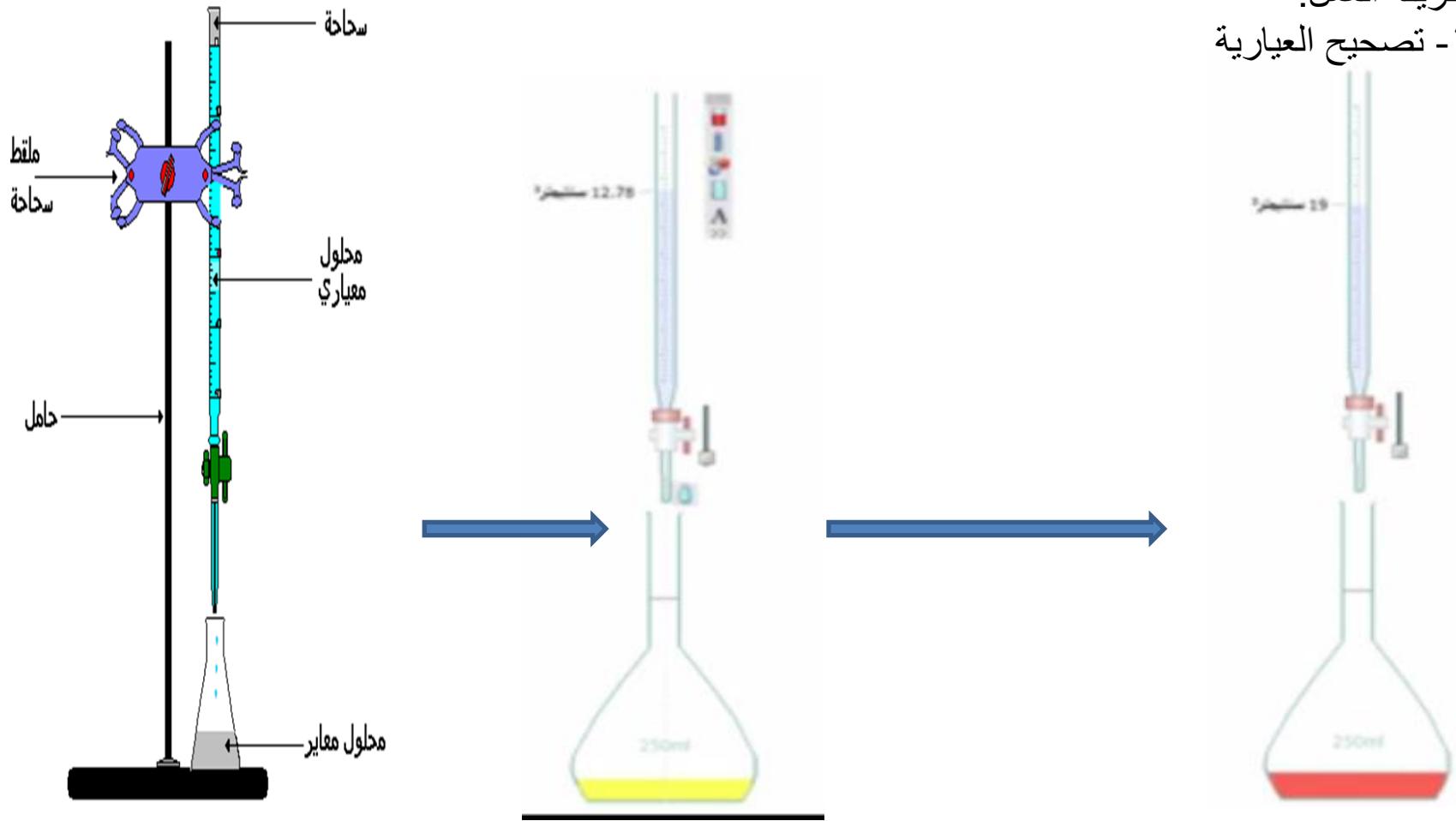


معامل التوزيع  $K_D$  وهو نسبة الاذابة لذلك المذاب بين مذيبين غير ممترجين حيث يكون الاول عضوي والثاني غير عضوي معامل التوزيع له تأثير كبير في عملية الاستخلاص؟ عندما تكون كبيرة فهذا يعني ان انتقال المذاب الى السائل ١ يكون بصورة شبه كاملة وهذا يعني ان الاستخلاص جيد اي يتم الاستخلاص مرة واحدة تكون قريبة من الواحد فهذا يعني ان تركيز السائلين الاول والثانوية تقريباً متساوي لهذا يكون الاستخلاص غير جيد ويجب تكرار الاستخلاص.



طريقة العمل:

# ١- تصحيح العيارية



$$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$$



## ٢- حساب معامل توزيع الامونيا بين الماء ورابع كلوريد الكاربون



١٠ مل من الامونيا  
١٠ مل من رابع كلوريد الكاربون



$$N_1V_1 = N_2V_2$$

$$N_{\underline{\text{HCl}}} = \text{من السحاحة} \times N_2 \times 10$$

$$N_2 = \text{عيارية الامونيا}$$

التركيز (غم/لتر) = العيارية × الوزن المكافئ للامونيا المذابة في الماء



كлиз المذاب في الطبقة العضوية /  
كлиз المذاب في الطبقة المائية

ص

$$\% E = \frac{100 D}{D + \frac{V_{aq}}{V_{org}}} = 1$$

$$\% E = \frac{100 D}{D + 1}$$



اما اذا كان الاستخلاص على دفعات

$$W_1 = \underline{W_o} \left( \frac{V_1}{D V_2 + V_1} \right)^n$$

التركيز المتبقى =  $W_1$  ، التركيز الكلي  $= \underline{W_o}$ ، عدد مرات الاستخلاص = n

$$\%E = \frac{W_o - W_1}{W_o} \times 100$$



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ  
السَّلَامُ عَلَيْكُمْ وَرَبْنَتُهُمْ اللَّهُ



تجارب المرحلة الثانية  
الكيمياء التجريبية العملي  
التحليل الوزني  
إعداد م.م. لينا عادل صابر

## تجربة تقدير الكالسيوم على هيئة أوکزالات الكالسيوم و كاربونات الكالسيوم واوكسيد الكالسيوم



### الجزء النظري:

يرسب الكالسيوم وزنياً على هيئة اوکزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوکزالات الامونيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع الامونيا  $\text{NH}_4\text{OH}$  وحسب المعادلة التالية:



يوزن الراسب على عدة أشكال

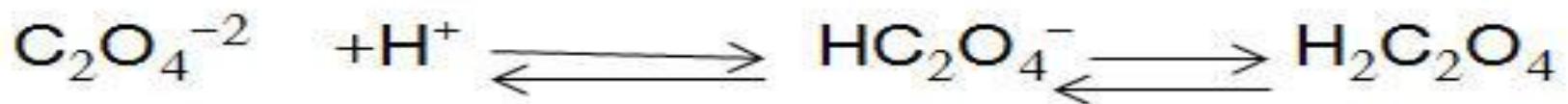
اما على هيئة اوکزالات الكالسيوم المائية في  $25^{\circ}\text{C}$

أو على هيئة اوکزالات الكالسيوم اللامائية عند درجة حرارة التجفيف



حيث تبلغ قابلية اوكزالات الكالسيوم المائية (CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O) ٦,٧ ملغم/لتر عند ٢٥ م° و ٤١ ملغم/لتر ٩٥ م°، أما في المحاليل المتعادلة والحاوية على اوكزالات الامونيوم فتكون قابلية الذوبان أقل بكثير لذاك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب في التقدير الوزني الكمي للكالسيوم.

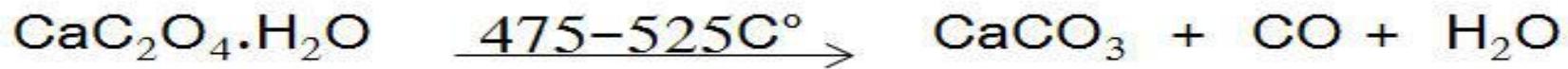
أما زيادة تركيز ايونات الهيدروجين في محلول فتؤدي إلى زيادة قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم نتيجة لزوال ايونات الاوكزالات من النظام بسبب تحولها إلى ايونات (البي اوكزالات) - HC<sub>2</sub>O<sub>4</sub><sup>-</sup> وإلى حامض الاوكزalic H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> عند حامضية أعلى.



وقد يعامل راسب اوكرالات الكالسيوم قبل الوزن باحدى الطرق التالية:

١-تجفيف اوكرالات الكالسيوم ( $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) عند درجة  $110^\circ\text{م}$  وزنه بهذه الصورة الا ان الطريقة غير مفضلة.

٢-حرق اوكرالات الكالسيوم عند درجة  $2500^\circ\text{م}$  حيث تتحول كمياً الى كاربونات الكالسيوم.



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



٤-حرق الراسب او تسخينه عند درجة حرارة يمكن تحويله الى اوكسيد الكالسيوم اذ تعتبر هذه الطريقة الاكثر استخداماً.

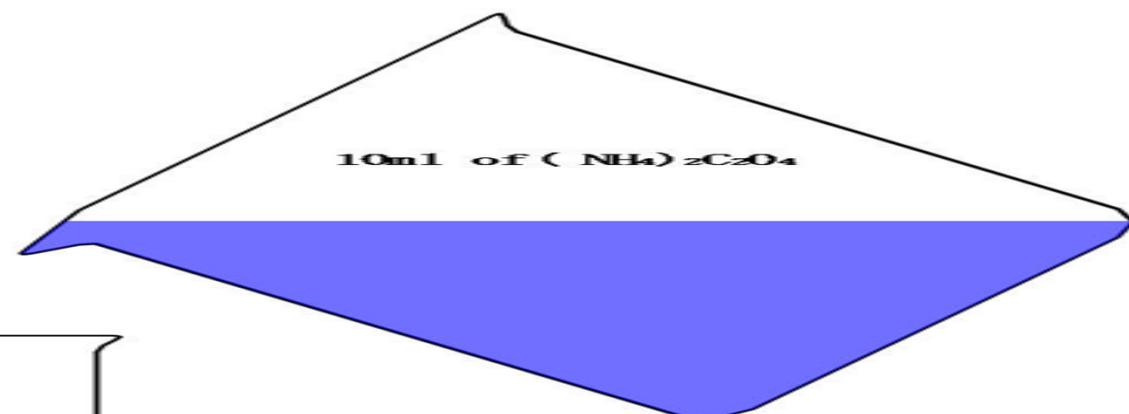


لكن يجب وزن هذا الراسب بسرعة لانه يمتص الرطوبة بسرعة.



# طريقة العمل:-

١- أخذ بيكرين



25ml  $\text{Ca}^{++}$   
25ml  $\text{H}_2\text{O}$   
2-3 drops M.R

(ا) M.R ويسخن 25ml  $\text{Ca}^{+2}$  + 25ml D.W + 2-3drops

الى الغليان لمدة 2-3min

(ب) 10ml-8ml من محلول اوكزالات الامونيوم ويسخن تسخيناً هين.

٢- نضيف البيكير (ب) الى البيكير (ا) بشكل قطرات مع التحريك المستمر.

٣- نعادل محلول باضافة محلول الامونيا قطرة قطرة الى ان يتحول اللون الاحمر الى الاصفر.

٤- نضع البيكير في حمام مائي لمدة ساعة حتى يتغير لونه الى البرتقالي.

- ٥- نضيف بضع قطرات من محلول الاوكزالات للتأكد من اكتمال عملية الترسيب.
- ٦- نرشح باستخدام ورقة الترشيح.
- ٧- نحرق ورقة الترشيح مع المادة في جفنة(بودقة خزفية) تفحى وتحرق فوق لهب مصباح بنزن الى ان يتتحول الى رماد ابيض
- ٨- نضع الجفنة في فرن درجة حرارته  $500\pm25^{\circ}\text{C}$  لمدة ساعتين .
- ٩- نبرد في المجفف ال desicetor ثم نوزن.

## الحسابات

أيجاد النسبة المئوية للكالسيوم

$$\frac{\text{Ca}^{+2}}{\text{CaCO}_3} \times \text{وزن} = \text{عامل الوزني}$$

$$\frac{\text{وزن} \times \text{عامل الوزني}}{0.1} \times 100 = \text{Ca\%}$$

المناقشة:-

ما الفرق بين الطرفيتين ؟ وايهما افضل؟

شکر آزمایشگاه

