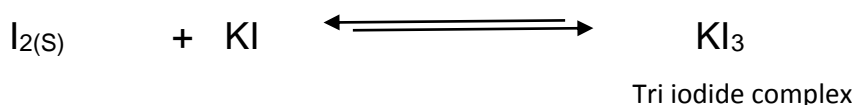


تجربة 9: إزالة اليود من المحلول المائي برجه مع رابع كلوريد الكربون

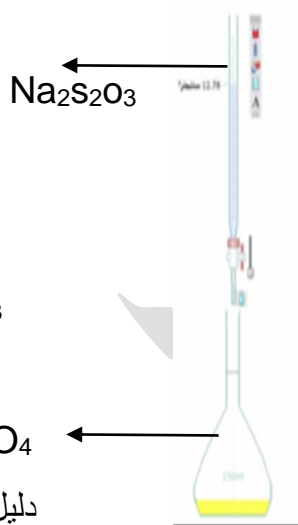
يعتبر اليود قليل الذوبان في الوسط المائي وله بخار سام اذ ان تركيز محلول اليود المائي المشبع هو فقط 0.001 فورمالي بدرجة حرارة الغرفة لهذا يمكن الحصول على تراكيز اعلى بوجود ايون اليوديد أي عن طريق إضافة KI نتيجة تكون معقد ثلاثي اليوديد الذائب



وعند إضافة المذيب العضوي والرج القوي يتحول قسم من المعقد الذائب ويكون في حالة توازن مع المحلول حيث ينتقل اليود الى الطبقة العضوية.

طريقة العمل:-

1- ضبط عيارية ثايوسلفات الصوديوم



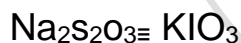
ضع في الدورق المخروطي 10 مل من KIO_3 (0.05N)

ثم اضع 5 مل من محلول KI ثم اضع 5 مل من H_2SO_4 (2N) ثم

سح مع $Na_2S_2O_3$ الى ان يصبح لون المحلول اصفر فاتح ثم نضيف

دليل النشأ (النشأ يتجزأ بوجود كمية كبيرة من اليود) ثم نكمل

التسحيح الى ان يصبح لون المحلول 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 ورق مخروطي ثم سحح مع مقابل الثايوسلفات باستخدام دليل النشأ الى ان يتغير اللون الى عديم اللون ثم احسب العيارية وعدد الغرامات لكل 10مل



$$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$$

$$N_2 =$$

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

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

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

X تمثل عدد غرامات اليود الكلية لكل 10مل قبل الاستخلاص

3- استخلاص اليود (مرحلة واحدة)

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



$$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$$

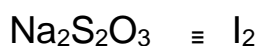
$$N_2 =$$

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

X تمثل عدد غرامات اليود في الطبقة المائية بعد الاستخلاص

4- إيجاد عيارية وعدد غرامات اليود بعد الاستخلاص مرتين

خذ 10مل من محلول اليود في قمع فصل واضف اليه 5 مل من رابع كلوريد الكربون ورج لمدة 15 دقائق ثم افصل الطبقة العضوية عن المائية (العضوية تهمل) ثم اضف 5مل من رابع كلوريد الكربون ورج لمدة 15 دقيقة ثم افصل الطبقة العضوية وسحح الطبقة المائية مع الثايوسلفات المضبوطة العيارية مسبقا.



$$N_1 * V_1 = N_2 * V_2$$

$$N_2 =$$

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

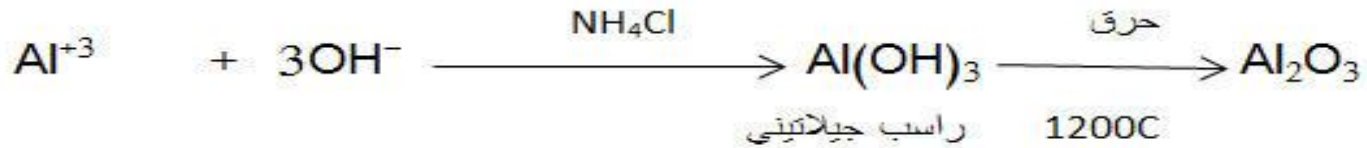
X تمثل عدد غرامات اليود في الطبقة المائية بعد الاستخلاص بمرحلتين

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

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

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

تجربة (٧) تقدير الألمنيوم على هيئة أوكسيد الألمنيوم



هذه الطريقة معرضة للأخطاء أو الصعوبات بسبب الطبيعة الجيلاتينية للراسب الماص للرطوبة حيث يكون صعب الترشيح وبالتالي يمكن ان يمتز بعض هيدروكسيدات المعادن الاخرى التي في الغالب لا تترسب بواسطة محلول الامونيا وتميل الى ان 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 الى $\text{PH}=9$ يبدأ بالذوبان ولذلك يفضل استخدام ادلة لمتابعة سير التفاعل ومنها

دليل المثيل الاحمر PH=4.2-6.3
دليل المثيل البرتقالي PH=3.1-4.4
دليل الفينوفثالين pH=8.0-9.6

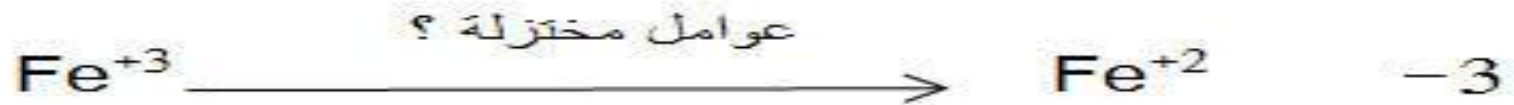
يعمل محلول كلوريد الامونيوم

- ١- كمحلول منظم عن طريق الايون المشترك بتقليل تركيز الايون الهيدروكسيد في المحلول 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 الامفوتيرية لهيدروكسيد الألمنيوم ،



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

المتداخلات



طريقة العمل

25ml from Al^{+3}
+ 25ml D.W+
+5ml NH_4Cl

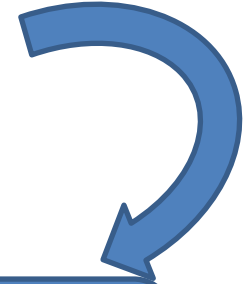
+

3-5 drops R.M
يغلي لمدة ٣-٥
دقائق



+

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



يوضع في حمام مائي لمدة 20-25 min



ترشيح بورقة الترشيح ثم
تحرق الورقة
غسل المحلول ببنترات
الامونيوم او كلوريد
الامونيوم



حرق في فرن
كهربائي
عند 1200°C

الحسابات

- ايجاد العامل الوزني ؟
- ايجاد النسبة المئوية



$$100 \times \frac{\text{وزن الراسب}}{\text{وزن النموذج}} \times \text{العامل الوزني ؟} = \text{Al}^{+3} \%$$

تَشْكُرُ لِصَنَائِكُمْ

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

تجربة ٧:

تقدير الباريوم على هيئة
كبريتات الباريوم

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

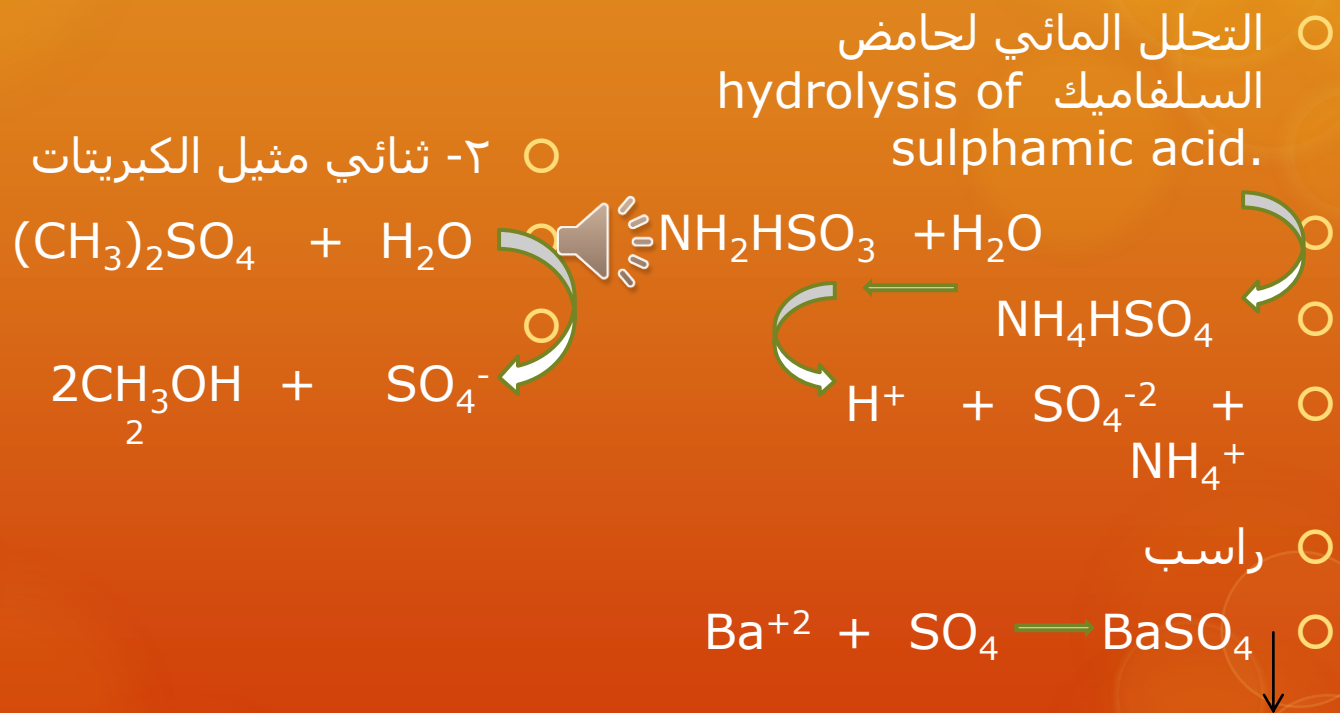
محاليل مخففة

التحريك

الاضافة البطيئة



يمكن تقدير الباريوم بترسيبه 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:



ان الترسيب في محلول متجانس من الميزات
المفيدة في التحليل الوزني حيث تترسب البلورات
ببطيء وتكون كبيرة ومنتظمة الشكل والحجم مما
يساعد على ترسيبها وغسلها بسهولة كما ان
الراسب المتكون يكون خالياً من الشوائب السطحية
والداخلية (الامتصاص والامتزاز) مما يسهل عملية
الحرق وبدرجات حرارية اقل من الطرق الاعتيادية
وبالرغم من كل هذه المزايا فان هنالك سلبيات له
هي:

- ١- الترسيب على جدران الاواني او قضيب التحريك.
- ٢- الوقت اطول ويحتاج مذيبيات عضوية غالية الثمن.

طريقة العمل:

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

شكرا لاصغائكم

تجربة ٨

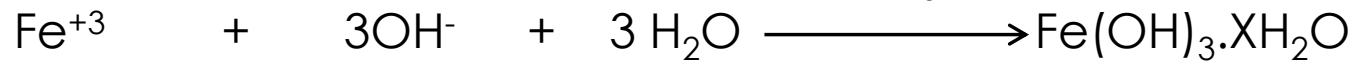


تقدير الحديد على هيئة أوكسيد
الحديدك:

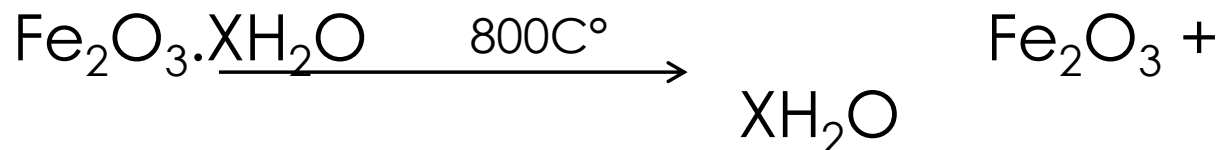
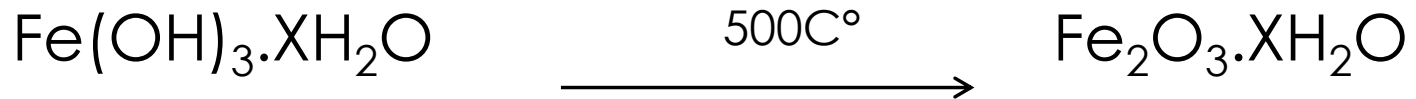
Determination of iron as ferric oxide

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

يمكن تقدير الحديد بترسيبه على هيئة أوكسيد الحديد
المتميئ (Fe₂O₃.XH₂O)

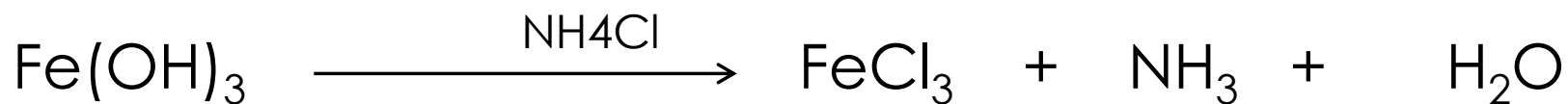


حيث يترسب الحديد بوجود زيادة معتدلة من محلول
الامونيا على هيئة راسب بني محمر من هيدروكسيد
الحديد ان الراسب المتكون من النوع الجيلاتيني (أي غير
متخثر ككلوريد الفضة او بلوري ككبريتات الباريوم) يحتوي
على (×) غير محدد من جزيئات الماء جزء ممتص والاخر غير
مرتبط وبالتالي فان التوزيع الكيميائي غير معروف كما ان لديه
قابلية ذوبان تقدر بـ 10⁻³⁸ mg/l ولذلك فان الترسيب الكمي
ممكن ان يحدث حتى في الوسط الحامضي الضعيف وذلك
لان قابلية الذوبان عالية اي باتجاه السالب فبعد الترسيب
والترشيح والغسل يحرق الراسب الى اوكسيد الحديد
اللامائي

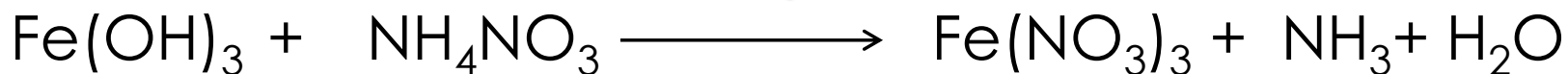


يرشح الراسب ترشيحاً اعتيادياً ولا يمكن ان نرشحه
بالجهاز (بوختر) لان الراسب جيلاتيني ، ويجب ان تكون
ورقة الترشيح عديمة الرماد (ashless filter paper)
مع ملاحظة عدم ملئ ورقة الترشيح الى ثلاثة ارباعها.

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



ثم غسل المحلول بمحلول الغسيل



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



أيونات موجبة (Cr, Zr, Ti, Al) + OH⁻ ← هيدروكسيدات غير ذائبة.

(Co, Ni, Cd) تكون مركبات ذائبة وتؤدي الى احتباس الشوائب.

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

الحوامض العضوية ومركبات الهيدروكسيل واملاحها تكون مركبات ذائبة

الايونات السالبة التي تكون معقدات مع الحديدك مثل $[FeF_6]^{-3}$ و $[FeP_2O_7]$.

- ١- ضع ٢٥ مل من ايون الحديدك + ٢٥ مل من ال D.W.
- ٢- سخن الى الغليان على هيتز لمدة ٢-٣ دقائق.
- ٣- اضع محلول الامونيا قطرة قطرة مع التحريك والتأكد من اضافة زيادة من الامونيا عن طريق حاسة الشم.
- ٤- سخن على الهيتز لمدة ٢-٣ دقيقة.
- ٥- نغلي المحلول في حمام مائي لمدة ٢٠ دقيقة.
- ٦- رشح المحلول بواسطة ورقة الترشيح.
- ٧- اغسل بمحلول نترات الامونيوم بتركيز 0.1N.
- ٨- فحم ورقة الترشيح على لهب مصباح بنزن.
- ٩- احرق الراسب عند ٨٠٠ درجة مئوية لمدة نصف ساعة.
- ١٠- برد في الديسكيتريثم اوزن.

- ١- لا يستخدم الماء كمحلول غسل دائما.
- ٢- لماذا نغسل الرأس بمحلول نترات الامونيوم.
- ٣- لديك مزيج من الحديدوز كيف تقدر الحديدك وزنيا؟

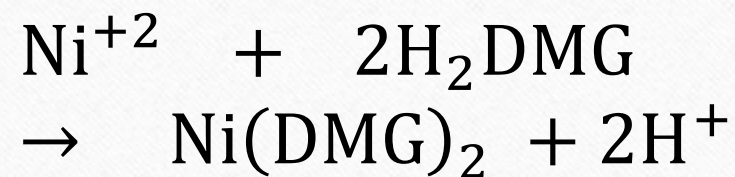


تجارب المرحلة الثانية
الكيمياء التحليلية العملي
التحليل الوزني
اعداد م.م. لنا عادل صابر

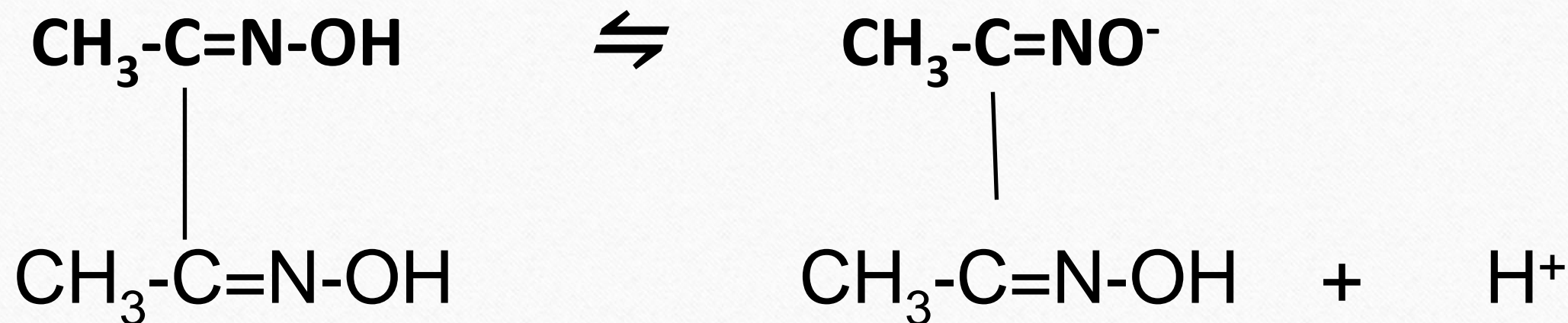
التجربة ٨

تقدير النيكل على هيئة داي مثيل كلاي اوكزيم - النيكل

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



وهو بذلك اي العامل المرسب يسلك 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 تناسقية توافقية حلقة غير متجانسة ذات اثنين او اكثر من المجاميع الوظيفية احدهما تكون مجموعة حامضية كمجموعة الكربوكسيل او الهيدروكسيل او المركبتان والثانية تناسقية تعاضدية تحتوي على ازدواج الكترونية غير مشتركة كمجموعة النايثرو- الامينو- ايمينو والاوكزيم وكلا المجموعتين من نفس المعقد وتكون عادة شحيحة الذوبان في المحاليل المائية والمتعادلة اي غير مشحونة.

الجزء

العملي

طريقة العمل

١. ضع في بيكر ٢٥ مل من محلول حاوي عل ايونات النيكل والمحمض مسبقاً بحامض الهيدروكلوريك في بيكر سعة ٢٥٠ مل
٢. ثم اصف اليه ٢٥ مل من الماء المقطر وقم بالتسخين على الهيتز الى حد $70 - 80^{\circ}\text{C}$ لمدة ٢-٣ دقائق.
٣. اصف ١٠ مل من ثنائي مثيل كلاي او كزيم ثم اصف محلول الامونيا من السحاحة قطرة قطرة مع التحريك المستمر ثم اصف زيادة لحين انبعاث رائحة الامونيا
٤. انقل البيكر الى حمام مائي لمدة نصف ساعة
٥. اترك المحلول لكي يستقر لمدة ساعة ثم رشح بورقة ترشيح واغسل بالماء المقطر البارد
٦. احرق الراسب عند $110 - 120$ درجة مئوية لمدة ساعة.
٧. اوزن الراسب واحسب النسبة المئوية.

الحسابات

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

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

طرائق الفصل

الحديثة

الاستخلاص
بالمذيب

التبادل
الايوني

الكروماتوغرافيا

التقليدية

الترسيب

التقطير

التطاير



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

يكون احد الطورين عضوي والاخر مائي ويتم الوصول
الى حالة التوازن عندما تتساوى الطاقة الحرة في كلا
الطورين

الفصل جيدا يتطلب

١- ان يكون السائلين غير ممتازين

٢- ودرجة غليان المذيب المستخدم واطئة جدا بحيث يمكن
استعادة المذيب

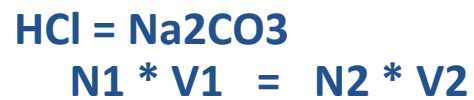
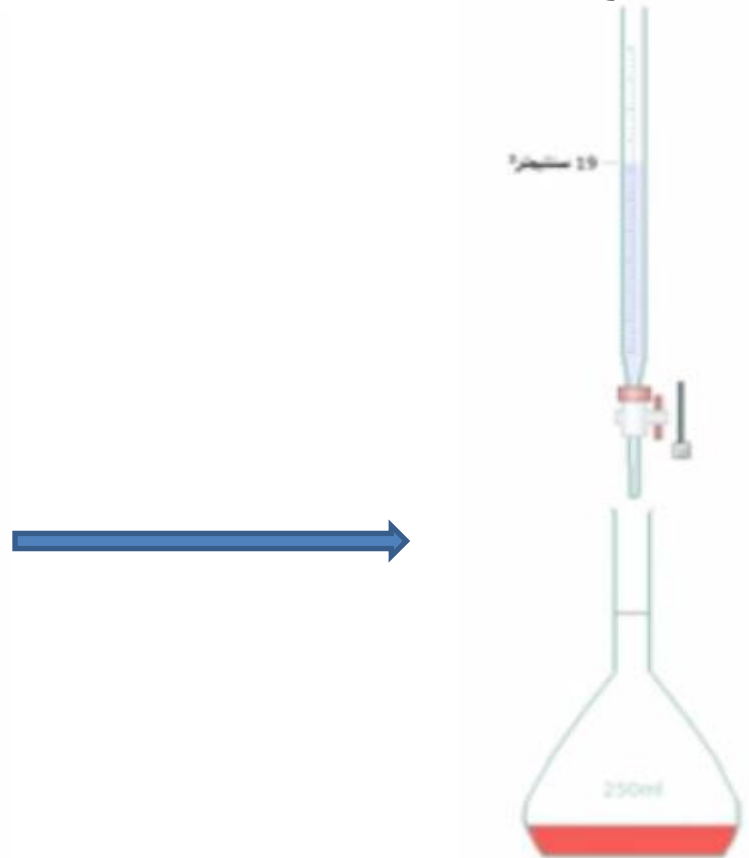
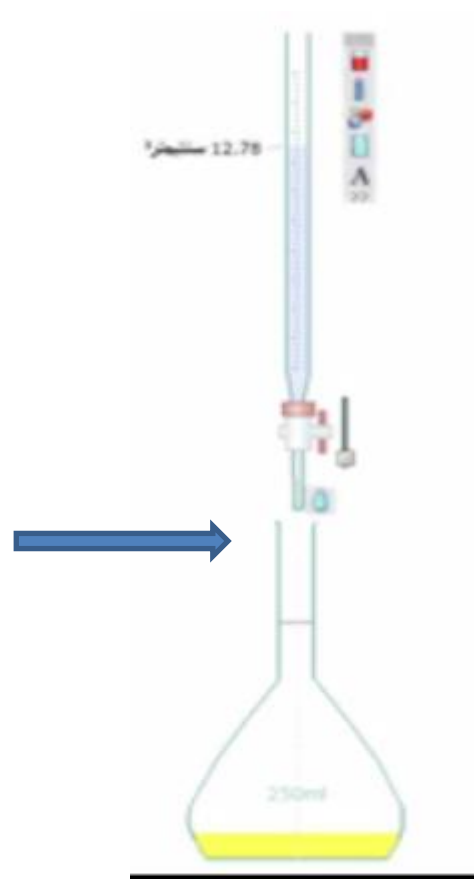
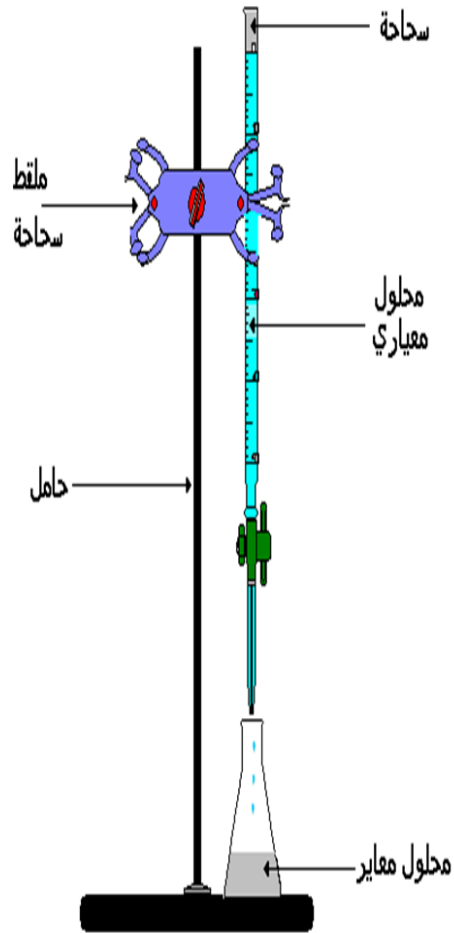
٣- الاختلاف في قابلية ذوبان المذاب بين السائلين .



معامل التوزيع K_D وهو نسبة الاذابة لذلك المذاب بين مذيبيين غير ممتازين 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 والثانية تقريبا متساوي لهذا يكون الاستخلاص غير جيد ويجب تكرار الاستخلاص.



طريقة العمل:
١- تصحيح العيارية



٢- حساب معامل توزيع الامونيا بين الماء ورابع كلوريد الكربون



١٠ مل من
الامونيا

١٠ مل من رابع
كلوريد الكربون



$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

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

$$N_2 = \text{عيارية الامونيا}$$

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



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

← $100 D$ ← $\frac{\text{تركيز المذاب في الطبقة العضوية}}{\text{تركيز المذاب في الطبقة المائية}}$

$\frac{V_{aq}}{V_{org}} = 1$

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



اما اذا كان الاستخلاص على دفعات

$$W1 = \underline{W0} \left(\frac{V1}{D V2 + V1} \right)^n$$

التركيز المتبقي = $W1$ ، التركيز الكلي = $\underline{W0}$ ، عدد مرات الاستخلاص = n

$$\%E = \frac{W0 - W1}{W0} \times 100$$



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ
السلام عليكم ورحمة الله



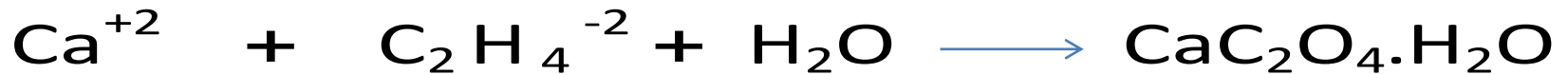
تجارب المرحلة الثانية
الكيمياء التحليلية العملي
التحليل الوزني
اعداد م.م. لينا عادل صابر



تجربة تقدير الكالسيوم على هيئة أوكزالات الكالسيوم
و كاربونات الكالسيوم
واوكسيد الكالسيوم

الجزء النظري:

يرسب الكالسيوم وزنياً على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك مع اوكزالات الامونيوم ثم معاملة التفاعل تدريجياً مع الامونيا NH4OH وحسب المعادلة التالية:



يوزن الراسب على عدة أشكال

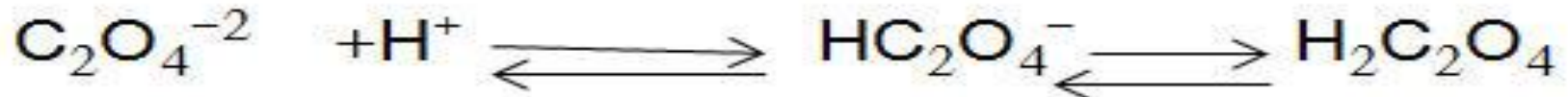
اما على هيئة اوكزالات الكالسيوم المائية في ٢٥م°

أو على هيئة اوكزالات الكالسيوم اللامائية عند درجة حرارة التجفيف



حيث تبلغ قابلية أوكزالات الكالسيوم المائية ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ٦,٧ ملغم/لتر عند ٢٥ م° و ١٤ ملغم/لتر ٩٥ م°، أما في المحاليل المتعادلة والحاوية على اوكزالات الامونيوم فتكون قابلية الذوبان أقل بكثير لذلك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب في التقدير الوزني الكمي للكالسيوم.

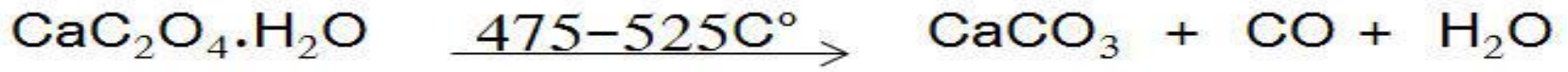
أما زيادة تركيز ايونات الهيدروجين في المحلول فتؤدي الى زيادة قابلية ذوبان اوكزالات الكالسيوم نتيجة لزوال أيونات الاوكزالات من النظام بسبب تحولها الى ايونات (البي اوكزالات) HC_2O_4^- والى حامض الاوكزاليك $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ عند حامضية اعلى.



وقد يعامل راسب اوكزالات الكالسيوم قبل الوزن باحدى الطرق التالية:

١-تجفيف اوكزالات الكالسيوم ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) عند درجة ١١٠ م° ووزنه بهذه الصورة الا ان الطريقة غير مفضلة.

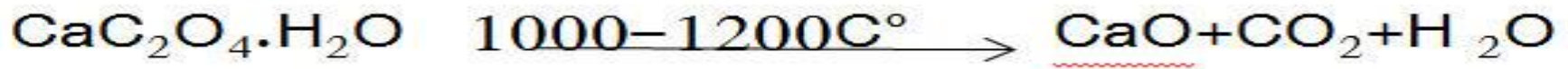
٢-حرق اوكزالات الكالسيوم عند درجة 250 ± 500 م° بحيث تتحول كمياً الى كاربونات الكالسيوم.



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.

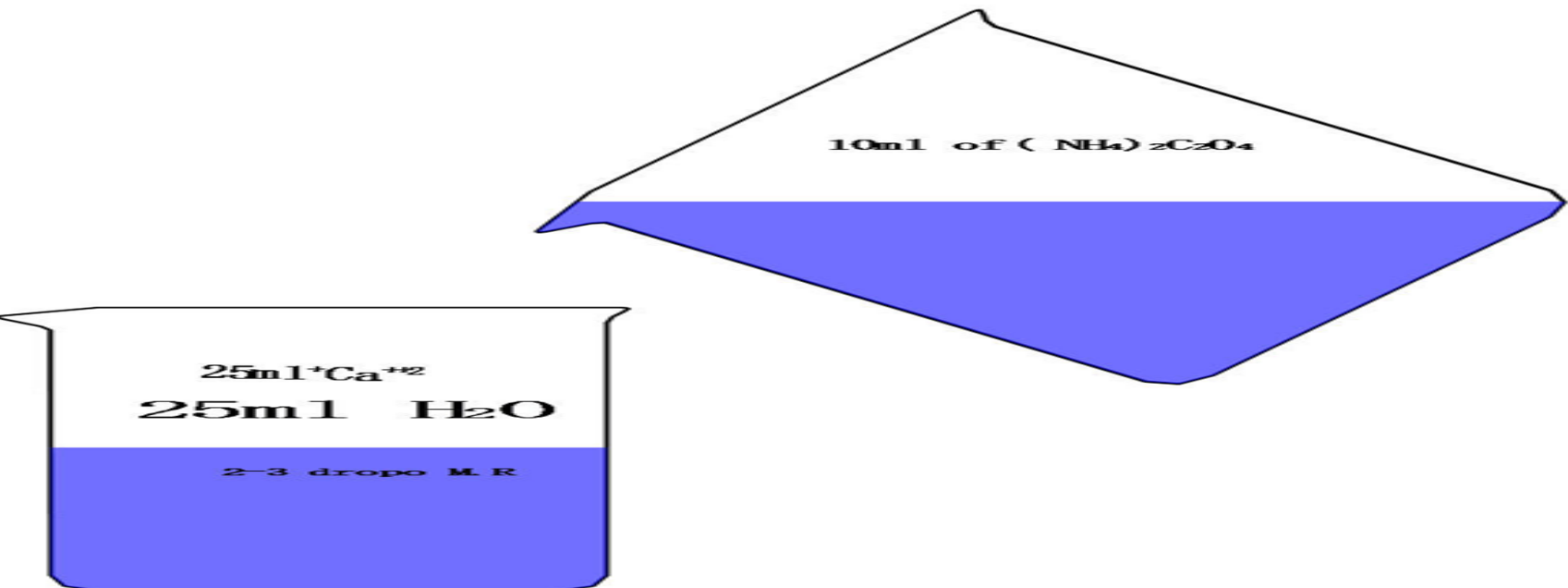


لكن يجب وزن هذا الراسب بسرعة لانه يمتص الرطوبة بسرعة.



طريقة العمل:-

١- نأخذ بيكرين



(أ) 25ml Ca^{+2} + 25ml D.W + 2-3drops M.R ويسخن

الى الغليان لمدة 2-3min

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

٢- نضيف البيكر (ب) الى البيكر (أ) بشكل قطرات مع
التحريك المستمر .

٣- نعاذل المحلول بأضافة محلول الامونيا قطرة قطرة الى ان
يتحول اللون الاحمر الى الاصفر.

٤- نضع البيكر 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) تفحم وتحرق فوق لهب مصباح بنزن الى ان يتحول الى رماد ابيض
- ٨-نضع الجفنة في فرن درجة حرارته $500 \pm 25^{\circ}\text{C}$ لمدة ساعتين .
- ٩-نبرد في المجفف ال desicetor ثم نوزن.

الحسابات :-

أيجاد النسبة المئوية للكالسيوم

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

$$\text{Ca}\% = \frac{\text{وزن } \text{CaCO}_3 \times \text{العامل الوزني} \times 100}{0.1}$$

المناقشة:-

ما الفرق بين الطريقتين ؟ وايهما افضل؟

