

(التحليل الوزني)

مقدمة عن التحليل الوزني

التحليل الوزني Gravimetric Analysis

يقصد بالتحليل الكمي الوزني هو تعيين المادة سواء كانت عنصر أو مركب أو ايونا من مزيج معين بطريقة كمية أما عن طريق ترسيب أو عن طريق التطاير . وإذا كان المطلوب لإيجاد تركيز عنصر معين يتم استخراج تركيز العنصر من تركيز المركب المترسب بطريقة تناسبية أو باستخدام العامل الوزني ومع إن نتائج التحليل الوزني أكثر دقة من طرق التحليل الحجمي إلا إن الأخيرة هي المفضلة بسبب بطئ التحليل الوزني . ومن بين أفضل الطرق الوزنية في التحليل هي طريقة الترسيب . حيث يتم تحويل العينة للمادة المهيأ للتحليل إلى محلول بطريقة ملائمة ثم يتم ترسيب العنصر المراد تقديره كمركب غير ذائب . وبعدها يرشح الراسب ويغسل جيدا ثم يحرق أو يجفف . ثم تحسب كمية العنصر من تحديد وزن الراسب ومعرفة صيغته التركيبية ويعبر عن العنصر بالنسبة المئوية

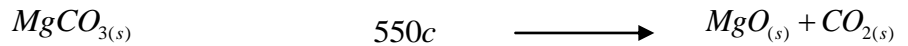
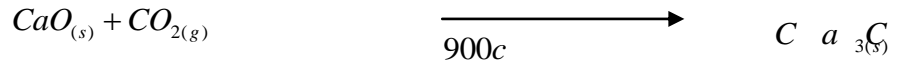
طرق التحليل الوزني

هناك عدة طرق تستخدم في التحليل الوزني

1- طريقة الانحلال والتطاير Volatilization Method

أ - انحلال المواد الصلبة في درجات الحرارة العالية :

ان تسخين بعض المركبات الكيماوية بدرجات حرارية عالية تنتج مركبات او عناصر جديدة وبمواصفات تختلف عن المادة الاولى والتي يمكن وزنها



نلاحظ ان المادة الصلبة $MgCO_3$, $CaCO_3$ قد انحلت الى مادة صلبة اخرى معلومة التركيب الكيماوي ويمكن وزنها بسهولة وانحلال هذه المواد يتطلب درجة حرارة عالية . وقد حررت غاز CO_2 المتطاير.

ب - امتصاص النواتج الغازية :

هذه الطريقة تعتمد على نواتج الغازات الناتجة لتحلل المادة الكيماوية لمادة ذات امتصاصية نوعية ومن ثم وزنها بالميزان مثلا" خليط من CO_2 , H_2O .

2- طريقة العزل Isolation Method

نعزل في هذه الحالة كمية مكونة معينة من المادة المحللة في حالة حرة ونقية وتوزن في الميزان الحساس وتستعمل هذه الطريقة في تعيين العناصر في السبائك (هي مجموعة من العناصر تتحد مع بعضها البعض بنسب وزنية ثابتة لتعطي مركبات للعناصر تختلف في صفاتها عن صفات العناصر الحرة) تستعمل هذه الطريقة في تعيين الذهب والنحاس كميًا في سبائكها , إذ يتم إذابة السبيكة في الماء الملكي ويتم عزل الذهب عن طريق اختزال ايوناته بواسطة بيروكسيد الهيدروجين الذي لا يؤثر على ايونات النحاس وبالتالي نحصل على الذهب بحالته النقية بعد غسله بحامض الهيدروكلوريك المخفف وتجفيفه .
اما المحلول المتبقي والذي يحتوي على ايونات النحاس فيمكن ترسيبه من خلال امرار تيار كهربائي وجمع النحاس بحالته النقية على الكاثود .

3- طريقة الترسيب (Precipitation method)

وتتضمن تكوين الراسب فمثلاً " لتعيين ايون الكبريتات لمادة ما . يذاب وزن معين من تلك المادة في الماء وتحمض بحامض HNO_3 ويضاف اليها نترات الباريوم حيث يتكون راسب من كبريتات الباريوم .
يفصل الراسب بالترشيح ثم يغسل بالماء المقطر ومن ثم يجفف ويحرق ويوزن ثم تحسب منه النسبة المئوية للكبريتات في ال النظرية نموذج المحلل , هذه الطرق تحتاج الى وقت لذلك اصبحت من الطرق الاخيرة التي يلجى اليها المحللون ولكن يجب ان يتعلمها الكيميائي بسبب ان الاسس النظرية لها مهمة كالفصل والتبلور والتجفيف .

صفات الراسب الجيد المستعمل في التحليل الوزني

- 1- تركيبه البلوري معروف
- 2- ان يكون قليل الذوبانية
- 3- يجب ان تكون بلوراته كبيرة بحيث يمكن ترسيبها
- 4- نقي (خالي من الشوائب)
- 5- يكون ذات ثباتية عالية بدرجات الحرارة
- 6- ان يكون ذو وزن جزيئي كبير
- 7- ان يكون غير متميع

خطوات الترسيب

- 1- وزن كمية معلومة وبشكل مضبوط من النموذج
- 2- إذابة النموذج
- 3- اضافة المعامل المرسب
- 4- الترشيح (فصل الراسب)

- 5- غسل الراسب
- 6- التجفيف اوالحرق
- 7- الوزن
- 8- اجراء الحسابات المطلوبة

انواع الرواسب

- 1- رواسب متخثرة **Curdy Precipitate**: هذه الرواسب تكون على شكل عالق غروي لا يمكنها تكوين بلورات كبيرة ومثالها **Ag Cl**
- 2- رواسب جيلاتينية **Gelatinous Precipitate**: أثناء تكوين هذه الرواسب يتم حجر كمية من الماء والعديد من الملوثات وتكون ذات مساحة سطحية كبيرة مقارنة بكتلتها.
- 3- رواسب بلورية **Crystalline Precipitate**: تكون هذه الرواسب منتظمة الشكل وذات بلورات مميزة منفصلة سهلة الترشيح واكثر نقاوة من الرواسب الأخرى.

النموذج او العينة

يمكن ان تكون بحالة صلبة او سائلة او غازية وان طريقة اخذ العينة تختلف في كل حالة من تلك الحالات ويجب ان تكون العينة صغيرة وملائمة لنقلها الى المختبر . ويفضل ان يكون المحلل الكيميائي على معرفة مسبقة بالامور التالية عند اختيار طريقة التحليل:

- 1- مصدر العينة
- 2- شكلها الخارجي
- 3- مكوناتها . وان لم تكن معروفة فيفضل اجراء تحليل نوعي (وصفي) قبل التحليل الكمي
- 4- مقدار الرطوبة
- 5- بعض الخواص الفيزيائية مثل درجة الغليان او درجة الانصهار والوزن الجزيئي لمكونات النموذج .

الخطوات التي تسبق عملية التحليل الكمي الوزني

- 1- النمذجة : وهي طريقة الحصول على نموذج يمثل العينة بشكللا صحيح اذا كانت العينة غير متجانسة
- 2- اعداد النموذج ويمثل طحن ومزج وجانسة العينة الصلبة والتخلص من الرطوبة
- 3- قياس النموذج وذلك بقياس حجم وكتلة النموذج لغرض التعبير الصحيح للمكون المراد تقديره
- 4- اذابة النموذج ويمثل استعمال مذيب مناسب لجميع اجزاء العينة
- 5- فصل المواد المتداخلة

الكيمياء التحليلية الوزنية العملي-الفصل الثاني - المرحلة الثانية - قسم العلوم-مدرس المادة: أ.م.رحيم جعفر

في عملية الترسيب ينبغي ان تخضع الراسب لشروط معينة وهي :-

- 1- ان يكون للرواسب تركيب كيميائي معروف بشكا مضبوط ويجب ان تتطابق النسبة المئوية لمكونات الراسب مع تلك الموشرة لها بصيغة الكيميائية
- 2- يجب ان تكون ذوبانية الرواسب على اقل ما يمكن ويجب ان تحصل خسارة ملموسة في كمية الراسب عند جمعه وترسيبه وغسله .

خطوات التحليل الكمي الوزني الترسيبي

1- تهيئة الراسب

يشمل تهيئة جميع المحاليل اللازمة لترسيب إضافة إلى تحضير ووزن النموذج المراد تقديره.

2- الترسيب

يتكون الراسب نتيجة عمليتين الأولى تتكون جسيمات صغيرة قطرها (1-100) نانومتر تسمى النوى والثانية نمو النوى إلى جسيمات كبيرة . ولا تظهر النوى مباشرة بعد إضافة العامل المرسيب إلى محلول النموذج بل يلاحظ في معظم الأحيان فترة زمنية تسمى فترة ظهور الراسب .

3- هضم الراسب (التعمير) Digestion (or Aging

بصورة عامة تكون ذوبا نية الدقائق الصغيرة للراسب اكبر من ذوبا نية الدقائق الكبيرة وهذه الدقائق الصغيرة تعود وترسب على الدقائق الكبيرة إذا أعطيت الوقت الكافي لذلك . وعملية الهضم تساعد على نمو البلورات كما تساعد على تكتل الرواسب الغروية . والعملية هي تسخين الراسب والمحلل الأم عند (90-95) م وتركه لفترة زمنية.

3- ترشيح الراسب Filtration

الغرض من عملية الترشيح هو فصل الراسب عن المحلول الأم . وعملية الترشيح تكون أسهل وأسرع إذا كانت البلورات كبيرة . وتزداد العملية صعوبة كلما كانت البلورات كبيرة . وتزداد العملية صعوبة كلما كانت البلورات صغيرة . لذا فان ترشيح الرواسب الغروية أصعب من ترشيح الرواسب البلورية عادة .

4- غسل الراسب

5- تجري عملية الترسيب عادة من محاليل تحتوي على ايونات غريبة عدى الايونات المطلوب ترسيبها . ولهذا فان الرواسب المتكونة على الأغلب ملوثة . وعملية الغسل تصبح ضرورية لإزالة بقايا هذه

الكيمياء التحليلية الوزنية العملي-الفصل الثاني - المرحلة الثانية - قسم العلوم-مدرس المادة: أ.م.رحيم جعفر
الملوثات على سطح الراسب . كما تكون ضرورية (عملية الغسل) لتقليل نسبة أو كمية الايونات
الملوثة على سطح الراسب .

6- التجفيف والحرق

تجري عمليات التجفيف على الأغلب بين (110-150) م باستخدام أفران التجفيف (Oven) . أما
عملية الحرق فتجري بدرجة حرارة أعلى من 250 م وحتى 1200 م وهنا يستعمل مصباح غازي أو فرن
تصل درجة حرارته إلى 1200 م .

7- الوزن

بعد انتهاء من عملية حرق الراسب (أو تجفيفه) ينقل الراسب إلى مجفف Disicator وتترك في داخل
المجفف حتى تبرد وتأخذ درجة حرارة المختبر ثم توزن .

8- الحسابات

يعتمد التحليل الكمي الوزني على وزن شئيين اثنين هما النموذج الأصلي والمادة المراد تقديرها ومن ثم
الربط بين الاثنين لإيجاد النسبة المئوية أو تركيز المادة المطلوبة . في كثير من الأحيان لا يمكن وزن
المادة المراد تقديرها بشكل مباشر أثناء التحليل . بل إن التحليل ينتج مادة أخرى توزن ثم تربط بوزن
المادة المحللة وهذا الربط يتم بواسطة العامل الوزني Gravimetric Factor أو يسمى العامل
الكيميائي .

قواعد عامة لإيجاد العامل الوزني

- 1- إن العامل الوزني يجب أن يحتوي على الصيغة الكيميائية للمادة المراد تقديرها في البسط والصيغة
الكيميائية للمادة المعلومة في المقام .
- 2- إذا كان هناك ذرة مشتركة (غير الأوكسجين) بين الطبقتين في البسط والمقام فعلياً بضرب البسط
والمقام أو كليهما برقم أو برقمين مختلفين يجب أن يكون عدد هذه الذرات المشتركة في البسط
والمقام .

الحسابات في التحليل الكمي الوزني

في التحليل الكمي الوزني عادة يكون الوزن النهائي ليس للمادة المبحوث عنها مباشرة بل على الاغلب لمادة اخرى تحويها فمثلا عند ترسيب كبريتات الباريوم من محلول كلوريد الباريوم والامثلة على ذلك كثيرة CaO عند تقديرالكالسيوم.

وفي نهاية عملية التحليل يصبح من الضروري اجراء حسابات لمعرفة كمية المادة المبحوث عنها بعد معرفة المادة الموزونة.

مثال :

اذيب نموذج من الحديد يزن 0.2 غم وبعد تاكسد الحديد الثنائي في النموذج الى الحديد الثلاثي على شكل هيدروكسيد الحديديك ورشح الراسب وجفف الراسب واحرق في درجة 1000 م الى Fe_2O_3 ووزن فكان وزنه 0.11 غم احسب النسبة الوزنية للحديد في النموذج ؟

الحل: $160 = M.W. \text{ of } Fe_2O_3$

$$0.077 = \frac{2 \times 56}{160} \times 0.11 = \text{Wt. of Fe}$$

$$\% 38.5 = 100 \times \frac{0.077}{0.2} = \% \text{ Fe}$$

١

المعامل الوزني Gravimetric Factor or Chemical Factor :

(Gf) هو النسبة الكتلة المولية بين للمكون المراد تقديرة الى الكتلة المولية الوزنية (صيغة الراسب)

وزن الجزيئي او وزن الصيغة للمادة س (المطلوبة) (M)
Gf = $\frac{\text{وزن الصيغة للمادة الموزونة الناتجة (M)}}{\text{وزن الجزيئي او وزن الصيغة للمادة س (المطلوبة) (M)}}$

النسبة المئوية للمادة س (المطلوبة) = $\frac{\text{وزن المادة الناتجة} \times \text{المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100 \%$
--

النسبة المئوية للمادة س = $\frac{\text{وزن المادة الناتجة} \times \text{س (M.W / الناتجة M.W)}}{\text{وزن النموذج}} \times 100 \%$
--

الكيمياء التحليلية الوزنية العملي-الفصل الثاني - المرحلة الثانية - قسم العلوم-مدرس المادة: أ.م.رحيم جعفر

اهمية المعامل الوزني : يقوم بتحويل وزن المادة الناتجة الى مايعادلها من وزن المادة المطلوبة (س)

ايجاد المعامل الوزني لبعض المواد

المادة المراد تقديرها	المادة الموزونة	المعامل الوزني
Cl	AgCl	A.w.Cl / M.w. AgCl
SO ₄	BaSO ₄	M.w. SO ₄ / M.w.BaSO ₄
Fe	Fe ₂ O ₃	2A.w.Fe / M.w.Fe ₂ O ₃
In	In ₂ O ₃	2(A.w.In) / M.w.In ₂ O ₃
HgO	Hg ₅ (IO ₆) ₂	5(M.w.HgO) / M.w.Hg ₅ (IO ₆) ₂
I	Hg ₅ (IO ₆) ₂	2(A.w.I) / M.w.Hg ₅ (IO ₆) ₂
P	Mg ₂ P ₂ O ₅	2(A.w.P) / M.w. Mg ₂ P ₂ O ₅

امثلة

س/ احسب العامل الوزني للكلوريد في راسب كلوريد الفضة؟

$$Gf = \frac{\text{Mof Cl}}{\text{M of AgCl}} = \frac{35.5}{143.5} = 0.25$$

س/ احسب العامل الوزني ل Na₅P₃O₁₀ في Mg₂P₂O₇ ؟ ج=1.1o5

العلاقة بين كتلة المادة المراد تقديرها في الراسب مع كتلة الراسب (الصيغة الوزنية) وايجاد النسبة المئوية

$$\text{الصيغة الوزنية } m \times Gf = \text{المادة المطلوب تقديرها } m$$

$$\% \text{ للمكون المراد تقديره } = \frac{\text{المادة المطلوبة } m}{\text{النموذج } m} \times 100 \%$$

$$\% \text{ للمكون المراد تقديره } = \frac{\text{الصيغة الوزنية } Gf \times m}{\text{النموذج } m} \times 100 \%$$

مثال : ما كتلة CaO الناتج من حرق 3.164 من اوكزالات الكالسيوم (CaC₂O₄) بشكل تام؟

$$Gf = \frac{M \text{ of CaO}}{M \text{ of CaC}_2\text{O}_4} = \frac{56}{128} = 0.4375$$

$$m \text{ Cao} = Gf \times m \text{ CaC}_2\text{O}_4 \text{ الصيغة الوزنية}$$
$$= 0.4375 \times 3,164 = 1.384 \text{ g}$$

المرسبات (عوامل الترسيب)

Precipitants (precipitation agents)

هي المادة التي تضاف الى المحلول لترسيب المادة المطلوبة والمرسبات على نوعين :

1- مرسبات لاعضوية Inorganic Precipitant

2- مرسبات عضوية Organic Precipitant

1- المرسبات اللاعضوية : هي اما ان تكون املاحا لحوامض ضعيفة مثل الكبريتيدات والكاربونات والكرومات والكبريتات او هيدروكسيدات الفلزات وينشا عنها تكوين املاحا شحيحة الذوبان او اكاسيد مائية مع المجاميع المراد تحليلها او تعيينها . ومن اهم المرسبات اللاعضوية محلول الامونيا الذي يستعمل لترسيب Al, Fe وكبريتيد الهيدروجين H₂S لترسيب Cu , Zn , Ge , Sn , As وكبريتيد الامونيوم لترسيب ايونات Co , Hg .

عيوبها :

تكون غير متخصصة أي يرسب اكثر من عنصر حيث يرسب المرسب اللاعضوي في ان واحد عدد من ايونات الفلزات مما يسبب تداخل عند تحليل احدهما بوجود الاخر.

الكيمياء التحليلية الوزنية العملي-الفصل الثاني - المرحلة الثانية - قسم العلوم-مدرس المادة: أ.م.رحيم جعفر

2-المرسبات العضوية : وهي مركبات عضوية تستعمل لترسيب بعض الايونات الفلزية حيث تكون بعض المركبات الحلقية معقدة ضئيلة الذوبان جدا مثل مركب ثنائي مثل كلايوكسيم الذي يستعمل لترسيب النيكل في وسط قاعدي

ماهي اهم الصفات الواجب توفرها في المرسب ؟

ج/ 1- ان يكون متخصص

2- ان يكون راسب ذو وزن جزيئي كبير

3- ان يكون راسب قليل الذوبانية

4- ان يكون راسب سهل الغسل والترشيح

5- ان يكون راسب ذو نقاوة عالية

6- ان يعطي ناتج شديد اللون

اسم التجربة : تعيين نسبة ماء التبلور في ملح كلوريد الباريوم المائي $BaCl_2 \cdot XH_2O$

الغرض من التجربة :

اسماء المشاركين :

.....-1

.....-2

.....-3

الجزء النظري :

المواد والادوات المستعملة

طريقة العمل :

الحسابات :

المناقشة :

اسم الطالب الثلاثي :

الدراسة :

التاريخ :