/

**تجربة رقم 4**

**تعيين الحديد على هيئة اوكسيد الحديديك (Fe2O3)**

**المقدمة**

**يمكن استخدام تقنية التحليل الكمي الوزني لأيجاد النسبة المئوية الوزنية للحديد في نموذج يحتوي على احد املاح الحديد, حيث يترسب أيون الحديد الثلاثي Fe+3على شكل أوكسيد الحديد المائي(Fe2O3.XH2O) بإستخدام الأمونيا كعامل مرسب**

**ويجب ان يحتوي النموذج على ايونات الحديديك حيث يتم ترسيب اوكسيد الحديديك المائي في المحلول وذلك باضافة الامونيا كعامل مرسب له ومن ثم يتم حرقه وبذلك نحصل على اوكسيد الحديديك اللامائي .**

**يترسب هيدروكسيد الحديديك بشكل راسب جيلاتيني في المحاليل الساخنة ، لذلك قمنا بتسخين المحاليل لتجنب الحصول على راسب غروي**

**Fe+2 + HNO3 → Fe+3**

**Fe+3 + 3NH4OH → Fe(OH)3 + 3NH4+**

**2Fe(OH)3** $→$ **Fe2O3 + 3H2O [hematite, red-brown]**

**يجب أن تتحول جميع ايونات الحديدوز الى ايونات الحديديك باستخدام أحد العوامل المؤكسدة القوية مثل HNO3 و H2O2 و Br2 كما موضح في المخطط أدناه :**



**المعادلة أعلاه تمثل وجود نموذج من ملح الحديد المائي يحتوي على مزيج من أيونات الحديدوزFe+2 والحديديك Fe+3حيث لايتم ترسيب الحديد بهيئة أوكسيده المتميئ بصورة كاملة مالم تكن أيونات الحديد جميعها في المحلول على شكل حديديك Fe+3  أما أذا كانت هناك كمية من أيونات الحديدوز Fe+2  فيجب أكسدتها الى الحديديك وذلك عن طريق أضافة أما**

1. **ماء البروم Br2/H2O أو**
2. **حامض النتريك المركز الساخن Hot HNO3 أو**
3. **بيروكسيد الهيدروجين H2O2**

**Fe+2 H2O2  OR Br2/H2O Fe+3**

**OR hot HNO3**

**كما في المعادلة أدناه:**

**the remaining of Fe+2**

****

**في المعادلة أعلاه تم تحويل كل ايونات الحديدوز الى حديديك بإضافة حامض النتريك الساخن**

****

****

**أن الراسب الجيلاتيني أعلاه FeO(OH).XH2O هو راسب متميئ غير مستقر لأحتواءه على كمية كبيرة من جزيئات الماء تكون موجودة على أما على سطح الراسب أو داخل الشبكة البلورية للراسب لذلك يتم حرقه بدرجة حرارة 600 C̊ لكي يتم التخلص من جزيئات الماء وتحويله الى الراسب Fe2O3 اللامائي .**

**صفات راسب أوكسيد الحديديك**

1. **راسب جيلاتيني يحتوي على عدد كبير من جزيئات الماء أي انه غير متخثر مثل راسب كلوريد الفضة وغير بلوري مثل راسب كبريتات الباريوم ,وتكون عملية الترسيب في محاليل ساخنة قرب درجة الغليان وذلك لمنع حصول الحالة الغروية للراسب أي لكي يبقى الراسب جيلاتيني القوام.**
2. **يكون الراسب قليل الذوبان جداً في الماء ويُعتبر أحد الرواسب في التحليل الكمي الوزني الذي له أقل قابلية ذوبان .**

**ملاحظات مهمة :**

1. **أن ايون الحديديك يكون أيونات معقدة مع عدد من المواد مثل حامض الستريك (C6H5OH), حامض الترتاريك (C4H6O2), أيونات الفلوريد F-, الأوكزالات , السيانيد , الفوسفات .**

**أن وجود أي من هذه الايونات أعلاه سوف يمنع ترسيب ايونات الحديديك جزئياً أو كلياً بهيئة أوكسيد متميئ .**

1. **يمكن فحص وجود أيون الحديدوز بمحلول سيانيد البوتاسيوم الحديديكي K3[Fe(CN)6] وذلك عن طريق تكون صبغة زرقاء بعد التفاعل .**

**Fe+2 + K3[Fe(CN)6] KFe[Fe(CN)6] + 2K+**

 **راسب أزرق**

1. **يجب أن يكون المحيط الذ يتم فيه الترسيب قاعدي لان المحيط الحامضي يعمل على أذابة الراسب .**
2. **نترات الأمونيوم تعمل على التقليل من الحالة الغروية للراسب .**

**المواد المستخدمة**

1. **نموذج يحتوي على احد املاح الحديد مثل [Fe(NO3) 3, Fe2(SO4)3, FeCl3.**
2. **حامض الهيدروكلوريك المخفف HCl(1:1) وحامض النتريك المركز**
3. **محلول الامونيا المخففه**
4. **محلولNH4NO3  1%**

**طريقة العمل**

1. **زن (0.4) غرام من الملح الحديديك في بيكر سعة (400 مل) ويكون نظيف وجاف.**
2. **ذوب العينة في 30 مل من الماء المقطر ، ثم إضافة (5mL) حامض الهيدروكلوريك.**
3. **سخن المحلول حتى الغليان واضف (1 مل) من HNO3 بالتدريج ثم يسخن لبضع دقائق لضمان أن كل (Fe (II يتأكسد إلى Fe (III) ويصبح المحلول الأصفر رائق**
4. **خفف المحلول الى (100 مل) بالماء المقطر ثم تسخينه حتى يغلي بعد ذلك اضف(20-25مل) من محلول الأمونيا مع إضافة ببطء مع اتحريك حتى تنبعث رائحة الامونيا الزائدة.**
5. **غلي الحلو ل لمدة (1 min) ، ثم اتركه إلى درجة حرارة الغرفة لعملية الهضم ، وسوف تستقر الراسب ويجب أن يكون الحلول عديم اللون.**
6. **رشح المحلول ببطء باستخدام ورق الترشيح العديم الرماد (whatman 41 ، وقطرها 110 nm) ثم غسل الراسب بمحلول NH4NO3 الساخن حتى يتم إزالة ايونات الكلورات من راسب (تم اختباره بواسطة AgNO3).**
7. **زن البودقة الخزفية بعد التسخين لمدة (15 دقيقة) إلى درجة الاحمرار ثم تبريدها إلى درجة حرارة الغرفة.**
8. **انقل ورقة الترشيح مع الراسب إلى البودقة وقم أولاً باحراقها بواسطة benzene burner حتى تتفحم الورق المرشح بدون ان تحترق، ثم نقل بودقة إلى الفرن الحرق عند (600 درجة مئوية) لمدة 30 دقيقة بعد ذلك تبريدها إلى درجة حرارة الغرفة في مجفف. أخيرا زن البودقة**

**الحسابات**

$$ G.F=\frac{A.Wt. (Fe)×2}{M.Wt. (Fe\_{2}O\_{3})} $$

$$Wt. Fe= Wt. Fe\_{2}O\_{3 }×G.F $$

$$ Fe\%=\frac{Wt. Fe}{Wt.of sample} ×100 $$

**المناقشة**

1. **ما هو تأثير إضافة هيدروكسيد الأمونيوم إلى محلول ملح الحديديك؟**

**يضاف هيدروكسيد الأمونيوم إلى محلول ملح الحديديك كعامل مرسب بحيث يتم ترسيب أيونات الحديديك الى أوكسيد الحديديك اللامائي Fe2O3.**

****

1. **ما هي الصيغة الكيميائية للحديد المترسب والملح؟**

**FeCl3 (Sample) النموذج**

**Fe2O3.XH2O OR FeO(OH).XH2O الراسب المتميئ**

**وبعد الحرق يتحول الى أوكسيد الحديديك اللامائي كما في المعادلة أدناه :**

****

1. **عينة من المغنتايت ، غير نقية Fe3O4 تزن 0.5 غرام تم تحويلها كيميائياً إلى أوكسيد الحديديك وزنه 0.41g ما هي نسبة Fe3O4 في المغنتايت؟ الاوزان الذرية**

**هي Fe = 56 , O= 16**

**Wt of Fe3O4 = G.F × Wt of Fe2O3**

 **M.Wt of Fe3O4 2**

 **= × × 0.41 g = 0.39g**

**M.Wt of Fe2O3  3**

**Wt of Fe3O4**

**% Fe3O4 = × 100**

**Wt of Sample**

**0.39**

 **= × 100 = 78%**

**0.5**

1. **ما هو الغرض من اضافة HNO3 المركّز إلى المحلول الناتج من إضافة حامض الهيدروكلوريك إلى الملح الحديديك؟**

**لأكسدة جميع أيونات Fe + 2 المتبقية في المحلول الى أيونات Fe + 3**