جامعة تكريت

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

المرحلة الثانية

المادة الكيمياء التحليلية

عنوان المحاضرة : تقدير الحديد بترسيبه على هيئة اوكسيد الحديديك

اسم التدريسي: م.م.ياسمين مطشر خضر

الايميل الجامعي :ykhather@tu.edu.iq

1- الهدف من التجربة :

تقدير كمية الحديد الكلي في محلول العينة ما او في احدى خاماته بطريقة الترسيب على هيئة اوكسيد الحديد

2- نظرية التجربة Theory :

يمكن تقدير الحديد بترسيبه على شكل اوكسيد الحديديك المتميئ فبعد الترسيب و الترشيح والغسل يتم حرق حرق الراسب عند درجة حرارة معينة فيتحول الراسب الى اكسيد الحديديك اللامائي (Fe_2O_3) وهي الصورة النهائية التي يقدر الحديد على اساسها،ان الراسب المتكون من($Fe_2O_3 \cdot \times H_2O$) جيلاتيني يحتوي على عدد لا محدود من جزئيات الماء وهذا الراسب قليل الذوبان في الماء ، ويعتبر هذا الراسب من رواسب التحليل الكمي الوزني التي لها قابلية ذوبان قليلة ، نظرا لما لايون الحديدك من خاصية تكون معقدة مع عدد من المواد مثل حمض الستريك. وحمض الترتريك. مع بعض الايونت مثل (الفلوريد ،الاكزالات ، السيانيد، الفوسفات) لذالك فان وجود اي من هذه المواد سيمنع ترسيب ايون الحديدك جزئيا او كليا على هئية اكسيد متميئ ، ان عملية تكوين المعقد مع الحديد تعتبر من عيوب طريقة ترسيب الحديد على هيئة اكسيد الحديديك ولا يتم ترسيب الحديد على هيئة اكسيد متميئ بصورة ما لم تكون جميع ايونات الحديد في محلول العينة على صورة حديدك ،اما اذ كان هناك جزء من ايونات الحديدوز فالخطوة الاولى في عملية الترسيب اكسدة ايونات الحديدوز الى ايونات الحديدك وذالك باضافة ماء البروم او اضافة حمض النتريك) ثم تبدا عملية الترسيب .

المواد الكيميائية Chemicals

- عينة تحتوي على الحديد كبريتات الحديدوز و الامونيوم ($FeSO_4(NH_4)_2SO_4.6H_2O$) (ملح مور) او كبريتات الامونيوم والحديديك (شب الحديد)([$(NH_4)_2SO_4\ Fe_2(SO4)_3\ .24\ H_2O$])
- حامض هيدروكلوريك المخفف (1:1)
- حمض النتريك المركز
- محلول سيانيد البوتاسيوم الحديديك
- محلول امونيا المخفف (1:1)
- محلول نترات الامونيوم (1%)

3- طريقة العمل Procedure :

i. يستعمل في هذه الطريقة ملح مور او شب الحديد فعند استخدام ملح مور يجب ان يتم اكسدة الحديدوز الى حديديك بواسطة حامض النتريك المركز

ii. زن بدقة 0.65 gram من ملح المور وانقله الى كاس سعة 400 ml مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة

iii. اذب الملح في 50ml من الماء المقطر ثم اضف للمزيج 10 ml من حامض الهيدروكلوريك المخفف (1:1)

iv. سخن المحلول حتى الغليان ثم اضف 2 ml حامض النتريك مركز قطره قطره واستمر في عملية الغليان للمحلول حتى يصبح لون المحلول اصفر رائقا ، ثم تاكد من اكتمال اكسدة الحديدوز الى حديديك ، ويتم ذالك بسحب قطره من المحلول ثم يضاف اليها 1mlمن الماء المقطر في انبوبة اختبار ويم ارجاع الباقي الى محتويات الكاس ، اما بالنسبة للقطرة المتبقية يضاف اليها قطرات من محلول سيانيد الامونيوم والحديديك فاذا ظهر لون ازرق باهت هذا دليل على وجود ايون الحديدوز وبذالك يتم اضافة كمية اكبر من حامض النتريك المركز واذا لم يظهر لون ازرق هذا يعني ان كل الحديدوز تاكسد الى حديديك

v. خفف محتويات الكاس بالماء المقطر الى حوالي 200 ml ثم سخن المحلول حتى الغليان

vi. يتم اضافة محلول الامونيا المخفف (1:1) النقي وتتم الاضافة ببطء مع التحريك المستمر حى تحصل زيادة خفيفة من الامونيا قيمكن معرفتها من رائحة الامونيا المنبعثة من محلول الكاس ، ثم ثم اغلي محتويات الكاس لمدة دقيقة واحدة .

vii. اترك الرسب يستقر في قاع الكاس ويصبح المحلول فوق الراسب رائق وعديم اللون وخالي من اي تعكيرعلما بان وجود اللون الصفر يدل على عدم اكتمال الترسيب.

viii. بعد ان يستقر الراسب يتم سكب المحلول الرائق خلال ورقة الترشيح عديمة الرماد ويتبقى الراسب في كاس ،ثم اضافة 100 ml من محلول نترات الامونيوم المخفف (1%)الساخن الى الكاس المتحوي على الراسب

ix. رج الكاس جيدا ثم دع الراسب يستقر ثم اسكب المحلول خلال ورقة الترشيح واعد هذه العملية من 3-4 مرات لكي يتم غسل الراسب (بهذه الطريقة تتم عملية الغسيل)

x. يتم نقل الراسب خلال ورقة الترشيح يجب جمع اي دقائق من الراسب اذا كانت ملتصقه بالكاس او ملتصقة بالقضيب الزجاجي يتم تنظيف بقايا الكاس والقضيب الزجاجي بواسطة الماء المقطرالساخن.

xi. يتم غسل الراسب هو على ورقة الترشيح عدة مرات بواسطة محلول الغسيل (محلول النترات المونيوم المخفف) حتى تزول ايونات الكلور ويتم التاكد من ذالك باستخدام محلول نترات الفضة التي تضاف الر راشح الغسيل فاذا لم يحدث تعكير تكون عملية الغسيل جيدة وناجحة .

xii. ويتم تجهر جنفة وذالك بحرقها حتى الاحمرار ولمدة ربع ساعة ثم تبرد في مجفف لمدة نصف ساعة ثم توزن بدقة ويسجل وزنها.

xiii. يتم نقل ورقة الترشيح الى جفنة بدقة ويتم تجفيفها بصورة تدريجة حتى الجفاف التام ثم يتم ترميدها عند درجة حرارة حوالي (600-700C)حتى التفحم مع الملاحظة (عدم اشتعال ورقة الترشيح) ،وكذلك يجب حرق الكربون الناتج على اقل درجة حرارة في وجود وفره من الهواء الطلق وذلك لمنع اختزال اوكسيد الحديديك،بعد عملية الترميد يتم تبريد الجفنة في مجفف لمدة نصف ساعة ثم زن الجفنة بدقة واعد عملية الحرق والتبريد والوزن حتى الحصول على وزن ثابت.

4-الحسابات Calculation

العامل الوزني $G.F = \frac{2 \times A.Wt(Fe)}{M.WtFe_2O_3} = \frac{2(55.9)}{159.8} = 0.6996$

وزن ايون الحديد $(Fe) = 0.6996 \times$ الوزن الراسب

$$\%Fe = \frac{Wt_{(Fe)}}{Wt_{(sample)}} \times 100$$