جامعة تكريت

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

المرحلة الثانية

المادة الكيمياء التحليلية

عنوان المحاضرة : تقدير الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم

اسم التدريسي: م.م.ياسمين مطشر خضر

الايميل الجامعي :ykhather@tu.edu.iq

1- الهدف من التجربة :

تعيين النسبة المئوية لايون الكبريتات في محلول العينه تحتوي على الكبريتات ، حيث تستعمل هذه التجربة في تعيين التركيز ايونات الكبريتات في التربة والمياه.

2- نظرية التجربة Theory :

تعتمد طريقة التقدير على الاضافة البطيئة لمحلول كلوريد الباريوم المخفف (العامل المرسب) الى محلول الكبريتات الساخن (محلول العينة) والمحمض بحامض الهيدروكلوريك المخفف 0.05 M، ويتم تحميض العينة لاسباب التالية :

- لمنع ترسيب املاح الباريوم الاخرى كالكرومات والكاربونات والفوسفات الباريوم لانها املاح تترسب في الوسط المتعادل بدرجة كبيره.
- الوسط الحامضي يساهم في الحصول على دقائق كبيرة من الراسب مناسب لعملية الترشيح.
- الوسط الحامضي يساهم في الحصول على دقائق من الراسب اكثر نقاوة

<u>المواد الكيميائية Chemicals</u>

- كبريتات البوتاسيوم او الصوديوم
- حامض الهيدروكلوريك المركز
- كلوريد الباريوم

3- طريقة العمل Procedure :

i. يتم تجفيف العينة المحتوية على الكبريتات لمدة ساعة عند 110 C ثم زن بدقة حوالي 0.3 g من العينة (كبريتات بوتاسيوم او كبريتات الصوديوم) في كاس سعة 400 ml مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة

ii. يم اضافة 1ml من حامض الهيدروكلوريك المركز ثم تخفف محتويات الكاس بحوالي 200 ml ماء المقطر ثم تسخن الكاس حتى درجة الغليان.

iii. يتم احتساب الحجم اللازم لاتمام عملية الترسيب من العامل المرسب كلوريد الباريوم 10% اذا افترضنا ان العينة هي Na_2SO_4 النقية تركيز العامل المرسب كلوريد الباريوم 0.2 M او(10%) اذا عدد ملي مولاتNa_2SO_4 =عدد ملي مولات كلوريد الباريوم

$$M \times V_{Bacl_2} = \frac{Wt_{NaS4}}{Mol.Wt_{NaSO_4}}$$

$$0.2 \times V_{BaCl_2} = \frac{0.3}{\frac{124.048}{1000}}$$

$$V_{ml} = 10.55\, ml$$

iv. يتم اضافة الحجم المحسوب من العامل المرسب الى محلول العينة الساخن ببطء مع التحريك المستمر وتضاف زيادة من المرسب حوالي 10% بالاضافة الى الحجم السابق وذالك لضمان ترسيب كل ايونات الكبريتات في العينة

v. يتم تغطية الكاس بزجاجة ساعة ثم نسخن بهدوء ولمدة نصف ساعة وثم يترك الراسب جانبا يستقر ، ثم يتم فحص السائل الرائق لمعرفة اكتمال الترسيب وي تذالك باضافة بضع قطرات من محلول كلوريد الباريوم ، فاذا تكون راسب او ظهر تعكير في المحلول ،يتم اضافة زيادة من كلوريد الباريوم ببطء الى محلول الراسب وهذه الزيادة حوالي 5 ml دع الراسب يركد واعد هذه العملية حتى يتم التاكيد من اكتمال الترسيب .

vi. بعد اكمال من عملية تاكيد الترسيب يترك الراسب لينهضم لمدة يوم كامل وذالك للحصول على راسب دقائقه كبيرة الحجم وسهلة الترشيح

vii. يتم ترشيح الراسب خلال ورقة الترشيح عديمة الرماد من نوع هوتمان رقم (4 أو 40) حيث يتم سكب المحلول الرائق اولا خلال ورقة الترشيح , ويتم فحص الراشح باضافة قطرات من $BaCl_2$, للتاكد مرة اخرى من اكتمال عملية الترسيب اغسل الراسب في الكأس بالماء المقطر الدافئ مع تقلب ثلاث مرات ثم نقل الراسب الى ورقة الترشيح ,ويتم استعمال القضيب الزجاجي لازاحة كل الراسب من الكأس والبقايا الملتصقة بجدار الكأس .

viii. قم بغسل الراسب وهو على ورقة الترشيح بدفعات من الماء المقطر الدافئ ودع كل دفعة تمر من خلال ورقة الترشيح قبل اضافة الدفعة الاخرى وعدد مرات الغسيل تتراوح ما بين (3–5 مرات) .

ix. يتم اختبار جودة الغسيل وذلك باضافة قطرات من $AgNO_3$ الى قليل من الرشح المتحصل عليه بعد عملية الغسيل فاذا لم يحدث تعكير اعتبر الراسب نظيفا .

x. قم بطي ورقة الترشيح بحيث تحتوي الراسب وامسح بها داخل القمع اذا كان هناك راسب على حافات القمع تكون قد زحف اثناء عملية الترشيح .

xi. تنقل ورقة الترشيح إلى بوثقة الحرق أو الترميد بدقة ، والتي تكون قد سبق تسخينها إلى درجة الاحمرار، من ثم تبريدها في مجفف ثم وزنها بدقة .

xii. قم بترميد ورقة الترشيح أولا ببطء (تدريجيا) في فرن الترميد مع مراعاة عدم أشتعال الورقة ، وبعد أن ينتهي إحتراق الكربون أرفع درجة الحرارة حتى (800C) درجة الحرارة اللازمة لترميد كبريتات الباريوم حتى نحصل على رماد أبيض وفترة الترميد تستغرق حوالي ساعة تقريبا .

xiii. عد الحصول على الرماد (كبريتات الباريوم) برد البوثقة في مجفف، ثم زن البوثقة وبها الرماد، وأعد عملية الوزن عدة مرات حتى الحصول على وزن ثابت .

4- الحسابات Calculation

وزن الراسب = وزن البوثقة وبها الراسب − وزن البوثقة فارغة

$$\text{العامل الوزني } (SO_4^{--}) = \frac{SO_4^{--}}{BaSO_4} = \frac{96}{233.3} = 0.41138$$

$$\text{وزن ايون}(SO_4^{-2}) = \text{العامل الوزني} \times \text{الوزن الراسب} = 0.41138 \times \text{الوزن الراسب}$$

$$\%SO_4 = \frac{Wt_{SO_4}}{Wt_{Sample}} \times 100$$