جامعة تكريت

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

المرحلة الثانية

المادة الكيمياء التحليلية

عنوان المحاضرة : تعيين الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم

اسم التدريسي: م.م.ياسمين مطشر خضر

الايميل الجامعي :ykhather@tu.edu.iq

1- الهدف من التجربة :

ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم على اوكزالات وكاربونات واوكسيد.

2- نظرية التجربة Theory :

يرسب الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن الذي يحتوي على حامض الهيدروكلوريك مع اوكزالات الامونيوم او حامض الاوكزاليك ويعامل المحلول الناتج مع هيدروكسيد الامونيوم وكما مبين بالعادلة الاتية:

$$Ca^{+2} + C_2O_4^{-2} + H_2O \rightarrow CaC_2O_4.H_2O$$

تبلغ قابلية ذوبان راسب اوكزالات الكالسيوم المائية حوالي 6.7 ml/L في الماء عند درجة حرارة حولي C° 25وحوالي14 ml/L عند درجة حرارة 95C° اما في المحاليل المتعادلة و الحاوية على اوكزالات الامونيوم فتكون قابيلة اقل بكثير ولذالك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب في التقدير الكمي الوزني للكالسيوم اما زيادة تركيز ايونات الهيدروجين في الحلول فتؤدي الى زيادة ذوبان اوكزالات الكالسيوم نتيجة لزوال ايونات الاوكزالات من النظام بسبب تحولها الى ايونات البي اوكزالات $HC_2O_4^-$ والى حامض الاوكزاليك عند حامضية اعلى كما مبين في المعادلة ادناة :

$$CaC_2O_4 \rightarrow Ca^{+2} + C_2O_4^{-2}$$

وقد يعامل راسب اوكزالات الكالسيوم قبل الوزن باحدى الطرق التالية :

1. تجفيف اوكزالات الكالسيوم$CaC_2O_4.H_2O$ عند درجة حرارة 110 ووزنه بهذه الصورة , الا ان هذه الطريقة غير مفضلة .
2. حرق اوكزالات الكالسيوم عند حرارة بحيث تتحول كميا الى كاربونات الكالسيوم كما في المعادلة الاتية :

$$CaCO_3 + CO + H_2O \rightarrow CaC_2O_4.H_2O$$

3. معاملة الراسب مع حامض الكبريتيك ثم تسحيح حامض الاوكزاليك الناتج مع محلول قياسي من برمنغنات البوتاسيوم , كما في المعادلة الاتية :

$$CaC_2O_4 + H_2SO_4 \rightarrow CaSO_4 + H_2C_2O_4$$

$$5H_2C_2O_4 + 2KMn0_4 + 3H_2SO_4 \rightarrow 2MnSO_4 + 10CO_2 + 8H_2O$$

4. معاملة الراسب مع حامض الكبريتيك (كما مبين اعلاه) ثم وزن كبريتات الكالسيوم الناتجة بعد طرد الكمية الزائدة من الحامض
5. حرق الراسب بعد تسخينه عند درجة حرارة يمكن تحويله الى اوكسيد الكالسيوم اذ تكون هذه الطريقة اكثر استعمالا و يعتبر CaO هيدروسكوبيا (يمتص الرطوبة).

المواد الكيميائية Chemicals

- ملح الكالسيوم
- حامض الهيدروكلوريك(1:1)
- دليل المثيل الاحمر
- اوكزالات الامونيا المخفف(4%)
- اوكزالات الامونيوم(0.1%)

3- طريقة العمل Procedure :

i. زن بدقة 0.5 gram من كاربونات الكالسيوم النقية المسحوق جيدا ومجفف عند درجة حرارة (110-130 C) لمدة ساعة ، وانقله الى دورق صغير واضيف الية 10 ml من الماء ثم اتبعها باضافة 5 ml من حامض الهيدروكلوريك (1:1)

ii. رج الخليط جيدا حتى يذوب الملح ثم سخن المحلول بلطف الى ان يغلي لمدة (3-5)دقيقة لطرد لco_2 وانقل محتويات الدورق كميا الى بيكر حجمه 400 ml مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة واكمل الحجم الى ال200 ml ثم اضف قطرتين من دليل المثيل الاحمر

iii. سخن المحلول حتى درجة الغليان ثم اضف الية بصورة بطيئة جدا (15ml)محلول ساخن من اوكزالات الامونيوم (4%) واضف اليه محلول الامونيا المخفف (1:1) على شكل قطرات حتى يصبح المحلول متعادلا او قاعديا قليلا (يتغير اللون من الاحمر الى الاصفر)

iv. دع الخليط يركد لمدة ساعة على الاقل فوق صفيحة دافئة او لهب ضعيف دون ان يغلي ،وبع ان يستقر الراسب تماما افحص المحلول الرائق لمعرفة اكمال الترسيب باضافة بضع قطرات من محلول الاوكزالات

v. اسكب السائل الرائق خلال بودقة الترشيح موزونة مسبقا ثم انقل الراسب كميا الى بودقة بواسطه الماء المقطر .اما الدقائق الملتصقة بالبيكر فيجب ان تنقل بواسطة قضيب التنظيف .

vi. اغسل الراسب 5 مرات عالاقل بمحلول بارد ومخفف جدا من اوكزالات الامونيوم (0.1%)وينبغى زوال ايون الكلوريد (افحص راشح الغسيل باضافة نترات الفضة المحضة)من الراسب .

vii. الوزن على هيئة اوكزالات الكالسيوم جفف البودقة في الفرن بدرجة حرارة (110-150 C)لمدة ساعة واحدة وبرده في مجفف ثم زنها بدقة ،واعد التسخين والوزن الى ان نحصل على وزن ثابت ،يجب عدم تعريض البودقة الى الهواء اثناء الوزن نظرا لميل اوكزالات الكالسيوم الشديد لامتصاص الرطوبة

viii. الوزن على هيئة كاربونات الكالسيوم انقل البودقة مع محتوياتها الى فرن درجة حرارته (500C)واتركها لمدة ساعتين وبردها في مجفف ثم زنها بدقة .

ix. الوزن على هيئة اوكسيد الكالسيوم انقل البودقة الى فرن تبلغ ذروة درجة حرارته حوالي 1200 C واتركها لمدة ساعة ثم بردها في مجفف يحوي حامض الكبريتك المركز او هيدروكسيد الصوديوم لمدة دقيقة ثم زنها بدقة.

4- الحسابات Calculation

$$\text{percentage of Ca} = \frac{weight\ of\ CaC_2O_4 \times GF}{weight\ of\ sample} \times 100$$

$$\text{percentage of Ca} = \frac{weight\ of\ CaCO_3 \times GF}{weight\ of\ sample} \times 100$$

$$\text{percentage of Ca} = \frac{weight\ of\ CaO \times GF}{weight\ of\ sample} \times 100$$