



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

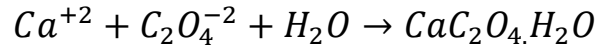
الايمل الجامعي: ykhather@tu.edu.iq

1- الهدف من التجربة :

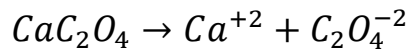
ايجاد النسبة المئوية للكالسيوم على اوكزالات وكاربونات واوكسيد.

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 بالمعادلة الاتية:



تبلغ قابلية ذوبان راسب اوكزالات الكالسيوم المائية حوالي 6.7 ml/L في الماء عند درجة حرارة حوالي 25 وحوالي 14 ml/L عند درجة حرارة 95°C اما في المحاليل المتعادلة و الحاوية على اوكزالات الامونيوم فتكون قابلية اقل بكثير ولذلك 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 :

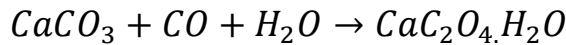


وقد يعامل راسب اوكزالات الكالسيوم قبل الوزن باحدى الطرق التالية :

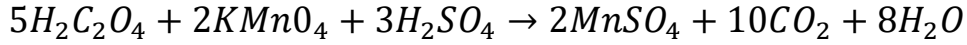
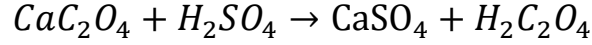
1. تجفيف اوكزالات الكالسيوم $CaC_2O_4.H_2O$ عند درجة حرارة 110 ووزنه بهذه الصورة , الا ان هذه

الطريقة غير مفضلة .

2. حرق اوكزالات الكالسيوم عند حرارة بحيث تتحول كميا الى كاربونات الكالسيوم كما في المعادلة الاتية :



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



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 واطيف 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 لطرده لCO₂ وانقل محتويات الدورق كيميا الى بيكر حجمه 400 ml مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة واكمل الحجم الى ال 200 ml ثم اضف قطرتين من دليل المثل 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 ،ويع 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 كيميا الى بودقة بواسطة 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%) وينبغي زوال ايون الكلوريد (افحص راشح الغسيل باضافة نترات الفضة المحضنة) 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 واطرها لمدة ساعة ثم بردها في مجفف يحوي حامض الكبريتك المركز او هيدروكسيد الصوديوم لمدة دقيقة ثم زنها بدقة.

4- الحسابات Calculation

$$\text{percentage of Ca} = \frac{\text{weight of CaC}_2\text{O}_4 \times GF}{\text{weight of sample}} \times 100$$

$$\text{percentage of Ca} = \frac{\text{weight of CaCO}_3 \times GF}{\text{weight of sample}} \times 100$$

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