جامعة تكريت

كلية التربية للبنات

قسم الكيمياء

الكيمياء التحليلية العملي

المرحلة الاولى

محاضرة

الكشف عن ايونات الزمرة التحليلية الاولى

مدرس كيمياء تحليلية

مروان ثائر جلال2023-2024

marwan.analytical@tu.edu.iq

الكيمياء التحليلية Analytical Chemistry

وهي أحد فروع علم الكيمياء والتي تهتم بدراسة وتحليل النموذج من حيث نوعه وكميته وطرائق فصله.

التحليل الوصفي (النوعي) Qualitative Analysis

هو التحليل الذي يتم فيه معرفة نوع المادة الكيميائية في النموذج دون معرفة تركيزها ونسبة نقاوتها ويتم ذلك أما باستخدام حواس الإنسان الخمسة أو بعض التفاعلات الكيميائية المشخصة.

التحليل الكمي Quantitative Analysis

هو التحليل الذي يبحث في تقدير كمية مكونات النموذج من حيث تقدير التركيز أو النسبة المئوية ويشتمل على طرق كلاسيكية لا تعتمد على الأجهزة مثل التحليل الحجمي والوزني وطرق حديثة (تحليل آلي) مثل طرق التحليل الكهربائية والبصرية والكروماتوغرافيا.

طرائق الفصل Separation methods

وهي عملية فصل المكون من النموذج.

التسحيح والمعايرة Titration and standardization

هي عملية الإضافة التدريجية للعامل المسحح (Titrant) من السحاحة (محلول قياسي مضبوط التركيز) إلى محلول المادة المراد تحليلها (Analyte) في الدورق المخروطي والتي إما أن تكون مجهولة التركيز (عملية التسحيح) والغاية منها إيجاد التركيز المجهول أو تكون معلومة التركيز بشكل غير مضبوط (عملية المعايرة) والغاية منها ضبط التركيز وتنتهي العملية عند نقطة التكافؤ بتغير لون الدليل.

الدلائل Indicators

هي مركبات معظمها عضوية تعاني محاليلها من تغيرات فيزياوية أو كيمياوية تؤدي إلى تغيير ألوانها عند نقطة التكافؤ.

Equivalent point **نقطة التكافؤ**

هي المرحلة التي يتم فيها تفاعل مواد متكافئة من العامل المسحح والمادة المراد تحليلها وتحدد بتغير لون الدليل.

الكشف عن ايونات الزمرة الاولى

تشمل الزمرة الاولى الأيونات التالية:

{ ايون الرصاص, ايون الزئبقوز, ايون الفضة }

{ Ag^{+1} , Hg_2^{+2} , Pb^{+2} }

إن الكاشف المختص بهذه الزمرة هو **أيون الكلوريد (Cl^-)** إذ يرسب جميع هذه الفلزات من محاليل أملاحها المحمضة قليلاً من (2 – 5 عياري) **على شكل كلوريدات** .

راسب على هيئة كلوريدات

$$Ag^+ + Cl^- \longrightarrow AgCl$$

$$Hg^{+2}{}_2 + 2Cl^- \longrightarrow Hg_2Cl_2$$

$$Pb^{+2} + 2Cl^- \longrightarrow PbCl_2$$

الكشوفات الفردية لأيونات الزمرة الأولى:

1. أيون الفضة Ag^+

بإضافة حامض الهيدروكلوريك المخفف HCl يتكون راسب أبيض من كلوريد الفضة يذوب في وفرة من حامض HCl المركز، ويذوب الراسب في محلول الأمونيا مكوناً أيون معقد ويعود مرةً ثانيةً بإضافة حامض النتريك او يوديد البوتاسيوم.

$$AgNO_3 + HCl \longrightarrow AgCl + HNO_3$$

$$AgCl + 2\ NH_4OH \longrightarrow Ag(NH_3)_2Cl + 2\ H_2O$$

$$Ag(NH_3)_2Cl + 2\ HNO_3 \longrightarrow AgCl + 2\ NH_4NO_3$$

$$[Ag(NH_3)_2]Cl + KI \longrightarrow AgI + KCl + 2\ NH_3$$

2. أيون الزئبقوز Hg_2^{+2}

مع حامض HCl المخفف يتكون راسب أبيض من كلوريد الزئبقوز (الكالوميل) Hg_2Cl_2 لا يذوب في الماء الساخن ولا في الحوامض المخففة ويذوب في الماء الملكي متحولاً إلى كلوريد الزئبقيك:

$$Hg_2(NO_3)_2 + 2\ HCl \longrightarrow Hg_2Cl_2 + 2\ HNO_3$$

ويصبح الراسب أسود عند إضافة هيدروكسيد الأمونيوم إذ يكون معه ملحاً معقداً من كلوريد الزئبق الأميني مع دقائق ناعمة من الزئبق الأسود.

$$Hg_2Cl_2 + 2\ NH_3 \longrightarrow Hg(NH_2)Cl + Hg + NH_4Cl$$

3. ايون الرصاص Pb^{+2}

بإضافة حامض HCl المخفف يتكون راسب أبيض من كلوريد الرصاص من محاليله الباردة. يذوب في المحاليل الساخنة ويعود إلى الظهور ثانية بعد التبريد .

$$Pb(NO_3)_2 + 2\ HCl \longrightarrow PbCl_2 + 2\ HNO_3$$

وبإضافة محلول من $K_2Cr_2O_7$ إلى $PbCl_2$ الذائب في الماء الساخن يتكون راسب أصفر من ثنائي كرومات الرصاص:

$$PbCl_2 + K_2Cr_2O_7 \longrightarrow PbCr_2O_7 + 2\ KCl$$

طريقة عمل فصل ايونات الزمرة الأولى:

1. خذ (1مل) من المحلول الحاوي على أيونات الزمرة الأولى وضعه في أنبوبة اختبار (5مل).
2. أضف 4 قطرات من حامض HCl المخفف. رج المحلول، تترسب عناصر المجموعة الأولى على شكل كلوريدات.
3. ضعه في جهاز الطرد المركزي لمدة 5 دقائق واضف قطرة واحدة من HCl للتأكد من الترسيب الكامل ثم افصل الراشح عن الراسب بطريقة السكب, الراشح يهمل بسبب احتوائه على ايونات الزمر الاخرى اما الراسب فيضاف له 5 قطرات من الماء الملكي HOCl حيث يتحول الزئبق من Hg^{+} الى Hg^{+2} وبذلك يذوب كما في المعادلة:

$$Hg_2Cl_2 + HOCl + H^+ + 5Cl^- \longrightarrow HgCl^{-2}_4 + H_2O$$

4. سخن بالحمام المائي لمدة 5 دقائق وثم اضف 10 قطرات من الماء المقطر (الرصاص يذوب بالتخفيف والتسخين) ومن ثم افصل بجهاز الطرد المركزي الراسب هو AgCl والراشح هو Pb^{+2} و $2Hg^{+2}$.

5. اغسل الراسب ب 10 قطرات من الماء المقطر وسخنه بالحمام المائي وافصله بجهاز الطرد.

6. اضف الراشح المتكون الى الراشح الحاوي على Pb^{+2} و $2Hg^{+2}$ واقسم الراشح الى **قسمين:**

الجزء الاول: أضف له قطرة واحدة من هيدروكسيد الامونيوم المركز وقطرة واحدة من 1 مولاري من يوديد البوتاسيوم و5 قطرات من 4 مولاري من هيدروكسيد الصوديوم سيتكون راسب بني يدل على وجود الزئبق:

$$2HgCl^{-2}_4 + NH_3 + 3I^- + OH^- \longrightarrow Hg_2(NH_2)\,I_3 + 8Cl^- + H_2O$$

الجزء الثاني: أضف 5 قطرات من 1 مولاري من خلات الامونيوم وقطرة واحدة من 0.5 مولاري من كرومات البوتاسيوم سيتكون راسب اصفر من كرومات الرصاص دلالة على وجود الرصاص:

$$Pb^{+2} + 2ACO^- \longrightarrow Pb(OAC)_2$$

$$Pb(OAC)_2 + CrO_4 \longrightarrow PbCrO_4 + ACO^-$$

أما الراسب: أضف له 10 قطرات من محلول هيدروكسيد الامونيوم المركز و10 قطرات من الماء المقطر وسخن بالحمام المائي الى ان يذوب الراسب:

$$AgCl + 2NH_3 \longrightarrow Ag(NH_3)_2 + Cl^-$$

ثم أضف قطرة من صبغة الفينولفثالين Ph. Ph يتكون المحلول باللون الاحمر، بعدها أضف قطرة قطرة من HCl المخفف الى ان يزول اللون ويتكون راسب ابيض دلالة على وجود الفضة:

$$Ag(NH_3)^+_2 + HCl \longrightarrow AgCl + 2\,NH^+_4$$