

المحاضرة الثانية

2- طرائق العزل

قد تتم هذه العملية بطرائق الية (ميكانيكية) او باستخدام بعض التفاعلات الكيميائية ، فمن الممكن احيانا عزل مكون من مكونات النموذج بصورة كمية قابلة للوزن باستخدام القوة المركزية (الفرز) مثلاً. وتستخدم طرائق العزل لغرض فصل الذهب مثلاً عن النحاس كميّاً في سبائكهما بعد اذابة السبيكة بالماء الملكي ويضاف بيروكسيد الهيدروجين كعامل مختزل فيختزل الذهب الى الحالة الفلزية . وبالامكان ترشيحه وغسله بحامض الهيدروكلوريك المخفف ووزنه بعد تجفيفه وحرق ورقة الترشيح.

3- طرائق الترسيب

واهما طرائق الترسيب التي تعتمد على التفاعلات الكيميائية التي تعتبر من اكثر الطرائق شيوعا في التحليل الكيميائي الكمي الوزني وهي تعتمد بالاساس على الذوبانية وحاصل الاذابة وامكانية تكوين رواسب او املاح شحيحة الذوبان نتيجة لتفاعلات كيميائية عادة . والواقع فالكثير من الرواسب معروفة في التحليل الكمي النوعي ولكن ليست كلها يمكن استخدامها في التحليل الكمي الوزني .

فمثلاً من الممكن تقدير الفضة ووزنها عن طريق ترسيب ايوناتها من احد محاليل املاحها باضافة زيادة من حامض الهيدروكلوريك ، وراسب كلوريد الفضة الشحيح الذوبان والذي ينتج من التفاعل الكيميائي بين ايونات الكلوريد وايونات الفضة ، يرشح ويغسل بمحلول غسيل مناسب ، لغرض ازالة الشوائب ثم يجفف في درجة 120-150 درجة مئوية ويوزن على شكل كلوريد الفضة ، وبعملية حسابية بسيطة وبالاستعانة بالاوزان الذرية للعناصر الداخلة في تركيب الراسب يمكن حساب كمية الفضة في المحلول الاصيلي . في كثير من الاحيان يراسب المكون المطلوب تقديره على شكل او هيئة تركيبية غير مطابق لما يشار له بالصيغة الوضعية ، لذا فالراسب الناتج يحول الى شكل اخر لغرض وزنه ، فمثلاً يراسب الالمنيوم او الحديد على شكل هيدروكسيد $Fe(OH)_3$ ان تركيب الراسب غير مطابق لهذه الصيغة والواقع فهو اوكسيد مائي $Fe_2O_3 \cdot xH_2O$ لذا فالراسب يحرق ويوزن على شكل اوكسيد Fe_2O_3 فتسمى الصيغة الاولى بالصيغة الترسيبية والثانية بالصيغة الوزنية .

وبصورة عامة فان هناك مجموعة من الخطوات التي يقوم بها المحلل الكيميائي في التحليل الكمي الوزني هي :

1- عملية وزن النموذج واذابته

ان عملية اذابة النموذج واختيار المذيب المناسب تتوقف على نوع الارتباطات لمكونات النموذج والجدول ادناه يوضح ذلك

جدول -1- عدد من المذيبات شائعة الاستخدام

ت	نوع الارتباط	المذيب	الملاحظات
1	ارتباطات ايونية	الماء	
2	ارتباطات ذرية او فلزية	HCl 24% مخفف ، HCl مركز 36% ، HNO ₃ مركز 18% ، ماء ملكي ، H ₂ SO ₄ مركز HClO ₄	يؤثر على الادوات الزجاجية في اغلب الاحيان خطر انفجار يستخدم وفقاً لتعليمات السلامة
3	السليكا بصورة خاصة	HF	يذيب الزجاج والخزف
4	الارتباطات الجزيئية	المذيبات الهيدروكاربونية	—
5	ارتباطات جزيئية ذات قطبية	مذيبات هيدروكاربونية مهلجنة ، الايثرات ، الاسترات ، الكيتونات ، الكحولات (وربما الماء والحوامض والقواعد)	حسب قطبية النموذج

الاذابة بطريقة الصهر

إذا لم يكن بالإمكان اذابة النماذج ذات الارتباطات الذرية او الفلزية بوساطة الحوامض والمذيبات المذكورة في الجدول اعلاه فتستخدم عادة طريقة الصهر لغرض الاذابة وتستخدم مواد عديدة لهذا الغرض (NaOH او Na₂CO₃ أو خليط من NaNO₃ + Na₂CO₃) وتخلط المادة الصاهرة مع النموذج خلطاً جيداً ، ثم تسخن الى درجات حرارة عالية حتى تتكون صهيرة من الخليط ، حيث تتحول ارتباطات مادة النموذج الى ارتباطات سهلة الذوبان في الماء او مذيب مناسب وتجرى عملية الصهر في بودقة مناسبة .

2- عملية الترسيب

وهي عملية تكوين او انشاء طور جديد -صلب- عادة نتيجة لتفاعل كيميائي والعملية تتم باضافة زيادة من العامل المرسلب الذي يتفاعل مع المكون المراد ترسيبه، وينتج عن هذا التفاعل مركب شحيح الذوبان هو الراسب ويكون عادة متعادلاً كهربائياً والجزء الذائب منه فقط يكون ايونياً ويتم اختيار العامل المرسلب حسب طبيعة الراسب المطلوب والمرسبات قد تكون ايونات لاعضوية او كواشف عضوية وتمتاز الكواشف العضوية بتكوين رواسب شحيحة الذوبان كبيرة الحجم ذات وزن جزيئي عال وتفضل طبعاً المرسبات الانتقائية التي تختص بترسيب مكون واحد دون المكونات الاخرى ، لكن مثل هذه المرسبات تكون نادرة عادة.

3- ترشيح الراسب وغسله

تسهل عملية الترشيح عند اتباع القواعد الصحيحة في الترسيب حيث يتم الحصول على بلورات كبيرة من الراسب يسهل ترشيحها .

كما وان عملية غسل الراسب تجري ضمن قواعد معينة واختيار محلول الغسيل يخضع ايضاً لبعض الشروط ، حيث يفضل المحلول الالكتروليتي السهل التطاير في درجات التجفيف كما يفضل ان يكون للمحلول الغاسل ايون مشترك مع الراسب بكمية معتدلة لاتؤدي الى تكوين ايونات معقدة زائدة ، كما يجب عدم اختيار محاليل غسل قد تعيد الحالة الغروية للراسب.

4- تجفيف الراسب وحرقة

بعض الرواسب يكفي تجفيفها بدرجات حرارة معتدلة قبل عملية الوزن والبعض الاخر تتطلب حرق بدرجات حرارة عالية ، فالرواسب الثابتة في درجات الحرارة العالية يفضل حرقها كما هو الحال مع كبريتات الباريوم .

واحياناً يحرق الراسب لغرض تحويله من الصيغة الترسيبية غير الثابتة الى صيغة وزنية ثابتة ، كما هو الحال عند حرق فوسفات المغنيسيوم الامونياكي وتحويلها الى بايروفوسفات أو حرق اوكزالات الكالسيوم وتحويلها الى اوكسيد الكالسيوم او حرق هيدروكسيد الالمنيوم وتحويله الى اوكسيد .

5- عملية وزن الراسب

تتطلب طرائق التحليل الوزني عمليتي وزن، الاولى قبل العمليات التحليلية حيث توزن كمية معينة من النموذج الذي يذاب وتجري عليه العمليات التحليلية ، ثم عملية وزن ثانية بعد عملية حرق الراسب ويتم ذلك باستخدام موازين تحليلية حساسة خاصة .