التجربة الأولى

التعيين الوزني للمحتوى المائي

إعداد

د. حسن شامر

المحتويات

التجربة الاولى:

التعيين الوزني للمحتوى المائي.

التجربة الثانية:

تعيين الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم.

التجربة الثالثة:

تعيين النيكل على هيئة المركب المعقد نيكل دايمثيل كلايوكسيم.

التجربة الرابعة:

تعيين الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة.

التجربة الخامسة:

تعيين الكالسيوم على هيئة أوكسيد الكالسيوم.

التجربة السادسة:

تعيين الحديد على هيئة أوكسيد الحديديك.

التحديد الوزني للمحتوى المائي

يتواجد الماء في اغلب المواد المراد تحليلها وبنسب مختلفة معتمدا على ميل تلك المادة للارتباط به وكثيرا ما يطلب تحديد كجزء من التحليل . ويمكن تصنيف الماء الموجود في النماذج إلى نوعين : الماء الأساسي Essential Water والماء غير الأساس Nonessential ويتواجد الماء الأساسي في النموذج بنسبة تكافؤيه ثابتة مثل ماء التبلور كما ($CuSO_4.5H_2O$) أو كجزء من المكونات والذي يتطاير بالتسخين الشديد (كما في ($Ca(OH)_2$)

$$Ca(OH)_2 \longrightarrow CaO+H_2O\uparrow$$

ويتواجد الماء غير الأساسي في النماذج بكميات غير تكافؤيه ولذلك تتغاير هذه الكميات بالاعتماد على الظروف مثل درجة الحرارة والرطوبة والضغط الجوي ... الخ وقد يتواجد كماء محتجز داخل البناء الشبكي البلوري Occluded water (مثل السائل الام الذي تقتنصه البلورات إثناء ترسيبها) وتحتفظ المواد بالماء الممتز adsorbed water على سطوحها الخارجية بقوى متغايرة .

وهنالك مجاليل صلبه تحتوي على الماء مثل أنواع الزجاج التي تحتوي على الماء غير الأساسي متوزعا بانتظام إضافة إلى الماء الممتز على السطوح .

تتضمن الطريقة المناسبة لتحديد الماء إجراءات وزنية غير مباشرة حيث يوزن النموذج بدقة ويسخن بدرجة حرارة مناسبة لفترة من الوقت لكي يتم طرد جميع الماء الموجود . ويعادل الفرق الحاصل في وزن النموذج إلى المحتوى المائي . ويعتبر هذا الأجراء سليما " إذا تم طرد كل كمية الماء الموجود وإذا كان الماء هو المادة الوحيدة التي تتطاير . وتتراوح الظروف اللازمة لطرد الماء كليا من النموذج من مجرد إبقاء النموذج في جو بدرجة حرارة الغرفة إلى التسخين الشديد لفترة طويلة من الزمن عدة مئات من الدرجات الحرّارية . وعلى العموم كلما قلت الحاجة إلى التسخين كلما كان التحليل مرضيا أكثر وذلك لان احتمال تطاير المواد الأخرى يقل. وفي الواقع عند تبخر مواد أخرى بدرجة حرارة معينة أو عندما لا يزول كل الماء يطلق على هذا العملية "الفقدان بالتسخين" أو "الفقدان بالحرق" بدلاً من المحتوى المائي وعند ذلك تذكر درجة الحرارة وأمد التسخين .

تجفف العينات في كثير من الحالات بمجفف Oven بدرجة 130-150 م لفترة من الوقت قد تمتد لمدة ساعة أو أكثر. ويشار إلى هذا الأجراء وخصوصا عندما يغلب وجود الماء غير الأساسي, بتحديد "رطوبة العينة "humidity or moisture " ومن المألوف إن يجري تحديد الرطوبة لإيجاد القيمة "كما تكون "as it is" للجزء الموضوع على أساس جاف "Dry bases" ومما تجدر الإشارة إليه إن المادة المجففة قد تكون متميعة أو بعبارة أخرى قد تميل إلى استرجاع الماء المفقود وبناء على ذلك يجب أنجاز التجفيف في وعاء يمكن غلقه إثناء الوزن .

طريقة العمل :

1- أستلم النموذج في قنينة عريضة الفوهة يمكن غلقها بأحكام وأوسمها باسمك أو أي رمز لصنفك أو رقم النضد الذي تعمل عليه .

2- نظف قنينتين للوزن بالماء والصابون واشطفها جيداً بالماء ثم بالماء المقطر .

3- أوسم كل قنينة وزن زجاجية وغطائها المكمل بقلم وسم (قلم رصاص أو بمحلول خاص) على المنطقة الخاصة وذلك لكي يتم تمييزها والأغطية .

4- ضع القنينة على زجاجة ساعة وغطائها بجانبها وتؤشر للتمييز (ملاحظة 1) وتجفف في فرن عند درجة حرارة 120 م لمدة ساعة واحدة .

5- اخرج القنينة من المسخن (وهي مفتوحة) مع غطائها وضعها في مجففه جاهزة واتركها بمدة 15 دقيقة لكي تبرد.

6- أغلق القنائي وزنها لأقرب وزن 0.1 غم واكتب الوزن .

7. ضع 1 غم تقريبا من النموذج في كل قنينه وأغلقها فورا ثم زنها بدقة لأقرب 0.1 غم .

8- ضع القنائي (وهي مفتوحة) مع أغطيتها بجانبها على زجاجة الساعة, وجففها في مسخن عند درجة حرارة 120م لمدة ساعتين (ملاحظة2) .

9- اعد القنائي (وهي مفتوحة) مع أغطيتها إلى المجففة واتركها لتبرد مدة 45 دقيقة ثم أغلق القنائي وزنها .

10- كرر الخطوتين 8-9 عدة مرات حتى تحصل على الوزن ثابت (ملاحظة 3) .

11- احسب النسبة المئوية للمحتوى المائي في النموذج ودون كل نتيجة على حده وجد معدلها ثم احسب النسبة المئوية للمحتوي المائي في المادة على أساس "كما تكون على "أسس جافة".

ملاحظات :

1- لا تلصق الوسم الورقي Label بقنينة الوزن وذلك لان الورقة والصمغ سيعانيان من تغير الوزن عند تسخينهما. ويفضل ذوضع القنينة وغطائها في بيكر موسوم .

2- تكفي ساعتين من التجفيف بدرجة حرارة 120م ويؤدي تكرار فتح وغلق المسخن إلى خفض درجة الحرارة مسبقاً .

3- بدلاً من تكرار عملية التسخين والوزن حتى بلوغ وزن ثابت من الأفضل عند استعمال نماذج في هذه التجربة وضع القناني (مع العينات الموزونة) في مسخن oven يعمل باستمرار لفترة مختبريه واحدة وترفع في الفترة اللاحقة وبالتالي يكفي وزن العينة الواحدة مرة واحدة فقط .

أسئلة :

1-تحتوي كبريتات النحاسيك المائية $CuSO_4.5H_2O$ على ماء أساسي ، هل يمكن إن تحتوي على ماء غير أساسي و هل بالإمكان تحديد الماء الغير أساسي فقط ؟ وبأي ظروف ؟ فسر ذلك .

2- لماذا يعتبر من المرغوب فيه تحديد (رطوبة العينة ما امكن بدرجة حرارة واطئة) ؟ .

3- لماذا يعتبر وزن المادة الجافة في وعاء مقفل أمراً أساسياً ؟

4- سمي بعض المواد التي يمكن تحديدها بالتبخير بدرجة حرارة واطئة . وفي درجة حرارة عالية .

5- لماذا يعتبر من المرغوب فيه أو ضروريا التعبير عن النتائج المختبرية على أسس جافه (Drybases) ؟

6 – هل يمكن تحديد رطوبة كلوريد الامونيوم في حالة التجربة الحالية ؟ وضح ذلك .

7- يوصف هذا التحديد على انه غير مباشر . وضح بأسلوبك الخاص ما المقصود بـ "أسلوب مباشر "و"غير مباشر " ؟ .

8- ماذا يقصد عندما توصف مادة بانها متميعة (Hydroscopic) ؟ .

9- لماذا يرفع غطاء قنينة الوزن عند تبريدها في مجففة ؟

10- عند تجفيف عينة قبل تحليلها , لماذا يعتبر أجراءا جيدا تعيين ظروف التجفيف عند تدوين النتائج ؟