تجـــربة رقم (2) : تقدير الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم

Determination of Calcium as calcium oxalate

يترسب الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن الذي يحتوي على حامض HCL مع اوكزالات الامونيوم او حامض الاوكزاليك ومعاملة المحلول الناتج مع هيدروكسيد الامونيوم :

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

يفضل أن يكون الترسيب في محلول حامضي (PH=4) فإذا أضيفت اوكزالات الامونيوم الى محيط متعادل او ضعيف القاعدية فان تلوث الراسب (اوكزالات الكالسيوم) يكون اكبر هذا من جهة ومن جهة أخرى فان دقائق الراسب تكون صغيرة الحجم واذا تمت عملية الترسيب في درجة حرارة المختبر فان دقائق الراسب تكون صغيرة الحجم وبذلك يصعب ترشيحه . تزداد قابلية ذوبان الملح بازدياد حموضة المحلول وبازدياد درجة الحرارة ولغرض الحصول على بلورات كبيرة وذلك لان ذوبانية اوكزالات الكالسيوم تزداد بوجود الحوامض المعدنية بسبب تكون حامض الاوكزاليك الضعيف التفكك وبالتالي زوال ايونات الاوكزالات من النظام بسبب تحولها الى ايونات HC_2O_4 , والى $H_2C_2O_4$ عند حمضية أعلى :

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

$$C_2O_4^{-2} + H^+ \longrightarrow HC_2O_4^-$$

$$HC_2O_4- + H^+ \longrightarrow H_2C_2O_4$$

المواد المستخدمة :

١- ملح الكالسيوم

٢- حامض الهيدروكلوريك (1:1)

٣- دليل المثيل الأحمر

٤- محلول اوكزالات الامونيوم 4 %

٥- محلول الامونيا (1:1)

٦- محلول اوكزالات الامونيوم 1%

٧- محلول نترات الفضة المخففة

طريقة العمل :

١- زن بدقة (0,5 gm) من ملح الكالسيوم (مسحوق جيد ومجفف قي درجةC(130-110) ولمدة ساعة وانقله إلى دورق صغير وأضف إليه(10 ml) من الماء المقطر ثم اتبعها بإضافة (5 ml) من حامض الهيدروكلوريك (1:1) رج الخليط حتى يذوب الملح ثم سخن المحلول بلطف الى ان يغلي لمدة (٣-٥) دقائق لطرد CO_2 وانقل محتويات الدورق كميا الى بيكر حجمه (400 ml) مزود بقضيب زجاجي وكمل الحجم إلى (200 ml) ثم أضف قطرتين من دليل المثيل الأحمر.

٢- سخن المحلول حتى الغليان ثم أضف إليه بصورة بطيئة جدا محلولا ساخنا من اوكزالات الامونيوم (% 4) وأضف محلول الامونيا (1:1)على شكل قطرات حتى يصبح المحلول متعادلا أو قاعديا قليلا (يتغير المحلول من الأحمر إلى الأصفر)

٣- تدع الخليط يركد لمدة ساعة على الأقل فوق صفيحة دافئة أو لهب ضعيف دون إن يغلي وبعد إن يستقر الراسب تماما (افحص المحلول الرائق عن إكمال الترسيب بإضافة بضع قطرات من محلول الاوكزالات (4%)

٤- زن بدقة ورقة الترشيح وهي جهاز الترشيح ثم رشح الراسب ثم اغسله بمحلول بارد ومخفف جدا من محلول اوكزالات الامونيوم (0.1 %) لعدة مرات وينبغي زوال أيون الكلوريد (افحص راشح الغسيل بمحلول نترات الفضة المخففة) من الراسب

الحسابات

العامل الوزني = الوزن الذري Ca/الوزن الجزيئي $CaC_2O_4.H_2O$

ثم يطبق القانون الرئيسي

Ca%= وزن الراسب×العامل الوزني×100/وزن النموذج