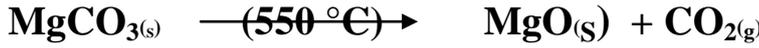


2. التحليل الوزني Gravimetric Analysis :-

يعتمد التحليل الوزني على قياس وزن المادة المعلومة التركيب التي يمكن ربطها كيميائياً بالانالايت (المادة المراد تقديرها) بمعادلة كيميائية ومعامل حسابي .
وهناك صنفين من التحليل الوزني :-

أ. طرق التطاير Volatile Methods :-

وتفصل المادة المراد تقديرها على هيئة غاز عن بقية مكونات النموذج وهنا يعتمد التحليل على وزن المادة المتطايرة أو على وزن المادة غير المتطايرة .



ب. طرق الترسيب Precipitation Methods :-

وهنا فإن الفصائل المراد تعيينها (تقديرها) تتفاعل كيميائياً مع كاشف (عامل مرسب) لتعطي ناتجاً ذا ذوبانية محدودة وبعد عملية الترشيح والغسل والتجفيف أو الحرق وحسابات العامل الوزني يتم تقدير النسبة المئوية للأنالايت (النموذج) .

الصفات التي يجب توفرها في الرواسب المستعملة في التحليل الوزني :-

1. تركيب كيميائي ثابت ومعروف .
2. قليل الذوبانية جداً .
3. التركيب البلوري : له بلورات كبيرة يسهل ترشيحها .
4. نقاوة عالية خالي من الشوائب .
5. الثابت الفيزيائي العالي (ثابت في حرارة التجفيف) وغير ماص للرطوبة و CO_2 وغير متأثر بـ O_2 .

الكواشف المرسبة Precipitation Agents :-

وهي نوعان :-

أ. المرسبات اللاعضوية :-

ومعظمها تكون أملاحاً لحوامض ضعيفة مثل الكبريتيدات و الكربونات و الكرومات و الكبريتات و هيدروكسيدات الفلزات وهذا النوع من المرسبات في أغلبها غير متخصصة أي احتمالية التداخل Interference ومن أهم هذه المرسبات الأمونيا لترسيب الحديد والألمنيوم والكروميوم وكبريتيد الهيدروجين لترسيب ايونات النحاس والزنك والزرنيخ والجرمانيوم والقصدير والمولبدنيوم والانتيمون والبزموت وكبريتيد الأمونيوم لترسيب ايونات الزئبق والكوبلت .

ب. المرسبات العضوية :-

يمكن استعمال بعض المركبات العضوية كمرسبات لبعض الايونات الفلزية وذلك أما بتكوين مركبات معقدة تعاضدية حلقيه (مخلبية) ضئيلة الذوبان أو بتكوين أملاح ضعيفة الذوبان جداً ومن أمثلتها الكوينولين لترسيب الألمنيوم والمغنيسيوم وكذلك ثنائي مثيل كلايوكسيم لترسيب النيكل في محيط قاعدي ومن المرسبات التي تنتج رواسب ضئيلة الذوبان شبيهة بالأملاح مركب رباعي فنيل البورون الصوديومي $(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}^-\text{Na}^+$ في وسط حامضي معدني بارد وهناك البنزيدين الذي يرسب الكبريتات في وسط حامضي خفيف وهناك الحوامض الارسونية المعوضة لترسيب الثوريوم والزركونيوم والتيتانيوم والقصدير .

ميكانيكية تكوين الراسب:-

إن تأثير فوق الإشباع $Q-S/S$ ، حيث Q هو تركيز المذاب الآني ، S هي الإذابة عند حالة الاتزان (خلال تكوين الراسب) على حجم الدقيقة يمكن أن يبرز بافتراض طريقتين للترسيب :

أ. تكوين النوية **Nucleation** :-

هي عملية الإتحاد الأدنى للأيونات أو الجزيئات (أربعة أو خمسة) لتكون طور ثاني ثابت ويمكن أن يظهر ترسيباً إضافياً أو بواسطة تكوين نوية إضافية أي تكون عملية تكوين النويات أسرع من عملية نمو البلورات . وهنا سيحتوي الراسب على عدد كبير من النويات الصغيرة الحجم (دقائق صغيرة الحجم) أي راسب غروي أو عالق .

$$\text{Rate of Nucleation} = K_1 \left(\frac{Q - S}{S} \right)^n$$

غالباً ما تكون $n = 4$.

ب. نمو الدقيقة **Particle Growth** :- وهنا تترسب المادة الصلبة على النوية الأصلية (الأولية) بشكل أسرع من تكوين النوية وهنا سيكون الراسب عبارة عن دقائق كبيرة الحجم (بلورات كبيرة الحجم) أي راسب بلوري **Crystalline Precipitation** .

$$\text{Rate of Growth} = K_2 \left(\frac{Q - S}{S} \right)$$

خطوات عملية الترسيب :-

1. تحضير وتهينة النماذج :-
وتتضمن وزن العامل المرسب وتحضير محلول منه بإذابة المادة المراد ترسيبها وتحضير المحلول المنظم ومحاليل الغسل والحوامض والقواعد .
2. الترسيب :-
وهنا يجب إضافة محلول مخفف للعامل المرسب ببطء الى محلول ساخن من المادة المراد ترسيبها مع التحريك المستمر .
3. الهضم والتعمير :-
وتتضمن العملية إعادة إذابة الراسب من جديد من خلال تسخين الراسب حتى الذوبان وتركه ليبرد من جديد وببطء وتعاد العميلة أكثر من مرة للتخلص من تلوث الراسب بالاحتباس .
4. الترشيح :-
حيث يستعمل ورق ترشيح بأقطار ومسامات مختلفة حسب حجم دقائق الراسب وحسب الخطوة التالية هل هي حرق فيستخدم ورق عديم الرماد **Ash Less** وإذا كان تجفيف فيستخدم ورق ترشيح عادي ويمكن استعمال الترشيح في قمع بخنر لزيادة سرعة عملية الفصل أو الترشيح .
5. غسل الراسب :- يغسل الراسب في محاليل كيميائية الكتروليتية غالباً لتخليص الراسب من الملوثات التي معه .
6. التجفيف **Dry** أو الحرق **Ignition** :-
التجفيف بدرجة $115 - 120$ °C لتخليص الرواسب من الرطوبة (الماء) في اوفن **Oven** أو الحرق الى درجات حرارة تصل الى 1600 °C في **Furnace** أي تحويلها الى صيغة كيميائية أو مركب آخر .

7. الحسابات الكيميائية :- هنا يجب ربط المادة الكيميائية المراد تقديرها بالراسب الأخير من خلال علاقة رياضية حسابية تسمى بالعامل الوزني .

$$\text{Gravimetric Factor} = \frac{a \times \text{g fw of The Substance Sought}}{b \times \text{g fw of The Substance Weighed}}$$

$$\text{A \%} = \frac{\text{wt ppt} \times \left(\frac{a \times \text{g fw A}}{b \times \text{g fw ppt}} \right)}{\text{Wt Sample}} * 100$$

مثال // يتحول Fe_3O_4 الى Fe_2O_3 ما هو العامل الوزني ؟



$$\text{Gravimetric Factor} = \frac{3 \times \text{g fw Fe}_2\text{O}_3}{2 \times \text{g fw Fe}_3\text{O}_4} = 1.035$$

الترسيب اللاحق Post Precipitation :-

ويقصد به ترسيب ايوناً أو جذراً أو مركباً آخر موجود ضمن النموذج بعد ترسب الراسب الأصلي المراد ترسيبه وهنا ينصح بإجراء عملية الترشيح بأسرع وقت .

الترسيب من محلول متجانس Homogeneous Precipitation :-

وهنا يتم تحرير العامل المرسب أنياً في المحلول (دون إضافته الى المادة أو المحلول المراد ترسيبه) حيث يقلل هنا تأثير التلوث بالاحتباس أو القفص وكذلك التلوث وكذلك لضمان الحصول على راسب بلوري ذو بلورات كبيرة الحجم ومثال ذلك تحرير S^{2-} من تسخين محلول الثايواسيتاميد في وسط حامضي لترسيب ايونات الطائفة الثانية الموجبة وكذلك تسخن اليوريا لتحرير ايون OH^- لترسيب Fe^{+3} , Al^{+3} .

الترسيب المشارك Co Precipitation :-

ويمثل تلك العمليات التي يتم فيها ترسيب مكونات المحلول أثناء عملية الترسيب والتي تكون ذائبة في الحالة الاعتيادية بسبب تقارب ثابت حاصل الإذابة للمركب المراد ترسيبه وآخر في المحلول لذلك هنا يجب إضافة عامل حجب أو مسك للمادة الثانية ومنعها من الترسيب مع المادة الأصلية .

الأكتناء (الاحتواء) Oclusion والتضمين Inclusion :-

هو عملية إحاطة الراسب للملوثات وترسيبها حولها أي تحتجزها أو تحبسها أو تحتويها لذلك يفضل إضافة العامل المرسب ببطء مع التحريك المستمر الى محلول ساخن وإجراء عملية الهضم والتعمير أو إجراء الترسيب من محلول متجانس .