

الباب الحادى والعشرون
تفاعلات الترسيب

تفاعلات الترسيب الحجمية المهمة التي تجرى بواسطة نترات الفضة ككاشف، هذه الطريقة التي تدخل للمحلول القياسي لنترات الفضة تعرف طريقة تعيين الفضة "Argentimetric methods".
 نترات الفضة النقية (A.R) جداً تعتبر قياسية أولية ممتازة. لو أن نترات الفضة غير نقية يجب قياسها مقابل كلوريد الصوديوم (قياس أولي).

اكتشاف نقطة النهاية :

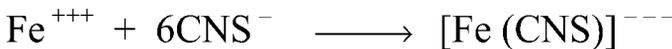
توجد عدة طرق يمكن إتخاذها : فأفضل الطرق المستخدمة هي :

1- دليل كرومات البوتاسيوم . (طريقة موهر) أو مور.

هذه الطريقة قد تستخدم لتعيين الكلوريدات والروميدات والأيدوديدات فى وسط متعادل أو قاعدية خفيفة. وبإضافة نترات الفضة إلى محلول الكلوريد المحتوى لكرومات البوتاسيوم (دليل) 1 - 2 نقطة. سيعطى راسب أبيض من كلوريد الفضة أو لون أحمر - بنى راسب من كرومات الفضة. كلوريد الفضة أقل ذوبانية عن كرومات الفضة الذى يترسب أولاً. وعند نقطة النهاية فى ترسيب كل الكلوريد يبدأ الكرومات فى تفاعله مع الفضة ليعطى راسب أحمر (كرومات الفضة). وهنا يجب ملاحظة أن عملية المعايرة يجب أن تجرى فى وسط متعادل أو سطر قاعدى خفيف، حيث أن كرومات الفضة تذوب فى المحاليل الحمضية والذى يترسب هو أكسيد الفضة Ag_2O الراسب فى الوسط القاعدى.

تجربة : تكوين مركبات ملونة ذائبة (طريقة فولهارو) :

الفضة يمكن تعيينها فى الوسط الحمضى بواسطة ثيوسيانات البوتاسيوم باستخدام شب الحديد كدليل، فبإضافة ثيوسيانات البوتاسيوم إلى نترات الفضة أولاً يغطى راسب من ثيوسيانات الفضة $AgCNS$ وبإضافة زيادة من ثيوسيانات ستعطي راسب لون أحمر من ثيوسيانات الحديد.



هذه الطريقة يمكن تطويعها لتعيين كل من الكلوريدات والبروميدات والأليوديدات فى وسط حمضى. وهذا يعنى أن أى إضافة من نترات الفضة ليعطى راسب مع الهاليدات والزيادة تعابير بطريقة الخلف مقابل محلول ثيوسيانات القياسى. ومن هذه الطريقة نوصى فى مثل هذه التقديرات بترشيح كلوريد الفضة، بسبب ربما يتفاعل مع ثيوسيانات البوتاسيوم ليعطى أقل ذوباناً لثيوسيانات الفضة. ويحدث هذا التفاعل قبل أن يتم تفاعل كل من ثيوسيانات والشب الحديدى.

تجربة :

توجد أدلة أخرى بإستخدام الأصباغ (أصباغ حمضية— مثل الأيوسين، وقاعدية الرودامين B). وهذه الطريقة تعرف بطريقة الإمتزاز. لفاجان.

تجربة : تقدير نترات الفضة بطريقة مور :

النظرية : جفف ملح كلوريد الصوديوم لمدة ساعة (100 – 120°C) وبعد التبريد فى مجفف أوزن 1.461 جرام ثم أوضع فى ماء مقطر فى دورق حجمى 250 مل وخفف بالماء حتى العلامة. خذ 10 مل (بالضبط) من المحلول ثم أضف 1 مل من الدليل. محلول ثم عاير مع محلول نترات الفضة من السحاحة ثم رج المحلول بإستمرار فى الحال راسب أبيض من كلوريد الفضة (راسب أحمر من كرومات الفضة). إستمر فى إضافة النترات حتى يتم ثبات اللون الأحمر من كرومات الفضة. كرر التجربة عدة مرات بنفس الحجم. كرومات البوتاسيوم لا تستعمل فى الحامض حيث يذوب كرومات الفضة فلا يظهر اللون الأحمر البنى ولو كان محلول قلوياً فيعطى أكسيد الفضة Ag_2O .

$$N \times V = \bar{N} \times \bar{V} \quad \text{العلاقة : بإستخدام العلاقة}$$

يمكن تعيين العيارية.

تجربة : تعيين الفضة فى السبيكة (الشب). طريقة فولهارد :

زن 0.5 جرام من السبيكة فى 250 مل دورق. أذب فى 15 مل من 6 مولار من حمض النتريك. ضع قمع فوق الدورق ثم سخن ببطء حتى

أكسيد النتروجين يتصاعد. ثم أوضع فى دورق آخر نفس الكمية السابقة. فى الدورق الأول برد المحلول ثم خفف إلى 50 مل من الماء المقطر ثم أضف 5 مل من الشب الحديد - محلول دليل. ثم عاير مع محلول ثيوسيانات القياسى مع رج الدورق. ليعطى لون أحمر - بنى . ثم إحسب % الفضة فى العينة فى الشب. أعد التجربة مرة أخرى.

الحسابات :

بإستخدام المعادلة المستخدمة لتقدير النحاس فى خراطة النحاس مع إختلاف العامل للفضة غير النحاس.

تجربة : تقدير مخلوط من كلوريد الصوديوم وحمض الهيدروكلوريك :

هذه التجربة من سياق ما تم إجراؤه سابقاً.

يكون المطلوب من الأدوات :

1- محلول من هيدروكسيد الصوديوم - قياسى 0.1 ع. لقياس حمض الهيدروكلوريك.

2- محلول نترات الفضة قياسية 0.1 ع. لقياس الكلوريدات الكلية.

الأدلة ، الميثيل البرتقالى فى حالة المعايرة التعادل.

كرومات البوتاسيوم فى حالة المعايرة بالترسيب.

وبالحساب من إجراء العيارات ، يمكن إيجاد تركيز كل من

كلوريد الصوديوم وتركيز حمض الهيدروكلوريك فى المخلوط.

*** **