



التحليل الحجمي Volumetric Analysis

كلية العلوم / قسم الكيمياء

المرحلة الاولى / الكورس الاول

العام الدراسي ٢٠٢٣-٢٠٢٤

اعداد مدرس المادة:

م.م. هيفاء محمد عتاوي

م.م. مريم سلوان نعمان

م.م. سري أكرم احمد

التحليل الحجمي
م.م.ريم سلوان
م.م.هيفاء محمد عتاوي
م.م.سرى أكريم احمد

Volumetric Analysis التحليل الحجمي

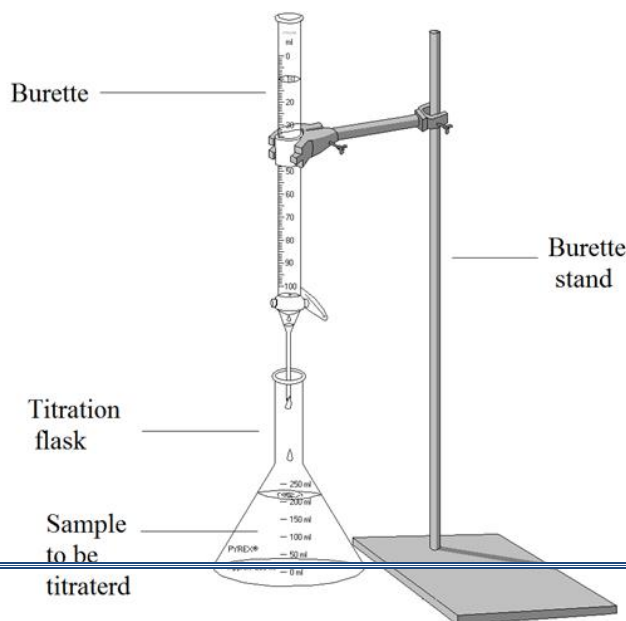
يعتبر التحليل الحجمي احد الطرق المفيدة في الكيمياء التحليلية حيث تتصف بأنها طريقة سريعة وذات دقة جيدة وهو قياس حجم المادة المطلوبة (المستهلكة) باستخدام محلول قياسي في عملية التسحيح وتعتبر طرق التحليل الحجمي اسهل واسرع بشكل عام من طرق التحليل الوزني حيث يعتمد التحليل الحجمي على عملية التسحيح أو ما تُسمى بالمعايرة . Titration

التسحيح Titration:

هي عملية اضافة تدريجية للمحلول القياسي من السحاحة الى المحلول المجهول المراد تقديره في الدورق المخروطي او العكس مع وجود الدليل في الدورق، ولغرض اتمام عملية التسحيح بشكل دقيق يجب ان يكون التفاعل بين المحلولين تام وسريع وان لا تكون هناك متداخلات جانبية كما يمكن التعبير عن هذا التفاعل بمعادلة كيميائية موزونة ويجب ان يظهر المحلول تغير في والوصول الى راسب

صفاته عند اكمال التفاعل

نقطة النهاية كتغير اللون او تكوّن



المحلول القياسي Standerd Solution:

وهو محلول معلوم التركيز بشكل دقيق ويبقى تركيزه ثابت لا يتغير مع مرور الزمن.

اولاً:- صفات المحلول القياسي:

- 1- ان يبقى ذو تركيز ثابت ولا يتاثر بعوامل الجو او الضوء.
- 2- تفاعل المحلول القياسي مع المادة المراد تقديرها تفاعل سريع وأني وتام غير عكسي للحصول على نقطة تكافؤ واحدة.
- 3- يمكن التعبير عن التفاعلات بالمعادلات الكيميائية الموزونة.
- 4- ان يعطي كاشف المحلول القياسي نقطة تكافؤ واضحة.

ثانياً:- شروط المادة القياسية الاولية:

- 1- ان تكون المادة على درجة عالية من النقاوة.
- 2- ان يكون تفاعلها مع المادة المراد معرفة تركيزها سريع وتام كما يجب ان تكون قابلة على الذوبان في المذيب المستعمل ضمن ظروف التجربة.
- 3- يفضل ان تكون متوفرة ورخيصة الثمن وغير سامة.
- 4- ان تكون ذات وزن مكافئ عالي لتقليل نسبة الخطأ في الوزن.
- 5- يجب ان تكون ثابتة ومستقرة بدرجة حرارة الغرفة وغير متميعة ولا تتأثر بالجو او الضوء.

هناك نوعان من المحاليل القياسية:

- 1- محلول قياسي اولي (محلول معلوم التركيز).
- 2- محلول قياسي ثانوي (وهو محلول مجهول التركيز يمكن ايجاد تركيزه عن طريق معايرته مع المحلول القياسي الاولي).

الدلائل Indicators:

الدليل هو مادة عضوية تستخدم في عملية التسحيح للحصول على نقطة نهاية التفاعل عن طريق تغير لون الدليل المستخدم او يكون راسب. حيث يجب ان يكون الدليل ذو حساسية عالية ويعطي تغير واضح عن الوصول لنقطة نهاية التفاعل ومن الدلائل الاكثر استخداماً في عملية التسحيح هي الفينونفثالين والمثيل البرتقالي والمثيل الاحمر.

نقطة التكافؤ Equivalent Point:

هي النقطة التي يكون عندها كمية المحلول القياسي مكافئة لكمية المادة المجهولة.وغير نقطة لا يمكن تحسسها او رؤيتها.

نقطة نهاية التفاعل End Point:

هي النقطة التي يتوقف عندها التسحيح والتي عندها يحصل تغير ملحوظ في خواص الدليل المستخدم وملاحظتها بشكل واضح.

الادوات الزجاجية المستخدمة في عملية التسحيح:

- ١- السحاحة Burette
- ٢- دورق مخروطي Conical flask
- ٣- كأس Beaker
- ٤- اسطوانة مدرجة graduated cylinder
- ٥- قمع Funnel
- ٦- قنينة الغسل wash bottle
- ٧- الماصة Pipette
- ٨- مائة الماصة Pipette filler
- ٩- قطارة Dropper

المحاضرة الثانية :

تسحيحات التعادل :

يعتمد هذا النوع من المعايريات على تفاعل ايون الهيدروجين الناتج من تأين الحمض مع ايون الهيدروكسيد الناتج من تأين القاعدة ليكون جزيئ ماء وملح وهذا ما يطلق عليه تفاعل التعادل , وعلى هذا الأساس يكون ناتج تفاعل الحمض مع القاعدة ملحاً وماء على حسب درجة قوة الحامض والقاعدة وضعفهما وهذا الناتج يكون عند نقطة التكافؤ او نقطة النهاية

عند معايرة حامض مع قاعدة قياسية ينخفض تركيز الحامض بشكل تدريجي في وعاء التحليل و بذلك تزداد قيمة PH حتى الإقتراب من نقطة التكافؤ التي يكون التغير حولها حادا و مفاجئا ، بعدها يختفي الحامض تماما و يصبح الوسط قلويا و تزداد قيمة pH ببطء مع ازدياد كمية القلوي المضافة.

في تفاعلات التعادل عند معايرة الحامض مع القاعدة لابد من وجود دليل معين ومناسب لكل نقطة تعادل، ونستخدم هنا أدلة التعادل Indicators Neutralization التي تعرف ايضا بأدلة الاحماض والقواعد base Acid indicators حيث إن هذه الأدلة تكون على عدة أنواع ومنها الأدلة البسيطة مثل الفينولفثالين ، أو الميثيل البرتقالي.

• دليل الفينولفثالين :

ويرمز له (ph.ph) وهو عبارة عن حامض ضعيف يتغير لونه في مجال pH حيث يكون عديم اللون عند قيم pH أقل من ٨ أو تساوي ٨ (الشكل الحامضي غير المتأين). ويأخذ اللون الأحمر (او الوردي) عند قيم pH أكبر من ١٠ أو يساوي ١٠ .

• وظيفة الدليل في معايريات التعادل :

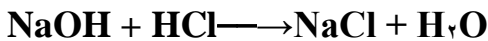
يستخدم الدليل لغرض التعرف على نقطة التكافؤ (نقطة نهاية التفاعل) وتكون قيمة pH التعادل تساوي ٧ في حالة الحامض القوي والقاعدة القوية ، أما إذا كان الحامض قوياً و القاعدة ضعيفة فإن pH تكون أقل من ٧ بينما في حالة تعادل الحامض الضعيف مع القاعدة القوية فإن pH أكبر من ٧ .

التجربة الاولى : تقدير تركيز هيدروكسيد الصوديوم NaOH بمعايرته بمحلول قياسي ثانوي من حمض الهيدروكلوريك

HCl

تهدف هذه التجربة إلى تعيين تركيز محلول هيدروكسيد الصوديوم وذلك بمعايرته مع محلول كاشف من حمض الهيدروكلوريك القياسي معلوم التركيز (٠.١ N) حيث يتفاعل هيدروكسيد الصوديوم مع حمض الهيدروكلوريك وفقاً للمعادلة التالية :

التحليل الحجمي
م.م.ريم سلوان
م.م.هيفاء محمد عتاوي
م.م.سرى أكريم احمد



وعند نقطة النهاية يكون الوسط متعادلاً وباستخدام دليل الفينولفتالين فإن لونه عند هذه النقطة يتغير من الأحمر الوردي في الوسط القاعدي إلى عديم اللون.

المواد المستخدمة في التجربة :

١- حامض الهيدروكلوريك القياسي HCl

٢- هيدروكسيد الصوديوم NaOH

٣- دليل الفينولفتالين Ph.Ph

طريقة العمل :

١- نحضر حمض الهيدروكلوريك بتركيز (٠.١ N) ويعتبر كمحلول قياسي ثانوي

س/ لماذا يعتبر حمض الهيدروكلوريك قياسي ثانوي ؟

٢- نحضر محلول مجهول من هيدروكسيد الصوديوم

٣- نحضر دليل الفينولفتالين

م/ يتم تحضير دليل الفينولفتالين بإذابة ٠.١ غرام من الدليل في ٨٠ مل من الايثانول ٩٦% ثم يكمل الحجم بالماء المقطر لحد العلامة في قنينة حجمية سعة ١٠٠ مل.

٤- نملئ السحاحة بحامض HCl

٥- ننقل ١٠ مل من هيدروكسيد الصوديوم الى دورق مخروطي ونضع ٣ قطرات من الدليل سنلاحظ تغيير لون المحلول الى الوردي.

٦- نبدأ بعملية التسحيح قطرة فقطرة مع الرج المستمر حتى يتغير لون المحلول من الوردي الى عديم اللون دليل على انتهاء التفاعل وتغير الوسط من القاعدي ثم متعادل ثم الى الحامضي.

٧- نحسب حجم الحامض النازل من السحاحة

٨- نطبق قانون التكافؤ لحساب تركيز هيدروكسيد الصوديوم

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

المحاضرة الثالثة :

التجربة الثانية : تعيين حامض الخليك في الخل التجاري (تسحيحات التعادل)

حامض الخل المعروف أيضا باسم حمض الإيثانويك وصيغته CH_3COOH ، وهو مركب كيميائي عضوي وهو الذي يعطي الخل طعمه الحامض ورائحته النفاذة.

الخل : هو مزيج من مواد عضوية مثل حامض الخليك والاسترات وغيرها ويكون على نوعين:

- ١- الخل الطبيعي الملون يكون ناتج من تخمر الفواكه مثل العنب والتمر , نسبة حامض الخليك فيه (٦-١٠ %)
- ٢- الخل الصناعي غير الملون وهو ناتج من تفاعلات كيميائية يتم انتاجه معمليا ويستخدم للاغراض الطبية والصناعية , نسبة حامض الخليك فيه ٥%

- عند تعيين نسبة حامض الخليك بالخل نستخدم الخل الصناعي لانه عديم اللون وبالتالي يتم الكشف بسهولة عن نقطة نهاية التفاعل عند تغير لون الدليل
- في تجربة تعيين نسبة حامض الخليك في الخل الصناعي يتم اضافة دليل الفينولفثالين الى الخل المخفف بالماء وتحول المحلول عند تسحيحه مع هيدروكسيد الصوديوم من عديم اللون الى وردي دلالة على الوصول لنقطة نهاية التفاعل.

المواد المستخدمة في التجربة :

- ١- خل تجاري عديم اللون
- ٢- هيدروكسيد الصوديوم كمحلول قياسي ثانوي
- ٣- دليل الفينولفثالين

طريقة العمل :

- ١- نحضر محلول ٠.١N من هيدروكسيد الصوديوم
- ٢- ننقل ٥ مل من الخل إلى قنينة حجمية أو ورق مخروطي سعة ٥٠ مل ونكمل الحجم للعلامة بالماء المقطر.
- ٣- ننقل ١٠ مل فقط من المحلول اعلاه الى الدورق المخروطي
- ٤- نضع ٣ قطرات من دليل الفينولفثالين (يبقى لون الوسط عديم اللون)
- ٥- نبدأ بتسحيح قطرة فقطرة مع الرج المستمر حتى يتحول الوسط من عديم اللون الى اللون الوردي دليل على انتهاء التفاعل
- ٦- نحسب حجم هيدروكسيد الصوديوم النازل من السحاحة
- ٧- نطبق قانون النسبة المئوية لحساب نسبة الخل في الخل التجاري

$$\% = \frac{N(\text{NaOH}) * V(\text{NaOH}) * \text{meq}(\text{الخل}) * \text{التخفيف عامل} * 100}{\text{حجم النموذج}}$$

المحاضرة الرابعة :

تسحيحات الترسيب

تسحيحات الترسيب : هي نوع من انواع التسحيحات تتضمن عملية إضافة عامل مرسب الى محلول الايون المراد تقديره فيتكون راسب شحيح الذوبان.

مميزات تسحيحات الترسيب:

١- سرعة الوصول الى حالة التوازن (نقطه انتهاء التفاعل)

٢- الدقة لان العامل المرسب يكون متخصصا لترسيب الايون المجهول التركيز في العينة .

انواع تسحيحات الترسيب :

تقسم على حسب نوع الدليل المستخدم فيها

١- طريقة مور Moher's method : نوع الدليل المستخدم كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4

٢- طريقة فاجان Fajan's method : نوع الدليل المستخدم هو دليل الفلورسين

٣- طريقة فولهارد Volhard's method: الدليل المستخدم ايونات الثايوسيانات SCN^- و ايون الحديدك Fe^{+3}

التجربة الثالثة : تقدير ايون الكلوريد بطريقة مور

تستخدم طريقة مور لتقدير الهاليدات (فلور F , كلور Cl , بروم Br , ويود I) ويستعمل كرومات البوتاسيوم كدليل لإعطاء راسب شحيح الذوبان بلون معين.

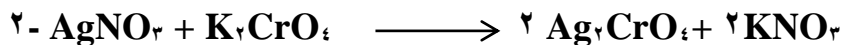
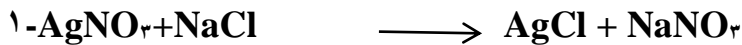
يتم تقدير ايون الكلوريد في طريقة مور باستخدام محلول قياسي ثانوي من نترات الفضة

س/ لماذا تعتبر نترات الفضة مادة قياسية ثانوية وليست اولية ؟

التحليل الحجمي
م.م.ريم سلوان
م.م.هيفاء محمد عتاوي
م.م.سرى أكريم احمد

ج/ لان نترات الفضة حساسة للضوء ولا تنطبق عليها شروط المادة القياسية الاولية فتتحول الى اللون الاسود بسبب أكسدتها عند تعرضها للضوء.

معادلات التفاعل في التجربة :



في المعادلة رقم ١ نترات الفضة القياسي تتفاعل في المرحلة الاولى مع كلوريد الصوديوم المجهول التركيز فيتكون راسب ابيض من كلوريد الفضة , وعند إنتهاء كلوريد الصوديوم سوف تتفاعل نترات الفضة مع دليل كرومات البوتاسيوم فيتكون راسب احمر اللون كدليل على وصول الى نقطة انتهاء التفاعل (معادلة رقم ٢)

س/ لماذا كلوريد الفضة يترسب قبل كرومات الفضة ؟

ج/ لان حاصل الإذابة له اقل من حاصل الإذابة لكرومات الفضة لذلك يترسب اولاً

المواد المستخدمة:

١- نترات الفضة كمحلول قياسي ثانوي (AgNO_3)

٢- كلوريد الصوديوم NaCl

٣- دليل كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4

طريقة العمل :

١- تحضير (0.05N) من نترات الفضة كمحلول قياسي ثانوي

٢- تحضير محلول مجهول من كلوريد الصوديوم

٣- تحضير ٢% من كرومات البوتاسيوم

٤- نملئ السحاحة بمحلول نترات الفضة

٥- ننقل ٥ مل من كلوريد الصوديوم الى دورق مخروطي ونضيف له ٥ قطرات من دليل كرومات البوتاسيوم (نلاحظ تغيير لون المحلول الى الاصفر)

٦- نبدأ بالتسحيح قطرة فقطرة من نترات الفضة نلاحظ تكون راسب ابيض من كلوريد الفضة الشحيح الذوبان

٧- نستمر بالتسحيح حتى يتكون راسب احمر اللون نتيجة تفاعل نترات الفضة مع كرومات البوتاسيوم عندها نوقف التفاعل كدليل على نقطة انتهاء التفاعل

٨- نحسب حجم نترات الفضة النازل من السحاحة (المستهلك)

٩- نطبق قانون التكافؤ لإيجاد تركيز كلوريد الصوديوم

$$\text{N}_1 \text{V}_1 = \text{N}_2 \text{V}_2$$

المحاضرة الخامسة :

طريقة فاجان

هي النوع الثاني من معايير الترسيب وتستخدم ايضا لتقدير الهاليدات (فلور F , كلور Cl , بروم Br , ويود I) بأستخدام دليل الإدمصاص دليل الفلورسين

*دليل الفلورسين : هو صبغة عضوية تتأين جزيئاته في المحاليل المائية فيظهر بلون اخضر مصفر في الوسط المائي ويتكون ملح شحيح الذوبان وردي اللون مع ايون الفضة

*ظاهرة الإدمصاص: هو تراكم الذرات او الجزيئات على سطح المادة ولا تدخل في حجم المادة .

بمعنى لون دليل الفلورسين الوردي مع ايون الفضة يظهر على سطح محلول ايون الكلوريد فقط وهذا دليل على انتهاء التفاعل(نقطة نهاية التفاعل)

التجربة الرابعة : تقدير ايون الكلوريد بطريقة فاجان

يتم تقدير ايون الكلوريد في طريقة فاجان باستخدام محلول قياسي ثانوي من نترات الفضة
المواد المستخدمة:

- 1- نترات الفضة كمحلول قياسي ثانوي ($AgNO_3$)
- 2- كلوريد الصوديوم NaCl
- 3- دليل الفلورسين

طريقة العمل :

- 1- تحضير ($0.05N$) من نترات الفضة كمحلول قياسي ثانوي
- 2- تحضير محلول مجهول من كلوريد الصوديوم
- 3- تحضير 2% من دليل الفلورسين
- 4- نملئ السحاحة بمحلول نترات الفضة
- 5- ننقل 10 مل من كلوريد الصوديوم الى ورق مخروطي ونضيف له 1 مل من دليل الفلورسين

- ٦- نبدأ بالتسحيح قطرة قطرة من نترات الفضة مع الرج المستمر نلاحظ تكون راسب ابيض من كلوريد الفضة الشحيح الذوبان
- ٧- نستمر بالتسحيح حتى ظهور اللون الوردي على سطح المحلول فقط عندها نوقف عملية التسحيح
- ٨- نحسب حجم نترات الفضة النازل من السحاحة (المستهلك)
- ٩- نطبق قانون التكافؤ لإيجاد تركيز كلوريد الصوديوم

$$N1V1=N2V2$$

المحاضرة السادسة :

طريقة فولهارد

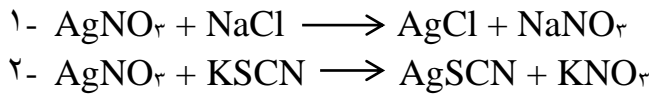
هي النوع الثالث من معايرات الترسيب وتستخدم هذه الطريقة اساسا في تقدير الفضة بمعايرتها بمحلول قياسي من الثيوسيانات ويستخدم في هذه الطريقة ايون الحديدك كدليل.

ويجب ان تجري المعايرة في وسط حامضي حتى تمنع تمييه ايونات الحديد الثلاثي , ويمكن ان تظهر نقطة التكافؤ مبكرة وذلك لان الثيوسيانات الفضة لها ميل لادمصاص ايون الفضة الموجودة حولها ، ويمكن التغلب على هذه الصعوبة بالرج الشديد اثناء المعايرة حتى الحصول على لون ثابت لا يتغير.

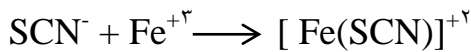
التجربة الخامسة : تحليل عينة من ملح الطعام بطريقة فولهارد

في هذه الطريقة تضاف كمية زائدة ومعلومة من نترات الفضة القياسي الى محلول عينة الكلوريد حتى يتفاعل كل الكلوريد الموجود في العينة ثم تعابير الزيادة من الفضة بمحلول الثيوسيانات القياسي

معادلات التجربة :



وعند نقطة التكافؤ :



المواد المستخدمة:

- ١- نترات الفضة كمحلول قياسي ثانوي ($AgNO_3$)
- ٢- كلوريد الصوديوم $NaCl$
- ٣- ثيوسيانات البوتاسيوم

٤- الدليل ايون الحديد الثلاثي

٥- حامض النتريك

طريقة العمل :

١- تحضير (٠.٠٥N) من نترات الفضة كمحلول قياسي ثانوي

٢- تحضير محلول مجهول من كلوريد الصوديوم

٣- نملئ السحاحة ١ بمحلول نترات الفضة القياسي وسحاحة ٢ بمحلول ثيوسيانات البوتاسيوم القياسي

٤- ننقل ١٠ مل من كلوريد الصوديوم الى دورق مخروطي ونضيف له ١ مل من دليل الفلورسين

٥- نضيف بواسطة السحاحة ٢٥ مل من نترات الفضة القياسي الى محلول الكلوريد في الدورق

٦- نضيف ٣ مل من حامض النتريك بتركيز ٦N

٧- نضيف ٣ مل من دليل ايون الحديد الثلاثي

٨- نعاير الزيادة من محلول نترات الفضة الموجودة في الدورق مع الثيوسيانات حتى الوصول الى نقطة التكافؤ (ظهور

لون احمر)

٩- نحسب حجم الثيوسيانات اللازم لمعايرة الزيادة من نترات الفضة.

١٠ - نحسب تركيز كلوريد الصوديوم في العينة بتطبيق قانون التكافؤ

$$N^1V^1 = N^2V^2$$

المحاضرة السابعة :

معايير الأكسدة والاختزال

عملية الأكسدة :

هي العملية التي تفقد فيها الذرة أو الجزيء أو الأيون الكترولون أو أكثر أي عملية فقد الكترولونات أو زيادة في عدد التأكسد للذرة النشطة.

عملية الأختزال :

هي العملية التي تكتسب فيها الذرة أو الجزيء أو الأيون الكترولون أو أكثر أي عملية إكتساب الكترولونات أو فقد في عدد التأكسد للذرة النشطة.

*عملية الأكسدة ملازمة لعملية الأختزال إي لا تحدث عملية اكسدة بدون اختزال والعكس صحيح إذ لا يحدث اختزال بدون تأكسد ولا يحدث تأكسد بدون اختزال كذلك يجب أن يكون عدد الالكترولونات المفقودة مساوي لعدد الالكترولونات المكتسبة.

- العامل المؤكسد :

هي المادة التي لها ميل لاكتساب الإلكترولونات أي أنها تؤكسد المواد المتفاعلة معها ويحدث له اختزال في نفس الوقت.

-العامل المختزل :

هو المادة التي لها ميل لفقد إلكترولونات أي أنها تختزل المواد المتفاعلة معها ويحدث له أكسدة.

معايير الأكسدة والأختزال :

تتضمن هذه المعايير معايرة محلول عامل مؤكسد بمحلول قياسي من عامل مختزل أو العكس وكلما كان الفرق في قوة الأكسدة والإختزال بين العاملين كبيراً كلما كان التفاعل تاماً وبالتالي كلما كانت المعايرة أكثر نجاحاً.

أمثلة على العوامل المؤكسدة :

- ١- العناصر اللافلزية مثل (F_٢, I_٢, Cl)
- ٢- الأيونات ذات حالات التأكسد العالية مثل Cu^{+٢}
- ٣- الحوامض الاوكسجينية مثل HNO_٣, H_٢SO_٤
- ٤- املاح الحوامض الاوكسجينية مثل KMnO_٤

امثلة على العوامل المختزلة :

- ١- العناصر الفلزية مثل (الصوديوم Na والليثيوم Li)
- ٢- الايونات ذات حالات التأكسد الواطئة مثل Cu^{+١}
- ٣- الحوامض غير الاوكسجينية مثل (HCl, HF, HI)
- تعتبر برمنغنات البوتاسيوم من اقوى العوامل المؤكسدة .

ومن عيوب معايرات الأكسدة والإختزال في التطبيقات العملية ميلها إلى البطئ لذلك تحتاج الي توفير حافز مناسب لزيادة سرعة التفاعل، فمثلاً أن أفضل طريقة لمعايرة المحلول Ce^{+٤} السيريوم الرباعي هي المعايرة مع المادة القياسية الأولية كأكسدة الزرنينخ ويستخدم فينثرولين كدليل لهذه المعايرة وهذا التفاعل بطيء جداً فإن النتائج التي يتم الحصول عليها تكون غير مرضية ولكن عند إضافة أكسيد الازوميوم (OsO_٤) فإنه يعمل كحافز بتالي تصبح سرعة التفاعل مناسبة و نحصل علي نتائج جيدة ومن الصعب أن نعمم مواصفات المحفز المفيد لتفاعلات الأكسدة والإختزال ففي بعض التفاعلات يقوم الحمض بمهمة الحافز وفي تفاعلات أخرى تقوم القاعدة أو الأيونات الفلزية بمهمة الحافز وهناك بعض التفاعلات سريعة لا تحتاج إلى حافز.

تفاعلات الأكسدة والإختزال المناسبة للتطبيقات العملية في التحليل الكمي الحجمي(المعايرات) يجب إن تتوافر فيها بعض الشروط منها :

- ١- عدم حدوث تفاعلات جانبية في هذا التفاعل
- ٢- أن يكون التفاعل سريعاً وغير عكسي ويكتمل عند نقطة التكافؤ النهائية
- ٣- استخدام دليل مناسب أو أي طريقة أخرى لتحديد نقطة التكافؤ بسهولة.

المحاضرة الثامنة :

التجربة السادسة : تقدير برمغنات البوتاسيوم باستخدام محلول قياسي من اوكزالات الصوديوم

تعتبر برمغنات البوتاسيوم من اقوى العوامل المؤكسدة وتعتمد قوة الاكسدة لها على PH الوسط فكلما كان الوسط حامضي كلما زادت اكسدة برمغنات البوتاسيوم بأعطاء ٥ الكترولونات للمادة الاخرى

س١ / لماذا يتم تحميض وسط التفاعل في هذه التجربة بحامض اوكسجيني مثل حامض الكبريتيك او حامض النتريك ؟

س٢ / هل يجوز استخدام حامض الهيدروكلوريك في هذه التجربة بدل من حامض الكبريتيك ؟

- تعتبر برمغنات البوتاسيوم دليل ذاتي لنفسها في هذه التجربة وذلك لان البرمغنات لها حالات تأكسدية مختلفة وكل حالة تأكسدية لها لون مميز فمثلا عند الحالة التأكسدية +٧ تكون بلون بنفسجي وعند تفاعلها مع اوكزالات الصوديوم وتحولها الى الحالة التأكسدية +٢ (عملية أكسدة) تتحول الى عديمة اللون وذلك لا تحتاج الى دليل للكشف عن نهاية التفاعل
 - تعتبر برمغنات البوتاسيوم مادة قياسية ثانوية وليست اولية وذلك لأنها حساسة للضوء تتغير بالظروف الخارجية فتتأكسد الى اوكسيد المنغنوز عند تعرضها للضوء (أي لا تنطبق عليها شروط المادة القياسية الاولية)
 - يجب تسخين وسط التفاعل في هذه التجربة عند درجة حرارة (٦٠-٨٠C) وذلك لطرد الغازات الناتجة والمحافظة على برمغنات البوتاسيوم من التأكسد.
- م/ من الضروري الحفاظ على مدى الحرارة ثابتا اثناء عملية التسحيح لمنع ظهور اوكسيد المنغنوز البني اللون

المواد المستخدمة :

- ١- اوكزالات الصوديوم ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) محلول قياسي اولي
- ٢- برمنغنات البوتاسيوم KMnO_4
- ٣- حامض الكبريتيك H_2SO_4

طريقة العمل :

- ١- نحضر 0.1M من اوكزالات الصوديوم
- ٢- نحضر محلول من برمنغنات البوتاسيوم
- ٣- نحضر 2M من حامض الكبريتيك
- ٤- ننقل 5ml من الاوكزالات الى دورق مخروطي
- ٥- نضيف 5ml من حامض الكبريتيك.
س/ لماذا يتم اضافة حامض الكبريتيك؟
- ٦- نضيف 10ml ماء مقطر و 3 قطرات من برمنغنات البوتاسيوم نلاحظ تلون لون المحلول باللون الوردي
- ٧- نسخن وسط التفاعل ($60-80$) م حتى يختفي لون البرمنغنات الوردي.
- ٨- نملئ السحاحة بمحلول برمنغنات البوتاسيوم
- ٩- نبدأ بالتسحيح قطرة قطرة مع الرج المستمر حتى ظهور لون البرمنغنات الوردي دليل على انتهاء التفاعل
- ١٠ - نحسب حجم البرمنغنات النازل من السحاحة (الحجم المستهلك)
- ١١ - نطبق قانون التكافؤ لإيجاد تركيز برمنغنات البوتاسيوم المجهول

$$M_1V_1 = M_2V_2$$

ملاحظة مهمة :

- عدد تأكسد البرمنغنات $+7$ (لون وردي)
عدد تأكسد البرمنغنات $+2$ (عديم اللون)
عدد تأكسد البرمنغنات $+5$ (ازرق)

المحاضرة التاسعة :

معايير تكوين معقدات

تعتبر معايير تكوين المعقدات من أقدم الطرق الحجمية ومنها معايير اليود مع الزئبقوز (الزئبق الثنائي) الذي اكتشف سنة ١٨٣٤

في هذه المعايير يتحد الكاشف الذي غالباً ما يكون عامل تعقيد مخلبي (كلابي) مع المادة المعايرة (أيون الفلز) لينتج مركب معقد ذائب في الماء. ويقصد بعامل التعقيد المركب الذي يحتوي على أكثر من مجموعة قادرة على الارتباط بأيون الفلز بأكثر من رابطة. ومن الأمثلة على الكواشف المخلبية الإديتا (EDTA) بالإضافة إلى المعايير التي تتضمن نترات الزئبقيك وسيانيد الفضة وغيرها.

يمكن استخدام العديد من المتصلات أو المرتبطات كمواد معايرة في التحليل الكمي ويتفق تركيب هذه المعقدات مع الحسابات الكيميائية وذلك عند إضافة المادة المعايرة إلى محلول العينة المدروسة ، تشكل الأساليب التقنية المنبثقة في إجراء هذه المعايرة في المعمل نماذج من طرق المعايير الحجمية الكمية.

شروط معايير تكوين المعقدات:

- ١- أن يكون التفاعل سريعاً.
- ٢- أن يكون المعقد المتكون مستقرًا.
- ٣- عدم تداخل المواد الناتجة من التفاعل في عملية المعايرة.

٤- أن تكون لتكوين المعقد قليلة.

٥- توفر دليل مناسب لتحديد أو تميز نقطة نهاية التفاعل

المبادئ الأساسية لمعايير تكوين المعقدات:

(١) اختيار محلول معايير مناسب يتمنع بخصائص تمكنه من تكوين كلابات.

(٢) اختيار أفضل الظروف المناسبة التي يمكن أن تؤثر في المعايرة مثل ضبط (pH) في أثناء المعايرة ووجود متصلات أو مرتبطات منافسة.

(٣) اختيار طريقة مناسبة للكشف عن نقطة نهاية التفاعل.

يمكن تصنيف معايير تكوين المعقدات تبعا لطبيعة المتصلات الى الأتي:

- ١- معايير التي تستخدم فيها متصلات أحادية التسنن.
- ٢- معايير التي تستخدم فيها متصلات متعددة التسنن.

التجربة السابعة : ايجاد العسرة الكلية للماء بدلالة كاربونات الكالسيوم

عسرة الماء هو سبب وجود ايونات المغنسيوم او الكالسيوم في الماء وتقاس هذه الاملاح بوحدات الPPm وانواع العسرة هي :

١. العسرة المؤقتة : سبب تكونها هو وجود املاح كاربونات وبيكاربونات الكالسيوم والمغنيسيوم وتزال بالتسخين
٢. العسرة الدائمة: سبب تكونها وجود املاح كلوريدات وكبريتيدات الكالسيوم والمغنيسيوم وتزال باستخدام التفاعلات الكيميائية.

س١/ لماذا يجب ان يكون الوسط قاعدي في تجربة ازالة عسرة الماء ؟
ج/ لان معقدات EDTA تكون غير مستقرة في PH اقل من ١٠ .

س٢ / لماذا تقاس عسرة الماء في تجربة تقدير العسرة الكلية لماء الحنفية بدلالة كاربونات الكالسيوم؟
ج/ ١- لان الكالسيوم يتفاعل جميعه اولا مع EDTA ويكون معقد مستقر (Ca-EDTA)
٢- ثابت استقرار (Ca-EDTA) اكبر من ثابت استقرار (Mg-EDTA)

طريقة العمل

١- ننقل ٢٥ مل من ماء الحنفية الى الدورق الحجمي

التحليل الحجمي
م.م.ريم سلوان
م.م.هيفاء محمد عتاوي
م.م.سرى أكريم احمد

- ٢- نضع ١ مل من البفر (PH=١٠)
- ٣- نضع (١-٢) قطرة دليل الايروكروم الاسود
- ٤- نسحح مع EDTA حتى تلاحظ تحول لون المحلول من الاحمر الى اللون ازرق غامق .
- ٥- نحسب الحجم النازل من السحاحة
- ٦- نجري الحسابات لايجاد قيمة ppm