

م. مريم عبد الباري

جامعة البصرة

كلية الزراعة

تجارب الكيمياء التحليلية العملي

▪

مدرس المادة / م. مريم عبد الباري عريبي

الكيمياء التحليلية Chemistry Analytical

هي فرع من علم الكيمياء يهتم بالتقدير الكمي والنوعي للعناصر او المركبات المكونة للمادة المراد تحليلها وينقسم هذا الفرع إلى عدة طرق واساليب يمكن استخدامها ولكل منها استخداماته وأهميته وهما

١- التحليل النوعي أو الوصفي Qualitative Analysis هو مجموعة العمليات

التي يتم فيها الكشف عن تركيب المواد أو المركبات أو العناصر الداخلة في تركيب مادة معينة أو خليط من المواد سواء أكانت في الحالة الصلبة أو محلول في مذيب معين ولا يتعرض هذا التحليل إطلاقاً إلى كميات هذه المكونات

٢- التحليل الكمي Quantitative Analysis

ويبحث في تقدير كميات المكونات أو العناصر الداخلة في تركيب المركب الكيميائي أو الخليط ، ويتبين من هذا أن التحليل النوعي لمادة مجهولة التركيب يسبق عادة التحليل الكمي لها لانه لا يجوز تقدير مادة معينة تقديراً كمياً ما لم يتأكد من وجودها وصفيًا

يقسم التحليل الكمي على الأفرع التالية

أ- التحليل الكمي الحجمي Volumetric Analysis وهو موضوع دراستنا

يعتمد على قياس حجم المحلول المعلوم التركيز (القياسي) اللازم للتفاعل مع كمية أو حجم محدد من المادة المجهولة التركيز (المراد دراستها)

ب- التحليل الوزني Gravimetric Analysis

يعتمد على فصل العنصر أو المادة المطلوب تقدير كميتها بإحدى الطرق الكيميائية اعتماداً على خواصها

ج- التحليل الآلي

يعتمد على الصفات الفيزيائية و الكيميائية للمادة و على استخدام الآلات و الاجهزة لتحديد نوع و كمية المادة بدقة عالية

فوائد التحليل الكيميائي

أ- التعرف على المواد الكيميائية العضوية و غير العضوية

ب- تحديد بنية المادة الكيميائية و صيغتها الكيميائية

ت- تحديد جودة و صلاحية المواد المختلفة المستخدمة في صناعة الغذاء ، الدواء ، المواد الزراعية

التحليل الحجمي : هو احدى طرق التحليل الكمي يعتمد اساسا على قياس الحجم الذي

يستهلك في محلول الكاشف الكيمياوي و تركيز معلوم عند تفاعله كميًا مع محلول المكون المراد تقديره و التركيز المجهول

المعايرة :- هي العملية التي يتم فيها تحديد الحجم المستهلك من المحلول القياسي للوصول إلى التفاعل التام مع حجما محددًا من المحلول المجهول التركيز

نقطة التكافؤ و نقطة نهاية التفاعل

نقطة التكافؤ Equivalent pont

هي نقطة نظرية يصعب تحديدها بشكل عملي و هي تدل على لحظة التفاعل التام بين المحلول القياسي و المحلول المجهول ، أنها النقطة التي يتساوى عندها عدد المكافئات الغرامية للمحلول القياسي مع عدد المكافئات الغرامية للمحلول المجهول

نقطة نهاية التفاعل End pont

فهي النقطة العملية التطبيقية التي تحدد لحظة نهاية المعايرة نتيجة لتغيير مفاجيء في إحدى الخصائص الفيزيائية أو الكيميائية للمحلول كظهور لون أو تشكل راسب أو ذوبانه تغير في قيمة pH أو الحرارة النوعية أو شدة التيار الكهربائي و هي قريبة من نقطة التكافؤ النظرية قبلها أو بعدها

الدليل Indicator :

الدليل عبارة عن مركب كيميائي تتم إضافته أثناء المعايرة بكمية ضئيلة جدا تتسبب في إحداث تغيرا ملحوظا لإحدى الخصائص الفيزيائية أو الكيميائية للمحلول و يساهم في تحديد نقطة نهاية المعايرة و التي يجب أن تتطابق مع نقطة التكافؤ أو أن تكون قريبة جدا منها ما أمكن و عمليا يوجد فارق ضئيل جدا بين النقطتين يعبر عنه بخطأ الدليل و الدليل يختلف بحسب المعايرة كما سوف نرى ذلك لاحقا

المحلول القياسي :- هو محلول معلوم التركيز بدقة متناهية و لهذا يجب العمل بدقة أثناء تحضير المحاليل القياسية و ناه ستستخدم لاحقا لتحديد تركيز المواد المجهولة (أو العينات) مواصفات المادة القياسية :-

- 1- ثابتة لا يطرأ عليها أي تفكك أو تغير كيميائي مع الزمن
- 2- عالية النقاوة و أن تكون نسبة الشوائب فيها محددة بدقة
- 3- معروفة التركيب الكيميائي

مبدأ التحليل الكمي الحجمي و قانون المعايرة:

يتم تحديد تركيز المادة المجهولة (معلومة الحجم) باستخدام مادة قياسية معلومة التركيز و الحجم ، و بالاعتماد على قانون ماور الذي ينص على أنه يتم الوصول إلى نقطة التكافؤ عندما يتساوى عدد المكافئات الغرامية

$$\text{المحلل القياسي } N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2 \text{ المحلول المجهول}$$

حيث أن :

$$V_1 = \text{حجم المحلول المجهول بالملييلتر}$$

$$N_1 = \text{تركيز المحلول المجهول بالعياري (عدد المكافئات الغرامية في اللتر)}$$

$$V_2 = \text{حجم المحلول القياسي بالملييلتر}$$

$$N_2 = \text{تركيز المحلول القياسي بالعياري (عدد المكافئات الغرامية في اللتر)}$$

طرق التعبير عن التركيز

يتم التعبير عن كمية المادة المذابة في المحلول بعدة طرق منها

أ - التركيز الجزيئي M (المولاري :) و هو عدد المولات من المادة المذابة في لتر واحد من المحلول ،

المولارية تعطى بالعلاقة التالية

$$M = \frac{W}{M.Wt} \times \frac{1000}{V}$$

حيث تمثل V حجم المحلول المطلوب تحضيره بوحدة الملييلتر

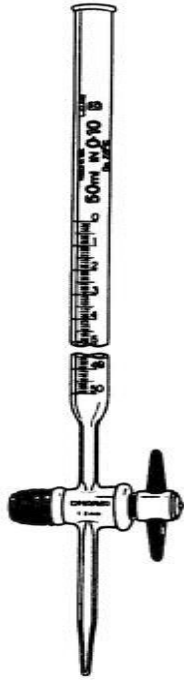
$$W = \text{وزن}$$

$$M.wt = \text{الوزن الجزيئي}$$

مريم عبدالباري

التركيز العياري N : عدد الاوزان المكافئة الغرامية من المادة المذابة في لتر من المحلول

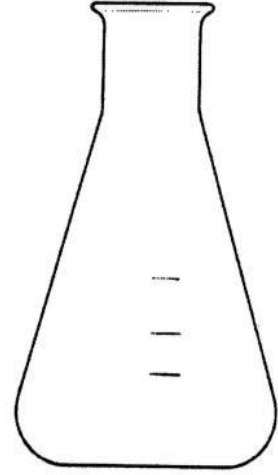
$$N = \frac{w}{\text{Eq.wt}} \times \frac{1000}{v}$$



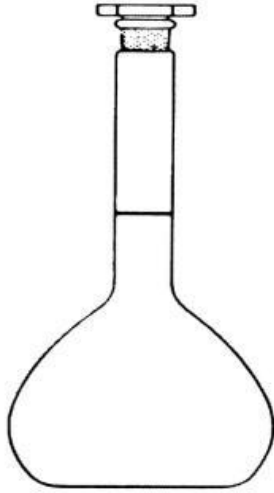
سحاحة



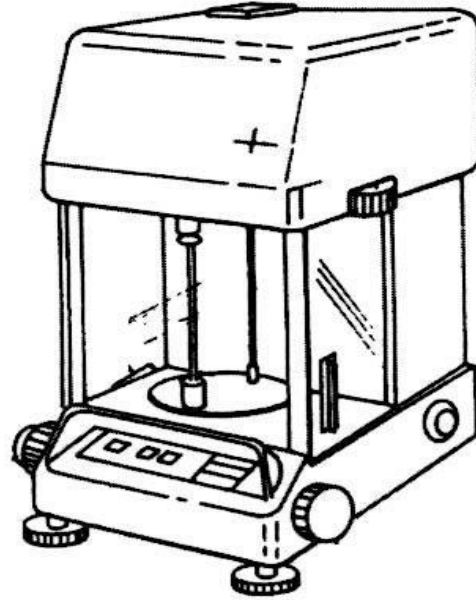
انبوبة مدرجة



دورق مخروطي



قنينة حجمية



ميزان

تجربة رقم (١)

اسم التجربة تعيين تركيز حمض الهيدروكلوريك (HCl) باستخدام
محلول قياسي من كربونات الصوديوم Na_2CO_3

كربونات الصوديوم اللامائية Na_2CO_3 عبارة عن بلورات بيضاء اللون قابلة للذوبان في الماء و تحضر صناعيا بنقاوة عالية و هو مركب ثابت في حالته الصلبة و هو غير شره للماء

سوف نقوم بتحضير 100 مليلتر من محلول كربونات الصوديوم القياسي تركيزه 0.1 مولار (مول / لتر)

حساب الكمية اللازمة للتحضير انظر إلى العبوة التي تحتوي على كربونات الصوديوم الصلبة و ستجد عليها اسم المركب و صيغته الكيميائية و الوزن الجزيئي و النقاوة و لتحضير المحلول المطلوب لا بد من القيام بالحسابات التالية:

أ – حساب الوزن الجزيئي لكربونات الصوديوم Na_2CO_3

$$106 = 23 \times 2 + 12 \times 1 + 16 \times 3$$

حساب كتلة كربونات الصوديوم اللازمة لتحضير 100 مليلتر بتركيز 0.1 مول / لتر

$$N = \frac{w}{\text{Eq.wt}} \times \frac{1000}{v}$$

الكتلة اللازمة = 1.06 جرام من كربونات الصوديوم

أي نأخذ 0.53 غرام من كربونات الصوديوم اللامائية و تحل بالماء المقطر داخل دورق عياري سعة 100 مليلتر حتى علامه التقعر للدورق فنحصل على محلول تركيزه 0.1 مول / لتر

تحضير محلول حامض الهيدروكلوريك

حمض الهيدروكلوريك المركز HCl هو حمض سائل حارق للجلد و للملابس كتلته المولية 36.46 تختلف محاليل حمض الهيدروكلوريك المركزة عن بعضها البعض بتركيزها التي تتبع

كثافة كل محلول وفقا للنسبة المئوية الوزنية/الحجمية لحمض الهيدروكلوريك فيها فمثلا يوجد بشكل نقي بتركيز 37% وزن/حجم و كثافته 1.18 غم / مول و يوجد بشكل تجاري أقل نقاوة بتركيز أدنى من 37% سوف نقوم في هذه التجربة العملية بتحضير محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك حجمه 100 مليلتر و تركيزه 0.1 مول / لتر و ذلك بالطريقة غير المباشرة

تحضير المحاليل

١- محلول حامض الهيدروكلوريك التجاري تركيزه 31.5-33% وزن /حجم وليكن 32% وكثافته 1.169 غم /مول

طريقة التحضير

يلزمنا معرفة صيغة الحامض ، الوزن الجزيئي للحامض ، نقاوته (أي تركيزه بالنسبة المئوية /الحجمية) ،كثافة الحامض ، و تؤخذ هذه المعلومات مباشرة من على عبوة الحامض المستخدم

حساب الوزن الجزيئي للحامض HCl

$$36.5 = 1 \times 1 + 1 \times 35.5$$

$$\text{Sp.gr} \times \% \times 1000$$

$$N = \frac{\text{Sp.gr} \times \% \times 1000}{\text{Eq. wt}}$$

Eq. wt

Sp.gr الوزن النوعي

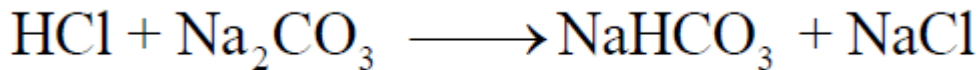
ثم نحسب عدد الملتترات حامض HCl المركز الواجب تخفيفها الى تركيز N 0.1 في حجم 500 مل من العلاقة التالية

$$N1 \times V1 = N2 \times V2$$

بعد التخفيف بعد التخفيف

$$N \times ? = 0.1 \times 500\text{ml}$$

يتفاعل حامض الهيدروكلوريك (HCl) مع كربونات الصوديوم (Na₂CO₃) كما يلي:



- ١- ورق مخروطي سعته (250ml)
- ٢- ماصة سعتها (10ml)
- ٣- سحاحة سعتها (50ml)
- ٤- حامض الكلور (HCl) المجهول التركيز.
- ٥- محلول كربونات الصوديوم (Na_2CO_3) معلوم التركيز (0.1M).
- ٦- كأسين سعة (100ml) أحدهما للحامض والآخر للقاعدة.
- ٧- قنينة غسيل بلاستيكية تملأ بالماء المقطر.
- ٨- دليل الفينولفتالين

طريقة العمل

- ١- اغسل السحاحة بالماء العادي ثم بالماء المقطر مرتين أو ثلاثاً .
- ٢- أملأ السحاحة مستخدماً قمع بمحلول حمض الهيدروكلوريك مجهول التركيز حتى يصل الحمض أعلاها ثم افتح صمام التحكم السفلي بالسحاحة لإنزال مستوى القاعدة بالسحاحة حتى العلامة صفر .
- ٣- اغسل ورقاً مخروطياً سعته (250ml) بالماء العادي ثم بالماء المقطر .
- ٤- اغسل ماصة سعتها (10ml) بالماء المقطر ثم بمحلول كربونات الصوديوم .
- ٥- اسحب (10ml) من محلول كربونات الصوديوم بالماصة ثم ضعها بالكامل في الدورق المخروطي ، وإذا بقي شيء من المحلول في نهاية الماصة فاحرص على إنزاله في الدورق.
- ٦- أضف قطرتين أو ثلاثاً من دليل المثيل البرتقالي إلى محلول كربونات الصوديوم بالدورق المخروطي فيصبح لونه أحمر وردي
- ٧- ابدأ المعايرة بإضافة محلول حامض الهيدروكلوريك الموجود بالسحاحة تدريجياً إلى محلول كربونات الصوديوم الموجود بالدورق المخروطي مع رج الدورق المخروطي باستمرار أثناء المعايرة.
- و عند نقطة النهاية (end point –e.p) والتي فيها تتحول جميع كربونات الصوديوم إلى بيكربونات الصوديوم يصبح دليل الفينولفتالين إلى اللون الأحمر أو البرتقالي
- ٨- سجل حجم محلول حامض الهيدروكلوريك الذي عايرت به والذي كان لازماً لتحويل لون دليل الفينولفتالين من الأحمر الوردي إلى عديم اللون

٩- كرر الخطوات السابقة ثلاثة مرات ثم سجل حجم الحمض الذي عايرت به .وجد
معدل القرات الثلاث

**ثانياً : حساب تركيز حمض الهيدروكلوريك (HCl) باستخدام
نتائج دليل الميثيل البرتقالي**

$$V_{2 (HCl)} = \text{all } Na_2CO_3$$

$$(N \times V)_{\text{acid}} = (N' \times V')_{\text{base}}$$

$$(N \times V_2)_{\text{acid}} = (N' \times V')_{\text{base}}$$

$$(N \times V_2)_{HCl} = (N' \times V')_{Na_2CO_3}$$

$$N_{HCl} = \frac{(N' \times V')_{Na_2CO_3}}{V_{2 (HCl)}}$$

$$N_{HCl} = \frac{(0.1 \times 10)_{Na_2CO_3}}{V_{2 (HCl)}}$$

$$N_{HCl} = \frac{0.1 \times 10}{\dots\dots\dots}$$

$$N_{HCl} = \dots\dots\dots$$

تجربة رقم (2)

**اسم التجربة : تحضير ومعايرة محلول (0.1 N) من محلول هيدروكسيد
الصوديوم**

هيدروكسيد الصوديوم NaOH يوجد بشكل حبيبات بيضاء صلبة و هو من المواد التي تمتص
الرطوبة من الجو و كذلك بعض الغازات الحمضية من الجو لهذا تحضر محاليل هيدروكسيد
الصوديوم القياسية بالطريقة غير المباشرة ، و يجب الإنتباه إلى عدم حفظ المحاليل هيدروكسيد
الصوديوم القياسية لفترة طويلة في اواني الزجاجية و خاصة إذا كانت مركزة ، كما يجب عدم
ترك هذه المحاليل معرضة للهواء الجوي أو قرب أماكن حفظ الحوامض المركزة

تحضير محلول هيدروكسيد الصوديوم

يستعمل هيدروكسيد الصوديوم وماشابهه من القواعد القوية الذائبة في الماء للحصول على محاليل قاعدية قياسية ولكن لا يمكن تحضير هذه المحاليل باذابة الهيدروكسيدات الصلبة مباشرة في حجم معين من الماء المقطر نظرا لعدم امكانية الحصول عليها بصورة نقية جداً من جهة ولتأثيرها بالمحيط من جهة اخرى حيث انها تمتص الرطوبة من الجو وعندئذ تحتوي دائماً على الكربونات لتفاعلها مع ثاني اوكسيد الكربون الموجود في الجو .

طريقة العمل :

١- لتحضير محلول هيدروكسيد الصوديوم يلزمنا معرفة صيغته الكيميائية و نقاوة المادة و الوزن الجزيئي و كل تلك المعلومات يمكن الحصول عليها مباشرة من على الملصق الموجود على عبوة الهيدروكسيد المستخدم لهذا لا بد لنا في البداية من حساب الوزن الجزيئي لهيدروكسيد الصوديوم NaOH $1 \times 1 + 16 \times 1 + 23 \times 1 = 40$ غرام / مول

لتحضير لتر واحد من محلول هيدروكسيد الصوديوم تركيزه 0.1 مول/لتر فإنه يلزمنا 4 غرام من هيدروكسيد الصوديوم النقي وبصورة أبسط يمكننا تطبيق العلاقة التالية لتحضير أي محلول من مادة صلبة

$$N = \frac{Wt}{Eq.wt} \times \frac{1000}{V}$$

إذا نأخذ 4 غرام من هيدروكسيد الصوديوم الصلب في بيكر صغير ثم ننقل الحبيبات إلى الدورق العياري سعة 1000 مل وانقله الى الدورق الحجمي ، أضف الماء المقطر مع التحريك حتى الوصول إلى الذوبان تتم الحجم بالماء المقطر حتى العلامة أغلق الدورق بالسدادة الخاصة به و امزج المحلول بشكل جيد حتى التجانس

- ٢- املا السحاحة بمحلول HCl القياسي المحضر في تجربة رقم (١)
- ٣- أنقل بالماصة 10 مليلتر من محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى الدورق المخروطي
- ٤- أضف ثلاث قطرات من الدليل المناسب (ميثيل البرتقال)
- ٥- أضف الحامض من السحاحة تدريجياً حتى نقطة النهاية
- ٦- أعد الخطوات السابقة ثلاث مرات
- ٧- خذ معدل القراءات الثلاث

الحسابات :

نحسب التركيز النورمالي (العيارية) لهيدروكسيد الصوديوم من العلاقة التالية

$$N1 \times V1 = N2 \times V2$$

حامض HCl

قاعدة NaOH

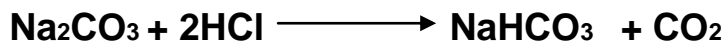
نحسب من هذه العلاقة نورمالية هيدروكسيد الصوديوم

تجربة رقم (3)

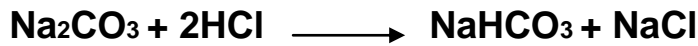
اسم التجربة : تعيين مزيج من الكربونات والبيكربونات

يسح محلول خليط الكربونات والبيكربونات مع محلول حامض الهيدروكلوريك القياسي بمرحلتين وذلك باستخدام دليلين الدليل الاول استخدام دليل الفينولفثالين (Ph - Ph) حيث بالتسحيح مع حامض HCl يحول Na_2CO_3 الى $NaHCO_3$ هنا نلاحظ يكون الاحلال جزئيا وليس كليا فيتحول الملح القاعدي التأثير حامضيا بالتدريج فعند تكون البيكربونات او لا يكون تأثيره حامضيا لان مكافئ واحد من الصوديوم كافئ مقدار مكافئ واحد من الحامض ووجود الهيدروجين الحامضية يعطيه صفة الحامضية اي ان حجم حامض الهيدروكلوريك في هذه المرحلة يكافئ نصف الكربونات في المرحلة الثانية يتم استخدام دليل المثيل البرتقالي لاكمال التفاعل بشكل نهائي وتكوين NaCl حيث يكون الاحلال كليا حيث ان حجم حامض الهيدروكلوريك في هذه المرحلة يكافئ الكربونات والبيكربونات

Ph.ph



M.O



طريقة العمل :

- ١- زن بدقة 1.5 - 1 من النموذج (خليط الكاربونات والبيكاربونات) وانقله الى قنينة حجمية سعة 250 مل بعد اذابتها بقليل من الماء المقطر ثم اكمل الحجم الى العلامة بالماء المقطر وامزج المحلول جيدا
- ٢- اسحب بواسطة الماصة (10 ml) من المزيج وتضاف له قطرتين من دليل الفينولفتالين فيتلون المحلول باللون الوردي
- ٣- نسح ضد حامض HCl الى ان يصبح المحلول عديم اللون ثم نسجل الحجم النازل من السحاحة (V1)
- ٤- نضيف الى المحلول السابق قطرتين من دليل المثيل البرتقالي فيتلون باللون الاصفر ثم يستمر بالتسحيح ضد حامض HCl الى ان يتغير لون المحلول من الاصفر الى البصلي
- ٥- يشمل حجم الحامض النازل من السحاحة من البداية الى النهاية والذي يمثل V2
- ٦- نكرر العملية ثلاث مرات للتأكد من نقطة انتهاء التفاعل

الحسابات :

- V1 حجم الحامض النازل الذي يكافئ نصف الكاربونات
- 2V1 حجم الحامض النازل الذي يكافئ كل من الكاربونات
- V2 حجم الحامض النازل الذي يكافئ كل من الكاربونات والبيكاربونات
- V2- 2V1 حجم الحامض النازل يكافئ كل البيكاربونات

لحساب النسبة المئوية لكاربونات الصوديوم في المزيج

$$\text{Eq.wt} / 1000$$

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = 2V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}} \times \frac{\text{Eq.wt}}{1000} \times 100$$

Wt.of sample

ولحساب النسبة المئوية لبيكاربونات الصوديوم في المزيج

$$\text{Eq.wt} / 1000$$

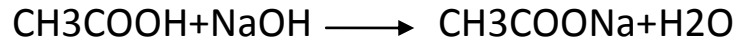
$$\text{NaHCO}_3 = \frac{V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}}}{\text{Wt.of sample}} \times 100$$

Wt.of sample

تجربة رقم (4)

اسم التجربة : تعيين حامضية الخل

في هذه التجربة سنعين تركيز حمض ضعيف (هو حمض الخل) بمعايرته بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (قاعدة قوية) ذو التركيز (N 0.1) وتكون معادلة التفاعل على الصورة التالية



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

ويراعى في الخل أن يكون رائق شفاف خالي من الرواسب الصلبة أو الأغشية العالقة أو الطافية أو المحتوية على بكتريا حامض الخليك، وأن يكون قديم ما غير حديث التحضير حتى تتوفر فيه النكهة المميزة للخل الجيد وألا يقل تركيز حامض الخليك فيه يكون عنده 6 % وعند صناعته يفضل استخدام الأواني غير المعرضة للصدأ أو التآكل حتى لا تتفاعل مع المحاليل الملحية أو الحمضية المتكونة أثناء عمليات التخمر، ومن أكثر الأواني المستخدمة في عمليات التخليل الأوعية الخشبية" ويستخدم الخل كمادة حافظة لطعام لمئات السنين نظراً لخواصه المضادة

للبيكتيريا يمكن أن يعمل بشكل فعال كمادة حافظة جيدة للأكل عن طريق التحكم في الكائنات الدقيقة التي تهاجم الغذاء وتسبب له التحلل

طريقة العمل :

- ١- تملأ السحاحة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم القياسي تركيزه (0.1N) عياري بعد تثبيتها على الحامل الخشبي.
- ٢- انقل (25 مل) من الخل التجاري المراد تعيين تركيزه بالماصة الحجمية إلى دورق حجمي سعة (100 مل) ونكمل بالماء المقطر إلى العلامة مع الرج وبهذا يكون معامل التخفيف (4) مرات
- ٣- أنقل (10 مل) من محلول الخل المخفف السابق إلى دورق مخروطي وأضف واضف إليه (2_3) قطرات من دليل المعايرة الفينولفثالين مع الرج جيداً
- ٤- تبدأ المعايرة بإضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم القياسي قطرة قطرة حتى نصل لنقطة نهاية التفاعل والتي عندها يتغير لون المحلول من عديم اللون إلى اللون الوردي باهت ثم نكرر التجربة على الأقل ثلاثة مرات بنفس الخطوات السابقة ونحسب متوسط الحجم المضاف (المستهلك) من محلول هيدروكسيد الصوديوم

الحسابات :

$$\text{وزن حامض الخليك النقي} = N \times V \times \text{Eq.Wt}$$

الوزن المكافئ لحمض الخليك = الوزن الجزيئي / عدد الهيدروجين البديل = 60 مكافئ

النسبة المئوية بالوزن للحامض % = وزن حمض الخليك النقي / وزن العينة × 100

تجربة رقم (5)

التسحيح الترسيبي :

هي المعايير التي تحدث لتفاعلات اويونات في المحلول لتكون أملاح عديمة أو شحيحة الذوبان. معظم تجارب التحليل الحجمي في تفاعلات الترسيب تجري باستخدام نترات الفضة. نترات الفضة النقية درجة نقاوتها 99.9% يجب حفظ محاليل الفضة النقية في زجاجات بنية أو معتمة اللون ويغطي سطحها بطبقة سوداء حتى لا تتحلل الفضة توجد طريقتين لهذه المعايير و الاختلاف الرئيسي بين هذه الطرق نوع الدليل المستخدم في كل طريقة لتحديد نقطة التكافؤ

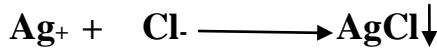
وهذه الطرق هي:

١ - طريقة مور Mohr method

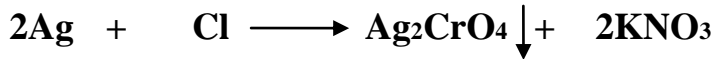
٢ - طريقة فولهارد Volhard method

طريقة مور:

يستعمل لتحليل الكلوريدات والبروميديات في وسط متعادل وتتضمن الطريقة تسحيح الكلوريد مع نترات الفضة باستعمال كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4 كدليل حيث يكون راسب ملون عند نقطة الانتهاء فعند إضافة نترات الفضة إلى محلول يحتوي أيونات الكلوريد المضاف إليه نقطتين أو ثلاثة من محلول كرومات البوتاسيوم فإن أيون الفضة يتفاعل مع أيون الكلوريد مكوناً راسباً أبيضاً من كلوريد الفضة , ويتفاعل مع أيون الكرومات مكوناً راسباً أحمرأ من كرومات الفضة كما في المعادلات التالية ولكن كلوريد الفضة أقل ذوباناً من كرومات الفضة . وعلى هذا فكلوريد الفضة يترسب أولاً . وعند نقطة التكافؤ أي عندما يترسب كل الكلوريد في صورة كلوريد الفضة فإن الزيادة من محلول نترات الفضة (عند إضافة قطرة أخرى منه) تتفاعل مع أيون الكرومات مكونة كرومات الفضة ويتلون المحلول باللون الأحمر أو البني الباهت هذه الطريقة لا تستخدم إلا في حالة المحاليل المتعادلة نظراً لأن كرومات الفضة تذوب في الأحماض.



راسب ابيض



تحضير المواد الكيميائية المستخدمة في التجربة:

(١) يتم تحضير محلول نترات الفضة بأخذ وزنه من ملح نترات الفضة مقدارها 8.5 غم من ملح نترات الفضة المجففة عند درجة حرارة $C^{\circ} 120$ لمدة ساعة ونصف ثم يذاب هذا الوزن في دورق قياسي سعة 500 مل ماء خالي من الأيونات ثم ترج جيداً ثم تحفظ في زجاجة بنية اللون.

(٢) بالنسبة لمحلول العينة المجهولة من كلوريد الصوديوم فيتم تحضيرها بإذابة وزنها تتراوح من (0.25 - 0.1 غم) من ملح كلوريد الصوديوم في حجم مقداره 100 مل ماء خالي من الأيونات في دورق مخروطي أو كأس.

(٣) يتم تحضير الدليل بإذابة (1.941 غم) من ملح كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4 في حجم مقداره (100 مل خالي من الايونات).

طريقة العمل

- (١) نظف أدوات التجربة جيداً بالماء المقطر.
- (٢) بواسطة الماصة القياسية خذ ٥٠ مل من محلول عينة كلوريد الصوديوم المجهول في الدورق المخروطي.
- (٣) أضف إلي الدورق المخروطي ١ مل من دليل كرومات البوتاسيوم او حوالي ١٠ قطرات.
- (٤) املأ السحاحة بعد تنظيفها بقليل من محلول نترات الفضة القياسي لإزالة قطرات الماء وتأكد من عدم وجود فقاعات هواء وامتلاً الجزء ما تحت الصنبور.
- (٥) ابدأ عملية المعايرة بتنقيط المحلول القياسي من السحاحة قطرة قطرة مع الرج المستمر واستمر في عملية المعايرة حتى ظهور راسب احمر ثابت لا يختفي بالرج وسجل الحجم المستهلك من السحاحة وليكن (V_1) مل.
- (٦) كرر عملية المعايرة ثلاثة مرات واحسب متوسط الحجم وليكن (V)

الحسابات :

نحسب النسبة المئوية للكوريد في العينة

$$\%C I = \frac{N \times V \times 0.035}{WS} \times 100$$

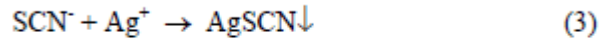
تجربة رقم (٦)

اسم التجربة : تعين الكلورايد بطريقة فولهارد

يستخدم في هذه الطريقة دليل الحديد الثلاثي Fe^{3+} للكشف عن نقطة النهاية والذي يتفاعل مع ايونات الثيوسيانات Thiocyanate ion, SCN^- (المضاف من السحاحة) وعند نهاية يتكون راسب أحمر قاتم مع أول قطرة زائدة من أيون الثيوسيانات.

تجرى معايرات فولهارد في وسط حامضي لمنع ترسب الحديد على شكل هيدروكسيد

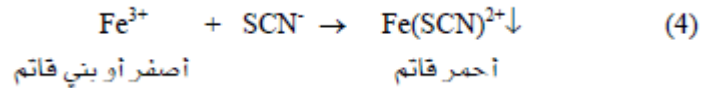
قبل نقطة التكافؤ فإن أي إضافة من ايون الثيوسيانات (في السحاحة) يتفاعل مع ايونات الفضة Ag^+ ويتكون راسب أبيض من ثيوسيانات الفضة



راسب أبيض

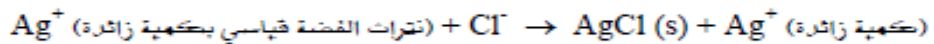
عند نقطة التكافؤ At end-point

عند نقطة التكافؤ أي بعد ترسيب كل أيونات Ag^+ في المحلول فإن أول قطرة زائدة من أيون الثيوسيانات سوف تتفاعل مع أيونات Fe^{3+} (الدليل) حسب التفاعل التالي:

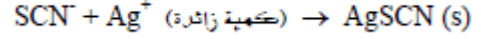


الطريقة الغير مباشرة Indirect method

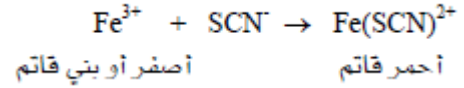
تستخدم هذه الطريقة لتقدير الهاليدات Halides مثل الكلوريد Cl^- والبروميد Br^- Bromide في هذه الطريقة تضاف كمية معلومة من نترات الفضة القياسي لمحلول العينة المراد تحليلها (Cl^-) مثلاً. ويكون حجم نترات الفضة المضاف أكبر مما نحتاجه لترسيب المادة المراد تقديرها (أي كمية زائدة).



هذا التفاعل يمثل التفاعل الأول في المعايرة . الكمية الزائدة من التفاعل أعلاه تعابير بمعايرة من أيون الثيوسيانات القياسي.



عند نقطة التكافؤ فإن أول قطرة زائدة من أيون الثيوسيانات سوف تتفاعل مع أيون الحديد الثلاثي (الدليل)
حسب التفاعل التالي:



طريقة العمل :

- 1- نوزن بدقة 0.2 غم من المادة الحاوية على الكلورايد وتنقل الى دورق مخروطي سعة 250 مل تذاب العينة في 50 مل من الماء المقطر وتضاف لة (5-6) قطرات من حامض النتريك و 2 مل من الناييترو بنزين
- 2- يضاف من السحاحة زيادة من نترات الفضة حتى يتكون راسب ابيض ثم تضاف كمية زائدة لاكمال الترسيب ويسجل حجم نترات الفضة المضافة
- 3- يضاف 2مل من كبريتات الامونيوم الحديديكية يسحح المحلول مع ثايوسيانات الامونيوم المحضرة سابقا الى ان يظهر اللون الاحمر الى ان يثبت اللون ويسجل حجم الثايوسيانات المستهلكة

الحسابات :

$$N1 \times V1 = N2 \times V2$$



من هذه المعادلة نحسب حجم نترات الفضة الزائدة عن الحاجة لترسيب الكلورايد وبعد تعيين الحجم يطرح من حجم نترات الفضة المضافة الى الدورق فينتج حجم لحساب النسبة المئوية للكلورايد في العينة

$$N \times V \times 0.035$$

$$\% \text{Cl} = \frac{\quad}{\quad} \times 100$$

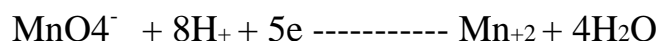
WS

حيث V نترات الفضة يمثل الفرق بين حجم نترات الفضة الزائدة (٢) مطروحا من حجم نترات الفضة المحسوبة خطوه (٣) الناتجة من تسحيحها مع الثايسيانات

تجربة رقم (٧)

اسم التجربة : تحضير ومعايرة محلول برمنكنات البوتاسيوم تركيزه نحو 0.1N

تعتبر برمنكنات البوتاسيوم لمن المواد المؤكسدة القوية بفعل ايون البرمنكنات . (MnO_4^-) الا انها ليست مادة قياسية اولية بحيث يمكن تحضير محلول منها ذي تركيز معين بمجرد اذابة وزن معين في حجم معين من المحلول المائي . لذلك فان الحصول على عيارية مطبوعة لمحلول برمنكنات البوتاسيوم يتطلب معايرتها مع محلول مادة قياسية مختزلة او مع محلول قياسي لمادة مختزلة . ان برمنكنات البوتاسيوم كمادة مؤكسدة يمكن ان تختزل في المحلول الحامضي وكذلك في المحلول القلوي . ففي المحلول الحامضي تختزل MnO_4^- الى Mn^{+2} في حين يكون الاختزال الى MnO_2 في المحيط القاعدي , وهذا يعني ان الوزن المكافئ ل $KMnO_4$ الوزن الصيغي في الحالة $1/5$ الوزن الصيغي في الحالة الاولى و $1/3$ هو الوزن الصيغي في الحالة الثانية. ففي المحاليل الحامضية نرى بان ايون المنغنيز في $KMnO_4$ كان عدد تاكسدة (+7) فينتج عنه Mn^{+2} اي ان عدد التاكسد قل بمقدار (5) وهذا موضح في المعادلة



لذلك فان الوزن المكافئ لبرمنكنات البوتاسيوم هو الوزن الجزيئي (158.03) تقسيم 5 وهي عدد الالكترونات المكتسبة ووبذلك يكون 31.61

تحضير محلول 0.1 N تقريبا من برمنكنات البوتاسيوم

اذب 3.2 غم من برمنكنات البوتاسيوم النقية كيميائيا في لتر من الماء المقطر.

سخن المحلول لمدة 40-30 دقيقة الى درجة الغليان ثم برد المحلول رشح المحلول خلال صوف زجاجي

انقل الراشح الى قنينة عادية ملونه (معتمه) ذات سداة زجاجية . احتفظ بالمحلول بعيدا عن البخار والضوء لمنع تحللها الى MnO_2



خذ (1.6 g) من حامض الاوكزاليك ثم نوب في كمية قليلة من الماء المقطر في بيكر سعة 100مل ثم اكمل او انقل المحلول الى قنينة حجمية سعة (250) مل واكمل الى حد العلامة بالماء المقطر

طريقة العمل

- ١- املا السحاحة بواسطة محلول برمنكنات البوتاسيوم الى حد العلامة
- ٢- ثم اسحب بواسطة الماصة 10 مل من محلول حامض الاوكزاليك في ورق مخروطي اضف 20 قطرة من حامض الكبريتيك المركز ثم سخن المحلول الى (55-60) م لا تجعل المحلول يصل الى درجة الغليان لان حامض الاوكزاليك سوف يتحلل بدرجة حرارة عالية
- ٣- سح المحلول ضد محلول برمنكنات الموجودة في السحاحة باضافة محلول البرمنكنات اليه قطرة الى ان يختفي لون المحلول , القطرات تضاف بشكل بطيء جدا . وللوصول الى نقطة نهاية التفاعل بعد اضافة التي تحوي لون المحلول الارجواني بعد (1_ 2) دقيقة من الاضافة
- ٤- كرر العملية ثلاث مرات ثم خذ المعدل الحسابي بينهما بحيث يكون الاختلاف لا يتجاوز (0.1) مل



الحسابات

نستخرج العيارية لمحلول البرمنكنات باستخدام القانون التالي

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$



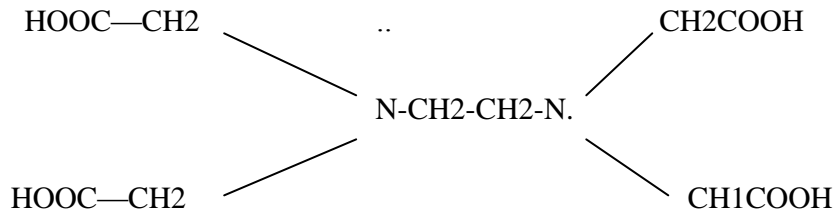
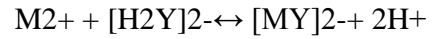
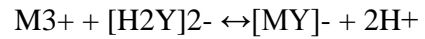
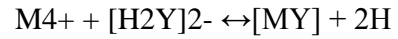
تجربة رقم (٨)

اسم التجربة : طرق التسحيح بتكوين المعقدات المخلبية

من أهم المركبات المستخدمة إيثيلين ثنائي أمين رباعي حامض الخليك و يرمز له (EDTA)

Ethylene diamin tetraacetic acid في كثير من الأحيان يكتب هكذا $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$

ويستخدم للتطبيقات العملية الملح ثنائي الصوديوم للـ (EDTA) لأن هذا الحامض وملحه أحادي الصوديوم قليلي الانحلال في الماء ويشكل الحامض ومع العديد من الكاندات معقدات ثابتة و ضعيفة و منحلة في الماء



يُلاحظ أن تفاعلات تشكل هذه المعقدات تتعلق بقيمة PH المحلول، لذلك يجب العمل أثناء المعايرة الحجمية في وسط قلوي لكي تتجه التفاعلات أي باتجاه تشكل المعقدات المعدنية ويحتوي المعقد على ست مواقع جاهزة للارتباط بالفلز وهي (اربعة هيدروجين على الحامض وزوجين الكترونيين على كل من ذرتي النتروجين) لذا فأنه المركب لا يستعمل كحامض حر وانما بشكل ملح $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ فهو اكثر فائدة لاغراض التحليل يستخدم هذا المركب لتعدين عسرة الماء (وجود ايوني Ca^{+2} , Mg^{+2}) في PH يساوي 10 فأنه هذين الايونين يتفاعلان كلا على حدة

مريم عبد الباري

طريقة العمل :

- ١- ينقل 50 مل من ماء الاسالة الى دورق ويضاف لة 2 مل من محلول منظم ذو PH يساوي 10 ثم (3-5) قطرات دليل الايرو الاسود
- ٢- تملأ السحاحة بمحلول 0.2N من EDTA ويسح الى ان يختفي اي اثر للون الاحمر
- ٣- تحسب العسرة الكلية لنموذج الماء بشكل CaCO_3 , MgCO_3

$$V \times N \times 50 \times 1000$$

$$\text{العسرة الكلية} = \frac{\quad}{\quad}$$

حجم المحلول