

تسحيحات حامض -قاعدة (التعادل)
(acid- base titration)

**Preparation and standardization of 0.1 N sodium
hydroxide solution using Direct Titration**

تسحيح ومعايرة هيدروكسيد الصوديوم بطريقة التسحيح المباشر

اعداد

م. ربا فهمي عباس

م. م نداء ابراهيم مهدي

م. م الاء عبد الواحد جاسم

قسم الكيمياء-كلية العلوم-الجامعة المستنصرية

2020

Experiment No.():- Preparation and standardization of 0.1 N sodium hydroxide solution using Direct Titration

تسحيح ومعايرة هيدروكسيد الصوديوم بطريقة التسحيح المباشر

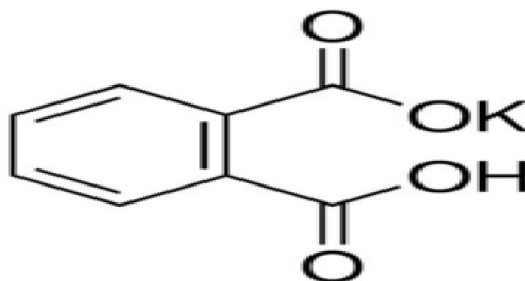
بوتاسيوم هيدروجين فثالت :

KHP = Potassium hydrogen phthalate

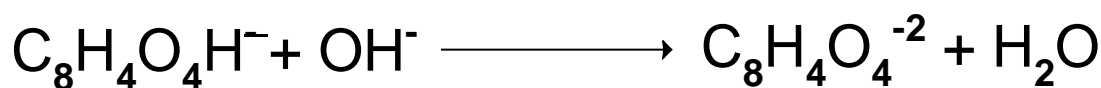
هو ملح حامضي ضعيف وتنطبق عليه شروط المادة القياسية الاولية

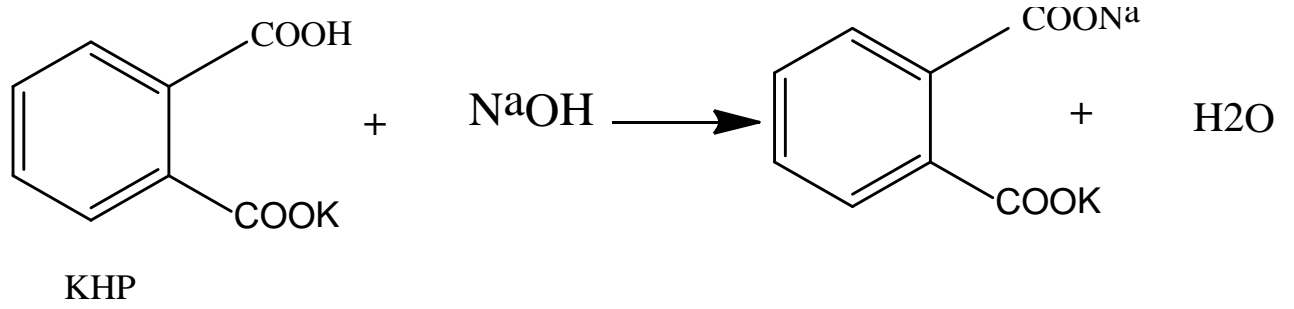
- 1- نقاوة عالية
- 2- غير حساس للغلاف الجوي
- 3- ثباتية عالي (لاتتأثر بالضوء ولا الحرارة ولا الرطوبة)
- 4- ذوبانية عالية

وصيغته كالاتي



وبما انه محلول قياسي اولي يتم معايرته مع محلول قياسي ثانوي وهنا بالتجربة هو NaOH وكما في المعادلات التالية



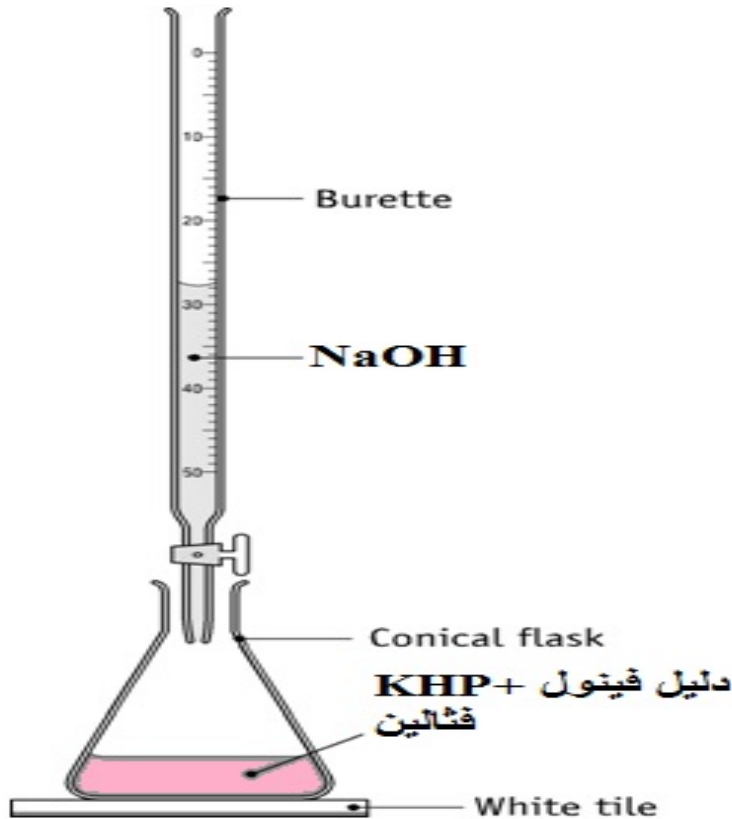


س/ لماذا محلول هيدروكسيد الصوديوم محلول قياسي ثانوي؟

ج/ لان يمتص الرطوبة من الجو ويتفاعل مع CO_2 مكونا كاربونات الصوديوم وبالتالي تركيزها يقل ولذلك تعتبر محلول قياسي ثانوي

طريقة العمل :

- 1- اسحب بواسطة الماصة 5 مل من **KHP** (0.1N)
- 2- اضف قطرتين دليل فينول فتالين
- 3- سحح المحلول مع المحلول القياسي الثانوي NaOH الى ان يتحول لون المحلول من عديم اللون الى وردي فاتح ، سجل الحجم النازل من السحاحة



الحسابات :

1 - احسب نورمالية NaOH

$$(N * V)_{KHP} = (N * V)_{NaOH}$$

$$(0.1 N * 5 \text{ ml ماصة}) = (N? * V \text{ سحاحه})$$

2 - احسب النسبة المئوية الوزنية للـ NaOH عندما وزن النموذج
(0.5 gm)

$$\text{meq. NaOH} = \text{meq KHP}$$

$$(N * V)_{NaOH} = (N * V)_{KHP}$$

$$\frac{\text{Wt.}}{\text{Eq.Wt}} * 1000 = (N * V)_{KHP}$$

$$\frac{\text{Wt.}}{40} * 1000 = 0.1 * 5 \text{ ml ماصة}$$

$$\% \text{ NaOH} = \frac{\text{Wt.}}{\text{Wt. of sample}(0.5 \text{ gm})} * 100$$

Experiment No (6):- Determination of Acetic Acid Content of Vinegar

تعين حامض الخليك في الخل

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

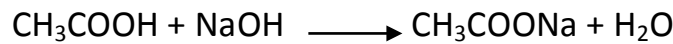
الخل (vinegar) : هو مزيج من مواد عضوية مثل حامض الخليك والاسترات وغيرها ويكون على نوعين:

الاول : الخل الطبيعي (الملون) وهو ناتج عن تخمر الفواكه مثل التمر والعنب ونسبة حامض الخليك تقريبا 6-10 %

الثاني : الخل الصناعي (عديم اللون) وهو ناتج من تفاعلات كيميائية ويتم انتاجه معمليا ويستخدم للاغراض الطبية والصناعية وتركيز الخل به تقريبا 5%

عند تعين نسبة حامض الخليك بالخل نستخدم الخل الصناعي لانه عديم اللون وبالتالي يتم الكشف بسهولة عن نقطة نهاية التفاعل عند تغير لون الدليل .

في تجربة تعين نسبة حامض الخليك في الخل الصناعي يتم اضافة دليل الفينول فتالين (ph. ph.) الى الخل المخفف بالماء وتحول المحلول عند تسحيحه مع هيدروكسيد الصوديوم من عديم اللون الى وردي فاتح دلالة على الوصول لنقطة نهاية التفاعل وكما في المعادلة التالية :



Colorless

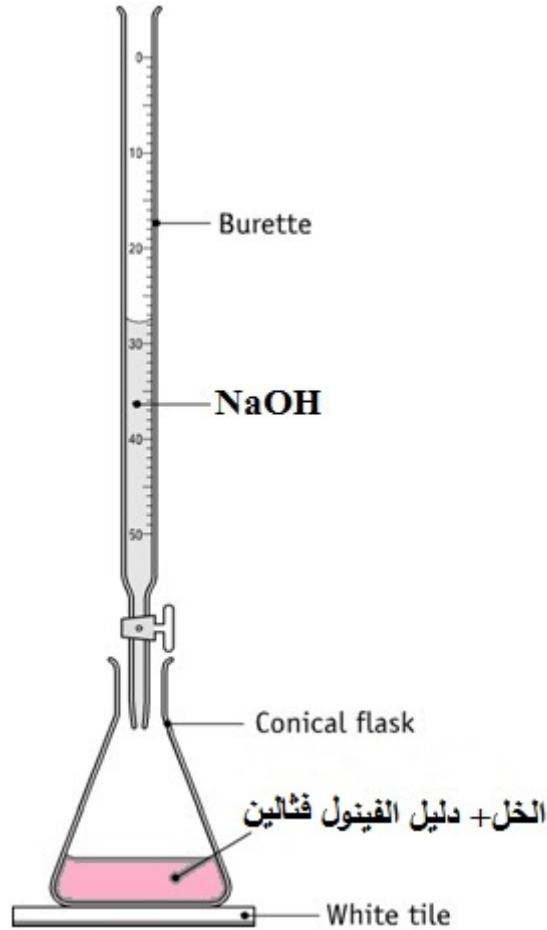
Red

طريقة العمل :

1. وزن 5 مل من الخل (هذا يعتبر وزن الخل يستخدم في حسابات النسبة المؤوية لاحقا)
2. انقل المحلول اعلاه الى دورق مخروطي واطف 50 مل ماء مقطر
3. اطف قطرتين من دليل الفينول فتالين

4. ضع في السحاحة (0.05 N) من NaOH وسحج مع المحلول الى ان يتحول المحلول من عديم اللون الى وردي فاتح

5. احسب الحجم النازل من السحاحة



الحسابات :

1. تعين (وزن) حامض الخليك في الخل

$$m \text{ mol NaOH} = m \text{ mol CH}_3\text{COOH} * \frac{\text{mole NaOH}}{\text{mole CH}_3\text{COOH}}$$
$$(M * V_{\text{burette}})_{\text{NaOH}} = \frac{\text{Wt.}^{\text{دورق}}}{M.Wt} * 1000 * \frac{1}{1}$$

$$(M * V)_{\text{NaOH}} = 1000 * \frac{\text{Wt. CH}_3\text{COOH}}{60.05}$$

Wt. Of CH₃COOH =

2. ايجاد النسبة (المئوية الوزنية) لحمض الخليك في الخل

$$\frac{\text{Wt. \% CH}_3\text{COOH in vinegar}}{\text{Wt.}} = \frac{\text{Wt. CH}_3\text{COOH}}{\text{Wt. of vinegar}} * 100$$

3. ايجاد النسبة المئوية (الوزنية/ الحجمية) لحمض الخليك في الخل

$$\frac{\text{Wt. \% CH}_3\text{COOH in vingar}}{V} = \frac{\text{Wt. CH}_3\text{COOH}}{V \text{ of sample (vingar)}} * 100$$

Discussion:-

1. A word equation summarizing the souring of wine is:

Grain alcohol (C₂H₅OH) + oxygen → acetic acid + water.

Please convert this word equation to a balanced chemical equation.

2. Different vinegars may have different percentages of acetic acid. Is vinegar a mixture, compound, or an element?

3. There are two kinds of vinegars, what the different between them?

4. Define: acetic acid and vinegars?

5. What the wt of CH₃COOH when titrated with 0.25M, 15ml Mg(OH)₂? O=16, H=1, C=14

تسحيحات الترسيب (Precipitation titration)

تجربة مور : تسحيح نترات الفضة مع كلوريد الصوديوم

Titration of AgNO_3 solution with sodium chloride (Mohr Method)

اعداد

م. ربا فهمي عباس

م. م نداء ابراهيم مهدي

م.م الاء عبد الواحد جاسم

مختبر الكيمياء التحليلية-قسم الكيمياء-كلية العلوم-الجامعة المستنصرية

2020

تسحيحات الترسيب (Precipitation titration)

هي عملية اضافة محلول عامل مرسب (Precipitation agent) الى محلول الايون المراد تقديره فيتكون راسب شحيح الذوبان (قليل الذوبان).



محلول NaCl

بعد اضافة كرومات البوتاسيوم



بعد التسحيح مع AgNO₃

يتكون راسب ابيض هو AgCl

س/ ماهي مميزات تسحيحات الترسيب؟

(What are the advantages of Precipitation titration?)

- 1- سرعة الوصول الى حالة التوازن
- 2- الدقة لان العامل المرسب يكون متخصصا لترسيب الايون المجهول التركيز في العينه

س/ ماهي انواع تسحيحات الترسيب

(What are the types of Precipitation titration?)

- 1- طريقة مور Mohr's method
- 2- طريقة فايان Fajan's method
- 3- طريقة فولهارد Volhard's method

س/ ماهي انواع الدلائل المستخدمة في تسحيحات الترسيب؟

(What are the indicator types of Precipitation titration?)

- 1- دلائل تكوين راسب ملون (طريقة مور) مثل K₂CrO₄
- 2- دلائل تكوين محلول ملون (طريقة فولهارد) مثل ايونات SCN⁻ و Fe³⁺

3 - دلالات الامتزاز (طريقة فايان) مثل (دليل فلورسين_ دليل ثنائي كلورو فلورسين_ دليل ايسين)

طريقة مور Mohr's method

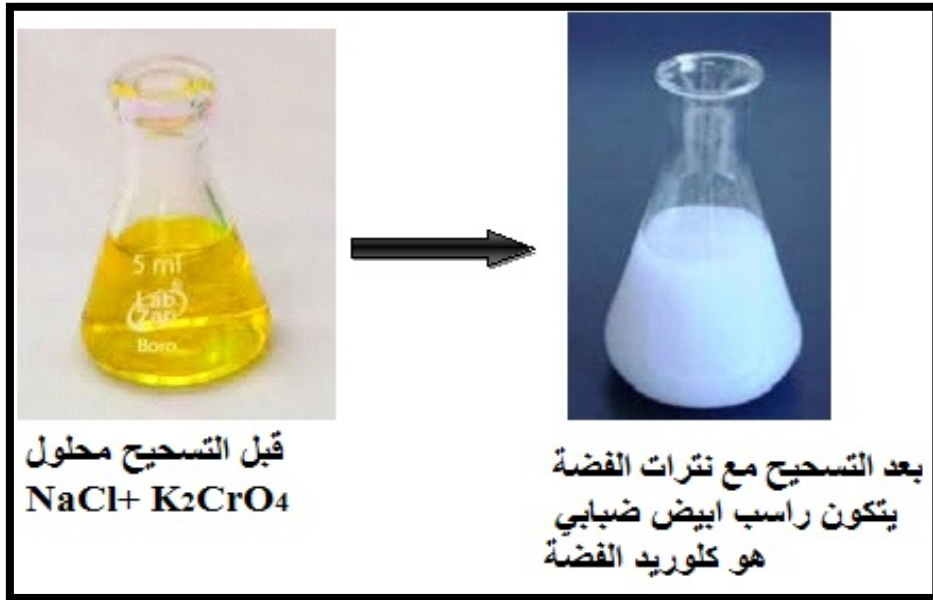
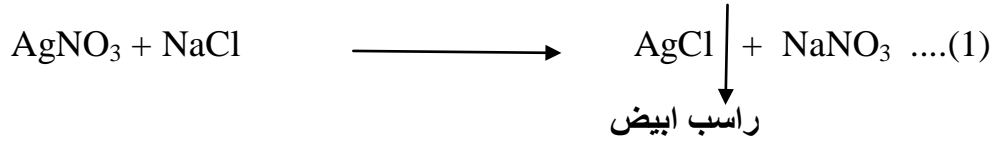
تستخدم طريقة مور لتقدير الهاليدات (كلور وبروم ويود) (Br_ I_ Cl) في مياه الشرب او النهر او البحر ، ويستعمل كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4 كدليل ليعطي راسب احمر هو كرومات الفضة Ag_2CrO_4 . تجري طريقة مور في محلول متعادل او قاعدي ضعيف (pH= 6.5-8)

س/ ماهي خطوات تكون الراسب الاحمر كرومات الفضة Ag_2CrO_4 ؟؟

(What are the steps of formation of red precipitate Ag_2CrO_4 ?)

1 - قبل نقطة التكافؤ Before end-point

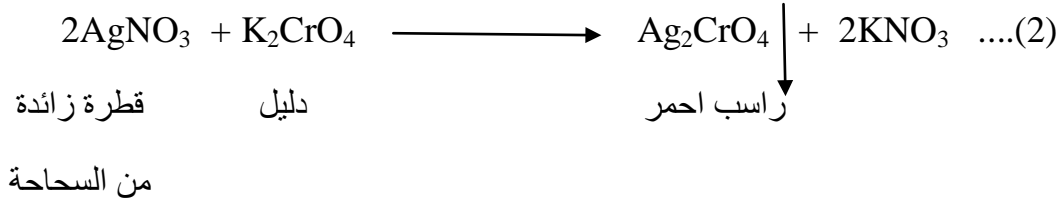
قبل نقطة التكافؤ فإن أي إضافة من نترات الفضة $AgNO_3$ (في السحاحة) على محلول $NaCl$ (في الدورق) يؤدي إلى ترسيب كلوريد الفضة ذات اللون الأبيض. ويترسب كلوريد الفضة أولاً بسبب أن حاصل إذابته أقل من حاصل إذابة كرومات الفضة.



2 - عند نقطة التكافؤ At end-point

عند نقطة التكافؤ أي بعد ترسيب كل أيونات الكلوريد من المحلول فإن أول قطرة زائدة من $AgNO_3$ سوف ترسب أيونات الكرومات (الدليل) على هيئة كرومات الفضة Ag_2CrO_4

(راسب أحمر) والتي تدل على نقطة النهاية علماً بأن المعادلة رقم (1) تمثل تفاعل المعايرة والمعادلة رقم (2) تمثل تفاعل الدليل.



ملاحظة مهمة: في حالة تحول لون الراسب من ابيض الى احمر يدل على نزول قطرة زائدة من محلول نترات الفضة من السحاحة وبالتالي نحتاج الى اجراء خطوة الخطا التسحيحي

إذا

النموذج الصوري = الخطا التسحيحي = البلانك

(Error titration= Blank)

هي عملية تسحيح ببقية مكونات النموذج ما عدا المادة المراد تقديرها لمعرفة ماتستهلكه هذه المكونات من المحلول القياسي نترات الفضة

س/ لماذا يترسب كلوريد الفضة قبل كرومات الفضة ؟

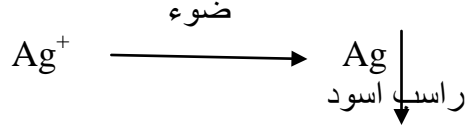
(Why is AgCl Precipitate first than Ag₂CrO₄?)

لان حاصل إذابة AgCl أقل من حاصل إذابة Ag₂CrO₄ لذلك يترسب اولاً .

س/ لماذا نترات الفضة محلول قياسي ثانوي ؟

(Why is AgNO₃ solution secondary standard solution?)

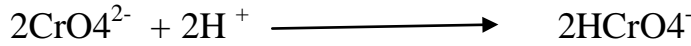
لان مركبات الفضة حساسة للضوء تتحول الى اللون الاسود عند التعرض للضوء وتختزل الى ايونات الفضة الحرة



س/ لماذا وسط المحلول متعادل او قاعدي ضعيف و ليس قاعدي قوي او حامضي في تجربة مور؟

(Why is the medium of solution is neutral or weak base, not strong base medium or acidic base medium in Mohr's method?)

1 - في الوسط الحامضي Acidic medium : لان زيادة حامضية المحلول تسبب تفاعلا جانبيا للدليل ويتحول الى مادة اخرى مما يقلل من تركيز الكرومات ولايتكون راسب احمر

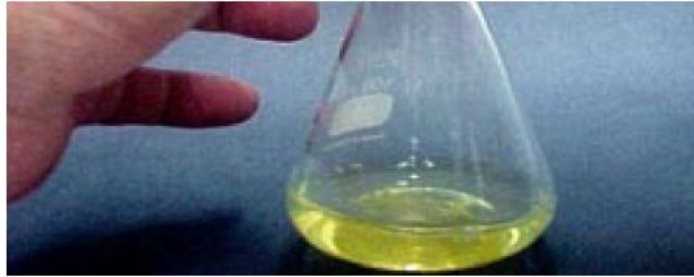


2 - في الوسط القاعدي القوي Strong base medium : أيونات الفضة تترسب على هيئة هيدروكسيد الفضة AgOH ويتكون محلول اسود قبل الوصول الى نقطة نهاية التفاعل وبذلك لايمكن رؤية الراسب الاسود ولايمكن تميز نقطة نهاية التفاعل

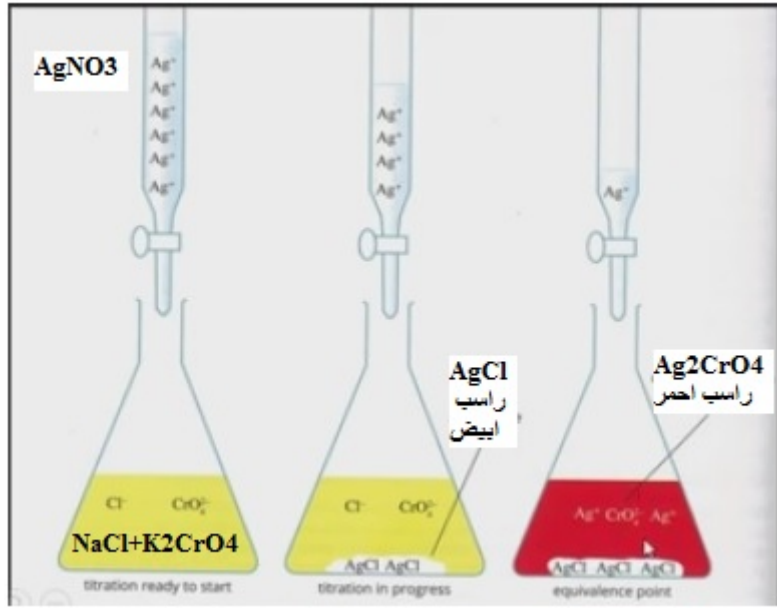


طريقة العمل :

1 - انقل 5 مل من محلول (NaCl) الى دورق حجمي واطف اليه 5 قطرات من دليل كرومات البوتاسيوم ستلاحظ تحول لون المحلول الى اصفر



3 - ضع في السحاحة (0.05 N) من AgNO_3 وسحح مع المحلول الى ان يتحول المحلول من اصفر الى وردي او احمر فاتح واحسب الحجم النازل من السحاحة (V)



3 - جد الخطأ التسحيحي : في دورق جديد اضع 5 مل من الماء المقطر مع 5 قطرات دليل كرومات البوتاسيوم يصبح المحلول اصفر اللون ثم ضع في السحاحة (0.05 N) من AgNO_3 وسحح مع المحلول الى ان يتحول المحلول من اصفر الى وردي او احمر فاتح واحسب الحجم النازل من السحاحة (VI)

الحسابات :

احسب تركيز ايون الكلوريد

$$(N * V) \text{ AgNO}_3 = (N * V) \text{ NaCl}$$

$$(0.05 * \text{نازل من سحاحه} * \text{AgNO}_3 = (N * 5 \text{ ml ماصة}) \text{ NaCl}$$

$$(0.05 * V - V_1) \text{ AgNO}_3 = (N * 5 \text{ ml ماصة}) \text{ NaCl}$$

$$\text{Conc. of Cl}^- \text{ (gm/l)} = N * \text{eq.wt}$$

****علما انه**

$V = \text{حجم AgNO}_3 \text{ النازل من السحاحة عند تسحيجه مع NaCl}$

$V_1 = \text{حجم AgNO}_3 \text{ النازل من السحاحة عند تسحيجه مع الماء المقطر}$

المناقشة :

- 1.What is the red precipitate?
- 2.What is the name of indicator?
- 3.What is the error of titration process?
- 4.What the second name of this method?
- 5.Why AgCl Precipitate first than Ag₂CrO₄?
- 6.Why AgNO₃ solution must be standardized first?

Q8- 0.05 N AgNO₃ titrated with (10 ml) NaCl.
Calculate the N of NaCl? [when volume of AgNO₃
titrated with NaCl 12 ml and the volume of AgNO₃
titrated with distilled water is 1.5 ml (error titration)]

$$(N * V) \text{ AgNO}_3 = (N * V) \text{ NaCl}$$

$$(0.05 * \text{نازل من سحاحه}) \text{ AgNO}_3 = (N * 10 \text{ ml ماصة}) \text{ NaCl}$$

$$(0.05 * V - V_1) \text{ AgNO}_3 = (N * 10 \text{ ml ماصة}) \text{ NaCl}$$

$$(0.05 * 12 - 1.5) \text{ AgNO}_3 = (N * 10 \text{ ml ماصة}) \text{ NaCl}$$

$$(0.05 * 10.5) \text{ AgNO}_3 = (N * 10 \text{ ml ماصة}) \text{ NaCl}$$

$$0.525 = N * 10$$

$$N \text{ of NaCl} = 0.0525$$

تسحيحات تكوين معقدات
(Complex formation titration)

اعداد

م. ربا فهمي عباس

م. م نداء ابراهيم مهدي

م. م الاء عبد الواحد جاسم

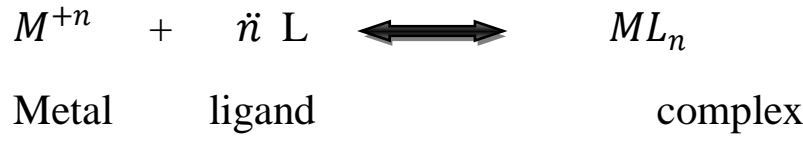
قسم الكيمياء-كلية العلوم-الجامعة المستنصرية

2020

تسحيحات تكوين معقدات (Complex formation titration)

هي عملية اضافة عوامل معقدة (complex agent) او ليكند (ligand) ذات شحنة سالبة تمتلك زوج من الالكترونات او اكثر غير المشتركه (اي تحتوي على ذرة \ddot{N} او \ddot{O} او \dot{S}) اي تعتبر قواعد لويس وتتفاعل مع الفلز (الايون) المراد تقديره والذي يكون حامض لويس اي يستقبل زوج من الالكترونات لتكوين معقد (Complex)

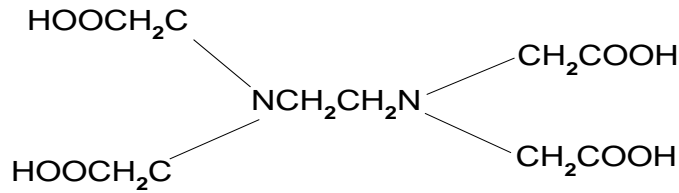
- احيانا هذا المركب يسمى المركب التانسقي (corrination compound) يكون فيه الفلز هو الذرة المركزيه (central atom)



الليكند (Ligand):

هو مركب يحتوي على اكثر من زوجين الكترينين (اي له اكثر من مجموعه قابله للارتباط) يسمى بالمخلبي او الكلاب (chelating agent) والمعقدات تسمى المعقدات المخلبية مثل EDTA

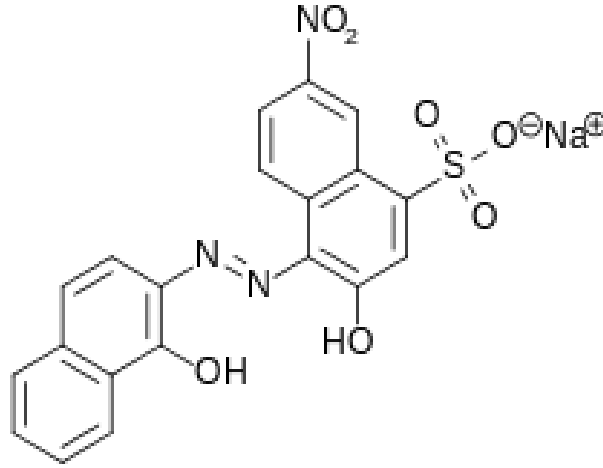
Ethylene di amine tetra acetic acid



دليل الايروكروم الاسود (E.B.T)

(Eriochrome black T)

هو مادة عضوية لها القابلية على التفاعل مع ايونات فلزية مكونه معقدات مخلبية وتعطي لون مختلف عن لونها الاصلي عند تعقيدها مع العنصر المجهول



اسم التجربة: ايجاد العسرة الكلية للماء بدلالة كاربونات الكالسيوم

Determination of water hardness

عسرة الماء (water hardness) :

هو سببه وجود ايونات المغنيسيوم او الكالسيوم في الماء وتقاس هذه الاملاح بوحدات ppm(mg/L) وانواع العسرة:

1. العسرة المؤقتة : سبب تكونها هو وجود املاح كاربونات وبيكاربونات الكالسيوم والمغنيسيوم وتزال بالتسخين
2. العسرة الدائمة: سبب تكونها وجود املاح كلوريدات وكبريتيدات الكالسيوم والمغنيسيوم وتزال باستخدام التفاعلات الكيميائية س/ لماذا الوسط قاعدي (pH=10) في تجربة ازالة عسرة الماء؟

(Why is used pH =10 in the water hardness experiment??)

لان معقدات EDTA تكون غير مستقرة في pH اقل من 10

س/ لماذا تقاس عسرة الماء في تجربة تقدير العسرة الكلية لماء الحنفية بدلالة
كربونات الكالسيوم؟

**(Why is the total water hardness for tap water calculated by
CaCO₃??)**

1. لان الكالسيوم يتفاعل جميعه اولا مع EDTA ويكون معقد مستقر هو
(Ca- EDTA).
2. ثابت استقرار (Ca- EDTA) هو (log k=10.7) اكبر من ثابت
استقرار (Mg- EDTA) هو (log k=8.7)

س/ لماذا يتفاعل Ca اولا مع EDTA قبل Mg؟

**(Why is the Ca ion Interaction with EDTA first before Mg
ion ??)**

- لان ثابت استقرار (Ca- EDTA) هو (log k=10.7) اكبر من ثابت استقرار
(Mg- EDTA) هو (log k=8.7)

طريقة العمل:

1. اضع 25 مل من ماء الحنفية الى الدورق الحجمي
2. اضع 1 مل من البفر (pH=10)
3. اضع (1-2) قطرة دليل الايروكروم الاسود
4. مسح مع EDTA حتى تلاحظ تحول لون المحلول من الاحمر الى اللون
ازرق غامق
5. احسب الحجم النازل من السحاحة

$$\text{ppm(mg/L)} = \frac{(0.01 M * V \text{ سحاحة}) EDTA * 1000 * M.WT of CaCO_3}{\text{volume of tap water 25 ml}}$$



اضافة الدليل الى ماء الحنفية بالوسط القاعدي يعطي اللون الاحمر وبعد التسحيح مع EDTA يصبح اللون ازرق غامق

Discussion المناقشة :-

1. What is the central atom (metal or ligand or complex)??
2. What is the Complex formation titration?
3. What is the EBT, EDTA, and ligand?
4. How many type of hardness?

تسحيحات الاكسدة والاختزال OXIDATION – REDUCTION TITRATION

هي التسحيحات التي تتضمن تفاعل نوعين من المركبات ، مركبات تعاني فقدان الكترولون أو اكثر تسمى عوامل مختزلة Reduction agent مع مركبات تعاني اكتساب لهذه الالكترولونات وتسمى عوامل مؤكسدة Oxidation agent أذن هي عملية انتقال الكترولونات من العامل المختزل (يعاني تأكسد) الى العامل المؤكسد (يعاني اختزال) اي انتقال تيار الكترولوني لذلك يمكن تعيين نقطة انتهاء التفاعل بطرق كهربائية ايضاً اضافة الى الطرق الأخرى والتي تتضمن:

1- دلائل ذاتية مثل $KMnO_4$ حيث يتغير لونها من بنفسجي الى عديم اللون اضافة الى عملها كعامل مؤكسد.

2- استعمال دلائل يتغير لونها عند نقطة التكافؤ مثل النشأ الذي يتغير لونه من عديم اللون الى ازرق غامق في التسحيحات المتضمنة اليود.

3- دلائل الاكسدة والاختزال وهي دلائل يتغير لونها عند نقطة انتهاء التفاعل نتيجة تأكسدها او اختزالها هذه الدلائل مثل Methylene blue , Ferrion , Diphenylamine

اختزال عند الكاثود $Ox_1 + e \rightleftharpoons Red_1$

اكسدة عند الانود $Red_2 \rightleftharpoons Ox_2 + e$

التجربة الخامسة : تقدير الحديد في احد املاحه الذائبة

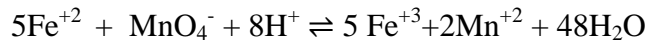
EXPERIMENT NO.(5):- DETERMINATION OF IRON (Fe^{+2})

الجزء النظري

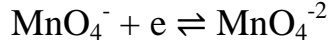
تعتبر برمغنات البوتاسيوم من العوامل المؤكسدة القوية حيث تكتسب 5 الكترولونات متحولة من Mn^{+7} الى Mn^{+2} في الوسط الحامضي كما هو الحال في تفاعل كبريتات الحديدوز كعامل مختزل مع برمغنات البوتاسيوم كعامل مؤكسد في وسط حامضي (حامض الكبريتيك)



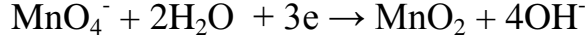
or



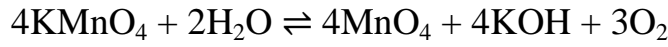
في الوسط القاعدي القوي مثل NaOH او KOH تتحول من Mn^{+7} الى Mn^{+6}



اما في الوسط المتعادل من Mn^{+7} الى Mn^{+4}



لا تعتبر برمنغنات البوتاسيوم مادة قياسية أولية لأنها تحتوي بعض النواتج المختزلة مثل MnO_2 ويتغير تركيز البرمنغنات بعض الشيء بعد تحضيرها لأنها تتفكك بسهولة بالعوامل المختزلة مثل الامونيا والمواد العضوية في الماء ولذلك قبل استعماله وحفظه ع الاقل لمدة 7-10 ايام بعد التحضير كذلك يتأثر بالضوء مما يؤدي الى سرعة تفككه وفقا للتفاعل



لذلك يجب ترشيحها بين فترة وأخرى ويجب حفظها في قناني معتمة وبعيدة عن الغبار والمواد العضوية والابخرة المختزلة لأنها مادة غير ثابتة فيزيائياً

طريقة العمل

- 1- نحضر 0.1 N من برمنغنات البوتاسيوم ثم يتم معايرته مع محلول حامض الاوكزاليك.
- 2- نملأ السحاحة بمحلول برمنغنات البوتاسيوم المحضر في الخطوة الاولى.
- 3- انقل 10ml من كبريتات الحديدوز $FeSO_4$ الى الدورق المخروطي.
- 4- نضيف 5ml من حامض الكبريتيك المخفف الى الدورق المخروطي.
- 5- نسحح كبريتات الحديدوز ضد برمنغنات البوتاسيوم الموجود بالسحاحة الى أن يتغير اللون الى وردي فاتح.
- 6- نحسب نورمالية ايون الحديدوز

