كيمياء تحليلية – الجزء العملي - المحاضرة السادسة

الترسيب

معايرات الترسيب :

هي المعايرات التي تحدث لتفاعلات الأيونات في المحلول لتكون أملاح عديمة أو شحيحة الذوبان.معظم تجارب التحليل الحجمي في تفاعلات الترسيب يتجري باستخدام نترات الفضة.نترات الفضة النقية درجة نقاوتها ٩٩.٩% ويمكن تحضير محاليل قياسية أولية منها بالوزن مباشرة ، أما إذا استخدمت نترات الفضة العادية فيمكن معايرتها بواسطة محلول كلوريد الصوديوم النقي. يجب حفظ محاليل الفضة النقية في زجاجات بنية أو زرقاء اللون أو في زجاجة ونغطي سطحها بطبقة سوداء حتى لا تنحل الفضة. يوجد ثلاث طرق لهذه المعايرات.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 فاجان Fajan method .

٣- طريقة فولهارد Volhard method .

أ- طريقة مور :

يستعمل لتحليل الكلوريدات والبروميدات في وسط متعادل وتتضمن الطريقة تسحيح الكلوريد مع نترات الفضة باستعمال كرومات البوتاسيوم K_2CrO_4 كدليل حيث يكون راسب ملون عند نقطة الانتهاء .

$$Ag^+ + Cl^- \longrightarrow AgCl\downarrow$$

راسب ابيض

$$Ag + Cl \longrightarrow Ag_2CrO_4\downarrow$$

راسب احمر

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 أحمراً من كرومات الفضة ولكن كلوريد الفضة أقل ذوباناً من كرومات الفضة. وعلى هذا فكلوريد الفضة يترسب أولاً. وعند نقطة

التكافؤ اي 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 .كما أن الوسط القلوي يؤدي إلى ترسيب هيدروكسيد الفضة قبل كرومات الفضة علاوة على أن الراسب الذي يتكون من أكسيد الفضة بالإضافة إلى كلوريد الفضة يؤدي إلى نتائج خاطئة في كلتا الحالتين.

طـريقة فاجـــان

تعتمد هذه الطريقة على استخدام أدلة الإدمصاص.وهذه الأدلة تظهر لونا" معينا" على سطوح حبيبات الراسب،وتحت ظروف معينة فإن الإدمصاص يحدث أثناء المعايرة عند نقطة التكافؤ،وعلى ذلك فإن ظهور أو اختفاء اللون على سطح الراسب يشير إلى نقطة التكافؤ. وعند معايرة كلوريد الصوديوم بواسطة محلول قياسي من نترات الفضة فإن دليل الإدمصاص المستخدم هو الفلوريسين وهو صبغة عضوية تتأين جزيئاته في المحاليل المائية إلى أيونات الهيدروجين وأيونات الفلوريسين ذات الشحنة السالبة والتي تظهر بلون أخضر مصفر في الوسط المائي.ويكون أيون الفلوريسين مع الفضة ملح شحيح الذوبان وردى اللون عند نقطة التكافؤ.

طريقة فولهارد

تستخدم هذه الطريقة أساسا" في تقدير الفضة بواسطة معايرتها بمحلول قياسي من الثيوسيانات، ويستخدم في هذه الطريقة ايون الحديد الثلاثي كدليل. ويجب أن تجرى المعايرة في وسط حامضي حتى تمنع تميئ ايونات الحديد الثلاثي.

ويمكن أن تظهر نقطة التكافؤ مبكرة وذلك لأن ثيوسيانات الفضة لها ميل لادمصاص ايونات الفضة الموجودة حولها. ويمكن التغلب على هذه الصعوبة بالرج الشديد أثناء المعايرة حتى الحصول على لون ثابت لا يتغير.

اسم التجربة : تقدير معيارية نترات الفضة $AgNO_3$ بطريقة مور

المواد المستعملة

١- نترات الفضة $AgNO_3$ الوزن المكافيء ١٦٩.٨٦

٢- كلوريد الصوديوم NaCl الوزن المكافيء ٥٨.٤٦

٣- دليل كرومات البوتاسيوم

١-تحضير محلول نترات الفضة

لتحضير محلول نترات الفضة بتركيز ٠.١ عياري بحجم ٢٥٠ مل يتم وزن (٢) غرام من نترات الفضة المجفف في ١٢٠ م لمدة ساعتين وتنقل الى قنينة حجمية معتمة اللون ذات سدادة وتكمل بالماء المقطر الى حد العلامة.

٢-تحضير محلول كلوريد الصوديوم

توزن ١.٤٦١ غم من مادة كلوريد الصوديوم النقية وتنقل الى قنينة حجمية سعة ٢٥٠ مل ثم يضاف لها الماء المقطر الى حد العلامة

خطوات إجراء التجربة:-

١- إملأ السحاحة بمحلول نترات الفضة المجهول التركيز.

٢- خذ بواسطة الماصة ١٠ مل من محلول كلوريد الصوديوم القياسي وانقله إلي الدورق المخروطي.

٣- أضف ١ مل من محلول كرومات البوتاسيوم تركيزه ٥%.

٤- يتم المعايرة بواسطة إضافة محلول نترات الفضة المجهول التركيز من السحاحة إلى المحلول القياسي في الدورق المخروطي وحتى الوصول إلى نقطة التكافؤ(ظهور لون احمر غامق).

٦- كرر المعايرة ٣ مرات و دون نتائج القراءات في جدول.