الخطأ التسحيحي Titration error (E_T)

يحسب الخطأ التسحيحي من المعادلة التالية:

التسحيح في الكيمياء التحليلية Titration in Analytical chemistry

التسحيح هو طريقة واسعة الاستخدام في الكيمياء التحليلية لتقدير الحوامض, القواعد, الايونات الفلزية, البروتينات , العوامل المؤكسدة والمختزلة والكثير من المواد الاخرى .

التسحيح الحجمي Volumetric titration

هو قياس كمية حجم الكاشف القياسي (Standard reagent)

مبدأ عمل التسحيح Principle of titration

التسحيحات تستند على تفاعل بين المادة المراد تحليليها (Analyte) الموجودة في الدورق المخروطي وكاشف قياسي معروف التركيز كمسحح (Titrant) الموجود في السحاحة. هذا التفاعل يكون معروف من حيث المتفاعلات. يحسب الحجم او الوزن للمسحح Titrant (المحلول القياسي) اللازم لاكمال التفاعل مع المادة المراد تحليلها (Analyte) ويستخدم الحجم او الوزن لحساب كمية الـ Analyte .

تصنف تفاعلات التسحيح الى اربع مجاميع بالاعتماد على نوع التفاعل:

1- Acid – Base Titration
2- Complexometric Titration
3- Redox Titration
4- Precipitation Titration

نقاط النهاية و نقاط التكافئ Equivalence points and final points

نقطة التكافؤ (Equivalence point) هي النقطة في التسحيح والتي عندها يتكافئ كميات المتفاعلات (titrant , analyte) .

$$\text{Moles Titrant} = V_{eq} \times C_T$$

V_{eq}: حجم نقطة التكافؤ

C_T: تركيز المسحح

نقطة النهاية (final point) هي النقطة التي عندها نتوقف عن اضافة الـ titrant

$$\text{Moles Analyte} = V_{eq} \times C_A$$

V_{eq}: حجم نقطة النهاية

C_A: تركيز المادة المراد تحليلها

ولحساب تركيز المادة المراد تحليلها بأستخدام تفاعل التسحيح عند نقطة النهاية.

$$\text{Moles Titrant} = \text{Moles Analyte}$$

$$V_{eq} \times M_T = V_{eq} \times M_A$$

الخطأ التسحيحي Titration error (E_T)

يحسب الخطأ التسحيحي من المعادلة التالية:

$$E_T = V_{eq} - V_{ep}$$

V_{eq}: الحجم المحسوب نظرياً للوصول الى نقطة التكافؤ.
V_{ep}: حجم الكاشف اللازم للوصول الى نقطة النهاية.

الدلائل Indicators

هي مواد عضوية (صبغات) تضاف الى المادة المراد تحليلها (Analyte) قبل التسحيح لتساعد في اظهار التغير في الخصائص الفيزيائية مثل اللون (الاشارة الى نقطة النهاية) عند نقطة التكافؤ او بالقرب منها.

المحلول القياسي Standard solution

هو كاشف معلوم التركيز. المحاليل القياسية تستخدم في التسحيحات وفي اغلب التحاليل الكيميائية الاخرى.

شروط المحلول القياسي المثالي لتفاعلات التسحيح

1- يكون مستقر بما فيه الكفاية بحيث يمكن تقدير تركيزه مره واحده فقط .
2- يتفاعل بسرعة مع المادة المراد تحليلها .
3- يتفاعل مع المادة المراد تحليلها بشكل يسير نحو الكمال للحصول على نقطة نهاية مقبولة .
4- يخضع الى تفاعل انتقائي مع الـ Analyte والذي يمكن ان يوصف بمعادلة موزونة .

القياسي الاولي Primary standard

هي مركبات عالية النقاوة يستفاد منها كمواد مرجع للتسحيح او أي نوع من طرق التحليل الكمي .
اهم المتطلبات التي يجب توفرها في مركبات القياسي الاولي:

1-عالية النقاوة 99.8% .
2- الاستقرارية عند تعرضها الى الغلاف الجوي .
3- غير متميعة (بحيث لا يتغير التركيب مع وجود اختلاف في نسبة الرطوبة) .
4- رخيصة الثمن .
5- ذوبانية مقبولة في وسط تفاعل التسحيح .
6- وزن جزيئي عالي (ليتم التقليل من الخطأ النسبي المتعلق بالوزن) .

القياسي الثانوي Secondary standard

هي مركبات تم تحديد نقاوتها بالتحليل الكيميائي. هذه المحاليل يستفاد منها كمحول قياسي (Working standard) للتسحيح او أي تفاعل تسحيح اخر .

Volumetric calculations الحسابات الحجمية

For the chemical species A

$$\text{Amount A}_{(\text{mole})} = \frac{\text{Mass A}_{(\text{g})}}{\text{Molar mass A}_{(\text{g/mol})}}$$

$$\text{Amount A}_{(\text{mmole})} = \frac{\text{W A}_{(\text{g})}}{\text{m MW A}_{(\text{g/mol})}}$$

$$\text{Amount A}_{(\text{mole})} = V_{(\text{L})} \times C_{\text{A}\ (\text{mol/L})}$$

$$\text{Amount A}_{(\text{mmole})} = V_{(\text{mL})} \times C_{\text{A}\ (\text{mmol/L})}$$

تنظيف ووضع علامات على الادوات المختبرية

Cleaning and Marking of laboratory ware

.

وحدات الحجم Units of Volume

وحدة قياس الحجم هي لتر Liter (L) وايضاً تعرف بواحد ديسيمتر مكعب , المليلتر milliliter (mL) هو 10^{-3} L (0.001L) . والمايكرولتر microliter (µL) هو 10^{-6} L , 10^{-3} mL .

ادوات قياس الحجم الدقيق Apparatus for precisely measuring volume

يمكن قياس حجم موثوق بالماصة (Pipet) , سحاحة (buret) او قنينة حجمية (Volumetric flask) .

الماصات Pipets

تنقل حجوم معلومة وبدقة من وعاء الى اخر. وتنقسم الى انواع:

a- ماصة نقل
b- ماصة قياس
c- ماصة رقمية
d- حقنة

السحاحات Burets

تشبة ماصة قياس (Measuring Pipet) . نحصل على دقة اكبر من ماصة القياس عند استخدام السحاحة حيث تجعل من الممكن ايصال أي حجم وصولاً الى اقصى سعة للسحاحة .

القناني الحجمية Volumetric Flasks

يتم تصنيع القناني الحجمية بسعات متنوعة من 5 mL الى 5 L وعادتاً ما يتم معايرتها بحيث تحتوي على حجم نوعي عند ملئها الى خط محفور على رقبة القنينة .
وهي تستخدم لتحضير المحاليل القياسية ولتخفيف النماذج الى حجم ثابت عن طريق سحب حجوم بأستخاد الماصة .

ادوات تستخدم لقياس حجوم تقريبية

Apparatus for used to measure volumes approximately

وهي الكؤوس (Beaker) , ماصات نقطية (dropping pipets) و اسطوانات مدرجة (Cylinders). يجب مراعاة ما يلي عند استخدام الادوات الحجمية (الزجاجيات) و الماصات و القناني الحجمية:

1-الحجم اللازم نقله بالماصة او المحتوى بالقنينة الحجمية يفترض على ان الادوات الزجاجية نظيفة. حيث ان الاوساخ والدهون على سطح الاداة الداخلي تمنع السوائل من التدفق بالتساوي وترك قطرات من السائل على جدار الوعاء, يعني هذا بأن الحجم الواصل اقل من الحجم القياسي

(حجم المعايرة). في حين قطرات السائل فوق علامة المعايرة (calibration mark) تعني ان القنينة الحجمية تحتوي اكثر من حجم المعاير كما في الشكل

تتوفر محاليل تنظيف تجارية ممكن تستخدم لتنظيف الماصات والقناني الحجمية .

2- عند ملئ الماصة او القنينة الحجمية اضبط مستوى السائل بدقة عند علامة المعايرة (calibration mark). ولتجنب الخطأ الناتج من النظر الى علامة المعايرة يجب النظر بمستوى يقابل العين وتحت التقعر في عنق القنينة او الماصة كما في الشكل

3- قبل استخدام الماصة او القنينة الحجمية تشطف بأجزاء صغيرة من المحلول المراد قياس حجمة. هذا للتأكد بأن أي بقايا سوائل متبقية في الماصة او القنينة الحجمية قد ازيلت .

الأدوات الخاصة بتجفيف النماذج Equipment for drying samples

تحتاج اغلب المواد الى ان تكون جافة قبل التحليل لازالة الرطوبة المتبقية. يستخدم لهذا الغرض الفرن (Oven) وهو على انواع جميعها تستخدم للتجفيف تتراوح حرارته من 160 – 325 ^{o}C حسب الموديل وتتوفر مروحه في الفرن لتوزيع الهواء الساخن . وهناك انواع اخرى تستخدم لتحليل المادة حرارياً وهذه تتميز بدرجة حراره عالية تصل الى 1700 ^{o}C وتستخدم للحرق (Furnace) .

المجفف Desiccator and Desiccant

بعد تجفيف العينة او تحليلها بفرن الحرق يجب تبريدها بدرجة حرارة الغرفة في مجفف (Desiccator) لمنع اعادة امتصاص الرطوبة من الجو .
والمجفف (Desiccator) هو وعاء مغلق زجاجي يعزل النموذج عن الغلاف الجوي ويحتوي في اسفل الوعاء على مادة التجفيف (drying agent) والتي تسمى المجففة (Desiccant) ومن الامثله على مواد التجفيف هي ($CaCl_2$ و السيليكا جل Silica gel) .