جامعة بغداد

كلية التربية-ابن الهيثم

ملزمة في الكيمياء التحليلية العملي

لطلبة المرحلة الأولى

اعداد

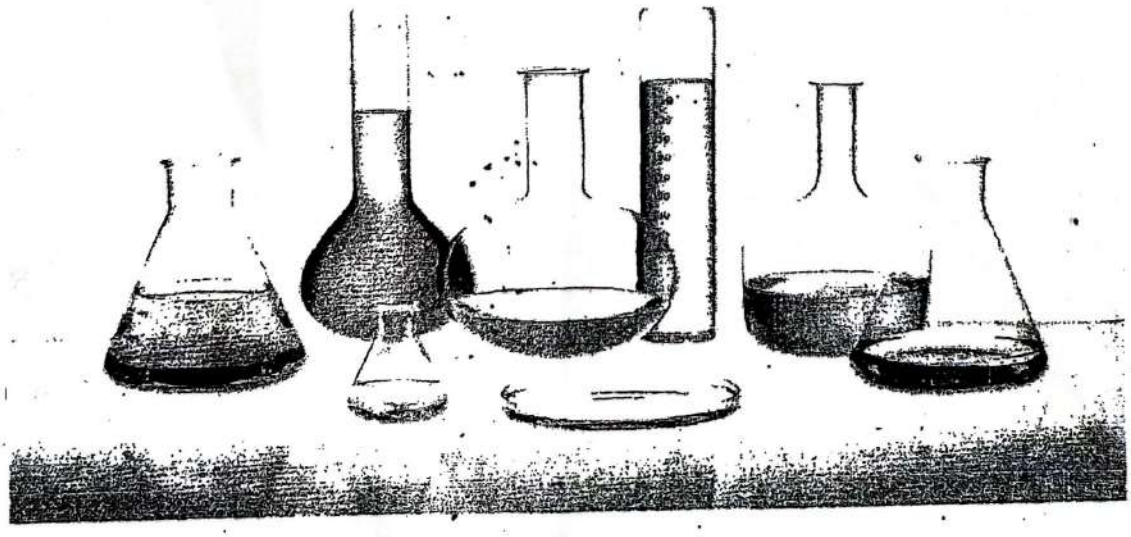
الأستاذ الدكتور
جواد كاظم الخفاجي

الأستاذ الدكتور
علاء فراك حسين

الأستاذ المساعد
جاسم داود سلمان

المدرس الدكتورة
سمية محمد عباس

تنقيح
المدرس الدكتور
علي خليل محمود



2011

الفصل الثاني

التحليل الكمي

Quantitative Analysis

(التحليل الكمي الحجمي)

Volumetric Quantitative Analysis

التحليل الحجمي Volumetric Analysis

يتضمن التحليل الحجمي تقدير حجم المحلول ذي التركيز المعلوم اللازم للتفاعل كميا مع حجم معين من المادة المراد تقديرها ويتطلب ذلك وجود علامة أو اشارة الى نقطة انتهاء التفاعل . والتي يمكن تعيينها من خلال :-

١-أستخدام دلائل Indicators ذات طبيعة كيميائية ملونة تظهر تغيرا حادا في خواص المحلول كاللون أو العكرة الذي نلحظهما بالعين المجردة .

٢- أستخدام الطرائق الكيميائية الفيزيائية كقياس فرق الجهد أو التوصيل الكهربائي.

ومع ان طرائق التحليل الحجمي تتطلب توفر شروط وخبرة لتجاوز الأخطاء أو العيوب فأنها تفضل في التطبيق العملي والاستعمال على طرائق التحليل الوزني لأن الأخيرة على الرغم من دقة النتائج التي يمكن الحصول عليها عند استعمالها - بطيئة وتستغرق وقتا طويلا لإتمام التحليل قد يتجاوز الانتظار للحصول على نتائجها عدة ساعات أو ايام وهو لا يتفق والحاجة العملية خاصة في السيطرة الكيميائية على العمليات الصناعية لتوجيه التفاعلات الوجهة الصحيحة للحصول على نتاج ذي مواصفات جودة عالية . على عكس ذلك فإن ادق تحليل سيكون فائدته قليلة اذا ما حصلنا على نتائجه في وقت متأخر عن حاجتنا له ، أضف على ذلك فأن تفضيل طرائق التحليل الحجمي مرده قلة وبساطة متطلباتها من حيث الأجهزة والمواد والمهارة المختبرية .

الأدوات المستخدمة في التحليل الحجمي :-

١- دورق مسطح القاعدة Flat bottom flask

٢-دورق مدور القاعدة Round bottom flask

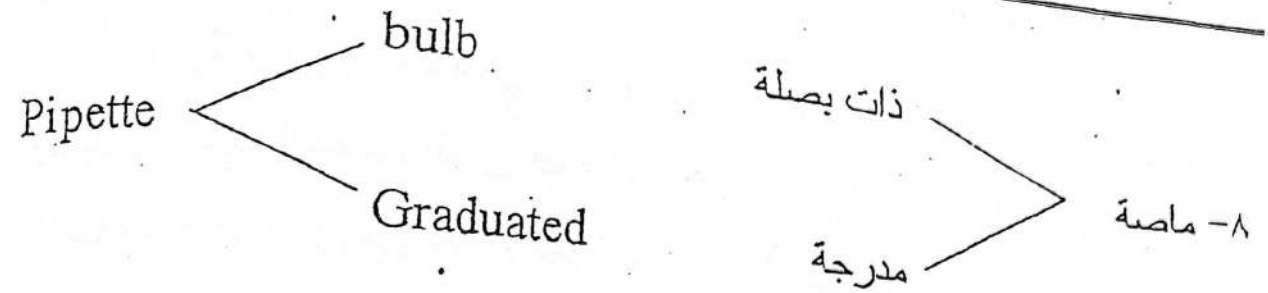
٣- دورق مخروطي Conical flask

٤- دورق حجمي (قياسي) Volumetric flask (standard)

٥- كؤوس بمختلف الحجوم Beakers different sizes

٦- قمع Funnel

٧- جفنة Crucible



٩- اسطوانة مدرجة Graduated Cylinder

١٠- السحاحة Burette

تستعمل في التحليل الحجمي طرق غير مباشرة لتعيين أوزان المواد أو بعض مكوناتها وتشمل هذه الطرق :-

١- طريقة التسحيح .
٢- طريقة التحليل الغازي .
٣- طرق التحليل الآلي .

وسنتناول بشكل مبسط الطريقة الأولى وهي طريقة التسحيح :-

١- طريقة التسحيح ***Titration***

عملية التسحيح عملية سريعة تعتمد اساسا على قياس أو تحديد حجم المحلول القياسي (المسحح titrant) اللازم لاتمام التفاعل مع حجم معين من محلول المادة المراد تقديرها ومن معرفة أو تحديد هذا الحجم وحجم المحلول القياسي المستعمل بالضبط وتركيزه بالامكان حساب وزن المادة أو النموذج بمساعدة القوانين الكيميائية.

تتم عملية التسحيح بأن يضاف أحد المحلولين من انبوب مدرج يدعى السحاحة Burette الى دورق صغير يحتوي على حجم معين ومقاس بدقة بأستعمال ماصة Pipette من محلول المادة الأخرى وتستمر هذه الاضافة - التسحيح titration حتى تمام التفاعل .

يمتاز التحليل الكمي الحجمي بحساسية ودقة نتائجه لغاية (0.001 غم) مع سهولة اجراء حساباته وتجنبه - خلافاً للتحليل الوزني - لعمليات الفصل والتجفيف والوزن بما يؤدي الى اتصافه بالسرعة .

من شروط التحليل الكمي الحجمي :-

١- يجب ان تمثل العملية تفاعلاً بسيطاً يمكن ان يعبر عنه بمعادلة كيميائية متكافئة Stoichiometry or Equivalent Proportion ودون ان يكون هناك تفاعل جانبي بين الدليل والمادة المجهولة .

٢- يجب ان يحدث التفاعل ويجري بسرعة كبيرة وبعكسه فأن عملية التسحيح ستستهلك وقتاً طويلاً .

٣- يجب ان يكون للتفاعل نقطة انتهاء واضحة - تغيير ملحوظ في بعض الصفات الفيزيائية او الكيميائية للمحلول - أو ان يتوفر دليل يظهر هذه النقطة بشكل متميز نتيجة تغير لونه مثلاً .

٤- ان يستمر التفاعل الى نهايته .

(1 - 1) شروط عملية التسحيح

١.وجود تفاعل بين المسحَح والمسحِح .

٢.وجود ما يدل على انتهاء التفاعل كأن يكون دليل .

٣.وجود مادة قياسية في السحاحة .

(1 - 2) المحلول القياسي Standard Solution

هو المحلول الذي يحوي حجم معين منه على وزن معلوم من المادة المذابة وهكذا تكون هذه المحاليل ذات درجة تركيز معلومة ودقيقة بالضبط وعملية اضافة المحلول القياسي من الأنبوبة المدرجة المسماة السحاحة Burette الى حجم معين من محلول المادة المجهولة التركيز في دورق التسحيح المخروطي حتى اتمام التفاعل تسمى عملية التسحيح أو المعايرة .

(1-3) شروط المادة القياسية الأولية

١- ذات تركيب معروف ويسهل الحصول عليها بدرجة عالية من النقاوة (100%) أو من السهل تنقيتها بعد الكشف أو معرفة الشوائب التي تحتويها بحيث لا تتجاوز % (0.1-0.2) كما يسهل تجفيفها C(110-120) وحفظها في حالة نقية ومن الصعب ان تتوفر هذه الميزات في المواد المائية Hydrated لأن من الصعب التخلص من الرطوبة السطحية تماما بدون ان يحدث انحلال جزئي .

٢- ان تكون المادة غير متميعة Non hygroscopic كما يجب ان لا تكون قابلة لأي تغير فيها خلال عملية الوزن .

٣- يجب ان تكون المادة سهلة الذوبان في الماء تحت الظروف التي تستعمل فيها.

٤- يجب ان يكون وزنها المكافيء كبير حتى تصبح اخطاء الوزن في حدود الأهمال.

٥- ان يكون التفاعل مع المادة القياسية من التفاعلات التي تظهر تماما عند نقطة التكافؤ Stoichoimetric Point وان يتم بسرعة وأن يكون خطأ المعايرة ما يمكن اهماله أو يمكن حسابه بدقة .

٦- يجب ان لا يكون محلول المادة القياسية الأولية ملونا قبل أو بعد انتهاء عملية المعايرة منعا لتداخل لونها مع لون الدليل المستعمل لإيجاد نقطة انتهاء التفاعل.

٧- يجب ان لا تتأثر بالضوء ودرجات الحرارة والغبار والمواد العضوية .

(1 - 4) نقطة التكافؤ Equivalent Point

هي النقطة التي يتم عندها التفاعل من الوجهة النظرية أي هي النقطة من المحلول الذي يوجد في السحاحة ويصبح عندها عدد مكافئات أو ملي مكافئات المادة القياسية مساويا الى عدد مكافئات أو ملي مكافئات المادة المراد تقديرها نظريا .

(1 - 5) نقطة انتهاء التفاعل End Point

هي النقطة التي ينتج عنها تغير في لون المحلول القياسي (ثبات أو زوال اللون) وبأضافة مادة مساعدة تسمى دليلا ويشترط في الدليل عند نقطة نهاية