

تجربة رقم (7)

تحضير ومعايرة محلول ثايوكبريتات

Preparation and standardization of the thio sulphate solution

الجزء النظري :

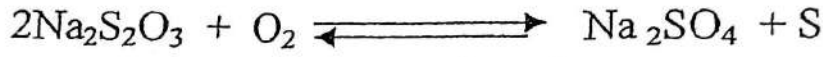
ان مادة ثايوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (الهايبيو) مادة بلورية يمكن الحصول عليها بدرجة عالية من النقاوة تحت ظروف خاصة . غير ان هناك دائما بعض الشكوك فيما يخص عدد جزيئات الماء التي تحتويها البلورة بسبب طبيعة تزهرها efflorescent واسباب اخرى . ولذلك فان المادة لا تصلح ان تكون مادة قياسية أولية . ثايوكبريتات الصوديوم عامل مختزل .



وزنها المكافئ يساوي وزنها الجزيئي (248.19) وهي مادة غير مستقرة نسبياً فهي تتفاعل مع حامض الكاربونيك H_2CO_3 المذاب في الماء حسب المعادلة ولهذا فإن تحضير المحاليل تتطلب ماء مغلياً وميزداً خالياً من CO_2 :



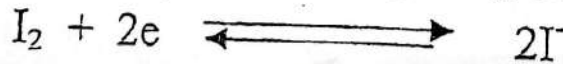
كما انها تتأكسد بأوكسجين الجو (ووجود عوامل مساعدة مثل Cu^{+2}) :



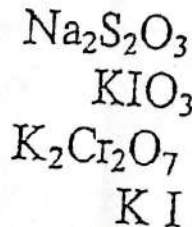
ويتفكك محلول الثايوكبريتات بتأثير الأحياء الدقيقة Micro-Organisms خاصة تلك المحاليل التي يحتفظ بها لمدة طويلة ولمنع هذا التفكك يضاف HgI_2 أو Na_2CO_3 لمنع تأثير البكتريا والحموضة في المحلول الذي يحفظ في قناني داكنة بعيداً عن الضوء . ومع كل هذا فإن المحلول يتفكك تدريجياً الأمر الذي يستلزم معايرته لتحديد تركيزه بين فترة وأخرى . أما المحلول الذي يحدث فيه ترسيب فيهمل .

إن اليود الحر - كما هو الحال مع بقية الهالوجينات - يكتسب الإلكترونات فيعتبر عاملاً مؤكسداً لتلك المواد التي تعتبر عاملاً مختزلاً . أما أيونات اليود I^- فتتمنح إلكتروناتها بسهولة فتسلك كعوامل مختزلة .

إن الطرق الأيودية Iodometric methods في التحليل الحجمي تعتمد على عمليات التأكسد والأختزال وتتضمن التحول الداخلي لليود وأيونات اليود I^- .



المواد المستعملة والأدوات :-



- ١- ثايوكبريتات الصوديوم
- ٢- يوديدات البوتاسيوم
- ٣- دايكرومات البوتاسيوم
- ٤- محلول 20% من

Starch Solution

500ml
250ml

٥- محلول النشا

٦- ورق قياس سعة

٧- ورق قياس سعة

٨- كأس زجاجي عدد (2)

٩- سماحة

١٠- ورق مخروطي سعة 100ml

١١- محراك وقمع زجاجي

طريقة العمل :

١- تحضير محلول قياس لثايوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ بتركيز 0.1 N

تقريباً .

بما ان الوزن المكافئ لثايوكبريتات الصوديوم يقرب من 248 لأن صيغتها

الجزئية $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ لهذا فإن ما يحتاج اليه من الملح لتحضير 250ml

تركيزه 0.1N يساوي .

$$\frac{1}{10} \times \frac{1}{4} \times 248 = 6.5 \text{ gram}$$

.. لتحضير (0.1N) من محلول الثايوكبريتات الذي حجمه 250ml توزن بدقة

على زجاجة ساعة 6.2gm من ثايوكبريتات الصوديوم في كمية من الماء المغلي

حديثاً بعد تبريده في ورق قياس حجمه 250ml ونضاف اليه 0.1gm من

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ثم يخفف المحلول لحد العلامة ويمزج جيداً بقلب ورق القياس عدة

مرات مع الرج والتحرك ينقل بعدها الى قنينة معتمة وتجري معايرته بعد مرور

٢٤ ساعة .

٢- تحضير محلول KIO_3 (0.1N) تقريباً :

يعطي محلولي يوديد البوتاسيوم ويودات البوتاسيوم عند اضافة حامض

مخفف لهما اليود الحر بموجب المعادلة التالية :





ويحتوي المحلول العياري على $\frac{14.02}{6} = 35.67$ غم لكل لتر . ولذلك فإن تحضير لتر واحد من $0.1N KIO_3$ يحتاج لأذابة $\frac{35.67}{10} = 3.567$ غم .
.. يوزن (3.567 gm) يودات البوتاسيوم على زجاجة ساعة وتذاب في الماء المقطر ينقل بعدها المحلول كميأ الى دورق قياس حجمه لتر واحد ويخفف لحد العلامة ثم يمزج بقلب الدورق عدة مرات .

3- تحضير محلول KI 20%

يذاب 20gm يوديد البوتاسيوم KI في 80 مل من الماء المقطر .

4 - تحضير محلول قياس $0.1N K_2Cr_2O_7$

تكسب جزيئة دايكرومات البوتاسيوم (6) الكترولونات عند تفاعلها مع محلول KI ولذلك فإن المكافئ الغرامي لدايكرومات البوتاسيوم

$$49.03 \text{ gm} = \frac{294.18}{6} = \frac{\text{M.wt}}{6}$$

وتحضير لتر من محلول $0.1N K_2Cr_2O_7$ فالمطلوب اذابة (4.903 gm) من الدايكرومات .

.. يوزن 4.9gm من دايكرومات البوتاسيوم بدقة وتذاب في كمية قليلة من الماء المقطر في كأس زجاجي . ثم ينقل المحلول كميأ الى دورق قياس سعته لتر ويكمل الحجم لحد العلامة بالماء المقطر .

5- تحضير محلول النشأ

تحضر عجينة 10gm من النشأ الذائب بكمية قليلة من الماء . تضاف العجينة مع التحريك المستمر الى 100ml من الماء المغلي ثم يغلى المحلول لمدة دقيقة

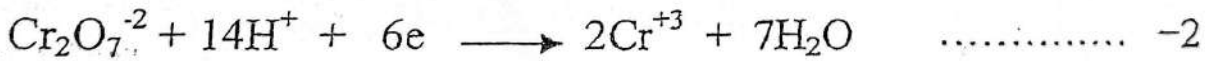
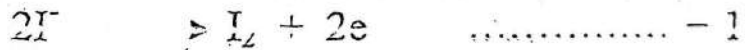


واحدة . يترك المحلول ليبرد وتضاف اليه (2-3) غم يوديد البوتاسيوم ثم يحفظ في قنينة محكمة الغلق .

6 - معايرة محلول ثايوكبريتات الصوديوم مع محلول يودات البوتاسيوم القياس .
تنقل 10ml من محلول 0.1N KIO₃ الذي تم تحضيره بواسطة ماصة الى دورق مخروطي وتضاف اليه (5-7)ml من محلول 20%KI . يحمض المحلول بأضافة 10ml من 2N H₂SO₄ ثم تسحج مع محلول ثايوسيانات الصوديوم المضاف من السحاحة حتى يتلون المحلول بلون أصفر شاحب Pale Yellow عندها اضف عدة قطرات من دليل النشأ واستمر بالتسحج حتى يتغير اللون الأزرق للمحلول فجأة وبوضوح الى عديم اللون سجل القراءة وكرر التسحج لثلاث مرات للحصول على قراءات متشابهة أو متقاربة .

7 - معايرة محلول ثايوكبريتات الصوديوم مع محلول دايكرومات البوتاسيوم القياس

تعتمد هذه المقايسة علميا بالأساس على جعل محلول الدايكرومات ويوديد البوتاسيوم حامضيا يتسبب في تحرير اليود وفقا للمعادلة :



ومن المعادلة (2) يظهر ان الوزن المكافئ للدايكرومات يساوي $\frac{1}{6}$ وزنها الجزيئي . ان ايجاد نقطة انتهاء التفاعل بأستعمال هذه الطريقة اكثر صعوبة منه في استعمال يودات البوتاسيوم بسبب اللون الأخضر لملاح الكروم .

يوضع (40ml) من الماء البارد في دورق مخروطي ويفضل ان يكون مزودا بسداد ، يضاف اليها (15ml) من محلول 20%KI وحوالي (1gm) من NaHCO₃ الصلب ويرج الدورق جيدا حتى ذوبان الملح . عندها يضاف (2ml) من 2N H₂SO₄ ببطء بنفس الوقت الذي يدور فيه الدورق لمزج المحاليل . تضاف في هذه المرحلة للدورق (10ml) من محلول 0.1 NK₂Cr₂O₇ ويمزج



المحلول جيدا وتغسل جوانب الدورق بقليل من الماء المغلي بأستعمال دورق الغسل ثم يثبت السداد ويترك في الظلام لمدة خمس دقائق لأتمام التفاعل . اغسل السداد بالماء المقطر وخفف المحلول بأضافة (120ml) من الماء المقطر وقس اليود المتحرر بأضافة محلول ثايوسلفات الصوديوم من السحاحة مع الاستمرار بتحريك دورق التسحيح . عندما يتفاعل معظم اليود المتحرر بدليل تغير لون المحلول الى اخضر مصفر Yellow wish Green ، يضاف (1ml) من الدليل النشأ وتغسل جوانب الدورق فيتحول لون المحلول الى الازرق . يستمر بأضافة محلول الدايكرومات قطرة فقطرة مع التحريك حتى تغير آخر قطرة مضافة من الدايكرومات لون المحلول من اللون الازرق المخضر الى الأخضر الشاحب .
ثبت حجم الثايوكبريتات المستعمل وكرر التسحيح لثلاث مرات للحصول على قراءات متشابهة أو متقاربة .

النتائج والحسابات :

مع ان محلول ثايوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3$ لا تتفاعل بشكل مباشر مع محلول دايكرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$ أو محلول يودات البوتاسيوم KIO_3 في هذا التقدير ، غير ان كميات المحلولين تكون متكافئة فيما بينها . وبالتالي فإن تركيز ثايوسلفات الصوديوم يمكن حسابه كالآتي :

$$V_{thio} \times N_{thio} = V_{KIO_3} \times N_{KIO_3}$$

$$V_{thio} \times N_{thio} = V_{K_2Cr_2O_7} \times N_{K_2Cr_2O_7}$$