تجربة رقم (7)

تحضير ومعايرة محلول ثايوكبريتات

Preparation and standardization of the thio sulpate solution

الجزء النظري :-

ان مادة ثايوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3.5H_2O$ (الهايبو) 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 efflorecent واسباب اخرى . ولذلك فأن المادة لا تصلح ان تكون مادة قياسية أولية . ثايوكبريتات الصوديوم عامل مختزل .

$$2S_2O_3^{-2} \longrightarrow S_4O_6^{-2} + 2e$$

وزنها المكافيء يساوي وزنها الجزيئي (248.19) وهي مادة غير مستقرة نسبيا فهي تتفاعل مع حامض الكاربونيك H_2CO_3 المذاب في الماء حسب المعادلة ولهذا فأن تحضير المحاليل تتطلب ماء مغليا ومبردا خاليا من CO_2 :

$$Na_2S_2O_3 + H_2CO_3 \rightleftharpoons NaHCO_3 + NaHSO_3 + S$$

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

$$2Na_2S_2O_3 + O_2 \rightleftharpoons Na_2SO_4 + S$$

ويتفكك محلول الثايوكبريتات بتأثير الأحياء الدقيقة Micro-Organisims 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 بعيدا عن الضوء . ومع كل هذا فأن المحلول يتفكك تدريجيا الأمر الذي يستلزم معايرته لتحديد تركيزه بين فترة وأخرى . أما المحلول الذي يحدث فيه ترسيب فيهمل .

ان اليود الحر – كما هو الحال مع بقية الهالوجينات – يكتسب الالكترونات فيعتبر عاملا مؤكسدا لتلك المواد التي تعتبر عاملا مختزلا . اما آيونات اليود I^- فتمنح الكتروناتها بسهولة فتسلك كعوامل مختزلة .

ان الطرق الآيودية Iodometric methods في التحليل الحجمي تعتمد على عمليات التأكسد والأختزال وتتضمن التحول الداخلي لليود وآيونات اليود I^- .

$$I_2 + 2e \rightleftharpoons 2I^-$$

المواد المستعملة والأدوات :-

١- ثايوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3$
٢- يوديدات البوتاسيوم KIO_3
٣- دايكرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$
٤- محلول 20% من KI

٥- محلول النشا Starch Solution
٦- دورق قياس سعة 500ml
٧- دورق قياس سعة 250ml
٨- كأس زجاجي عدد (2) .
٩- سماحة .
١٠- دورق مخروطي سعة 100ml .
١١- محراك وقمع زجاجي .

طريقة العمل :-

١- تحضير محلول قياس لثايوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3$ بتركيز 0.1 N تقريبا .

بما ان الوزن المكافيء لثايوكبريتات الصوديوم يقرب من 248 لأن صيغتها الجزيئية $Na_2S_2O_3 . 5H_2O$ لهذا فأن 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 حديثا بعد تبريده في دورق قياس حجمه 250ml وتضاف اليه 0.1gm من $Na_2S_2O_3$ ثم يخفف المحلول لحد العلامة ويمزج جيدا بقلب دورق القياس عدة مرات مع الرج والتحريك ينقل بعدها الى قنينة معتمة وتجري معايرته بعد مرور ٢٤ ساعة .

2- تحضير محلول KIO_3 (0.1N) تقريبا :

يعطي محلولي يوديد البوتاسيوم ويودات البوتاسيوم عند اضافة حامض مخفف لهما اليود الحر بموجب المعادلة التالية :

$$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightleftharpoons 3H_3O^+ + 3I_2$$

ويحتوي المحلول العياري على $\frac{14.02}{6} = 35.67$ غم لكل لتر . ولذلك فأن تحضير لتر واحد من $0.1NKIO_3$ 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 كميا الى دورق قياس حجمه لتر واحد ويخفف لحد العلامة ثم يمزج بقلب الدورق عدة مرات .

3- تحضير محلول KI 20%

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

4 - تحضير محلول قياس $0.1N\ K_2Cr_2O_7$

تكسب جزيئة دايكرومات البوتاسيوم (6) الكترونات عند تفاعلها مع محلول KI ولذلك فأن المكافيء الغرامي لدايكرومات البوتاسيوم

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

ولتحضير 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 كميا 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 KIO_3 الذي تم تحضيره بواسطة ماصة الى دورق مخروطي وتضاف اليه (7-5)ml من محلول 20%KI . يحمض المحلول بأضافة 10ml من 2N H_2SO_4 ثم تسحح مع محلول ثايوسيانات الصوديوم المضاف من السحاحة حتى يتلون المحلول بلون أصفر شاحب Pale Yellow عندها اضف عدة قطرات من دليل النشأ واستمر بالتسحيح حتى يتغير اللون الأزرق للمحلول فجأة وبوضوح الى عديم اللون سجل القراءة وكرر التسحيح 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 :

$$2I^- \longrightarrow I_2 + 2e \quad \ldots\ldots\ldots\ldots -1$$

$$Cr_2O_7^{-2} + 14H^+ + 6e \longrightarrow 2Cr^{+3} + 7H_2O \quad \ldots\ldots\ldots\ldots -2$$

ومن المعادلة (2) يظهر ان الوزن المكافيء 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 لملح الكروم .

يوضع (40ml) من الماء البارد في دورق مخروطي ويفضل ان يكون مزودا بسُداد ، يضاف اليها (15ml) من محلول 20%KI وحوالي (1gm) من $NaHCO_3$ الصلب ويرج الدورق جيدا حتى ذوبان الملح . عندها يضاف (2ml) من 2N H_2SO_4 ببطء بنفس الوقت الذي يدور فيه الدورق لمزج المحاليل . تضاف في هذه المرحلة للدورق (10ml) من محلول 0.1 $NK_2Cr_2O_7$ 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 Yollow 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 فأن تركيز ثايوسلفات الصوديوم يمكن حسابه كالآتي :

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

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