كلية العلوم

القسم :الكيمياء

السنة : الرابعة

المادة : تحليل الي١

المحاضرة : الخامسة/عملي/

{{ مكتبة A to Z }}

Facebook Group : مكتبة A to Z

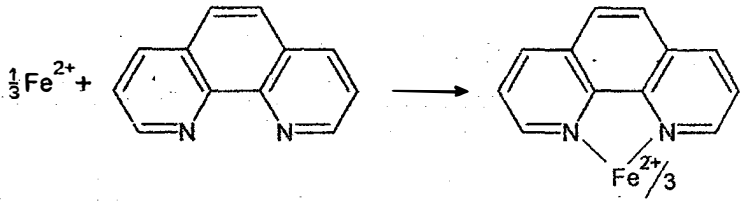
يمكنكم طلب المحاضرات برسالة نصية (SMS) أو عبر(What's app-Telegram)على الرقم 0931497960

11-5-3 تحديد الحديد في المياه الطبيعية

Determination of Iron in Natural Water

a- طريقة 1،10 ڤينانثرولين:

يتفاعل الحديد الثنائي مع 1،10 ڤينانثرولين مشكلاً مُعقدًّا أحمـر- برتقـالي مـن $[(C_{12}H_8N_2)_3Fe]^{2+}$. وفق التفاعل الآتي:



10,1- فينـــــانثرولين معقد 10,1- فينـــانثرولين الحديـــد II

تكون شدة تلون المُعقَّد المتشكل مستقلة عن حموضة الوسط ضمن مجال لـ pH يتراوح مابيـن 9-2، وهي ثابتة لفترة زمنية طويلة، ومن ناحية أخرى، يمكن إرجاع

الحديد الثلاثي إلى ثنائي بوساطة كلوريد هيدروكسيل الأمونيوم NH_3ClOH. يجري استخلاص مُعقَّد فينانثرولين الحديد بوساطة النتروبنزن، ويقاس عند طول موجة 515nm (لون الرشاحة أخضر- مزرق) بالمقارنة مع المحلول الفارغ.

يمكن تحديد كلٍّ من الحديد الثنائي والحديد الثلاثي طيفياً، حيث يقوم مُعقَّد الحديد الثنائي الأحمر- البرتقالي بالامتصاص عند طول موجة 515nm، في حين يملك مُعقَّد الحديد الثنائي ومُعقَّد الحديد الثلاثي الأصفر اللون امتصاصية متطابقة عند طول الموجة 396nm، حيث تجمع كمية الحديد الثنائي والثلاثي. يُحمَّض المحلول تحميضاً خفيفاً بحمض الكبريت، ويُعامل بعد ذلك بمحلول 10،1 فينانثرولين، ثمّ ينظم بمحلول فثالات البوتاسيوم الهيدروجينية عند pH=3,9.

توافق الامتصاصية عند طول الموجة 396nm تحديد كمية الحديد الكلية، في حين توافق الامتصاصية عند طول موجة 515nm تحديد كمية الحديد الثنائي.

خطوات العمل:

1-يؤخذ بوساطة أسطوانة مُدرجة حجم" (V=100ml) من الماء المراد دراسته، ويُوضع في بيشر، ويغلى حتى ربع حجمه، وتُحمَّض العينة المائية تحميضاً خفيفاً، وتنقل إلى دورق مُعايَرة سعة 50 ml.

2- يُحدَّد حجم محلول خلات الصوديوم اللازم لبلوغ pH القيمة 3.5 ± 1.0 وذلك باستخدام حجم مشابه للسابق يحتوي على قطرات عدة من أزرق البروموفينول (يتراوح مجال pH له ما بين 4.6 – 2.8 ويكتسب اللون الأصفر في الوسط الحمضي والأزرق في الوسط القلوي).

3- يضاف الحجم نفسه من محلول خلات الصوديوم المُحدَّد في الخطوة 2 إلى العينة الأصلية، ثمّ 4ml لكل من الكينول (quinol) و 10،1 فينانثرولين، ويُمدَّد المحلول بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج، ويمزج جيداً، ويترك جانباً لمدة ساعة من الزمن حتى إتمام إرجاع كامل الحديد الثلاثي إلى ثنائي.

4- تقارن شدة التلون المتشكلة في المحلول مع شدة التلون في محاليل عيارية، وقد جرى تحضيرها بالطريقة الموافقة نفسها وفق التراكيز 0.15,0.3,0.6,1.2ppm وتقاس الامتصاصية عند $\lambda_{max} = ?nm$.

5- يمكن أيضاً استخدام كلوريد هيدروكسيل الأمونيوم من أجل إرجاع الحديد الثلاثي

إلى ثنائي. يضاف لهذه الغاية إلى العينة المدروسة 5ml من محلول كلوريد هيدروكسيل الأمونيوم 10%. تضبط pH لعينة الماء المُحمضَّة تحميضاً خفيفاً ضمن مجال يتراوح ما بين 6-4 وذلك باستخدام محلول خلات الصوديوم المُحدَّد في الخطوة 2. يضاف بعد ذلك 4ml من محلول 10،1 فينانثرولين، ويُمدَّد المحلول حتى 50ml، ويُخلط المزيج جيداً وتقاس الامتصاصية بعد 5-10 دقائق عند طول موجة 515nm.

ملاحظات:

1- يُحضَّر محلول 10،1 فينانثرولين الأحادي الماء بتركيز 0.25% بإذابته في الماء المقطر.

2- يُحضَّر محلول خلات الصوديوم بتركيز 0.2M و 2M.

3-يُحضَّر محلول مائي من هيدروكسيل الأمونيوم 10%، أو محلول من الكينول (بنزن-1، 4 – ديول) (Benzen-1,4-diol) 1% في محلول منظم لحمض الخل عند pH تساوي تقريباً 4,5 (يحضر المحلول المنظم عند الطلب وذلك بمزج 65ml من محلول حمض الخل 0,1M مع محلول خلات الصوديوم 0,1M).

b- طريقة ثيوسيانات البوتاسيوم: تُشكل شوارد الثيوسيانات مع شوارد الحديد شاردة مُعقدة حمراء اللون من $[Fe(SCN)]^{2+}$ وفق التفاعل الآتي:

$$Fe^{3+} + SCN^- \longrightarrow [Fe(SCN)]^{2+}$$
لون أحمر

تتحول الشاردة المُعقَّدة $[Fe(SCN)]^{2+}$ بوجود كمية فائضة من الثيوسيانات إلى الشاردة المُعقَّدة $[Fe(SCN)_6]^{3+}$ ذات اللون الأحمر الدموي وفق التفاعل الآتي:

$$Fe^{3+} + 6SCN^- \longrightarrow [Fe(SCN)_6]^{3+}$$
لون أحمر دموي

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة اسطوانة مُدَّرجة حجم" (V=80ml) من عينة مياه شرب، ثمَّ يُنقل إلى دورق مُعايرة سعة 100ml، ويُضاف إليه 10ml من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم و 10ml من محلول حمض كلور أو حمض الأزوت 4N.

2- يُحضَّر محلول عياري لشوارد الحديد وذلك بنقل وزنة دقيقة مقدارها 0.8608g من كبريتات الحديد النشادرية $(NH_4)Fe(SO_4)_2.12H_2O$ إلى دورق مُعايرة سعة 100ml

يحتوي عل كمية مناسبة من الماء المُقطر كافية لإذابة الكمية الموزونة، ثمَّ يُضاف بعد ذلك إلى المحلول 10ml من حمض كلور الماء المركز، ويُمدَّد المزيج حتى إشارة التدريج بالماء المقطر، فنحصل عل محلول يحتوي على شوارد الحديد بتركيز 0.1g/l.

3- تُحضَّر سلسلة من المحاليل العيارية وفق الآتي:

a- تُنقل أربعة حجوم (V= 1, 2, 4, 6ml) من المحلول الأصلي لشوارد الحديد إلى أربعة دوارق مُعايَرة سعة كل منها 100ml، ويُضاف إلى كل منهم 10ml من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم، و 10ml من محلول حمض HCl أو 4N HNO_3، ثمَّ يُمدَّد كل مزيج بالماء المُقطر حتى إشارة التدريج.

4- يُحضَّر محلول الشاهد أو البلانك وذلك بنقل 10ml من محلول الثيوسيانات، و10ml من محلول حمض HCl أو 4N HNO_3 إلى دورق مُعايَرة سعة 100ml، ويُمدَّد كل مزيج بالماء المُقطر حتى إشارة التدريج.

5- يجري مسح" للطيف ضمن مجال لطول الموجة يقع ما بين 380-780nm، وتُحدَّد قيمة $\lambda_{max} = 480nm$.

6- يُرسم منحني المُعايَرة الموافق، ويُحدَّد تركيز الحديد في عينة الماء المجهولة.

ملاحظة:

1- يُحضَّر محلول ثيوسيانات البوتاسيوم (KSCN) وذلك بإذابة 20g من مادته الصلبة في دورق مُعايَرة سعة 100ml يحتوي عل كمية مناسبة من الماء المُقطر، ثمَّ يُمدَّد المحلول حتى إشارة التدريج.

مكتبة A to Z