الكيمياء التحليلية المعملية
(التحليل الكمي)

Laboratory Analytical Chemistry
(Quantitative Analysis)

تأليف

د. بدرية عبد السلام محمد سالم

أ. محمد عبد المجيد محمد قباصة

مراجعة

د. ربيعة عمر محمد شكورفو

منشورات الجمعية الليبية للبحوث والدراسات العلمية

طرابلس – ليبيا

الكيمياء التحليلية المعملية
(التحليل الكمي)

Laboratory Analytical Chemistry
(Quantitative Analysis)

تأليف

د. بدرية عبد السلام محمد سالم

قسم الكيمياء / كلية العلوم
جامعة المرقب الخمس
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
طرابلس– ليبيا

أ. محمد عبد المجيد محمد قباصة

قسم التقنيات الكيميائية
المعهد العالي للعلوم والتقنية الزاوية
وزارة التعليم العالي التقني والفني
طرابلس – ليبيا

مراجعة

د. ربيعة عمر محمد شكورفو

قسم الكيمياء / كلية العلوم
جامعة المرقب الخمس
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
طرابلس– ليبيا

منشورات الجمعية الليبية للبحوث والدراسات العلمية

طرابلس – ليبيا

عنوان الكتاب: الكيمياء التحليلية المعملية (التحليل الكمي)

- **رقم الإيداع الدولي الموحد للكتاب:**
  ISBN: 9789959-9781-0-3
- **رقم الإيداع القانوني: 2024/454**
  دار الكتب الوطنية – بنغازي – ليبيا
- **الناشر: دار الأوائل للطباعة والنشر والتوزيع**
- **الطبعة: الطبعة الأولى**
- **السنة: 2024/07/28**

- **الوكالة الليبية للترقيم الدولي الموحد للكتاب**
  دار الكتب الوطنية - بنغازي – ليبيا
  هاتف: 9097074- 9096379 – 9090509
  بريد مصور: 9097073
  البريد الإلكتروني: nat_lib_libya@hotmail.com

جميع الحقوق محفوظة © الجمعية الليبية للبحوث والدراسات العلمية 2024

﴿ الْحَمْدُ للهِ الَّذِي لَهُ مَا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الأَرْضِ وَلَهُ الحَمْدُ

فِي الآخِرَةِ وَهُوَ الحَكِيمُ الخَبِيرُ ﴾

صدق الله العظيم

(سورة سبأ . الآيات 1)

الاهداء

أهدي هذا الكتاب

الى روح أمهاتنا وأبائنا رحمهم الله

والى كل من كان سببا فى نجاحنا

ومساندا لنا فى هذه العمل

فهرس المحتويات

الاية ..... **ب**

الاهداء ..... **ب**

مقدمة الكتاب **3**

الفصل الاول **5**

القواعد والارشادات الاساسية في المعامل الكيميائية **5**

الفصل الاول **6**

1.القواعد والارشادات الاساسية في المعامل الكيميائية 6

1.1 المقدمة 6

1.2 قواعد السلامة والأمان فى المعمل الكيميائي 6

1.3 الاحتياطات الواجب اتباعها فى المعمل الكيميائي 7

1.4 المواصفات والشروط الأساسية بمعامل التحاليل الكيميائية 8

1.5 الاجراءات الواجب اتباعها عند التعرض للحوادث المعملية 9

1.1.5 الحروق : 9

2.1.5 الحروق الناتجة عن السوائل : 10

3.1.5 حوادث العيون : 10

4.1.5 الجروح: 11

5.1.5 التسمم: 11

6.1.5 الحرائق: 12

1.6 التجهيزات الاساسية للسلامة الواجب توفيرها بالمعمل الكيميائي.....13

1.7 الارشادات الاساسية المعملية 13

أسئلة على الفصل الاول 15

الفصل الثاني أساسيات التحليل الكيميائي 12

2. أساسيات التحليل الكيميائي 13

2.1 المقدمة 13

2.2 التحليل الكيميائي: Chemical Analysis 13

2.2.1 التحليل الوصفي: Qualitative Analysis 14

2.2.2 التحلي الكمي: Quantitative Analysis 14

2.3 طرائق التحليل الكمي 15

2.3.1. التحاليل الكيميائية التقليدية 15

2.3.2. التحاليل الكيميائية الفيزيائية 15

2.3.2.1. التحليل الطيفي أو الضوئي: Photometric Analysis 15

2.3.2.2. التحليل الغازي: Gas Analysis 16

2.3.2.3. التحاليل الكهربية الوزنية: Electro-Gravimetric Analysis 16

2.3.3. التحاليل الفيزيوكيميائية: Physicochemical Analysis 17

2.4 تجارب تعيين بعض الثوابت الفيزيائية للمواد الكيميائية 17

2.4.1 التجربة الأولى 17

مقدمة 17

ب- تعيين درجة الغليان للسوائل 20

مقدمة 20

2.4.2.التجربة الثانية 23
2.4.3.التجربة الثالثة 25
2.4.4 التجربة الرابعة 27
2.4.5 التجربة الخامسة 29
2.4.6.التجربة السادسة 31
الفصل الثالث 12
التحليل الكمي الحجمي 12
3.التحليل الكمي الحجمي 34
3.1.مقدمة 34
3.2.طرق التعبير عن التركيز 35
3.3. حساب الأوزان الجزيئية والاوزان المكافئة للمواد الكيميائية 38
3.4.مواصفات المادة القياسية الأولية 39
3.4.1. أولا:- تحضير محلول تقريبي التركيز من هيدروكسيد الصوديوم M0.1 40
3.4.2. ثانيا:- تحضير محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك 0.1 M 40
3.4.3. ثالثا:- تحضير محلول قياسي من حمض الخليك (الاستيك) M0.1 41
3.5.المعايرات الحجمية 41
3.5.1. التجربة الأولي 43
3.5.2. التجربة الثانية 45
3.5.3.التجربة الثالثة 48

3.5.4.التجربة الرابعة 52
3.5.5.التجربة الخامسة 55
3.5.6. التجربة السادسة 58
3.5.7.التجربة السابعة 61
3.5.8. التجربة الثامنة 64
3.6.9 . التجربة التاسعة 67
3.6.10. التجربة العاشرة 69
3.6.11.التجربة الحادي عشرة 71
3.6.12. التجربة الثانية عشر 75
3.6.13. التجربة الثالثة عشر 77
3.6.14. التجربة الرابعة عشر 82
3.6.15. التجربة الخامسة عشر 83
6.16. 3. التجربة السادسة عشر 91
3.6.17. التجربة السابعة عشر 93
3.6.18. التجربة الثامنة عشر 94
الفصل الرابع 76
التحليل الكمي الوزني 76
4.التحليل الكمي الوزني 98
1. 4. مقدمة 98
4.2. تجارب فى التحليل الكمي الوزني 99

4.2.1. التجربة الأولى 99
4.2.2.التجربة الثانية 101
4.2.3.التجربة الثالثة 103
4.2.4.التجربة الرابعة 105
4.2.5.التجربة الخامسة 108
4.2.6 . التجربة السادسة 111
الفصل الخامس 119
التحليل الكيميائي الآلي 119
5.3.3.التجربة الثالثة 129
5.3.4.التجربة الرابعة 131
الفصل السادس 135
طرق الفصل والتنقية 135
6.طرق الفصل والتنقية 136
6.1. التعريف بطرق الفصل والتنقية 136
6.2.التجربة الأولى 139
6.3.التجربة الثانية 140
6.4.التجربة الثالثة 142
6.5.التجربة الرابعة 144
6.6.التجربة الخامسة 146
6.7.التجربة السادسة 149

6.8.التجربة السابعة 152
6.9.التجربة الثامنة 153
6.10.التجربة التاسعة 155
6.12.التجربة الحادية عشر 159
6.13.التجربة الثانية عشر 162
6.14.التجربة الثالثة عشر 163
أسئلة على الفصل السادس 165
الفصل السابع **167**
عمليات تحضير الكواشف والأدلة المستخدمة في التجارب المعملية **167**
7. عمليات تحضير الكواشف والأدلة المستخدمة في التجارب المعملية .. 168
7.1.الأدوات الشائعة المستخدمة فى معمل التحاليل الكيميائية..... 168
7.2.الادلة (الدليل الكيميائي): 191
7.3.طرق تحضير بعض الكواشف والأدلة الهامة المستخدمة في التجارب المعملية: 191
الخـــاتمة **197**
المـــلاحق **199**
Appendices **199**

مقدمة الكتاب

بسم الله الرحمن الرحيم والصلاة والسلام على نبينا محمد وعلى آله وصحبه وسلم تسليما كثيـــرا.

أما بعد ... فيسعدنى ويشرفنى أن اقدم هذا المجهود المتواضع الى أبنائنا الطلاب الاعزاء فى المرحلة التمهيدية الجامعية لطلبة أقسام العلوم الكيميائية والهندسة الكيميائية والأقسام الأخرى التى تهتم بتدريس مناهج معامل الكيمياء التحليلية لكي يزودهم بالتجارب المختلفة فى التحليل الكمي بشكل مبسط كما انها تجارب يمكن إجراؤها فى المختبر بإمكانيات سهلة وبسيطة وتيسر للطلاب فهم الكيمياء التحليلية المعملية بطرق بسيطة, وينقسم هذا الكتاب الى سبعة فصول رئيسية علمية وهي كالاتي:

يشمل الفصل الأول مقدمة عن الكيمياء التحليلية وإحتياطات الامان والسلامة فى المختبر عند إستعمال المواد الكيميائية وبعض الإرشادات العامة والشروط الواجب توفرها فى مختبر الكيمياء التحليلية كما انه تم التطرق الى المواصفات والتجهيزات الاساسية الواجب توافرها داخل المعامل الكيميائية.

أما الفصل الثاني فهو يحتوي علي شرح توضيحي علي اساسيات التحليل الكيميائي والبدء في تصنيف انواع التحاليل الكيميائية من حيث التحليل الكمي الحجمي والتحليل الكمي الوزني وانواع هذه التحاليل الشائعة والمستخدمة في المعامل الكيميائية الجامعية ومنها تم التطرق الي تعيين بعض الثوابت الفيزيائية للمواد الكيميائية مثل تعيين درجة الإنصهار ودرجة التجمد ودرجة الانسكاب ودرجة الوميض وتعيين درجة الغليان وغيرها.

أما الفصل الثالث فهو شرح للتحليل الكمي الحجمي وتعريف القارئ ببعض طرق التعبير عن التركيز وحساب الأوزان الجزيئية والأوزان المكافئة لاي مادة كيميائية مذكورة,

كذلك تحضير المحاليل القياسية والغير قياسية ويحتوي هذا الفصل ايضا على عدد ثمانية عشرة تجربة متنوعة فى مجال التحليل الحجمي.

أما الفصل الرابع فهو يشرح التحليل الكمي الوزني وبعض التجارب الوزنية الخاصة بفصل وترسيب العناصر والمركبات الكيميائية وتحويلها الي عناصر ومركبات نقية ويحتوي هذا الفصل علي عدد ثمانية تجارب معملية رئيسية في مجال التحليلي الوزني.

أما الفصل الخامس يعبر عن ما يحتاجه التحليل الآلي من أجهزة يمكن استخدامها فى مختبر الكيمياء التحليلية كما يحتوي هذا الفصل ايضا على بعض التجارب الهامة فى هذا المجال.

أما الفصل السادس فهو يحتوي على طرق وعمليات الفصل والترسيب والتنقية مثل الترشيح والبلورة والتسامي والتقطير والإستخلاص والكروماتغرافيا.

أما الفصل السابع والأخير يحتوي علي تعريف لاغلب الأدوات الشائعة والضرورية فى مختبر الكيمياء التحليلية, كما ويحتوي هذا الفصل على طرق تحضير بعض الكواشف والأدلة الهامة المستخدمة في التجارب المعملية بالإضافة الى اسئلة للمراجعة تعريفية نهاية كل فصل وفى نهاية الكتاب ملاحق جداول الصيغ والرموز الكيميائة الهامة.

وفي الختام نسأل الله العلي القدير ان يكون قد وفقنا الي ما نصبوا اليه في ابراز افضل مادة علمية ممكنة وأتمنى من الله ان يسدد خطانا ويرشدنا الي كل ما يحبه ويرضاه وهو العزيز الحكيم والعليم القدير.

والله ولى التوفيق

المؤلفان

طرابلس – ليبيا 2024 ميلادي

الفصل الاول

القواعد والارشادات الاساسية في المعامل الكيميائية

Basic Rules and Instructions in Chemical Laboratories

الفصل الاول

1.القواعد والارشادات الاساسية في المعامل الكيميائية

1.1 المقدمة

ان من اهم المواضيع الاساسية المتنوعة في هذا الفصل هي قواعد السلامة والامان للطالب والإحتياطات اللازم اتباعها داخل مختبرات الكيمياء, كما تم التطرق ايضا الى مواصفات المختبر الجيد والإرشادات الاساسية التي يجب على الجميع التقيد بها داخل المختبرات الكيميائية.

يجب على كل طالب عندما يدخل الى معمل الكيمياء ان يلتزم بقوانيين السلامة لحمايته من مخاطر المواد الكيميائية وكذلك حمايته من التفاعلات الكيميائية التي يتم اجراؤها داخل المعمل. عندما يقوم الطالب بإجراء اي أختبار أو تجربة يتعامل مع مواد كيميائية, ولكي يحصل الطالب على نتائج دقيقة لابد ان تكون المواد على درجة عالية من النقاوة لذلك تطرقنا في هذا الفصل الي بعض التجارب لتعيين الثوابت الفيزيائية التي تدل على درجة نقاوة هذه المواد ومعرفة خواصها مثل تعيين درجة الانصهار للمواد الصلبة وتعيين درجة الغليان وقياس الكثافة والكثافة النسبية واللزوجة للسوائل.

1.2 قواعد السلامة والأمان فى المعمل الكيميائي

أن من أهم قواعد السلامة والامان في المعمل الكيميائي كالآتي:

1. معرفة خصائص المادة الكيميائية من خلال العلامات الإرشادية على العبوة.
2. اغلاق زجاجات الكيماويات عند الإنتهاء منها وعدم فتح عدة زجاجات في وقت واحد.
3. عدم لمس الكيماويات باليد مباشرةً وعدم تذوقها أو استنشاقها .
4. لبس القفازات المناسبة عند التعامل مع المواد الكيميائية أو العينات.

5. لاترجع المحاليل او المواد الزائدة الى القنانى حتى لاتتلوث.
6. تخزن المواد الخطيرة والقابلة للاشتعال فى أماكن بعيدة عن أيدي الأشخاص الذين ليس لديهم خبرة بهذه المواد.

1.3 الاحتياطات الواجب اتباعها فى المعمل الكيميائي

أن من أهم الاحتياطات والمواصفات الأساسية الواجب أتباعها في المعمل الكيميائي كالآتي:

1. يجب على الجميع الإقتصاد فى الغاز والماء المقطر والكيمياويات
2. عند إستعمال مواد قابلة للإشتعال إحترس من وجود لهب قريب
3. عند تسخين أنابيب أختبار إمسك الأنبوبة بحيث لاتكون فتحتها موجهة أليك أو الى زميلك فى المعمل.
4. يجب الحذر عند التعامل مع الأحماض والقواعد المركزة وخاصة التي ينبعث منها ابخرة وتستعمل عادة تحت دولاب الأبخرة.
5. لاتميل بوجهك على المحاليل عند تسخينها حتى لاتتعرض عينيك للرذاذ والأبخرة المتصاعدة.
6. يجب استعمال النظارات الواقية والقفازات اذا لزم الأمر.
7. عدم لبس الأحذية ذات كعب عالي داخل المعمل.
8. فى حالة سكبت مواد كيماوية على الأرض أو كسرت الأدوات الزجاجية يجب الحرص جيدا وتنظيفها بوجود مشرف المعمل.
9. ترك الصنبور مفتوح قبل وبعد سكب المحاليل في الحوض.
10. يمنع تناول الأكل والشرب داخل المعمل.
11. عند تحضير محاليل مخففة من الأحماض يضاف الحمض الى الماء وليس العكس حتي لا يتناثر الحمض ويسبب حروق.
12. عند سحب المحاليل بالماصة لايتم سحبها بالفم إنما يستعمل شفاط مطاطي لذلك.
13. عند الإنتهاء من التجربة نغسل ايدينا بالماء والصابون جيدا.

1.4 المواصفات والشروط الأساسية بمعامل التحاليل الكيميائية

يجب أن تشمل المواصفات الأساسية عند إنشاء مختبرات الكيميائية على الآتي:

1. يجب أن يكون موقع المختبر فى الدور الارضي بعيدا عن اماكن إزدحام وتجمعات الطلاب.
2. يجب ان يكون المختبر بالقرب من مصادر المياه ومياه الصرف الصحي.
3. يجب ان تكون مساحة المختبر واسعة قدر الإمكان حتى يسهل حركة الطلاب لتفادي الإزدحام.
4. أن تكون جدران وأسقف المختبر من مادة كيميائية خاملة ولاتكون من مواد قابلة للإشتعال والأفضل ان تكون الارضية من مواد خشبية غير قابلة للإنزلاق.
5. يجب ان يوجد نوافذ وأبواب ملائمة ويسهل فتحها وأن يوجد باب للطوارىء يقع عادة فى آخر المختبر وأن يكون الطريق سالكا بعيدا عن إزدحام الطلاب وعدم وجود طاولات وخزانات بالقرب منه.
6. أن يكون المختبر جيد التهوية ويحتوي على عدد كافي من شفاطات الهواء مصممة خصيصا للمختبرات وتعمل طول فترة العمل فى المختبر.
7. توفير خزانات ذات مواصفات خاصة مع عدم وضع مواد كيميائية بكميات كبيرة فى خزانات المختبر إلا بكمية يحتاجها الطلاب والتي تستوعبها حجرة المختبر لمنع خطورتها وتفاعلاتها مع بعضها البعض.
8. تترك منطقة عمل لا تقل عن متر حول كل جهاز أو طاولة عمل.
9. تترك ممرات فرعية لا يقل عرضها عن متر و ممر رئيس لا يقل عرضه عن مترو نصف داخل المختبر.
10. لا ترتفع خزانات الحفظ عن مستوى النظر.
11. تكون الطاولات مصنعة من مادة مقاومة للمواد الكيميائية مثال الإيبوكسي.
12. يجهز المختبر بمخرجي للطوارئ تفتح إلى الخارج وتكون مقاومة للحرارة والحريق.

13. تعلق طفايات و بطانيات الحريق قرب المخارج على ارتفاع متر من سطح الأرض.
14. تكون أرضيات المختبرات من مواد لا تسبب الانزلاق، ومقاومة للمواد الكيميائية.
15. يكون النصف العلوي من المختبر من الزجاج المقاوم للكسر لإمكانية مراقبة ما يحدث داخل المختبر.
16. يكون لكل مختبر مفاتيح رئيسية للماء و الكهرباء و الغاز بحيث يمكن قطع الإمداد عنها إذا حصل عطب في أحد أنابيب أو أسلاك المختبر.
17. تكون أنابيب تصريف المياه مصنعة من مادة مقاومة لتفاعل الكيمياويات.

1.5 الاجراءات الواجب اتباعها عند التعرض للحوادث المعملية

من خلال العمل في المعامل الكيميائية يكون هناك دائما إحتمال وقوع بعض الحوادث والإصابات كالحرائق والجروح والتسمم وهذه الحوادث او الإصابات لا تقع غالبا من تلقاء نفسها وانما نتيجة الإهمال او التسيب او الجهل بقواعد السلامة وقليلا ما يكون السبب خطأ عفويا وفيما يلي اهم الاجراءات التي يجب اتباعها اثناء التعرض لمثل هذه الحوادث المعملية :

1.1.5 الحروق :

1. حروق ناشئة عن الحرارة: يمكن ان تنجم هذه الحروق في المعمل من التعرض للماء الساخن او مسك ادوات زجاجية ساخنة او التعرض المباشر للحرارة المنبعثة من المعادن الساخنة او اللهب وقد تكون هذه الحروق بسيطة اوعميقة.
2. الحروق البسيطة: عالج الجزء المحروق بغسله بالكحول الايثيلي او بمحلول مخفف من برمنجنات البوتاسيوم او بغمره في محلول بيكربونات الصوديوم 8% ثم ادهنه بمرهم اكسيد الزنك او الاكريفلافين واربط المنطقة المحروقة بشاش غير مشدود.

3. الحروق الجسيمة : وهي الحروق التي يتهيج ويحمر معها الجلد وقد يصاحبها ظهور فقاعات (Blister) في الجلد يجب في الحال وضع على المنطقة المحروقة مرهم الاكريفلافين او حمض البكريك ثم غطها بقطعة من القطن المبللة بالمرهم ثم انقل المصاب في الحال الى اقرب عيادة او مستشفى او استدعي الطبيب.

2.1.5 الحروق الناتجة عن السوائل :

1. الماء الساخن: استخدم مرهم الاكريفلافين او محلول حمض البكريك بدون تاخير على المنطقة المصابة من الجلد.
2. حروق مواد قلوية: إغسل المنطقة المصابة مباشرة بكمية كبيرة من الماء وبعدها بمحلول حمض الاسيتيك (حمض الخليك) 1% لمعادلة القلوي.
3. حروق الاحماض: إغسل المنطقة المصابة مباشرة بكمية كبيرة من الماء وبعدها بمحلول بيكربونات الصوديوم 8% لمعادلة الحمض.
4. حروق البروم: إغسل بواسطة الإيثر البترولي (80_100 م^0) ثم ادهن المنطقة المصابة بالفازلين او زيت الزيتون واذا لم يتوفر الإيثر البترولي إغسل الجلد فورا بكميات كبيرة من الماء البارد ثم بمحلول بيكربونات الصوديوم.
5. كيماويات عضوية على الجلد: إغسل المنطقة المصابة حالا بمذيب عضوي مثل الكحول الايثيلي والايثر والكيروسين وغيرها واخيرا بالماء والصابون.

3.1.5 حوادث العيون :

تذكر دائما ان الوقاية خير من العلاج ولذلك يجب العناية الكاملة بالعين والمحافظة عليها وذلك بلبس نظارات واقية اثناء العمل وعدم تعريضها للابخرة والغازات الضارة واذا حدث ذلك واصيبت العين فيجب إستدعاء الطبيب مع اتخاذ الاسعافات الاولية التالية:

1. تعرض العين للاحماض او البروم : في هذه الحالة اغسل العين عدة مرات بالماء النظيف ثم بمحلول مخفف من بيكربونات الصوديوم 1%.

2. تعرض العين للقلويات : يجب ايضا غسل العين بكميات وفيرة من الماء ثم بمحلول مخفف من حمض البوريك تركيزه 1% وفي كل حالات إصابات العين يفضل وضع قطرات قليلة من زيت الزيتون او الخروع في العين.

4.1.5 الجروح:

وتنقسم الي عدة حالات منها:

1. الجروح البسيطة : عند حدوث الجروح بواسطة الزجاج او مسببات اخرى وكانت الإصابة بسيطة يجب اولا إخراج قطع الزجاج من الجرح بملقاط وتركه يدمي لبضع ثوان ثم تطهير الجرح بمادة مطهرة كالديتول او الكحول او بمحلول اليود الكحولي بنسبة 3% وبعد ذلك ربط الجرح بشاش معقم.

2. الجروح العميقة : اذا كان الجرح عميقا فيجب ان تستدعي الطبيب او تنقل المصاب فورا الى العيادة وخلال فترة انتظار الطبيب طهر الجرح واتركه ليدمي باستخدام بعض الضغط فوق الجرح ليضع دقائق ثم اضغط على الجزء الاعلى من الجرح للتاكد من عدم وجود نزيف.

5.1.5 التسمم:

التسمم بالغازات ينقل المصاب وبدون تأخير الى الهواء الطلق وتفكك ازرار ملابسه من حول عنقه ويستدعى الاسعاف اذا توقف عن التنفس واثناء فترة الانتظار يجرى للمصاب التنفس الصناعي واذا كان التسمم الغازي عائدا الى استنشاق الكلور او البروم او اكسيد النيتروجين او كلوريد الهيدروجين يجب أن يستنشق المصاب النشادر عن طريق قطعة من القطن مبللة بمحلول نشادر مخفف او اجعله يغرغر محلولا مخفف من بيكربونات الصوديوم 1% .

1. التسمم بالمواد السائلة او الصلبة :اذا دخلت المادة السامة الفم ولم يتم بلعها يجب بصقها بسرعة وغسل الفم عدة مرات بالماء اما اذا تم إبتلاع المادة السامة فيجب

استدعاء الطبيب فورا واثناء انتظار الاسعاف يجب ان يعطى المصاب جرعة ضد المادة السامة وذلك تبعا لطبيعتها.

2. مادة سامة قاعدية : خفف المادة السامة فى الجسم بشرب كميات كبيرة من الماء ثم كميات كبيرة من الخل او عصير الليمون او البرتقال وبعدها كمية وافرة من الحليب ولا تعط المصاب أي مادة تؤدي الى التقيؤ.
3. مادة سامة حمضية: خفف بشرب كميات وفيرة من الماء ثم مستحلب المغنيسيوم وبعدها كمية وفيرة من الحليب ولا تعط المصاب أي مادة تسبب التقيؤ.

6.1.5 الحرائق:

إن اهمالا بسيطا في المعمل قد يتسبب في اضرار جسيمة جدا فتطاير شرارة او حدوث تماس كهربائي او إشعال لهب قرب سوائل متطايرة سريعة الالتهاب او غازات قابلة للإشتعال السريع او ما شابه قد يؤدي الى حدوث حريق داخل المعمل أو قد يمتد لخارجه فلا بد اذا من الحيطة والحذر لتلافي حدوث مثل هذه المخاطر. اما اذا كان الحريق صغيرا كإحتراق سائل في كأس او دورق او حمام زيتي فانه يكتفي بقفل الغاز أو وسيلة التسخين المستعملة ثم تغطية فوهة الكأس أو الدروق بقطعة من القماش مبللة بالماء حيث تنطفئ النار بسرعة لنقص الهواء. اما اذا امتد الى مناضد خشبية او رفوف فإنه من الضروري إستخدام مطفئات الحريق التي تحتوي على الماء او ثاني اكسيد الكربون (اسطوانة الحريق الحمراء التي تحتوي على حمض الكبريتيك وكربونات صوديوم).

ويمكن ان يكون الحريق اكثر خطورة عند وجود بعض المواد الكيميائية التي يجب معرفتها سلفا فاذا وجد الصوديوم او البوتاسيوم فلا يجب استخدام رابع كلوريد الكربون او الماء لاطفائها لان ذلك يتسبب في حدوث انفجار والمناسب في هذه الحالة إستخدم ثاني اكسيد الكربون. وعند حدوث حريق نتيجة لاشتعال مركبات عضوية وخاصة المذيبات فيجب ايضا عدم استخدام الماء لانه اثقل منها فتطفو على سطحه وينتشر الحريق الى مساحة اوسع لذا يجب استخدام ثاني اكسيد الكربون او الرمل او جهاز الإطفاء الرغوي في عملية الإطفاء.

1.6 التجهيزات الاساسية للسلامة الواجب توفيرها بالمعمل الكيميائي

أن من اهم التجهيزات الأساسية للسلامة العامة الواجب توفيرها بالمعمل كالآتي:

1. خزانة ساحبة للغازات والأبخرة السامة والضارة (خزانة غازات) (Fume Hood) تحتوي على مروحة شفط كهربائية وإضاءة جيدة ومفتاح تشغيل معزول ومقاوم للحريق ونافدة منزلقة.
2. نافورة غسيل للعيون أو (غسالة العين) (Eye Wash).
3. رشاش ماء الطوارئ (Emergency Shower) لإستخدامه في حالة التعرض للمواد الكيميائية الحارقة.
4. مواقد كهربائية لإستخدامها بدل مواقد اللهب و ذلك لتفادي اشتعال السوائل القابلة للاشتعال.
5. طفايات الحريق بأنواعها : هالون، ثاني أكسيد الكربون، بودرة، رغوة.
6. جهاز كاشف دخان والغازات.
7. جهاز كشف تسرب غاز الوقود.
8. بطانيات مقاومة للحرائق.
9. أسطوانة أكسجين .
10. خزانة مقاومة للمواد الكيميائية.
11. خزانة مقاومة للحريق.
12. سلة مهملات معدنية ذات غطاء يغلق ذاتيا لمنع الحرائق.
13. سلة مهملات بلاستيكية ذات غطاء يغلق ذاتيا.
14. صندوق إسعافات أولية.

1.7 الارشادات الاساسية المعملية

أن من اهم الارشادات الأساسية المعملية بالمعامل الكيميائية كالآتي:

1. الإلتزام بالهدوء والرصانة والانضباط في عمل المعمل
2. النظافة والنظام أساسيان فالمكان المخصص لكل طلبة يجب أن يكون نظيفا
3. التواجد فى المعمل بالزي المعملي (قميص أبيض طويل) ونظيف وسليم ومقفول

4. القاء الفضلات وقصاصات الورق فى المكان المخصص لها ولاتلقى فى الأحواض
5. يجب أن تكون الأدوات الزجاجية نظيفة حتى لايسبب التلوث أخطاء فى التحليل.
6. يتم تنظيف الأدوات بالماء العادي ثم بالماء المقطر ثم توضع مقلوبة على حامل التصفية او دولاب التجفيف او فرن التجفيف ولاتستعمل الفوطة فى التجفيف مطلقا.
7. تذكر دائما عند غسيل الأدوات أو إستعمالها على أنها زجاجية ولا تتحمل الإستعمال السيء.
8. عند إستخدام ورق الترشيح يستخدم الحجم المناسب من الورق بحيث يكون أقل من إرتفاع القمع بحوالي 1–2 سم ويوضع بحيث لاتوجد فراغات بينها وبين جدار القمع حتى لاتقلل من سرعة الترشيح , وحجم ورقة الترشيح يجب أن يتناسب مع حجم الراسب وليس مع حجم الراشح المار خلالها.
9. الدوارق القياسية يجب ان لاتسخن بأي حال من الأحوال.
10. يجب قراءة خطوات التجربة جيدا قبل بدء التنفيذ ,كما يجب قراءة الأسماء المدونة على زجاجات المحاليل بدقة قبل إستخدامها.
11. استعمل كراسة خاصة لتدوين النتائج والحسابات .
12. لايوضع فى دوارق الغسيل غير الماء المقطر.
13. عند الإنتهاء من التجربة ترجع القناني والادوات الى مكانها.
14. عند ترك المختبر يجب ان يكون مكانك نظيفا مع غسل جميع الأدوات التى استعملتها.
15. إطفاء المصابيح الكهربائية وصنابير الماء قبل الخروج من المعمل.

أسئلة على الفصل الاول

السؤال الاول: علل لما يلي (اذكر السبب) ؟

1- يجب على كل طالب داخل معمل الكيمياء ان يلتزم بقوانيين السلامة

2- لبس القفازات عند التعامل مع المواد الكيميائية

3- لاترجع المحاليل الزائدة الى القناني

4- عند تسخين انبوبة الاختبار لاتكون فتحتها موجهة اليك أو الى زميلك فى معمل الكيمياء

5- أهمية وجود أسطوانة الحريق داخل معمل الكيمياء

6- عند حدوث حريق يجب عدم استخدام رابع كلوريد الكربون او الماء فى الإطفاء إذا كان المعمل به صوديوم أو بوتاسيوم

7- عند تحضير محاليل مخففة من الاحماض يضاف الحمض الى الماء وليس العكس

السؤال الثاني:

معمل الكيمياء له شروط ومواصفات أذكر بعض منها ؟

السؤال الثالث:

وضح كيف يتم التعامل مع الإصابات التالية:-

1- تعرض العين للأحماض أو ماء البروم

2- تعرض الجلد لمواد كيميائية عضوية

3- حدوث حروق ناشئة من الحرارة

4- تعرض العين لمواد قلوية

5- حدوث حروق جسيمة للجلد

السؤال الرابع:

ما أنواع التسمم الذي قد تحدث للكيميائي داخل معمل الكيمياء؟

السؤال الخامس:

ماهي الغازات التي قد يتعرض لها الكيميائي فى المعمل وتسبب له التسمم عند إستنشاقها؟

السؤال السادس:

ماهي المادة المناسب إستخدامها لإطفاء حريق ناتج من مركبات عضوية أو مذيبات داخل المعمل؟

السؤال السابع:

أذكر بعض الإرشادات الأساسية التي تنصح بها كل من يدخل الى معمل الكيمياء؟

الفصل الثاني

أساسيات التحليل الكيميائي

Princibles of Analysis Chemistry

الفصل الثاني

2. أساسيات التحليل الكيميائي

2.1 المقدمة

تهتم الكيمياء التحليلية العملية بإجراء التجارب التى تقوم بتنمية مهارات الطالب ليفهم مادرسه فى الكيمياء التحليلية النظرية, وهذه التجارب مفيدة للحصول على الخبرات العملية والعلمية وتعزز ثقة الطالب بنفسه من خلال مشاهدته لنتائج هذه التجارب بعينه وبشكل عملى.

2.2 التحليل الكيميائي: Chemical Analysis

تعتبر التحاليل الكيميائية أحدى فروع الكيمياء الهامة والتي تستعمل عند إجراء العديد من البحوث التطبيقية في مختلف مجالات العلوم الزراعية والطبية والتكنولوجية والبيولوجية. أن التحليل الكيميائي وسيلة فعالة تمكننا من التوصل الى حل الكثير من المشاكل العلمية المتعلقة بالتعرف على أي مادة كيميائية سواء كان ذلك بالتحليل الوصفي او التحليل الكمي, والخطوة الاولى للتعرف على مكونات أي المادة ومنها التعرف الدقيق على كمية العناصر والمواد الداخلة في تكوين تلك المواد والمعقدة منها ايضا هو ما يعرف بالتحليل الكمي.

وتنقسم التحاليل الكيميائية الى قسمين مهمين هما التحليل الوصفي والتحليل الكمي. فالتحليل الوصفي يحدد العناصر والأيونات الداخلة في تركيب المادة المدروسة، أما التحليل الكمي فيحدد كمية ونسب العناصر والأيونات الداخلة في تركيب المادة المدروسة. وينقسم التحليل الكمي بدوره إلى قسمين رئيسيين هما التحليل الوزني والتحليل الحجمي. التحليل الوزني هو عبارة عن قياس كتلة المركب المحدد أو كتلة أجزا ئه المنفصلة في حالة

نقية أو بشكل مركبات مرافقة. أما التحليل الحجمي فيعتمد عل قياس حجم أي محلول بواسطة كاشف معلوم التركيز، الذي يستهلك فى التفاعل مع كمية محددة من المادة وسنقوم في هذا الفصل بدراسة طرق التحليل الكمي الحجمي.

وتنقسم اجزاء التحاليل الكيميائي الي قسمين اساسيين:

2.2.1 التحليل الوصفي: Qualitative Analysis

يهدف هذا النوع إلى معرفة ما يحتويه مركب او مخلوط من عناصر او أيونات ويهتم بالكشف عن مكونات أسس أي مادة او مخلوط من المواد سواء كانت هذه الاسس قاعدية او حامضية.

2.2.2 التحلي الكمي: Quantitative Analysis

يهدف هذا النوع من التحليل الى تقدير كمية ما تحتويه المادة من عناصر او أيونات أي يتم فيه تقدير كميات العناصر الداخلة في تكوين المادة او المخلوط.

ويقصد بالتحليل الكمي هو تحديد كمية العناصر المختلفة أو الأيونات الداخلة في تركيب المادة المدروسة, ويعبر عادة عن نتائج التحليل بالنسبة المئوية, فمثلاً عند التحليل لحساب النسبة المئوية تحسب النسبة المئوية لكل من الكالسيوم والكربون والاكسجين فى مركب $CaCO_3$, وبما أن مركب كربونات الكالسيوم ناتج عن اتحاد كل من أكسيد الكالسيوم مع ثاني أكسيد الكربون إذاً يمكن التعبير عن تركيب هذا الملح بالنسبة المئوية للأكاسيد المكونة له CaO و CO_2 . إذاً يمكن التعبير عن تركيب هذا الملح بالنسبة المئوية للأكاسيد المكونة , ويصنف التحليل الكمي الي نوعين رئيسيين هما: التحليل الكمي الحجمي والتحليل الكمي الوزني والتي سيتم التطرق لهم بشرح مفصل في الفصول التالية.

ويفيد التحليل الكمي في معرفة كمية العناصر الداخلة في تركيب المادة، وفي تعيين صيغتها الكيميائية، وذلك بعد تحديد النسب المئوية للعناصر الداخلة في تركيبها.

بصورة عامة وقبل البدء بالتحليل الكمي، يجب معرفة التركيب الكيفي للمادة المدروسة، وبعد معرفة التركيب الكيفي للمادة المدروسة يمكن اختيار الطريقة المناسبة لتعيين كمية ومقدار العنصر الذي نرغب في استخدامه.

2.3 طرائق التحليل الكمي

تنقسم طرائق التحليل الكمي إلى قسمين أساسيين هما:

2.3.1. التحاليل الكيميائية التقليدية

يمكن أن نميز نوعين من طرائق التحليل الكيميائية الكلاسيكية أو التقليدية عن طريق طرائق التحليل الكمي الحجمي وتشمل المعايرة بالتعادل والمعايرة بالأكسدة والإختزال والمعايرة بالترسيب والمعايرة عن طريق تشكيل المعقدات. اما طرائق التحليل الوزني فتتضمن التحليل بالترسيب أو بالتطاير أو بالتصعيد.

2.3.2. التحاليل الكيميائية الفيزيائية

غالباً ما تسمى هذه الطرائق بالطرائق الآلية في التحليل الكيميائي، وهي تتطلب إستخدام أجهزة خاصة تعتمد عل قياس إحدى الخصائص الفيزيائية للمركب المدروس. تمتاز هذه الطرائق بشكل عام بالحساسية العالية والدقة الكبيرة بالمقارنة مع طرائق التحليل التقليدية.

ومن أهم طرائق التحاليل الكيميائية الشائعة في مجالات اخرى:

2.3.2.1. التحليل الطيفي أو الضوئي: Photometric Analysis

تستخدم فيه الطاقة الضوئية في تقدير التركيز المجهول للعناصر الكيميائية وهو تحليل للضوء المنبعث أو المنعكس عن أي مادة بواسطة جهاز خاص يطلق عليه اسم المطياف الضوئي ولكل مادة كثافتها الضوئية المميزة الذي لايطابق أية مادة اخرى, ويمكن التعرف عليها عن طريق خطوط سوداء تظهر في أماكن محدودة من مقياس

الطيف، والطيف الضوئي نفسه ينشأ أساسًا من مرور الضوء في منشور زجاجي والقوانين الأوليّة لتحليل الطيف المعروفة عمومًا بقانون كيرشوف ويقسّم تحليل الطيف الضوئي المنبعث على النحو التالي:

1.المواد الصلبة، أو الغازات عالية الكثافة او الكثيفة وتنتج عند تسخينها طيفًا ضوئيا مستمرًا.

2.الغازات منخفضة الكثافة وتنتج عند تسخينها طيفًا ضوئيا منبعثًا.

3.غازات الطيف المستمر وتنتج من خلال غاز بارد منخفض الكثافة ينتج خط من الطيف الممتص.

2.3.2.2. التحليل الغازي: Gas Analysis

المقصود بهذا النوع من التحليل هو تقدير المادة على صورة غاز بإستخدام الوسائل الحجمية او الوزنية مثل تقدير شوائب الكربون في فلز ما بحرق العينة فيتحول الكربون الى ثاني أكسيد الكربون CO_2 ثم يمرر على انبوبة تحتوي على جير الصودا فيتم إمتصاص CO_2 ثم يتم حساب الفرق في وزن هذه الانبوبة قبل وبعد الامرار فيمكن ايجاد وزن الغاز الممتص ومنه يمكن حساب وزن الكربون.

2.3.2.3. التحاليل الكهربية الوزنية: Electro-Gravimetric Analysis

هي الطريقة التي تجمع بين عمليات التحليل الكهربي والوزن حيث تنفصل المادة الى مكوناتها ويتحرك احد العناصر او اكسيده على حسب طبيعة الشحنة التى يحملها الى المهبط المناسب ليترسب عليه هذا العنصر وبعد تمام التحاليل يوزن المهبط لتعيين الزيادة في الوزن والتى تمثل التقدير المطلوب.

2.3.3. التحاليل الفيزيوكيميائية: Physicochemical Analysis

هـي الطريقـة التـي تجمـع بـين التفـاعلات الكيميائيـة وقيـاس التغييـر فـي الثوابـت الكهربائية للمحلول اثناء التنقيط بمادة قياسية على المادة مجهولة التركيز ليتفاعل معها.

2.4 تجارب تعيين بعض الثوابت الفيزيائية للمواد الكيميائية

الخواص الفيزيائية للمواد الكيميائية من أهم الثوابت التي تتميز فيها عن غيرها من العناصر والمركبات الكيميائية الاخرى ومن هذه الخواص حالات المادة الكيميائية (صلبة, سـائلة, غازيـة) ولـون المـادة والكثافـة ولزوجـة المـادة ودرجـة الانصـهار والغليـان والتجمـد والإنكسار وبعض الثوابت التي تعتبر مقياس لدرجة نقاوة المواد الكيميائية.

إن طبيعة الروابط الجزيئية في المادة الواحدة هي التي تحدد نوع هذه المادة بحيث تكون قوى الترابط للمواد الغازية في الظروف القياسية للضغط ودرجة الحرارة ضعيفة بحيث لاتستطيع ربط الجزيئات مع بعضها البعض للمحافظة على حركة هذه الجزئيات. اما قوى الترابط للمواد السائلة فيكون هناك انجذاب الجزيئات الى بعضها البعض بقوى ترابط مختلفة على الشكل الفيزيائي لهذه المادة واما المواد الصلبة فترتبط جزيئاتها بقوى تجاذب قوية مكونة بنية بلورية صلبة ويمكن تحديدها عن طريق كميات قياسية اساسية ثابتة.

2.4.1 التجربة الأولى

أ- تعيين درجة الانصهار ودرجة التجمد

مقدمة

درجة الإنصهار يتم استخدامها غالبًا لتأكيد نقاوة المواد الكيميائية, وغالبًا ما تكون درجة انصهار المادة النقية أعلى من درجة إنصهار المادة غير النقية.

أما درجة التجمد هي الدرجة التي يتساوى فيها الضغط البخاري للسائل مع ضغط بخار الجليد, وعند نقطة الأتزان تكون درجة الحرارة التي تنصهر عندها مادة صلبة

نقية هي الدرجة التي تتجمد عندها تلك المادة عندما تكون في حالة إنصهار وهذا يعني أن تلك الدرجة الحرارية التي يكون فيها للدقائق ما يكفي من الطاقة للتغلب على القوة التي تمسكها معاً في البلوره.

عندما تمتص اي مادة صلبة كمية من الحرارة تتحول الى مادة سائلة والعكس عندما يتم نزع كمية من الحرارة من مادة سائلة تتجمد وتتحول الى مادة صلبة.

إذا سخنا اي مادة صلبة نقية نلاحظ إرتفاع درجة الحرارة حتى تصل الى درجة ثابتة وعند هذه الدرجة يكون كلا الطورين السائل والصلب متواجدين وعندها يتم تحول المادة الصلبة الى سائلة أي نقول ان المادة قد انصهرت , وإذا ابعدنا مصدر الحرارة نلاحظ درجة الحرارة تبدأ بالإنخفاض حتى تصل الى درجة ثابتة عندها يبدأ السائل بالتحول الى مادة صلبة أى ان المادة قد تجمدت.

درجة الإنصهار هي الدرجة التي تتحول فيها المادة من الحالة الصلبة الى الحالة السائلة أما درجة التجمد هي الدرجة التي تتحول فيها المادة من الحالة السائلة الى الصلبة. ولقياس درجة الإنصهار يستخدم الحمام المائي للمواد التى درجات إنصهارها اقل من درجة غليان الماء, اما المواد الصلبة التى درجة إنصهارها اعلى من درجة غليان الماء يستخدم حمام زيتي.

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

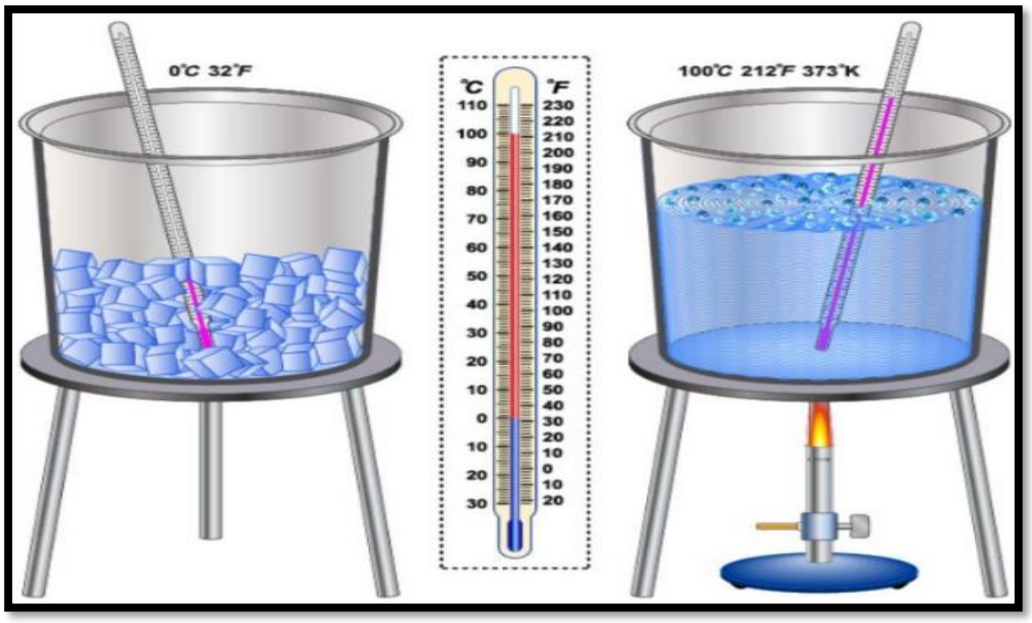
1. انبوب شعري أحد طرفيه مغلق وقطره 1 ملم
2. مقياس حرارة (ثيرمومتر)
3. مصباح بنزن
4. حمام زيت (كأس به زيت برافين)
5. حلقات مطاطية
6. حامل معدني
7. شبكة معدنية

المواد المطلوبة لإجراء التجربة

أي مادة صلبة متوفرة فى المعمل (درجة انصهارها أقل من 100 درجة مئوية).

خطوات التجربة

1. اطحن 1 جرام من المادة الصلبة بواسطة هاون.
2. إملا الانبوب الشعري بواسطة كمية قليلة من المادة الصلبة بحيث لايزيد طول المادة داخل الانبوب عن 2 ملم.
3. ثبت الانبوب الشعري والترمومتر بواسطة حلقة مطاطية بحيث يكون مستوى بصيلة التيرمومتر بمحاذاة مستوى المادة فى الانبوب الشعري .
4. ثبت التيرمومتر مع الانبوب الشعري على حامل معدني.
5. ضع التيرمومتر المثبت مع الانبوب الشعري فى حمام مائي (كأس به ماء) بحيث يغمس الى منتصف الحمام المائي ومع مراعاة ان لاتنغمس الحلقة المطاطية فى الزيت.
6. ضع الحمام المائي الذي يحتوي على(التيرمومتر والانبوب الشعري) على شبكة معدنية يوجد اسفلها لهب بنزن.
7. شغل لهب بنزن بهدوء وببطء مع مراقبة حالة المادة و قراءة التيرمومتر.
8. سجل درجة الحرارة عند تحول المادة من الحالة الصلبة الى الحالة السائلة (درجة الإنصهار).
9. ابعد اللهب وابعد الحمام المائي ولاحظ ان درجة الحرارة ترتفع قليلا ثم تبدأ بالإنخفاض وتتحول المادة من حالة سائلة الى صلبة (درجة التجمد) سجل درجة الحرارة التي يتم عندها التحول والتي تسمى درجة تجمد المادة السائلة كما في الشكل (1).



الشكل (1) تعيين قياس درجة الانصهار والتجمد

ب- تعيين درجة الغليان للسوائل

مقدمة

درجة الغليان من الثوابت الفيزيائية التي من المهم قياسها للمواد الكيميائية حيث يستدل على نقاوة السائل بتعيين درجة غليانه.

عند تسخين سائل فى كأس تتكون فقاعات غازية ضمن السائل وترتفع الى سطح السائل وتقوم هذه الفقاعات بدفع السائل لإعلى بإتجاه معاكس للضغط الجوي ويبدأ السائل بالغليان عندما يصبح الضغط البخاري مساوي للضغط الجوي. ويمكن تعريف درجة الغليان بإنها الدرجة التي يتساوى عندها ضغط بخار السائل مع الضغط الجوي المطبق عليه.

درجات غليان السوائل محسوبة على أساس الضغط الجوي المقاس (760 ملم زئبق), لذلك عند قياس درجة غليان أي سائل يجب مراعاة الضغط الجوي الذي تم قياس درجة الغليان عنده.

ولتحديد درجة غليان سائل يستخدم حمام مائي للسوائل التي درجات غليانها أقل من درجة غليان الماء, أما فى حالة السوائل التي درجات غليانها أعلى من درجة غليان الماء يستخدم حمام زيتي بدلا من ذلك.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. حمام زيتي أو حمام مائي
2. أنبوبة إختبار صغيرة
3. أنبوبة شعرية
4. لهب بنزن
5. حامل معدني
6. شبكة معدنية
7. حلقات مطاطية
8. مقياس حرارة (ترمومتر)

المواد المطلوبة لإجراء التجربة

أي مادة سائلة تتراوح درجة غليانها من 70 الى 90 درجة مئوية .

خطوات التجربة

1. توضع كمية من السائل 2 ملي (المراد قياس درجة غليانه) فى انبوبة اختبار صغيرة قطرها 6 ملم وطولها 10 سم.

2. خذ انبوبة شعرية مغلقة من احدى الطرفين ومفتوحة من الطرف الآخر وضعها فى انبوبة الإختبار بحيث يكونها طرفها المفتوح لأسفل والمغلق لأعلى وغير مغمورة فى السائل.
3. اربط انبوبة الإختبار (التى تحتوي على السائل والانبوبة الشعرية) مع مقياس الحرارة بواسطة حلقة مطاطية بحيث يكون مستوى انبوبة الإختبار بمحاذاة مستودع ميزان الحرارة كما فى الشكل (2).
4. إملأ الكأس حتى ثلثه بالماء (حمام مائي) وضعه على شبكة معدنية موجودة على حامل كما يوجد اسفل الشبكة لهب بنزن.
5. ثبت ميزان الحرارة وانبوبة الإختبار على الحامل المعدني.
6. ضع انبوبة الاختبار وميزان الحرارة فى الحمام المائي الى منتصفه مع مراعاة عدم غمر الحلقة المطاطية فى الماء وعدم ملامسة ميزان الحرارة قاع الكأس.
7. أبدأ التسخين بهدوء مع مراقبة إرتفاع درجة الحرارة, عندما تقترب درجة الحرارة من درجة غليان السائل نلاحظ ظهور فقاعات غير منتظمة من نهاية الأنبوبة الشعرية المغمورة فى السائل.
8. عند إنتظام الفقاعات نسجل درجة الحرارة على انها درجة غليان السائل.
9. نبعد اللهب ونلاحظ إنخفاض درجة الحرارة وتباطؤ خروج الفقاعات ونسجل درجة الحرارة على إنها درجة غليان السائل.
10. نحسب متوسط الدرجتين وهي درجة غليان مادة السائل.

الشكل (2) جهاز تجديد قياس درجة الغليان السوائل

2.4.2.التجربة الثانية

تعيين درجة الإنسكاب

مقدمة

تعرَّف درجة الإنسكاب بأنها أدنى درجة حرارة يمكن عندها صب عينة السائل في ظل ظروف اختبار محددة ,ونقطة الصب هي إحدى الخصائص التي تحدد سيولة العناصر الكيميائية عند درجة الحرارة المنخفضة والتي هي أقل من 49 درجة مئوية, ومع انخفاض درجة الحرارة بشكل أكبر تترسب جزيئات الشمع الإضافية و تبدأ بلورات الشمع في النمو وتتشكل شبكة ثلاثية الأبعاد والتي عند درجة حرارة منخفضة معينة تمنع تدفق الزيت تمامًا. تسمى درجة الحرارة هذه التي لا يمكن للزيت التدفق عندها بنقطة الصب(درجة الانسكاب). تعتبر نقطة صب الوقود على وجه التحديد مقياسًا لميل الوقود ليصبح أكثر لزوجة ومقاومة للتدفق عند البرودة.

لذلك فانه يمكن ايضا تعريف درجة الانسكاب على إنها معدل جريان أو نزول الماء من السحاحة من خلال فتحة ثابتة ومنظمة للصنبور وبوضع عمودي يتناسب مع حجم السائل بمرور الزمن.

ومن خلال العلاقة الرياضية لثابت إنسكاب السحاحة :

$$ln\ V_T\ /\ V_t = Dt$$

حيث :

D : ثابت انسكاب السحاحة وحدته sec^{-1}

t : الزمن اللازم لنزول كمية معينة من السائل (V/ml)

V_T : الحجم الكلي للسائل

V_t : حجم السائل المتبقي

ملاحظة: عمر النصف هو الزمن اللازم لنزول نصف كمية السائل الموجود في السحاحة.

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

سحاحة ، اسطوانة مدرجة ، بيكر ، ماء مقطر.

المواد المطلوبة لإجراء التجربة

مادة سائلة المطلوب قياس درجة الانسكاب لها على ان تكون درجة انصهارها أقل من درجة غليان الماء (100 درجة مئوية) .

خطوات التجربة

1. ضع السحاحة في وضع عمودي، إملأها بالماء المقطر ثم اضبط الصنبور بحيث تكون مدة جريانه (5 مل) من السائل خلال (20 ثانية).

2. سجل الفترة الزمنية التي يستغرقها السائل للنزول وعلى فتحته السابقة دون تغيير وسجل الزمن اللازم لنزول 5 ، 10 ، 15 ، 20 ، 25 ، 30 ، 35 ، 40 ، 45 ، 50 ملي لتر مسجلا الوقت لكل حجم بصورة مستمرة.
3. يتم قياس حجم الجزء الغير مدرج للسحاحة وذلك بواسطة إسطوانة مدرجة وليكن هذا الحجم (x مل) إذا فرضنا أن الحجم الكلي (V_T) و (V_g) يمثل حجم الجزء المدرج من السحاحة .

الحسابات

من خلال العلاقة الرياضية لثابت إنسكاب السحاحة نحسب :

$$V_T = V_g + x$$

2.4.3.التجربة الثالثة

تعيين درجة الوميض بطريقة بنسكي

مقدمة

تمثل أقل درجة حرارية يحترق عندها بخار المشتق النفطي عند تعرضه الى لهب وتمثل هذه الخاصية من الخصائص المهمة جداً من ناحية اختيار أنسب الظروف من حيث السلامة لتخزين ونقل واستخدام المشتقات النفطية المختلفة. وتشير درجة الوميض فى المشتقات الثقيلة مثل زيوت التزييت والزيت الوقود الثقيل الى وجود المشتقات النفطية الخفيفة التي لم تنفصل جيدا أي يمكن معرفة محتوى المركبات المتطايرة فى الوقود أو المواد الغير متطايرة, مثلا انخفاض درجة الوميض للكيروسين دليل على تلوثه بكميات من المواد المتطايرة مثل الجازولين.

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. كأس ذو سبيكة نحاسية
2. حمام هوائي

3. سخان كهربائي
4. محرك ميكانيكي
5. ثيرمومتر
6. سداد منزلق

المواد المطلوبة لإجراء التجربة

مشتق نفطي (المراد قياس درجة الوميض له) .

خطوات التجربة

1. ينظف الكأس جيدا
2. يملأ الكأس بالعينة المراد قياس درجة الوميض لها (مشتق نفطي) عند المؤشر, مع التأكد من عدم وجود أي مذيب استعمل فى تنظيف الكأس.
3. يوضع الغطاء فوق الكأس.
4. يوضع الترمومتر ويتم التسخين بواسطة السخان الكهربائي مع التحريك.
5. عند وصول درجة الحرارة اقل من الدرجة المتوقعة للوميض يبدأ بتقريب لهب الإختبار لمدة ثانية واحدة لكل ارتفاع فى درجة الحرارة درجة مئوية واحدة.
6. نسجل درجة الحرارة من الجهاز.

الشكل (3) جهاز قياس درجة الوميض

2.4.4 التجربة الرابعة

تعيين درجة لزوجة السوائل

مقدمة

اللزوجة هي صفة فيزيائية مميزة للسوائل لمعرفة معدل تدفقها وانسيابها وهي جزء مهم فى البحث والتطوير والصناعات الكيميائية والبتروكيميائة, حيث أن قياس اللزوجة غالبًا ما تكون الطريقة الأسرع والأكثر دقة والأكثر موثوقية لتحليل بعض أهم العوامل التي تؤثر على أداء أي منتج لمراقبة جودته أثناء التصنيع. واللزوجة هي مقاومة السائل للجريان أو الانسياب عند حركته وعلاقة هذه المقاومة بدرجة حرارة السائل. فكلما زادت الحرارة، تقل اللزوجة الحركية ويصبح السائل أكثر ميوعة ويعود السبب في ذلك إلى قوى التماسك بين الجزيئات, حيث تختلف لزوجة السوائل عن بعضها البعض, ولتبسيط ذلك فالماء هو أسرع سريان وإنسكاب من الجلسرين وبالتالي فهو أقل لزوجة من الجلسرين عند نفس درجة الحرارة,

ويمكن قياس لزوجة السائل باستخدام جهاز الفيسكوميتر وهو انبوبة زجاجية على شكل حرف (U) يستخدم لقياس لزوجة السائل بالإعتماد على الزمن الذي يستغرقه للإنتقال من نقطة فى انبوب رفيع الى اخرى كما موضح فى الشكل (4).

خطوات التجربة

1. نضع السائل المراد قياس لزوجته فى جهاز الفيسكوميتر.
2. نسجل الزمن الذي يستغرقه السائل فى الإنسياب.
3. نقارنه مع سائل لزوجته معروفة وزمن الانسياب معروف مثل الماء المقطر.
4. نسجل القراءة النهائية من الجهاز.

الحسابات

تحسب لزوجة السائل من العلاقة الرياضية-:

$$\mu_1 = (d_1 X t_1 x \mu_2) / (d_2 x t_2)$$

μ_1 هي لزوجة السائل المجهول عند درجة حرارة الغرفة

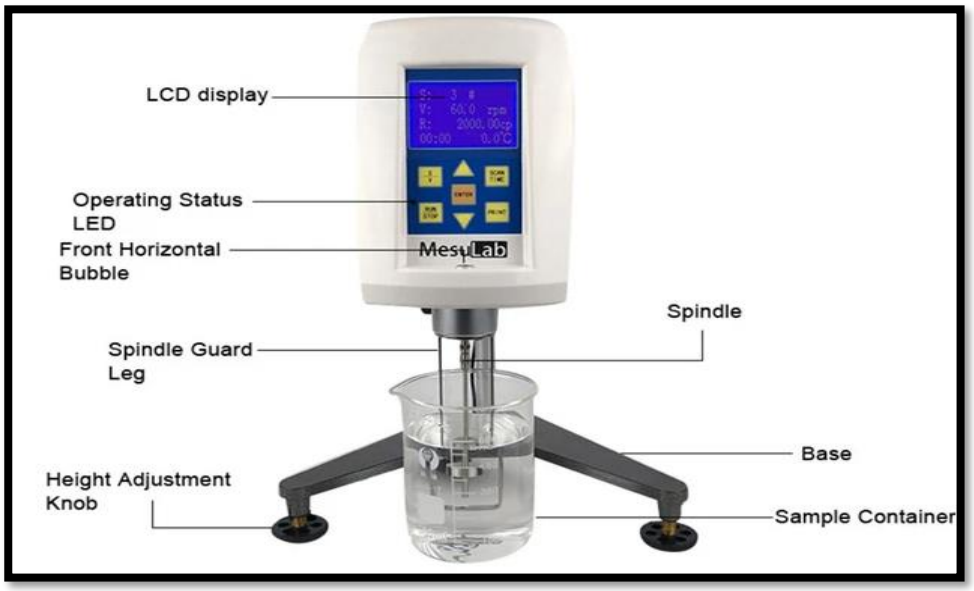
t_1 زمن الانسياب للسائل المجهول

μ_2 هي لزوجة الماء المقطر عند درجة حرارة الغرفة

t_2 زمن الانسياب للماء

d_1 كثافة السائل المجهول

d_2 كثافة الماء المقطر



الشكل (4) جهاز الفيسكوميتر لقياس اللزوجة

2.4.5 التجربة الخامسة

تعيين الكثافة والكثافة النسبية

مقدمة

تعتبر الكثافة هي إحدى الخواص الفيزيائية للمادة وتستخدم لوصف وتحليل المواد السائلة فى مختلف المجالات العلمية والصناعية وهي تلعب دورا هاما فى العديد من التطبيقات مثل تصنيع المنتجات والبحوث العلمية الخاصة بها لضمان جودة هذه المنتجات, كذلك فى مجال التحليل البيئي والتحاليل البيولوجية, وتعرف الكثافة بإنها كتلة وحدة الحجم من المادة وتقاس بالوحدة الدولية (كيلو جرام/متر^3) , اما الكثافة النسبية فهي كثافة السائل نسبة الى كثافة مادة قياسية مثل الماء , يمكن قياس كثافة السائل بواسطة أداة زجاجية تسمى (قنينة الكثافة) وهي عبارة عن إناء زجاجي ذات عنق صغير به انبوبة شعرية كما موضح فى الشكل (5).

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. قنية الكثافة
2. قنينة بلاستيك تحتوي ماء مقطر
3. ميزان ألكتروني دقيق

المواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. السائل المراد تعيين كثافته مثل الماء او الاسيتون او اي سائل متوفر.
2. ماء مقطر

خطوات التجربة

1. أغسل قنينة الكثافة بالماء المقطروجففها جيدا
2. أوزن القنينة مع غطاؤها فارغة وليكن m_1
3. إملاء القنينة بالسائل المراد تعيين كثافته حتى يمر بالانبوبة الشعرية
4. أوزن قنينة قياس الكثافة وهي مملوءة بالسائل وليكن الوزن m_2

الحسابات

تحسب كثافة السائل من العلاقة الرياضية التالية :-

$$D=(m_2-m_1) / V_{(سائل)} \quad (الكثافة)$$

تحسب الكثافة النسبية بقسمة كثافة السائل على كثافة الماء وتنتج الكثافة النسبية النهائية للسائل.

الشكل (5) قنينة قياس الكثافة

2.4.6.التجربة السادسة

تعيين الوزن الجزيئي للسوائل المتطايرة بطريقة دوماس

مقدمة

إن تعيين الوزن الجزيئى للسوائل هو طريقة لقياس الاوزان الجزيئية التقريبية للمواد المتطايرة، وهذه التجربة إحدى التطبيقات الاساسية للقانون العام للغازات. وتعتمد طرق ايجاد الوزن الجزيئي للمواد المتطايرة في حالتها البخارية على فرضية افوكادرو التي تنص على أن الحجوم المتساوية من الغازات تحتوي على نفس العدد من الجزيئات فيما لو قيست في الظروف القياسية أو بمعنى آخر إن الحجم الذي يملكه المول الواحد من أي غاز مثالي عند الظروف القياسية يساوي 22.40 لتر ويسمى (الحجم المولي) ومن المعادلة العامة للغازات المثالية :

$$P.V = nRT$$

$$n = w / M$$

حيث أن: n = عدد المولات

إذ أن المول الواحد من الغاز يشغل عند الضغط الجوي ودرجة حرارة الصفر المئوي بحجم قدره 22.40 لتر فإذا كانت المادة سائلة توضع في إناء وتبخر بالتسخين في الحمام المائي ثم يعين وزن البخار الذي احتجز داخل الوعاء أما حجم البخار فيمثل حجم الإناء ويحول هذا الحجم إلى الظروف القياسية ثم يحسب الوزن الجزيئي للمادة باستخدام فرضية افوكادور (حيث ان الوزن الجزيئي للمادة عند الظروف القياسية STP يشغل حجم مقداره 22.400 سم^3).

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. حمام مائي
2. ميزان حساس
3. شريحة ألمونيوم
4. دورق دائري

المواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. مادة متطايرة وهي السائل المراد تعيين وزنه الجزيئي.
2. ماء مقطر .

خطوات التجربة

1. أوزن الدورق الدائري وهو فارغ مع شريحة الالمونيوم = w_1 .
2. نضع 3 مللتر من السائل المتطاير في هذا الدورق وتغطى الفوهة بشريحة الالمونيوم .
3. نضع الدورق في حمام مائي بدرجة الغليان ويمسك بواسطة ماسك حديدي.
4. نسخن حتى يتبخر السائل في الدورق بما في ذلك القطرات المتكاثفة على عنق الدورق.
5. يبرد الدورق لتكثيف بخار السائل المتبقي ونوزنه مع شريحة الالمونيوم = w_2 .
6. نملأ الدورق تماما بالماء ثم يقاس حجم الماء بوضعه في اسطوانة مدرجة وهو حجم ما يشغله بخار المادة المتطايرة = V_1 وكما موضح فى الشكل (6).

الحسابات

وزن الدورق وهو فارغ + شريحة الالمونيوم = w_1

وزن الدورق + شريحة الالمونيوم + وزن بخار السائل = w_2

وزن بخار السائل المتبقي في الدورق بعد التكاثف $w = w_2 - w_1$

نحسب الوزن الجزيئي للسائل من العلاقة الرياضية التالية :

$$M = w \times 22.400 / V_2$$

حيث ان :

w = وزن البخار بوحدة الجرام

V_2 = حجم البخار في الظروف القياسية STP بالمللتر

M = الوزن الجزيئي بوحدة جرام/ مول

ونحول ظروف التجربة إلى الظروف القياسية باستخدام القانون :

$$P_1.V_1 / T_1 = P_2.V_2 / T_2$$

حيث أن :

P_1 : الضغط الجوي الاعتيادي بوحدة (مللمتر زئبق)

T_1 : درجة الحرارة المطلقة وتساوي درجة حرارة الحمام المائي + 273 كلفن (K^0).

P_2 : الضغط في الظروف القياسية و يساوي (760 مللمتر زئبق)

T_2 : درجة الحرارة في ظروف القياسية (273 كلفن K^0).

V_2 : حجم بخار السائل في الظروف القياسية (مللتر).

V_1 : حجم البخار ويساوي حجم الدورق (مللتر).

الشكل (6) جهاز تعيين الوزن الجزيئي للسوائل المتطايرة

أسئلة على الفصل الثاني

السؤال الاول: علل لما يلي (اذكر السبب؟)

1- إغلاق الزجاجيات التي تحتوي مواد كيمياوية وعدم فتح عدة زجاجيات فى آن واحد؟

2- لاتميل وجهك للمحاليل عند تسخينها ؟

3- عند تحضير المحاليل المخففة يضاف الحمض الى الماء وليس العكس؟

4- لاترجع المحاليل الزائدة الى القناني ؟

5- قراءة العلامات الارشادية على العبوة قبل إستعمالها؟

6- ضرورة المحافظة على نظافة الأدوات الزجاجية فى المختبر؟

7- عند قياس درجة غليان سائل لابد ان تكون انبوبة الاختبار التي تحتوي على السائل بمحاذاة مستودع الترمومتر؟

السؤال الثاني: عرف كلا من :

درجة الإنصهار – درجة التجمد – درجة الغليان – اللزوجة – الكثافة – الكثافة النسبية؟

السؤال الثالث:

لديك سائل المطلوب حساب كثافته وكثافته النسبية ,حيث سكب فى قنينة الكثافة وكان وزن القنينة مع السائل 10.5 جرام أما وزن القنينة فارغة 8 جرام وحجم السائل 20 مللتر؟

السؤال الرابع:

ما الفائدة من قياس درجة الإنصهار ودرجة التجمد للمواد الكيميائية ؟

السؤال الخامس:

اذا كان لديك عينة من الماء اشرح كيف يمكن تحديد درجة غليانه عمليا ؟ وكيف نحدد ما إذ كان نقيا او ملوثا ؟

الفصل الثالث

التحليل الكمي الحجمي

Quantitative Volumetric Analysis

الفصل الثالث

3.التحليل الكمي الحجمي

3.1.مقدمة

هو أحد فروع التحاليل الكيميائية ومن الطرق الدقيقة فى التحليل وتسمى طرق التحليل الكمي او الحجمي بالمعايرات ,لانه يتم عن طريقها تحديد حجم مادة معينة من خلال تفاعلها مع مادة معلومة الحجم والتركيز , ويستخدم التحليل الكمي الحجمي فى عدة تطبيقات منها تقدير تراكيز المركبات تقديرا كميا او حساب نسبتها المئوية , كذلك يمكن تحديد درجة الحموضة ومعرفة صلاحية بعض المواد وغيرها. تعتمد هذه الطريقة على قياس حجم مادة مجهولة بحجم اخر من مادة قياسية معلومة التركيز بالضبط وذلك مع إستخدام دليل كيميائي مناسب لهذه العملية.

التحليل الكمي الحجمي يعمل على تحديد كمية كل عنصر من العناصر أو الأيونات الداخلة في تركيب المادة المدروسة وهو تحديد الوفرة المطلقة أو النسبية معبرا غالبا عنها بالتركيز لمادة واحدة، أو عدة مواد أو عدة خاصيات عن المادة الكيميائية.

التحليل الكمي الحجمي يتم بإضافة محلول قياسي فى السحاحة ويوضع المحلول المراد قياس تركيزه فى الدورق المخروطي (دورق المعايرة) وبإضافة المحلول القياسي الى دورق المعايرة يتم الوصول الى نقطة التكافؤ ومنها يتم حساب تركيز المحلول المجهول بمعلومية حجم وتركيز المحلول القياسي, ويشترط فى المعايرات الحجمية إضافة دليل الى المحلول المجهول فى دورق المعايرة لملاحظة تغيير اللون عند الوصول الى نقطة التكافؤ أو قريب منها.

تتميز طرق التحليل الحجمي بالسهولة والدقة والسرعة, وتنقسم طرق التحليل الحجمي الكمي الى معايرات التعادل (معايرات الأحماض والقواعد) ومعايرات الأكسدة والإختزال ومعايرات الترسيب والتحليل بالمعقدات.

يتطرق هذا الفصل الي تحضير بعض المحاليل القياسية للمواد الصلبة والسائلة التي يستخدمها الطالب فى تجاربه المعملية حيث تم التطرق الى القوانيين اللازمة لكي يمكن إجراء الحسابات المهمة لتحضيرها بتراكيز مختلفة حسب التجربة المطلوبة لذلك كان من المهم ان يعرف الطالب طرق التعبير عن تركيز هذه المحاليل, أما التجارب الموجودة فى هذا الفصل فهي في التحليل الحجمى (معايرات التعادل) وهي بعض التجارب التى أرى أنها الأكثر فائدة وسهولة للطالب والاكثر إستعمالا فى مجال الأبحاث العلمية لكي يستفيد الطالب والباحث معا, بالإضافة الى ان الأدوات والمواد والأجهزة التى استعملت فى هذه التجارب متوفرة وسهلة الإستعمال وأقل تكلفة.

3.2.طرق التعبير عن التركيز

المحلول هو مزيج متجانس يتألف من مادتين أو أكثر بنسب محددة تختلف من محلول لآخر. وتسمى المادة التي نسبتها أكبر في المحلول بالمذيب، أما المادة التي تكون نسبتها في تركيب المحلول أقل تسمى بالماد المذابة.

تركيز المحلول:

هو قيمة تدل عل كمية العناصر أو المركبات الموجودة في حجم أو وزن محدد من العينة المطلوب تحديد تراكيز مكوناتها.

ويعبر عن التركيز بوحدات مختلفة وهي :

1. العيارية (التركيز العياري): (Normality)

ويرمز لها بالرمز N ووحدتها (مكافيء/لتر أو مللى مكافيء/ملليلتر) وهي عدد المكافئات الجرامية من المادة المذابة فى وحدة اللتر من المحلول وتستخدم المعادلة التالية لحساب العيارية:-

$$\text{العيارية} = \frac{\text{عدد المكافئات}}{\text{حجم المحلول باللتر}}$$

$$\text{عدد المكافئات} \frac{\text{وزن العينة بالجرام}}{\text{الوزن المكافيء}}$$

$$\text{العيارية} = \frac{\text{وزن العينة بالجرام} 1000x}{\text{الوزن االمكافيء} x \text{ حجم المحلول باللتر}}$$

الوزن بالجرام = العيارية Xالوزن المكافيء X حجم المحلول باللتر.

2. المولارية (التركيز المولاري): (Molarity)

ويرمز لها بالرمز M ووحدتها (مول/لتر أو مللى مول /لتر) وهي عدد مولات المادة المذابة فى وحدة اللتر من المحلول ويستخدم لحساب المولارية المعادلة التالية:-

$$\text{المولارية} = \frac{\text{عدد االمولات}}{\text{حجم المحلول باللتر}}$$

$$\text{عدد المولات} = \frac{\text{وزن العينة بالجرام}}{\text{الوزن الجزيئي}}$$

الوزن بالجرام = المولارية Xالوزن الجزيئي X حجم المحلول باللتر

3. النسبة المئوية الجرامية (%)

تستخدم النسبة المئوية للتعبير عن التركيز فى التحليل الكمي الحجمي والتحليل الكمي الوزني وتنقسم الي:-

أ- نسبة مئوية وزنية وزنية (w/w) : وهي النسبة بين وزن المادة المذابة بالجرام الى وزن المحلول بالجرام.

وزن / وزن $(\frac{W}{W})$= وزن المذاب بالجرام / وزن المحلول بالجرام x 100

حيث : وزن المحلول = وزن المذاب + وزن المذيب

ب- نسبة مئوية وزنية حجمية : وهي النسبة بين وزن المادة بالجرام الى حجم المحلول بالملليتر.

وزن / حجم $(\frac{W}{V})$ = وزن المذاب بالجرام/حجم المحلول بالملليتر x 100

حيث : حجم المحلول = حجم المذاب + حجم المذيب

ج- نسبة مئوية حجمية حجمية : هي النسبة بين حجم المذاب بالملليتر الى حجم المحلول بالملليتر.

حجم / حجم $(\frac{V}{V})$ = حجم المذاب بالملليتر/ حجم المحلول بالملليتر x 100

حيث : حجم المحلول = حجم المذاب + حجم المذيب

4. وحدة الجزء من المليون (ppm)

ويرمز لها بالرمز ppm ووحدتها (ملجم/لتر او ميكروجرام / لتر)

حيث أن :

ملي جرام $=10^{-3}$ جرام

ميكروجرام $=10^{-6}$ جرام

وحدة الجزء من المليون (ppm)= وزن المذاب بالملجرام / حجم المحلول باللتر

وحدة الجزء من المليون (ppm)= وزن المذاب بالميكروجرام / حجم المحلول باللتر

3.3. حساب الأوزان الجزيئية والاوزان المكافئة للمواد الكيميائية

حساب الأوزان الجزيئية والأوزان المكافئة لاي مادة كيميائية مهم عند حساب التركيز المولاري والتركيز العياري, الملحق (13) يوضح جدول الاوزان الجزيئية لبعض المواد الكيميائية الشائعة.

الوزن الجزيئي هو مجموع الاوزان الذرية للعناصر المكونة للمادة الكيميائية, أما حساب الوزن المكافىء فهو يعتمد على حساب الوزن الجزيئي, ويحسب الوزن المكافىء وفق القوانين التالية:

$$\text{الوزن المكافيء للحمض} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد ايونات الهيدروجين البديل}}$$

$$\text{الوزن المكافيء للقاعدة} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد ايونات الهيدروكسيل البديل}}$$

$$\text{الوزن المكافيء للملح} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{تكافؤ احد الشقين} x \text{عدده}}$$

$$\text{الوزن المكافيء المؤكسدة للمادة او المختزلة} = \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{\text{عدد الالكترونات المفقودة او المكتسبة}}$$

مثال: إحسب الوزن الوزن الجزيئي والوزن المكافيء لكلا من المواد الكيميائية التالية:

$HCl - H_2SO_4 - H_3PO_4 - NaOH - Ca(OH)_2 - KmnO_4 - FeCl_3$

الاوزان الذرية هي:

H=1.01, O=16, Na=23, Ca=20, P=31, S=32, Cl=35.50, Fe=57, Mn=54.90, K=39.

الإجابة: يعرف الوزن الجزيئي بأنه مجموع الاوزان الذرية للعناصر المكونة للمادة إذن :

الوزن الجزيئي لحمض الهيدروكلوريك(HCl)= 1+35.5=36.5 جم/مول.

الوزن المكافيء لحمض الهيدروكلوريك(HCl)= 1/36.5

= 36.5 جم/ مكافيء

الوزن الجزيئي لحمض الكبريتيك (H_2SO_4)= (1X2+32+16X4)=98 جم/مول

الوزن المكافيء لحمض الكبريتيك (H_2SO_4)= 2/98

=49 جم/ مكافيء

الوزن الجزيئي لحمض الفوسفوريك (H_3PO_4)=(1x3+31+16x4)= 98 جم/مول

الوزن المكافيء لحمض الفوسفوريك (H_3PO_4)= (3/98)

= 32.60 جم/ مكافيء

الوزن الجزيئي لهيدروكسيد الصوديوم (NaOH)=(23+16+1)= 40 جم/مول

الوزن المكافيء لهيدروكسيد الصوديوم (NaOH)= 1/40 جم/مكافيء

الوزن الجزيئي لهيدروكسيد الكالسيوم $Ca(OH)_2$=(40+16X2=1X2)=74 جم/مول

الوزن المكافيء لهيدروكسيد الكالسيوم $Ca(OH)_2$ =(2/74)= 37 جم/ مكافيء

الـوزن الجزيئـي لبرمنجانـات البوتاسـيوم ($KmnO_4$)= (39+54.9+16X4)=157.90 جم/مول

$$MnO_4^- + 5e \rightarrow Mn^{2+}$$

الوزن المكافيء لبرمنجانات البوتاسيوم ($KmnO_4$)= (5/157.90) = 31.50 جم/مكافيء

حيث ان: الرقم 5 هوعدد الإلكترونات المكتسبة.

الوزن الجزيئي لكلوريد الحديديك ($FeCl_3$)= (57+35.5x3)=163.5 جم/مول

$$Fe^{3+} + e \rightarrow Fe^{2+}$$

الوزن المكافيء لكلوريد الحديديك ($FeCl_3$)= 1/163.5 = 163.5 جم/مكافي

حيث ان: الرقم 1 هو عدد الالكترونات المكتسبة.

3.4.مواصفات المادة القياسية الأولية

1. ذات نقاوة عالية تصل الي 100% نقاوة.

2. يجب أن تكون المادة مستقرة وثابتة في درجة حرارة الغرفة
3. يجب أن تكون ذات وزن جزيئى عالي لكي تقلل نسبة الخطأ أثناء الوزن
4. أن تكون قادرة على التفاعل كميا مع المادة المراد معايرتها
5. قابلة للذوبان مع المذيبات المختلفة.

3.4.1. أولا:- تحضير محلول تقريبي التركيز من هيدروكسيد الصوديوم 0.1 M

1. أوزن 0.4 جرام من هيدروكسيد الصوديوم الصلبة
2. أذب هذا الوزن في كمية قليلة من الماء المقطر في كأس
3. أنقل هذه الكمية في دورق قياسي سعة 100 مللتر وأكمل الحجم بالماء المقطر الى العلامة.

يتم حساب وزن هيدروكسيد الصوديوم من المعادلة :-

الوزن بالجرام = التركيز المولاري (M) X الوزن الجزيئى X الحجم باللتر

3.4.2. ثانيا:- تحضير محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك 0.1 M

1. نحسب تركيز الحمض الموجود في القنينة الأصلية (الحمض المركز) من المعلومات الموجودة من الورقة الملصقة على القنينة وهي:-

   النسبة المئوية للحمض = 37%

   كثافة الحمض = 1.19 جرام/مللتر

   الوزن الجزيئى = 36.46 جم/مول

2. نحسب تركيز الحمض من القانون التالي:-

$$\frac{\text{المئوية النسبة} X \text{كثافة الحمض} 1000X}{\text{الوزن الجزيئى} 100X} = M$$

3. نطبق قانون التخفيف لحساب حجم الحمض

$$M_1XV_1=M_2XV_2$$

4. ننقل هذا الحجم بواسطة ماصة الى دورق قياسي سعته 100 مللتر ويكمل بالماء المقطر الى العلامة.

3.4.3. ثالثا:- تحضير محلول قياسي من حمض الخليك (الاستيك) M0.1

بإتباع نفس الخطوات السابقة في تحضير حمض الهيدروكلوريك ولكن نحسب حجم الحمض من المعلومات الموجودة على القنينة الأصلية وهي:-

النسبة المئوية للحمض = 100%

كثافة الحمض= 1.05 جرام/مللتر

الوزن الجزيىء للحمض= 60.05 جم/مول.

1. نحسب تركيز الحمض من القانون التالي:-

$$\frac{\text{المئوية النسبة} X \text{كثافة الحمض} 1000X}{\text{الوزن الجزيئى} 100X} = M$$

2. نطبق قانون التخفيف لحساب حجم الحمض

$$M_1XV_1=M_2XV_2$$

3. ننقل هذا الحجم بواسطة ماصة الى دورق قياسي سعته 100 مللتر ويكمل بالماء المقطر الى العلامة.

3.5.المعايرات الحجمية

يتم أختيار نوع المعايرة بناءً على طبيعة المادة المراد قياسها. فتستخدم معايرات التعادُل لتحديد كمية الأحماض أو القواعد، بينما تحدد كمية المواد التي خضعت لتفاعُلات أكسدة واختزال عن طريق معايرة الأكسدة والاختزال، أمَّا المواد التي تكوِّن أملاحًا شحيحة

الذوبان، فيُمكن قياسها باستخدام معايرات الترسيب أما الفلزات التي تميل لتشكيل معقدات ثابتة مع مركب معين (المتصلة) يتم تقديره بمعايرات تكوين التعقيد, وبناء على هذا التصنيف تم ترتيب المعايرات الحجمية في هذا الفصل, حيث بدأنا بمعايرات التعادل وتليها معايرات الاكسدة والاختزال ثم معايرات الترسيب ومعايرات التعقيد.

تعتمد هذه الطريقة على تفاعلات الحموضة مع المواد القاعدية, أي أن التفاعل الحاصل في اثناء المعايرة هو تفاعل بين أيونات الهيدروجين الحمضية (H^+) مع أيونات الهيدروكسيل القلوية (OH^-) لتشكيل جزيئة الماء.

$$H^+(aq) + OH^- (aq) \rightarrow H_2O(aq)$$

ففي هذه الحالة تعاير القواعد بمحاليل حموضة عيارية وتعاير الحموضة بمحاليلة قاعدية عيارية. وتتحدد نقطة التكافؤ بواسطة كواشف معينة، فمثلاً تحدد كمية هيدروكسيد الصوديوم بمعايرتها بمحلول عياري من حمض الهيدروكلوريك بوجود دليل الفينول فثالين.

3.5.1. التجربة الأولي

معايرات التعادل

معايرة محلول هيدروكسيد الصوديوم بإستخدام محلول من حمض الهيدروكلوريك معلوم التركيز

مقدمة

تعتبر مادة هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) مادة غير قياسية حيث أنها تتميع عند تعرضها للهواءالجوي ولذلك يلزم معايرتها بمحلول معلوم التركيز لتحديد تركيزها بالضبط والدقة. لتحضير محلول قياسي لهذه المادة يلزم معايرتها بإستخدام حمض قوي حيث أن هيدروكسيد الصوديوم قاعدة قوية وعليه فإن نقطة النهاية سوف تكون في مدي درجة حموضة ما بين pH=2 : pH=10 وهذا المدى يفاعل عمل دليل الفينول فثالين ودليل الميثيل البرتقالى.

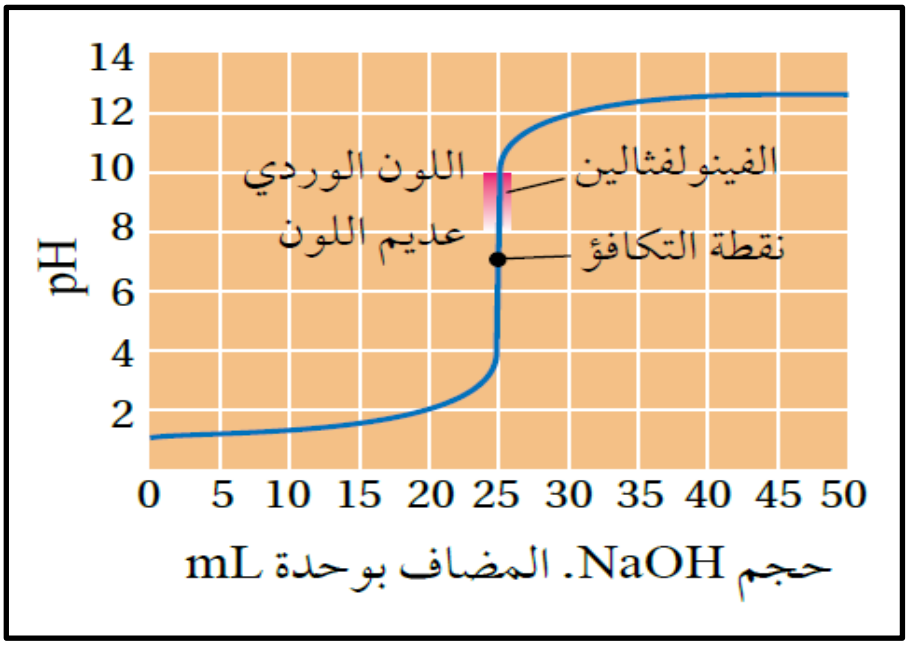
الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100–400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100–250 مللتر

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول هيدروكسيد الصوديوم
2. محلول حمض الهيدروكلوريك (N0.1)

3. دليل الفينول فثالين او الميثيل البرتقالى.



الشكل (7) منحنى معايرة حمض الهيدروكلوريك مع هيدروكسيد الصوديوم

خطوات التجربة

1. قبل ملء السحاحة بمحلول HCl تغسل عدة مرات بالماء المقطر ثم تغسل بكميات صغيرة من الحمض المستخدم في المعايرة ثم تملأ بكمية زائدة من حمض الهيدروكلوريك ثم تضبط القراءة على الصفر مع ملاحظة عدم وجود فقاعات هوائية بالسحاحة.
2. يؤخذ حجم قدرة 10 مللتر من محلول هيدروكسيد الصوديوم بواسطة ماصة (يجب تنظيفها أولا بالماء المقطر ثم بكمية قليلة من هيدروكسيد الصوديوم وتوضع في دورق مخروطي نظيف.
3. تضاف عدد 1–2 قطرة الفينولفثالين (المحلول وردي).

4. أضف من السحاحة وبالتدريج كميات من حمض الهيدروكلوريك مع رج الدورق بعد كل إضافة وعند الإقتراب من نقطة النهاية يتم إضافة الحمض قطرة قطرة حتى يختفي اللون الوردي.
5. إحسب حجم الحمض الفعلي المستهلك
6. أعد الخطوات السابقة 3 مرات وسجل النتائج
7. بإستخدام المعادلات التالية إحسب تركيز وقوة محلول هيدروكسيد الصوديوم.

الحسابات

$$N_{HCl} x\ V_{HCl} = N_{NaOH}\ X\ V_{NaOH}$$

قوة محلول NaOH = التركيز العياري X الوزن المكافيء

= التركيز العياري x 40

ملاحظة:

يمكن إجراء هذه المعايرة باستخدام دليل الفينول فيثالين او دليل الميثيل البرتقالي مع ملاحظة التغير في اللون الاصفر الى الأحمر عند نقطة التكافؤ وحتي نقطة النهاية وكما هو موضح في الشكل (7).

3.5.2. التجربة الثانية

معايرات التعادل

معايرة محلول حمض الهيدروكلوريك مجهول التركيز بواسطة محلول كربونات الصوديوم اللامائية معلومة التركيز

يعتبر حمض الهيدروكلوريك من الأحماض القوية ولكنه غير قياسي اي عند تحضير محلول منه لايبقى تركيزه ثابتا ومن شروط المحلول القياسي أن يبقى تركيزه ثابت لذلك يتم تحديد تركيزه بمعايرته بمحلول كربونات الصوديوم وهي مادة قياسية أولية يعتمد

عليها فى المعايرات لثبات تركيزها فى الأحوال العادية، ولكونها نقية ويسهل التعامل معها وقابلة للذوبان مع الحمض.

تتفاعل كربونات الصوديوم مع حمض الهيدروكلوريك (حمض قوي) طبقا للمعادلة التالية :-

$$Na_2CO_3+2HCl\rightarrow 2NaCl+CO_2+H_2O$$

ويتضح من المعادلة أن 1 مول من كربونات الصوديوم يتفاعل مع 2 مول أو 2 مكافيء من حمض الهيدروكلوريك.

الوزن المكافيء لكربونات الصوديوم = 1/2 X الوزن الجزيئي

= 2 X 53= 106 X ذرة جزيئية

التفاعل أعلاه نستخدم دليل الميثل البرتقالي لضبط نقطة نهاية التفاعل. وإذا اجري هذا التفاعل على خطوتين كما هو موضح بالمعادلتين التاليتين فإنه نستخدم دليلين هما الفينول فثالين والميثيل البرتقالي.

$$Na_2CO_3+HCl\rightarrow NaHCO_3+NaCl\ldots\ldots\ldots\ldots\textbf{(1)}$$

$$NaHCO_3+HCl\rightarrow NaCl+CO_2+H_2O\ldots\ldots\ldots\ldots\textbf{(2)}$$

بجمع المعادلتين: $Na_2CO_3 + 2HCl \rightarrow 2NaCl + CO_2 + H_2O$

التفاعل (1) نلاحظ أن 1 مول من كربونات الصوديوم تتفاعل مع 1 مول من حمض الهيدروكلوريك فتتحول الكربونات الى بيكربونات ولهذا التفاعل يستخدم دليل الفينول فثالين لضبط نقطة نهاية التفاعل, والتفاعل يوضح ان نصف الكربونات قد تحول الى بيكربونات فقط. والتفاعل (2) يوضح أن البيكربونات المتكونة من التفاعل (1) تتفاعل مع 1 مول أخرى من الحمض ويستخدم دليل الميثيل البرتقالى لتحديد نقطة نهاية التفاعل.

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر

2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100- 400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100 – 200 – 250 مللتر

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول حمض الهيدروكلوريك
2. محلول كربونات الصوديوم اللامائية معلومة التركيز
3. دليل الميثيل البرتقالي والفينول فثالين

أولا:- استخدام دليل الميثيل البرتقالي

خطوات التجربة

1. خذ السحاحة ونظفها بحجم قليل من الحمض المجهول التركيز بعد غسلها بالماء المقطر ثم تعبأ السحاحة بالحامض حتى العلامة.
2. بواسطة ماصة خذ 10 مللتر من محلول كربونات الصوديوم اللامائية فى دورق مخروطي نظيف وأضف اليها قطرات من دليل الميثيل البرتقالي.
3. أضف الحمض من السحاجة قطرة قطرة حتى يتغير لون الدليل الى الأصفر الباهت.
4. تعاد الخطوات السابقة 3 مرات ويؤخذ متوسط القراءات.
5. تطبق المعادلة التالية لحساب تركيز وقوة حمض الهيدروكلوريك.

$$N_{HCl} \times V_{HCl} = N_{Na2CO3} \times V_{Na2CO3}$$

قوة حمض الهيدروكلوريك (HCl) = التركيز العياري x الوزن المكافيء مقدرة بوحدة جرام/لتر.

ثانيا:- طريقة إستخدام دليليين (المثيل البرتقالى والفينول فثالين)

خطوات التجربة

1. خذ بواسطة الماصة 10 مللتر من محلول كربونات الصوديوم القياسية الى دورق مخروطي نظيف وأضف اليه قطرتيين من دليل الفينول فثالين (أحمر وردي باهت).
2. أضف حمض الهيدروكلوريك من السحاحة ببطىء مع التحريك وذلك برج محتويات الدورق حتى الوصول على نقطة النهاية وذلك بإختفاء اللون وليكن V_1.
3. لنفس المحلول فى الدورق المخروطي ضع قطرتين من دليل الميثيل البرتقالى ويصبح لون المحلول أصفر مع الإستمرار فى إضافة حمض الهيدروكلوريك من السحاحة حتى نقطة النهاية (بظهور اللون الأحمر أو البرتقالى الباهت) سجل حجم الحمض المستخدم مع دليل المستخدم مع دليل الميثيل البرتقالي وليكن V_2.

3.5.3.التجربة الثالثة

معايرات التعادل

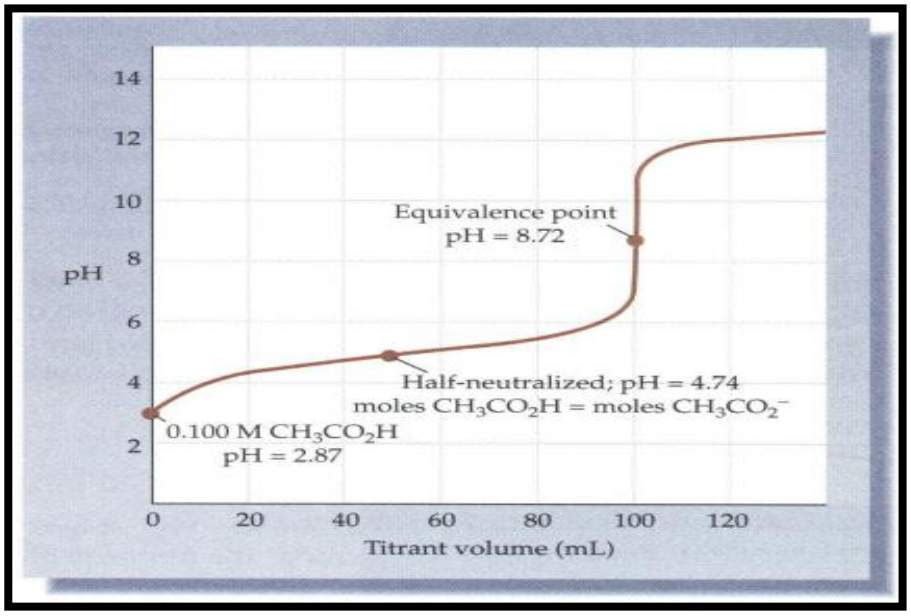
أ- معايرة محلول حمض الخليك بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم M 0.1

مقدمة

يعتبر حمض الخليك من الأحماض الضعيفة التي تتأين جزئيا في الماء وهو سائل لا لون له وله رائحة نفاذه ويستخدم فى تحضير الاطعمة ويعمل كمطهر طبيعي وكمادة حافظة طبيعية كما يستخدم فى علاج الالتهابات والفطريات وعلاج التهابات الأذن, ورغم اهميته فى مختلف المجالات فإن لحمض الخليك أضرار يسببها عند إستنشاق ابخرته المركزة حيث تسبب تهيج فى العين والرئة كما ان تناوله بتراكيز عالية يسبب حروق فى الفم والحلق ومشاكل صحية فى المعدة ولذلك من الضروري تعيين تركيزه , فعند معايرة هذا الحمض بواسطة قاعدة قوية مثل هيدروكسيد الصوديوم فإن نقطة التكافؤ تقع ضمن مدى تغير لون دليل الفينولفثالين.

معادلة التفاعل كالآتي:-

$$CH_3COOH + NaOH \rightarrow CH_3COONa + H_2O$$



الشكل (8) منحنى معايرة حمض الخليك مع هيدروكسيد الصوديوم

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100- 400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100 - 250 مللتر

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول حمض الخليك (مجهول التركيز)
2. محلول هيدروكسيد الصوديوم M0.1
3. دليل الفينول فثالين

خطوات التجربة

1. ضع 10 مللتر من محلول حمض الخليك في دورق المعايرة وأضف اليه قطرات من دليل الفينول فثالين (عديم اللون).
2. أضف محلول هيدروكسيد الصوديوم M 0.1 من السحاحة قطرة قطرة مع الرج المستمر حتى يتلون المحلول باللون الأحمر الوردي وخذ قراءة الحجم من السحاحة.
3. كرر الخطوات السابقة مرتين واحسب متوسط الحجوم.

الحسابات

إحسب تركيز الحامض كالآتي:-

$$M_{CH3COOH} \times V_{CH3COOH} = M_{NaOH} \times V_{NaOH}$$

وتحسب قوة المحلول كالآتي:-

التركيز المولاري X الوزن الجزيئى مقدرة بوحدة (جرام/ لتر).

تعيين تركيز حمض الخليك في الخل التجاري

مقدمة

يعتبر حمض الخليك حمض ضعيف حيث ثابت التفكك $Ka=1.76x10^{-5}$ ويستعمل بشكل واسع في الكيمياء الصناعية كحمض الاستيك الثلجي (الوزن النوعي له 0.53, النسبة المئوية 99.80%) أو في محاليل ذات تراكيز مختلفة ويستعمل كخل فى صناعة الغذاء وهو محلول مخفف لحمض الخليك الثلجي لذلك يلزم تعيين تركيزه وتمثل المعادلة التالية عملية معايرة الحمض مع محلول هيدروكسيد الصوديوم.

$$CH_3COOH+NaOH \rightarrow CH_3COONa+H_2O$$

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100- 400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100 - 250 مللتر

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 M
2. عينة من الخل التجاري
3. دليل الفينول فثالين

خطوات التجربة

1. خذ 10 مللتر من محلول الخل التجاري بواسطة ماصة في دورق قياسي سعته 100 مللتر ويخفف بالماء المقطرالى العلامة المحددة.
2. خذ 20 مللتر من المحلول الذى حضر في الخطوة (1) بواسطة ماصة وأنقلها الى دورق مخروطي ويضاف 40 مللتر من الماء المقطر وقطرات من دليل الفينول فثالين.
3. يعاير الخليط بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم M0.1 حتى الحصول على لون وردي ثابت.
4. إحسب تركيز الخل وعدد الجرامات الموجودة في 100 مللتر.

الحسابات

$$M_{CH3COOH} X\ V_{CH3COOH} = M_{NaOH} X\ V_{NaOH}$$

عددالجرامات = التركيز المولاري X الحجم باللتر

3.5.4.التجربة الرابعة

معايرات التعادل

معايرة خليط من حمض الكبريتيك وحمض الخليك

مقدمة

حمض الكبريتيك وحمض الخليك من الأحماض الهامة وخاصة فى الأغراض الصناعية ويعتبر حمض الكبريتيك من الأحماض القوية وهو يدخل فى الصناعات الكيماوية مثل صناعة الصابون والمطاط وصناعة البطاريات ويستخدم فى بعض التجارب كعامل مؤكسد ومذيب أما حمض الخليك فهو من الأحماض الضعيفة, وهذه التجربة هي مثال لمعايرة خليط من حمض قوي وحمض ضعيف.

حمض الكبريتيك حمض قوي يتفاعل مع قاعدة قوية مثل هيدروكسيد الصوديوم مكونا كبريتات الصوديوم وماء ويكون مدى التغير فى نقطة التكافؤ يقع فى مدى كلا من دليلي الميثيل البرتقالى والفينول فثالين ومعادلة التفاعل هى:-

$$H_2SO_4+2NaOH \rightarrow Na_2SO_4+2H_2O$$

أما حمض الخليك فهو حمض ضعيف يتفاعل مع هيدروكسيد الصوديوم مكونا خلات الصوديوم وماء ومدى التغير فى نقطة التكافؤ تقع فى مدى تغير دليل الفينول فثالين ومعادلة التفاعل هي:-

$$CH_3COOH+NaOH \rightarrow CH_3COONa+H_2O$$

وعليه عند معايرة مخلوط يحتوي حمض الكبريتيك والخليك بمحلول عياري من هيدروكسيد الصوديوم فى وجود دليل الفينول فثالين يكون الحجم المستهلك من هيدروكسيد الصوديوم يكافيء حجم كلا من حمض الكبريتيك وحمض الخليك , أما عند إستخدام دليل الميثيل البرتقالي فإن الحجم المستهلك من هيدروكسيد الصوديوم يكافيء حجم حمض الكبريتيك فقط وبطرح الحجمين نحصل على الحجم الذي يكافيء حجم حمض الخليك فقط.

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100-400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100-250 مللتر

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول خليط من (حمض الكبريتيك و حمض الخليك) مجهول التركيز

2. محلول هيدروكسيد الصوديوم N0.1
3. دليل الميثيل البرتقالى ودليل الفينول فثالين

خطوات التجربة

1. خذ 10 مللتر من المخلوط فى دورق مخروطي وأضف اليه 2-3 قطرات من دليل الميثيل البرتقالي (لونه أحمر وردي).
2. عاير بإستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم (N0.1) من السحاحة حتى الحصول على اللون البرتقالي وسجل الحجم المستهلك.
3. كرر الخطوتين السابقتين مرة أخرى وإحسب متوسط الحجم وليكن V_1 مللتر.

   حجم حمض الكبريتيك ≡ V_1
4. خذ 10 مللتر من الخليط فى دورق مخروطي وأضف اليه 2-3 قطرات من دليل الفينول فثالين (عديم اللون).
5. عاير بإستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم N0.1 حتى الحصول على اللون الاحمر الوردي وسجل الحجم المستهلك.
6. كرر الخطوتين السابقتين 4 و 5 مرة واحدة وإحسب متوسط الحجم وليكن V_2 مللتر .

الحسابات

نحسب تركيز حمض الخليك والكبريتيك كالآتي:-

حجم (حمض الخليك + حمض الكبريتيك) ≡ V_2

نحسب تركيز حمض الخليك والكبريتيك كالآتي:-

أ- حجم حمض الكبريتيك ≡ V_1

حجم (حمض الخليك + حمض الكبريتيك) ≡ V_2

$$V_1 \text{ X } 0.1 = 10 \text{ X } N_{H2SO4}$$

قوة حمض الكبريتيك = العيارية X الوزن المكافيء مقدرة بوحدة جرام/لتر

الوزن المكافيء لحمض الكبريتيك = 49 جرام/لتر.

ب- *حجم حمض الخليك ≡ $V_3=V_2-V_1$

$$V_3 \ X\ 0.1 = 10\ X\ N_{CH3COOH}$$

قوة حمض الخليك = العيارية X الوزن المكافيء مقدرة بوحدة جرام/لتر

الوزن المكافيء لحمض الخليك = 60 جرام/لتر

***الرمز(≡) يعني يكافيء**

3.5.5.التجربة الخامسة

معايرات التعادل

تقدير عيارية وتركيز حمض الفوسفوريك

مقدمة

حمض الفوسفوريك من الاحماض الضعيفة وله استخدامات عديدة فى الصناعة مثل صناعة الاسمدة الفوسفاتية والمبيدات كما يستخدم فى الصناعات الغذائية لتنظيم حموضة المنتجات الغذائية أى كمادة حافظة كما يستخدم فى مجال الطب في صناعة بعض الادوية كما يستعمل فى المعمل ككاشف فى بعض التجارب ونظرا لاهميته يلزم معايرته وتحديد تركيزه .

حمض الفوسفوريك من الأحماض الغير عضوية الهامة وهو حمض ثلاثي القاعدية H_3PO_4 يتأين على ثلاث مراحل ويتفاعل مع هيدروكسيد الصوديوم على ثلاث مراحل مكونا فوسفات آحادي وثنائي وثلاثي الصوديوم حسب المعادلات التالية:-

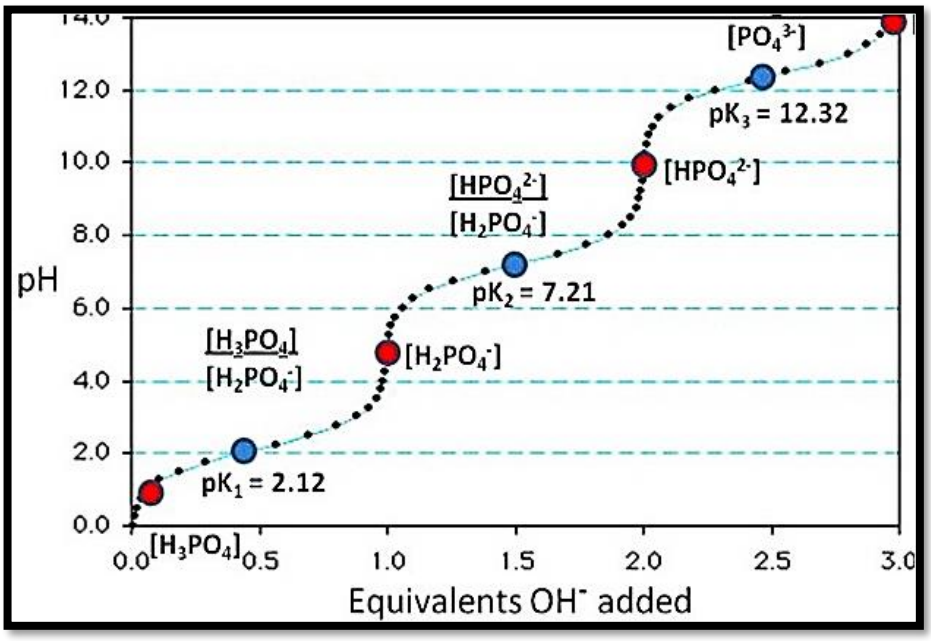
$$H_3PO_4 + NaOH \rightarrow NaH_2PO_4 + H_2O$$

$$NaH_2PO_4 + NaOH \rightarrow Na_2HPO_4 + H_2O$$

$$Na_2HPO_4 + NaOH \rightarrow Na_3PO_4 + H_2O$$

كل خطوة تمثل ثلث التفاعل كما موضح في الشكل (9).

تقع نقطة التكافؤ الأولى لهذا الحامض فى مدى دليل الميثيل البرتقالي وتقع نقطة التكافؤ الثانية فى مدى دليل الفينول فثالين أما نقطة التكافؤ الثالثة عند رقم هيدروجينى مرتفع جدا خارج مدى هاذين الدليلين , وعليه عند معايرة هذا الحمض بواسطة هيدروكسيد الصوديوم وفى جود دليل الميثيل البرتقالي يكون حجم القاعدة المستهلك يكافيء ثلث حمض الفوسفوريك وعند معايرة هذا الحمض فى وجود دليل الفينول فثالين يكون حجم القاعدة المستهلك يكافيء 3/2 حمض الفوسفوريك.



الشكل (9) منحنى معايرة حمض الفوسفوريك مع هيدروكسيد الصوديوم

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر

4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100 و 400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100 و250 مللتر

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول حمض الفوسفوريك مجهول التركيز
2. محلول هيدروكسيد الصوديوم N0.1
3. دليل الميثيل البرتقالى ودليل الفينول فثالين

خطوات التجربة

أولا:- إستخدام دليل الميثيل البرتقالي

1. خذ 10 مللتر من محلول حمض الفوسفوريك وأضف قطرتين من دليل الميثيل البرتقالي (لونه أحمر) ونعاير بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم حتى نحصل على لون برتقالى وسجل الحجم.
2. كرر الخطوة السابقة مرتيين وإحسب متوسط الحجوم وليكن V_1.

الحسابات

$V_1 \equiv 3/1$* حجم حمض الفوسفوريك

$$V_{NaOH} \times 0.1 \times 3 = N_{H3PO4} \times 10$$

قوة حمض الفوسفوريك = التركيز العياري X 32.7 مقدرة بجرام/لتر

***الرمز (≡) يعني يكافيء**

ثانيا:- إستخدام دليل الفينول فثالين

1. نأخذ 10 مللتر من محلول حمض الفوسفوريك ونضف اليها قطرات من دليل الفينول فثالين(عديم اللون) فى دورق مخروطي.

2. نعاير المحلول الحمضي بواسطة هيدروكسيد الصوديوم N0.1 حتى نحصل على اللون الوردي الباهت ونسجل الحجم المستهلك.

3. نكرر الخطوات السابقة مرتيين ونحسب متوسط الحجوم وليكن V_2.

الحسابات

$V_2 \equiv 3/2$ حجم حمض الفوسفوريك

$$V_{NaOH} \times 0.1 \times (2/3) = N_{H3PO4} \times 10$$

قوة حمض الفوسفوريك = التركيز العياري X الوزن المكافيء مقدرة بجرام/لتر

الوزن المكافيء لحمض الفوسفوريك = الوزن الجزيئي / 3 .

3.5.6. التجربة السادسة

معايرات الأكسدة والإختزال

معايرة برمنجانات البوتاسيوم بواسطة حمض الأوكزاليك

مقدمة

برمنجانات البوتاسيوم لها إستعمالات عديدة منها فى مجال الطب حيث تستعمل كمادة مطهرة للجراثيم وتنقية مياه الشرب , وتعتبر من المواد المهمة فى معمل الكيمياء حيث تعتبر من المذيبات والكواشف المهمة, فهي دليل ذاتي فى معايرات الاكسدة والإحتزال ونظرا لعدم ثبات محاليلها لانها تتأثر بالضوء والحرارة لذلك يتم معايرتها بمحلول قياسي من حمض الاوكساليك .

معايرات الأكسدة والإختزال يجب ان تتوافر فيها الشروط العامة التى تنطبق على المعايرات الناجحة الأخرى , فيجب ان يكون التفاعل سريع وتتوفر طريقة للكشف عن نقطة نهاية التفاعل أما بإستعمال الأدلة اللونية أو بقياس الجهد , هناك العديد من المركبات تتأكسد وتختزل بفقدان أو إكتساب الكترونات من مادة ما أثناء التفاعل يمكن تحليلها بطريقة معايرات الأكسدة والإختزال .

هذه التجربة هى مثال لتفاعلات الأكسدة والإختزال حيث أن برمنجانات البوتاسيوم عاملا مؤكسدا قويا وتتم المعايرة بوجود كمية زائدة من حمض الكبريتيك والإ سوف يتشكل لدينا أكسيد المنجنيز MnO_2 (بنى اللون) الذي يقلل من وضوح نقطة التكافؤ ولا يمكن إستخدام حمض النيتريك أو الهيدروكلوريك بدلا من حمض الكبريتيك لان حمض الهيدروكلوريك سوف يتفاعل مع برمنجانات البوتاسيوم وتؤكسد أيون الكلوريد ويطلق غاز الكلور حسب المعادلة التالية :-

$$2KMnO_4 + 16HCl \rightarrow MnCl_2 + 2KCl + 5Cl_2 + 8H_2O$$

أما حمض النيتريك سوف يتفاعل مع المادة المختزلة (حمض الأوكساليك) وهذا مايتعارض مع مفعول برمنجانات البوتاسيوم.

يتفاعل حمض الأوكساليك مع برمنجانات البوتاسيوم حسب المعادلة التالية:-

$$2K_2MnO_4+5H_2C_2O_4+3H_2SO_4 \rightarrow K_2SO_4+2MnSO_4+10CO_2+18H_2O$$

اذن (الوزن الجزيئى للبرمنجانات = 158 جرام/مول).

ملاحظة:- برمنجانات البوتاسيوم مادة غير قياسية يصعب الحصول عليها نقية لذلك يتم تنقيتها ومعايرتها بمادة قياسية أولية مثل حمض الأوكساليك.

الأدوات المطلوبة لاجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100- 400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100- 250 مللتر

8. حمام مائي
9. ورق ترشيح
10. سخان كهربائي

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول برمنجانات البوتاسيوم M0.1
2. محلول حمض الأوكساليك معلوم التركيز
3. حمض الكبريتيك المركز.

تحضير محلول برمنجانات البوتاسيوم M 0.1

يذاب وزن 15.8 جم من برمنجانات البوتاسيوم فى لتر من المحلول ثم يغلى المحلول ويحفظ ساخنا لمدة ساعة واحدة ثم يبرد ويرشح بعد ذلك لإزالة ماتبقى من MnO_2 ثم يخزن فى قنينة زجاجية فى مكان معتم .

خطوات التجربة

1. نأخذ 10 مللتر من حمض الأوكساليك (معلوم التركيز) وأضف اليها 5 مللتر من حمض الكبريتيك فى دورق مخروطي.
2. نسخن الخليط السابق فى حمام مائي عند درجة (50–60 درجة مئوية) لزيادة سرعة التفاعل.
3. نعاير المحلول السابق بواسطة محلول برمنجانات البوتاسيوم حتى يتلون بلون البرمنجانات (بنفسجي).
4. كرر الخطوات من 1–3 ونأخذ متوسط الحجوم .

الحسابات

نحسب تركيزمحلول برمنجانات البوتاسيوم كالآتي:–

$$M_{KMnO4} \times V_{KMnO4} = M_{H2C2O4} \times V_{H2C2O4}$$

قوة محلول برمنجانات البوتاسيوم = التركيز المولاري X الوزن الجزيئى مقدرة بجرام/لتر.

3.5.7.التجربة السابعة

معايرات الأكسدة والإختزال

تحضير وتقييم وحفظ محلول اليود

مقدمة

اليود من الهالوجينات وهو شحيح الذوبان فى الماء ولكنه يذوب فى يوديد البوتاسيوم ورابع كلوريد الكربون والكلورفورم وهو مادة حساسة للضوء, ويوجد اليود فى ماء البحر كما تحتوي الحيوانات والنباتات البحرية على نسبة عالية من اليود و يوجد ايضا فى الصخور والتربة.

ان لليود استخدامات عديدة حيث يستخدم كملح للطعام وفى تنقية المياه وتعقيمها ويدخل فى صناعة مطهرات الجروح, لايمكن تحضير محلول قياسي من اليود لانه من المواد التي لها خاصية التسامي عند التسخين حيث يتحول من الحالة الصلبة الى الغازية مكونا (ابخرة بنفسجية) دون المرور بالحالة السائلة ومن ثم وجب تقييم عياريه محاليله قبل استخدامه بواسطة محلول قياسي من ثيوكبريتات الصوديوم.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100- 400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100-250 مللتر

8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول ثيوكبريتات الصوديوم N0.01

2. محلول اليود

3. محلول يوديد البوتاسيوم

4. محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم0.1 N

أولا:- تحضير محلول اليود 0.1 عياري فى 100 مللتر

حساب وزن اليود اللازم لتحضير محلول 0.1 عياري :-

وزن اليود = 127 X 0.1 X 0.1 = 1.27 جم

اوزن 1.27 جم من اليود فى زجاجة ساعة وأذبها مستخدما محلول مركز من يوديد البوتاسيوم وأنقلها نقلا كميا الى دورق قياسي سعته 100 مللتر وأكمل حتى العلامة بالماء المقطر.

ثانيا :- تحضير محلول ثيوكبريتات الصوديوم 0.01 عياري محلول فى 250 مللتر

ثيوكبريتات الصوديوم مادة نقية ولكن لا تستخدم كمادة قياسية أولية لذلك يجب تقييمها هى الأخرى بإستخدام محلول من ثنائي كرومات البوتاسيوم, و ثيوكبريتات الصوديوم تحتوي على خمس جزيئات ماء $Na_2S_2O_3.5H_2O$ وتتفاعل مع اليود وفق المعادلة التالية:-

$$2Na_2S_2O_3+I_2 \rightarrow 2NaI+Na_2S_4O_6$$

الوزن المكافىء للثيوكبريتات الصوديوم = الوزن الجزيئى = 248.18 جرام/مول لتحضير محلول 0.1 عياري من ثيوكبريتات الصوديوم في 250 مللتر نتبع الخطوات التالية:-

1. نحسب الوزن اللازم للثيوكبريتات الصوديوم = 0.25x0.1x248.18 = 6.205 جم.

2. نوزن 6.205 جم من ثيوكبريتات الصوديوم وأنقلها نقلا كميا باستخدام الماء المقطر الى دورق قياسي سعة 250 مللتر وأكمل بالماء المقطر الى العلامة.

3. رج المحلول جيدا واستخدمه فى تقييم عياريه اليود بعد تقييم عياريته بإستخدام محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم 0.1 عياري.

ثالثا:- تقدير عيارية محلول ثيوكبريتات الصوديوم المحضر

1. خذ 10 مللتر من محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم 0.1 عياري (مادة قياسية أولية) واضف اليها 20 مللتر محلول يوديد البوتاسيوم 0.1 (KI) عياري و0.5 جرام من بيكربونات الصوديوم و20 مللتر من الماء المقطر مع 3 مللتر من حمض الهيدروكلوريك ونعايراليود المتحرربمحلول ثيوكبريتات الصوديوم من السحاحة حتى نحصل على اللون الاصفر الباهت ثم نضيف 2 مللتر من دليل النشا (اللون ازرق) ونستمر فى المعايرة حتى يختفى اللون الأزرق ونسجل حجم الثيوكبريتات المستهلك.

2. نكرر الخطوة السابقة ثلاث مرات ونحسب متوسط الحجوم وليكن V_1.

3. نحسب تركيز ثيوكبريتات الصوديوم.

$$10 \times 0.1 = V_{Na2S2O3} \times N_{Na2S2O3}$$

رابعا :- تقدير عيارية اليود (محلول اليود فى السحاحة)

1- خذ 10 مللتر من محلول ثيوكبريتات الصوديوم واضف اليه1مللتر من محلول النشا كدليل(عديم اللون) نعاير بإستخدام محلول اليود من السحاحة حتى ظهور اللون الأزرق.

2- كرر الخطوات السابقة ثلاث مرات وإحسب متوسط الحجوم وليكن V_2 .

3- نحسب تركيز محلول اليود:

$$10 \times N_{Na2S2O3} = V_2 \times N_2$$

3.5.8. التجربة الثامنة

معايرات الأكسدة والإختزال

تحليل مخلوط من حمض الأوكساليك وأوكسالات البوتاسيوم

مقدمة

يستعمل حمض الاوكساليك فى التنظيف أو التبييض ، وخصوصا لإزالة الصدأ لانه يكون مركبات معقدة مع بعض الفلزات ومنها الحديد ويعتبر خطير عند ملامسته للفم او الجلد, يستخدم حمض الاوكساليك ككاشف , أما اوكسالات البوتاسيوم توجد فى العديد من الخضروات والفواكه ويتم انتاجها فى جسم الإنسان وهي قابلة للذوبان فى الماء ولها استعمالات عديدة فهي تستخدم كمادة مختزلة فى معمل الكيمياء لذلك تستخدم كمزيلة للبقع وفى التصوير الفوتوغرافي , وعند تواجدها بتراكيز عالية فإنها سامة.

حمض الأوكساليك $H_2C_2O_4.2H_2O$ حمض ثنائي القاعدية يتفاعل مع القلوي القوي مثلا يتفاعل مع NaOH كما يلي:-

$$H_2C_2O_4+2NaOH \rightarrow Na_2C_2O_4+2H_2O$$

الوزن المكافيء لحمض الأوكساليك =2/1 الوزن الجزيئي

كما أن هذا الحمض يحتوي على شق الأوكسالات $C_2O_4^{2-}$ وهذا الشق موجود فى أوكسالات الصوديوم , فنجد أن شق الأوكسالات الموجود فى الحمض والموجود فى أكسالات الصوديوم تتفاعل مع برمنجانات الصوديوم فى الوسط الحمض طبقا للمعادلة التالية:-

$$MmO_4+5H_2C_2O_4+16H^+ \rightarrow 10CO2+2Mn^{2+}+8H_2O2$$

نلاحظ أن الوزن المكافيء لحمض الأوكساليك أو اوكسالات الصوديوم = 2/1 الوزن الجزيئي.

هذه التجربة هي مثال اخر لتفاعلات الاكسدة ولأختزال حيث يمكن تعيين تركيز وقوة كلا من حمض الأوكساليك وأوكسالات الصوديوم بواسطة محلول 0.1 عياري من

محلول هيدروكسيد الصوديوم, عند إجراء معايرة المخلوط بوجود دليل الفينول فثالين فإن الحجم الناتج فى هذه الحالة يكافيء حجم حمض الأوكساليك فقط , أما عند إجراء معايرة المخلوط بواسطة برمنجانات البوتاسيوم $KMnO_4$ فى وجود وسط حمضي يكون الحجم الناتج يكافيء حجم حمض الأوكساليك واوكسالات البوتاسيوم معا ومن النتيجتين نستطيع حساب تركيز وقوة كلا من حمض الأوكساليك وأكسالات البوتاسيوم فى المخلوط.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100-400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100-250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. مخلوط من حمض الأوكساليك وأوكسالات البوتاسيوم
2. محلول هيدروكسيد الصوديوم N0.1
3. حمض كبريتيك مخفف N2
4. محلول برمنجانات البوتاسيوم N0.1
5. دليل الفينول فثالين.

خطوات التجربة

1- نأخذ 10 مللتر من المخلوط واضف اليه دليل الفينول فثالين (عديم اللون) ثم نعاير بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 عياري من السحاحة حتى نحصل على اللون الوردي الباهت ونسجل الحجم.

2- كرر الخطوة السابقة ثلاث مرات وإحسب متوسط الحجوم وليكن V_1.

3- نأخذ 10 مللتر من المخلوط وأضف اليه 20 مللتر من حمض الكبريتيك المخفف (2عياري) وسخن الى درجة 80 درجة مئوية ثم عاير وهو ساخن بمحلول برمنجانات البوتاسيوم 0.1 عياري من السحاحة حتى نحصل على اللون الوردي وسجل الحجم.

4- كرر الخطوة (3) ثلاث مرات وإحسب متوسط الحجوم وليكن V_2.

الحسابات

أولا:- نحسب تركيز وقوة حمض الأوكساليك

حجم حمض الأوكساليك $\equiv V_1$

$$V_1 \times 0.1 = 10 \times N_{H2C2O4}$$

قوة تركيز حمض الأوكساليك = التركيز العياري x 63 مقدرة بجم/لتر

حيث أن : (63 جرام/مكافيء) هو الوزن المكافيء لحمض الأوكساليك.

ثانيا:- نحسب تركيز وقوة أوكسالات الصوديوم

حجم (حمض الأوكساليك + أوكسالات الصوديوم) $\equiv V_2$

*حجم أوكسالات الصوديوم $\equiv V_3 = (V_2 - V_1)$

$$V_3 \times 0.1 = 10 \times N_{Na2C2O4}$$

***الرمز (≡) يعني يكافيء**

قوة تركيز أوكسالات الصوديوم= التركيز العياري X 67 مقدرة بجرام/لتر

حيث أن: (67 جرام/مكافيء) هو الوزن المكافيء لأوكسالات الصوديوم.

3.6.9 . التجربة التاسعة

معايرات الأكسدة والإختزال

تحليل عينة من كبريتيد الصوديوم

مقدمة

كبريتيد الصوديوم هو ملح يذوب بسهولة في الماء ومحاليله ذات صفة قلوية قوية، كما يتميز بخواصه الاختزالية القوية, حيث يدخل فى الصناعات مثل صناعة الاصباغ الكبريتية والمركبات الامينية , والصناعات المعدنية كما يدخل فى الصناعات الغذائية المختلفة ويستخدم ككاشف عن بعض العناصرفى التحليل النوعي. ويتفاعل كبريتيد الصوديوم مع اليود فى الوسط الحامضي طبقا للمعادلة:-

$$Na_2S+I_2 \rightleftharpoons 2NaI+S$$

وتعتمد طريقة التحليل هذه على تفاعل كبريتيد الصوديوم مع زيادة من اليود القياسي معلوم الحجم , وتتم معايرة الحجم الزائد من اليود مع محلول قياسي من ثيوكبريتات الصوديوم له نفس تركيز اليود ومن المعادلة السابقة يتضح أن الوزن المكافيء لكبريتيد الصوديوم يساوي نصف الوزن الجزيئي = (2/78) = 39 جرام/مكافيء.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100-400 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100-250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كبريتيد الصوديوم N0.1
2. حمض الهيدروكلوريك المخفف
3. محلول اليود N0.1
4. محلول ثيوكبريتات الصوديوم N0.1
5. محلول النشا (دليل).

تحضير محلول كبريتيد الصوديوم تقريبا 0.1 عياري فى 100 مللتر

أوزن 0.4 جم من عينة كبريتيد الصوديوم على زجاجة ساعة وأنقلها نقلا كميا بالماء المقطر الى دورق قياسي سعته 100 مللتر الى العلامة.

تقدير تركيز كبريتيد الصوديوم فى العينة المحضرة

خطوات التجربة

1. نأخذ 10 مللتر من كبريتيد الصوديوم وأضف اليه 10 مللتر من حمض الهيدروكلوريك المخفف و20 مللتر من محلول اليود 0.1 عياري ,ثم نقدر الزيادة من اليود بمعايرته بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم 0.1 عياري من السحاحة حتى نحصل على اللون الأصفر الباهت ثم أضف 1مللتر من محلول النشا (لون أزرق) ونكمل المعايرة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم حتى يختفي اللون الأزرق ونسجل الحجم المستهلك.
2. نكرر الخطوة (1) ثلاث مرات ونحسب متوسط الحجوم المستهلكة وليكن V.

الحسابات

اليود الزائد الغير متفاعل $\equiv V$

حجم كبريتيد الصوديوم المتفاعل $\equiv V_1 = (20-V)$

إذن نحسب تركيز كبريتد الصوديوم

$$V_1 \times 0.1 = 10 \times N_{Na2S}$$

الوزن بالجرام لكبريتد الصوديوم فى 100 مللتر= التركيز العياري X 39 X 0.1

النسبة المئوية لكبريتيد الصوديوم فى العينة (%) =(الوزن بالجرام/0.4) x 100

3.6.10. التجربة العاشرة

معايرات الأكسدة والإختزال

تقدير الحديد فى مركبات الحديديك بالطريقة اليودومترية

مقدمة

الحديد من العناصر الانتقالية , يتأكسد الحديد فى الهواء الرطب والماء بسهولة ويكون الصدأ وعند تسخين الحديد فى الهواء يتشكل اكسيد الحديد الثنائي والثلاثي.

نظرا لوفرة الحديد نسبيا فإنه متوفر ورخيص الثمن ويدخل فى العديد من الصناعات مثل خلايا الوقود والصناعات الالكترونية المختلفة , كما يستخدم مسحوق الحديد مع الحمض فى المعمل لإجراء عمليات الاختزال وتنقية المياه كما تستخدم مركبات الحديد كدواء للعلاج ونظرا لاهميته الكبيرة واستخدامات مركباته المتعددة كان من الضروري تقدير الحديد فى هذه المركبات.

إذا علاجنا محلول حمضي لمحلول يحتوي على مركبات الحديديك بمحلول يوديد البوتاسيوم ينطلق اليود وينتج الحديدوز طبقا للمعادلة :-

$$2FeCl_3+2KI \rightleftharpoons 2FeCl_2+2KCl+I_2$$

ويقدر اليود المتحرر بمعايرته بمحلول قياسي من ثيوكبريتات الصوديوم ويجب أن لايتم فى وجود حمض النيتريك أو أي عامل مؤكسد آخر لانه يؤدي الى إنطلاق كمية من اليود أويؤكسد الحديدوز الناتج مرة اخرى إلى حديديك ولذلك يجب أن يجري التفاعل فى وجود حمض الهيدروكلوريك المخفف , كما أنه فى هذا التفاعل ينطلق اليود ببطء ولكن يمكن إسراع التفاعل بإضافة يوديد النحاسوز كعامل مساعد.

ولتحضير هذا العامل المساعد يعالج محلول يوديد البوتاسيوم بقليل من كبريتات النحاس, ثم يعاير اليود المتحرر مباشرة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم فى وجود النشا كدليل.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول الحديديك
2. حمض الهيدروكلوريك المخفف
3. محلول يوديد البوتاسيوم N0.1
4. كبريتات النحاس
5. محلول ثيوكبريتات الصوديوم N0.1
6. محلول النشا(دليل)

خطوات التجربة

1. نأخذ 10 مللتر من محلول الحديديك وأضف اليه 10 مللتر من حمض الهيدروكلوريك مخفف و20 مللتر من يوديد البوتاسيوم 0.1 عياري (مضاف له قليل من كبريتات النحاس) ثم يعاير اليود المتحرر باستخدام محلول 0.1 عياري من ثيوكبريتات الصوديوم من السحاحة حتى الوصول على اللون الأصفر الباهت ثم نضيف 1 مللتر من دليل النشا (لون أزرق) نكمل المعايرة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم حتى إختفاء اللون الأزرق ونسجل الحجم المستهلك.

2. نكرر الخطوة (1) ثلاث مرات ونسجل متوسط الحجوم وليكن V.

الحسابات

نحسب تركيز وقوة محلول الحديديك

$$2V \times 0.1 = 10 \times N_{Fe3+}$$

قوة تركيز الحديد فى العينة (المحلول) = $55.84 \times N_{Fe3+}$ مقدرة بجم/لتر

حيث أن (55.84 الوزن الذري للحديد).

3.6.11.التجربة الحادي عشرة

معايرات الأكسدة والإختزال

أ- تقدير النحاس فى بلورات كبريتات النحاس الزرقاء

مقدمة

تتضمن الطرق اليودومترية إضافة كمية فائضة بكثرة من اليود الى العامل المؤكسد فى وسط حمضي أومتعادل , فيختزل العامل المؤكسد كميا, وتتحرر كمية من اليود التى يتم معايرتها بمحلول قياسي من ثيوكبريتات الصوديوم.

تستخدم كبريتات النحاس فى معمل الكيمياء فى تحضير بعض مركبات النحاس الاخرى كما تدخل فى الصناعات النفطية, و كبريتات النحاس المائية (زرقاء) $CuSO_4.5H_2O$ تكون غير نقية ويجب تقديرها وإستعمالها فى المختبر, وفكرة تقديرها تعتمد على الطريقة اليودومترية حيث أن كبريتات النحاس تتفاعل مع يوديد البوتاسيوم فيتحرر اليود , ويتم تقدير اليود المتحرر بإستخدام محلول معلوم التركيز من ثيوكبريتات الصوديوم فى وجود النشا كدليل , ومراحل التفاعل موضحة فى المعادلتين التاليتين :-

$$2CuSO4+4KI \rightleftharpoons 2CuI+I_2+2K_2SO_4$$

$$2Na_2S_2O_3+I_2 \rightleftharpoons Na_2S_4O_6+2NaI$$

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر
8. زجاجة ساعة.

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. كبريتات النحاس الزرقاء
2. حمض الكبريتيك المخفف
3. محلول يوديد البوتاسيوم N0.1
4. محلول ثيوكبريتات الصوديوم N0.1
5. محلول النشا

خطوات التجربة

1. أوزن 2 جم من عينة كبريتات النحاس الزرقاء فى زجاجة ساعة وأنقلها نقلا كميا الى دورق قياسي سعة 100 مللتر بالماءالمقطر ولامانع من إضافة قطرات من حمض الكبريتيك المخفف لتسهيل الذوبان ثم رج المحلول جيدا عند تحضيره.
2. خذ 10 مللتر من المحلول المحضر فى الخطوة (1) وأضف اليه 20 مللتر من محلول (KI 0.1) عياري ثم نعاير اليود المتحرر بإستخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم 0.1 عياري من السحاحة حتى نحصل على اللون الأصفر الباهت ثم نضيف النشا كدليل (اللون أزرق) نكمل المعايرة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم حتى يختفى اللون الأزرق ونسجل الحجم الكلي المستهلك.

3. نكرر الخطوة (2) ثلاث مرات ونسجل متوسط الحجوم وليكن V.

الحسابات

$$10XN_{CuSO4} = V_{Na2S2O3}X0.1$$

وزن النحاس فى 100 ملل (W) = N_{CuSO4} X 63.5 X 0.1

النسبة المئوية للنحاس فى العينة (%) = (2 /w) x 100

حيث أن :

2 : وزن العينة بالجرام

63.5 : الوزن الذري للنحاس

ب- تحليل مخلوط من كبريتات النحاس وحمض الكبريتيك

مقدمة

يتم تقدير حمض الكبريتيك بمعايرته بإستخدام محلول من هيدروكسيد الصوديوم 0.1 عياري طبقا للمعادلة :-

$$H_2SO_4+2NaOH \rightleftharpoons Na_2SO_4+2H_2O$$

يتم تقدير النحاس الموجود فى (كبريتات النحاس) فى المخلوط باستخدام الطريقة اليودومترية المستخدمة فى التجربة (أ) حيث يضاف يوديد البوتاسيوم فيتحرر اليود ويتم معايرته باستخدام محلول 0.1 عياري من ثيوكبريتات الصوديوم فى وجود النشا كدليل.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر

7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. مخلوط من كبريتات النحاس وحمض الكبريتيك
2. محلول هيدروكسيد الصوديوم N0.1
3. دليل الفينول فثالين
4. محلول يوديد البوتاسيوم N0.2
5. محلول ثيوكبريتات الصوديوم N0.1
6. محلول النشا

خطوات التجربة

أولا: تقدير حمض الكبريتيك فى المخلوط

1- نأخذ 10 مللتر من المخلوط واضف اليه قطرات من دليل الفينول فثالين (عديم اللون) ثم نعاير بإستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1 عياري من السحاحة حتى نحصل على اللون الوردي الباهت.

2- نكرر الخطوة (1) ثلاث مرات ونسجل متوسط الحجوم وليكن V_1.

الحسابات

$$V_1 \text{ X } 0.1 = 10 \text{ X N } H_2SO_4$$

قوة تركيز حمض الكبريتيك = $49 \text{ X N } H_2SO_4$ مقدرة بجرام/لتر

حيث أن :

49 : هو الوزن المكافيء لحمض الكبريتيك

ثانيا: - تقدير تركيز كبريتات النحاس فى المخلوط ($CuSO_4$)

1. نأخذ 10 مللتر من المخلوط وأضف اليه 20 مللتر من يوديد البوتاسيوم 0.2 عياري ثم نعاير اليود المتحرر بواسطة محلول ثيوكبريتات الصوديوم 0.1 عياري من السحاحة

حتى نحصل على اللون الأصفر الباهت ثم نظيف 1 مللتر من النشا كدليل (لون أزرق) نكمل المعايرة حتى إختفاء اللون الأزرق ونسجل الحجم المستهلك.

2. نكرر الخطوة (1) ثلاث مرات نسجل متوسط الحجوم وليكن V_2.

الحسابات

$$V_2 \text{ X } 0.1 = 10 \text{ X N } CuSO_4$$

قوة تركيز كبريتات النحاس فى المخلوط=$CuSO_4$ N X 159.5 مقدرة بجرام/لتر.

حيث أن:

الوزن المكافيء لكبريتات النحاس = 159.5 جرام/مكافيء

3.6.12. التجربة الثانية عشر

معايرات الترسيب

تقدير تركيز الكلوريد بطريقة موهر

مقدمة

معايرات الترسيب هي تلك التي يتم فيها معايرة المادة بواسطة محلول قياسي مرسب ويستدل على نقطة التكافؤ بأدلة اللون أو بطرق قياس الجهد , تعتبر تكون راسب أثناء المعايرة هو الفارق الرئيسي بين الترسيب والطرق الحجمية الأخرى , واكثر طرق الترسيب استعمالا هى معايرة الهاليدات (I^-, Cl^-, Br^-) مع ايون الفضة أو العكس ومعايرة أيون الكبريتات مع أيون الباريوم.

الهدف الاساسي لهذه التجربة هو تقدير الكلوريدات مثلا فى مياه الشرب والمنتجات الغذائية المختلفة والخضروات والفواكه التي تحتوي على املاح الكلوريد, كما يدخل الكلور فى العديد من الصناعات مثل صناعة الدهانات والمنظفات .

تتوفر عدة طرق تستخدم لمعايرة الهاليدات مع الفضة تعتمد على إستعمال أدلة مختلفة ,فهذه الطريقة تسمى (طريقة موهر) تعتمد على تكوين راسب ملون وتستخدم فى

وسط متعادل وتتم المعايرة بإستخدام كرومات البوتاسيوم (K_2CrO_4) كدليل ومحلول قياسي من نترات الفضة ($AgNO_3$), حيث يضاف كمية من دليل كرومات البوتاسيوم الى الكلوريد وعند إضافة محلول نترات الفضة الى الكلوريد يترسب كلوريد الفضة (AgCl) أولا وذلك لإن قابلية ذوبانه أقل من قابلية ذوبان كرومات الفضة وعند إكتمال ترسيب كلوريد الفضة فإن أول قطرة زائدة من نترات الفضة تتفاعل مع الكرومات (الدليل) لتكوين راسب أحمر من كرومات الفضة يدل على الوصول الى نقطة التكافؤ.

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl\downarrow$ $\quad Ksp = 1.2 \times 10^{10-}$

$2Ag^+ + CrO_4^{2-} \rightarrow AgCrO_4^{2-}\downarrow$ $\quad Ksp = 1.7 \times 10^{10-}$

تجرى المعايرة فى وسط متعادل أو قاعدي ضعيف وذلك لإن الوسط الحمضي يقلل من تركيز محلول كرومات البوتاسيوم ويؤخر نقطة نهاية التفاعل وكذلك لايمكن إستخدام وسط قاعدي قوي لانه يؤدي الى تكوين هيدروكسيد الفضة أي يستهلك جزء من محلول الفضة لتكوين الهيدروكسيدات ذات اللون الأسود (قبل تكوين كرومات الفضة) مما يصعب تمييز نقطة نهاية التفاعل (الراسب الأحمر).

$$CrO_4^{2-} + H^+ \rightleftharpoons HCrO_4^-$$

$$2Ag^+ + 2OH^- \rightleftharpoons 2AgOH \rightarrow Ag_2O + H_2O$$

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر

7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كلوريد الصوديوم
2. محلول نترات الفضة M0.1
3. دليل كرومات البوتاسيوم

خطوات التجربة

1. أنقل 10مللتر من العينة (محلول الكلوريد) الى دورق مخروطي وأضف اليه قطرات من دليل كرومات البوتاسيوم.
2. أضف من السحاحة محلول نترات الفضة M0.1 مع الرج حتى يتكون راسب أبيض من كلوريد الفضة وإستمر بإضافة محلول نترات الفضة الى أن نحصل على اللون الأحمر الباهت مما يدل على الوصول الى نقطة التكافؤ.
3. كرر الخطوات السابقة ثلاث مرات وإحسب متوسط الحجوم V_1.

الحسابات

1. نحسب تركيز الكلوريد بوحدة مول/لتر (مولارية)

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$0.1 \times V_{\mathbf{1(AgNO3)}} = M_2 \times 10$$

2- إحسب التركيز بوحدة ppm (وحدة الجزء من المليون)

3.6.13. التجربة الثالثة عشر

معايرات الترسيب

أ- **تقدير عيارية نترات الفضة بإستخدام طريقة فولهارد**

مقدمة

تعتبر نترات الفضة مادة غير قياسية لانها تتأثر بالضوء وذلك عند إستخدامها كمحلول قياسي ثانوي لابد من معايرتها من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم (KSCN) (0.1N) أو ثيوسيانات الأمونيوم (NH_4SCN) فيتكون راسب أبيض من ثيوسيانات الفضة.

$$AgNO_3+SCN^- \rightarrow AgSCN\downarrow+NO_3^-$$

وطريقة فولهارد يتم التفاعل فى الوسط الحامضي فى وجود شب الحديديك كدليل أو (محلول نترات الحديديك + حمض النيتريك 6N), ويستدل على نقطة النهاية بظهور لون بني باهت مائل للحمرة نتيجة تكون $[(Fe(SCN^-)]^{2+}$ ذات اللون الأحمر الذي يؤثر على الراسب الأبيض المتكون فى البداية فيظهر نقطة النهاية باللون البنى الباهت المائل للاحمرار.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول نترات الفضة
2. حمض النيتريك المخفف
3. شب الحديديك

4. محلول ثيوسيانات البوتاسيوم N0.05

خطوات التجربة

1. 10 مللتر من المحلول نترات الفضة وأضف اليه 10 مللتر من حمض النيتريك المخفف و1 مللتر من شب الحديديك (عديم اللون) يتكون راسب ابيض , ثم نعاير بإستخدام محلول 0.05 عياري ثيوسيانات البوتاسيوم أو ثيوسيانات الامونيوم يظهر فى البداية راسب ابيض نستمر فى المعايرة ببطء مع الرج المستمر حتى نحصل على لون بنى محمر باهت ونسجل الحجم المستهلك .
2. نكرر الخطوة (1) ثلاث مرات ونحسب متوسط الحجوم V .

الحسابات

$$V \times 0.05 = 10 \times N_{AgNO3}$$

قوة تركيز نترات الفضة = N_{AgNO3} X 170 مقدرة بجم/لتر

ب- **تقدير نسبة نقاوة عينة من ملح الطعام بطريقة فولهارد**

مقدمة

ملح الطعام يمكن أن يحتوي على شوائب كثيرة منها غير ذائبة و منها ذائبة وقد تكون هذه الشوائب صلبة او غازية مثل املاح الماغنيسيوم والكالسيوم والكبريتات , ولتقدير نسبة نقاوة ملح الطعام يلزم تقدير نسبة كلوريد الصوديوم (NaCl) في العينة ,ولتقدير الهاليدات بطريقة فولهارد نستخدم الطريقة الغير مباشرة وهي إضافة زيادة من محلول نترات الفضة القياسي 0.05 عياري الى جزء من محلول العينة ثم نعاير الزيادة من نترات الفضة بإستخدام محلول قياسي 0.05 عياري من ثيوسيانات البوتاسيوم أو ثيوسيانات الأمونيوم فى وجود شب الحديديك كدليل, فيكون الحجم المستهلك من الثيوسيانات يكافيء الزيادة غير المتفاعلة من نترات الفضة ومنه نحسب حجم نترات الفضة المتفاعلة التي تكافيءحجم

كلوريد الصوديوم ومنها نستطيع منها حساب عيارية ونسبة نقاوة كلوريد الصوديوم فى العينة.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100 مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100–250 مللتر
8. زجاجة ساعة
9. سخان كهربائي

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كلوريد الصوديوم
2. محلول نترات الفضة N0.05
3. نيتروبنزين
4. شب اللحديديك
5. محلول ثيوسيانات البوتاسيوم أو ثيوسيانات الأمونيوم

ج- تحضير محلول كلوريد الصوديوم 0.05 عياري في 100 مللتر

أوزن 0.3 جرام ثم أنقل الوزنة نقلا كميا بالماء المقطر في دورق قياسي سعة 100 مللتر وأكمل الى العلامة بالماء المقطر.

خطوات التجربة

1. نأخذ 10 مللتر من محلول كلوريد الصوديوم وأضف 20 مللتر من محلول نترات الفضة 0.05 عياري يتكون راسب أبيض وسخن هذا الراسب تسخينا بسيطا وأضف عليه قطرتيين من النيتروبنزين وأضف 1 مللتر من دليل شب الحديديك (عديم اللون) ثم نعاير بإستخدام محلول 0.05 عياري من ثيوسيانات البوتاسيوم أو ثيوسيانات الأمونيوم حتى يظهر لون بني محمر باهت ونسجل الحجم المستهلك.
2. نكرر الخطوة (1) ثلاث مرات ونحسب متوسط الحجم وليكم V_1.

الحسابات

إحسب تركيز كلوريد الصوديوم

حجم NaCl ≡ حجم نترات الفضة المتفاعلة $\equiv V_2 = (20 - V_1)$

حيث V_2 حجم نترات الفضة المتفاعلة مع كلوريد الصوديوم

$$V_2 \times 0.05 = 10 \times N_{NaCl}$$

وزن كلوريد الصوديوم فى 100 ملل (W) = $V_{AgNO3} \times 58.5 \times 0.1$

حيث ان نقاوة كلوريد الصوديوم (%) = $(0.3/ W) \times 100$

3.6.14. التجربة الرابعة عشر

معايرات الترسيب

تقدير تركيز محلول كلوريد الصوديوم بطريقة فاجان

مقدمة:

أدلة الإمتزاز عبارة عن أصباغ عضوية تمتز عند نقطة التكافؤ على سطح الراسب فتكسبه لونا مميزا ومن أمثلتها دليل الفلورسين فعند إضافة محلول نترات الفضة الى محلول كلوريد الصوديوم فى وجود الفلورسين كدليل فإن كلوريد الفضة المتكون يظل أبيض اللون حتى نقطة التكافؤ وعندها يصبح الراسب مائل الى الأحمر الخفيف , أي أن التغير فى اللون يحدث على سطح الراسب نفسه وليس فى المحلول.

تعتمد هذه الطريقة على فكرة إدمصاص (إمتزاز) أيونات الدليل عند نقطة التكافؤ على سطح الراسب وهذا الإدمصاص يصاحبه تغيير فى لون الدليل ومن الأدلة المستخدمة الفلورسين والأيوسين.

عند إضافة محلول نترات الفضة الى محلول الكلوريد فى وجود دليل الفلورسين فإن كلوريد الفضة المتكون يظل لونه أبيض حتى نقطة التكافؤ حيث يغطيه لون أحمر على سطح الراسب ولا يتلون المحلول.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر

8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كلوريد الصوديوم
2. محلول نترات الفضة N0.1
3. دليل الفلورسين

خطوات التجربة

1. أنقل بالماصة 10 مللتر من محلول كلوريد الصوديوم الى دورق مخروطي ثم أضف اليه 1مللتر من دليل الفلورسين.
2. نعاير بإضافة محلول نترات الفضة 0.1 عياري من السحاحة تدريجيا مع الرج المستمر يلاحظ تكون راسب أبيض من كلوريد الفضة.
3. أستمر فى إضافة محلول نترات الفضة حتى أول نقطة يتغطى عندها الراسب بلون أحمر لايزول بالتحريك.
4. كرر الخطوات (1) و(2) ثلاث مرات وإحسب متوسط الحجوم V

الحسابات

إحسب تركيز محلول كلوريد الصوديوم من خلال المعادلة:

$$V_{NaCl} X N_{NaCl} = N_{AgNO3} X V_{AgNO3}$$

3.6.15. التجربة الخامسة عشر

تفاعلات تكوين المعقدات

أ. **تعيين عسرة الماء بإستخدام تفاعلات تكوين المعقدات**

مقدمة

تعرف تفاعلات تكوين المعقدات فى المحاليل هى تفاعلات يستبدل فيها جزيء او اكثر من جزيئات المذيب الموجودة في غلاف تناسق الأيون الفلزي بمجموعة اخرى ,

وتسمى المجموعات التي ترتبط بهذا الايون بالمتصلات او عوامل التعقيد وتنقسم الى متصلات آحادية وثنائية وثلاثية ورباعية وخماسية وسداسية السن وأغلب المتصلات تكون غير عضوية.

تعتبر الإديتا EDTA (إيثيلين ثنائي أمين رباعي حمض الخليك) أكثرالمتصلات شيوعا واستعمالا فى تحديد الكثير من الفلزات , لان معقداته ثابتة مع كثير من الفلزات فى مدى هيدروجينى معين والإديتا من المتصلات السداسية.

ومن التطبيقات الواسعة تكوين المعقدات بإستخدام EDTA (الاديتا) هو تعيين العسرة الكلية للماء, حيث يعتبر الاديتا من الأحماض الامينية متعددة الكاربوكسيل حيث تكون هذه الاحماض معقدات مستقرة مع عدد من الأيونات الفلزية.

عسرة الماء (أو قساوة الماء) هو مقياس لإمكانية ترسيب الصابون (تكسير رغوة الصابون) وما يحدث كيميائياً أن أملاح الكالسيوم والمغنيسيوم تتفاعل مع الصوديوم الموجود فى الصابون مكونة صابوناً معدنياً لا يذوب فى الماء وهذا هو سبب عدم تكون رغوة الصابون مع المياه العسرة , فى المياه السطحية والجوفية يتراوح تركيز الكالسيوم من العشرات إلى مئات الجزء فى المليون بينما تركيز الماغنسيوم من الواحد إلى العشرات جزء فى المليون وتنقسم العسرة الى:

1. **العسرة الكلية:** هي عبارة عن مجموع العسرة المؤقتة والعسرة الدائمة للماء.
2. **العسرة المؤقتة:** تنتج عن وجود أملاح بيكربونات الكالسيوم $Ca(HCO_3)_2$ وبيكربونات المغنيسيوم $Mg(HCO_3)_2$ فى الماء, وسميت العسرة المؤقتة بهذا الأسم لانه يمكن إزالتها بترسيب هذه الأملاح بالغليان على شكل كربونات غير ذائبة وتفصل عن المحلول بالترشيح.

$$Ca(HCO_3)_2 \rightarrow CaCO_3\downarrow + CO_2 + H_2O$$

$$Mg(HCO_3)_2 \rightarrow MgCO_3\downarrow + CO_2 + H_2O$$

3. **العسرة الدائمة:** هى الناتجة عن مجموع أملاح الكالسيوم والماغنيسيوم الغير كاربونية وبشكل أساسي الكبريتات, كما تشمل الكلوريدات والنترات والنيتريتات والتى تتواجد فى المياه بنسب ضئيلة ولايمكن إزالة هذه الاملاح بالغليان لذلك تسمى العسرة الدائمة.

ولتحديد كمية كلامن أيون الكالسيوم والماغنسيوم (التركيز الكلى) معا تعاير عينة الماء بمحلول EDTA بوجود دليل Eriochrome Black .T.

تجرى معايرة اخرى على عينة ثانية من الماء حيث يترسب فيها أيونات المغنيسيوم بواسطة هيدروكسيد الصوديوم عند pH=12 كما فى المعادلة التالية:-

$$Mg^{2+}+2NaOH \rightarrow Mg(OH)_{2\downarrow}+2Na^{+}$$

تعاير أيونات الكالسيوم بواسطة محلول مولاري من Na_2H_2Y ملح (EDTA) الصوديومي بإستخدام دليل الموركسيد ويستدل على نقطة النهاية عند تحول لون المحلول من الوردي القرنفلي الى الأرجواني حيث تعين هذه المعايرة تركيز أيون الكالسيوم فى الماء, أما تركيز ايون الماغنيسيوم فيحدد من الفرق بين التركيز الكلي (Mg^{2+},Ca^{2+}) وتركيز الكالسيوم المحدد فى هذه المعايرة .

$$In^{2-}+Ca^{2+}\rightleftharpoons InCa^{-}+H^{+}$$

$$In^{2-}+Mg^{2+}\rightleftharpoons InMg^{-}+H^{+}$$

$$InCa^{-}+H_2Y^{2-}\rightleftharpoons CaY^{2-}+HIn^{2-}+H^{+}$$

$$InMg^{-}+H_2Y^{2-}\rightleftharpoons MgY^{2-}+HIn^{2-}+H^{+}$$

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية

6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول EDTA 0.01M
2. محلول منظم pH=10
3. دليل Eriochrome Black .T
4. محلول هيدروكسيد الصوديوم M1
5. دليل الموركسيد

خطوات التجربة

أولا:- تعيين العسرة الكلية

1. إملأ السحاحة بمحلول EDTA 0.01 مولاري .
2. أنقل 100 مللتر من الماء المطلوب معرفة عسرته الكلية الى دورق مخروطي واضف اليه حوالى 10 مللتر من المحلول المنظم pH=10 و1 مللتر من دليل Eriochrome Black .T (لون المحلول أحمر خمري).
3. اضف محلول EDTA M0.01 من السحاحة قطرة قطرة حتى نحصل على اللون أزرق.
4. كرر الخطوات (1-3) ثلاث مرات وإحسب متوسط الحجوم من السحاحة وليكن V_1 .
5. أنقل 100 مللتر من الماء الى دورق مخروطي واضف 2 ملل من محلول هيدروكسيد الصوديوم M 1 فيترسب هيدروكسيد المغنيسيوم على شكل تعكر خفيف.
6. أضف حوالى 1 مللتر من دليل الموركسيد أو 0.05 جم من المادة الصلبة للدليل فيتلون المحلول باللون الوردي القرنفلي .

7. عاير أيونات الكالسيوم بواسطة محلول (EDTA) M0.01 الى أن يتلون المحلول باللون الأرجواني.
8. كرر الخطوات من (5–7) ثلاث مرات وإحسب متوسط الحجوم وليكن V_2.

الحسابات

إحسب العسرة الكلية للماء (تركيز الكالسيوم والماغنيسيوم)

$$M_{(Mg^{2+}+Ca^{2+})}X100 = 0.01XV_{1\ Na2H2Y}$$

إحسب تركيز الكالسيوم والماغنيسيوم فى الماء

إحسب تركيز Ca^{2+}

$$M_{Ca^{2+}}X100 = 0.01XV_{2\ Na2H2Y}$$

إحسب تركيز Mg^{2+}

$$M_{Mg^{2+}}X100 = 0.01(V_1-V_2)$$

ب- **قياس درجة الحموضة (pH) ومعدل التوصيلية الكهربائية للمحاليل**

مقدمة

عند إجراء تجربة قياس العسرة للماء يتم إجراء التجربة فى ظروف معينة من pH لذلك من المهم معرفة قياس الاس الهيدروجينى للسوائل ويتم قياس الاس الهيدروجيني بواسطة جهاز (pH–meter), الاس الهيدروجينى (درجة الحموضة) هو المقياس الذي يحدد ما اذ كان السائل حمضي او متعادل او قاعدي ويشير الى تركيز ايون الهيدروجين فى المحلول وتتراوح قيم pH من (1–14), فكلما كان pH اقل من 7 يعتبر السائل حمضيا وإذ كان اكبر من 7 يكون قاعديا ,اما اذا كانت قيمته مساويا 7 السائل متعادل.

معرفة درجة الحموضة للمحاليل مهمة جدا فى معالجة مياه الشرب وقياس ثاني اكسيد الكربون فى الماء ,كذلك يحدد الرقم الهيدروجينى قابلية ذوبان المعادن الثقيلة فى الماء لان المعادن تكون اكثر سمية كلما انخفضت قيم الاس الهيدروجيني, كما انه يمكن حساب الاس الهيدروجيني للمحاليل الحامضية والقاعدية.

الاحماض القوية والقواعد القوية تتأين تأينا كاملا فى الماء حسب المعادلات التالية:

معادلة تأين الحمض القوي: $AH \rightarrow H^+ + A^-$

معادلة تأين القاعدة الضعيفة: $BOH \rightarrow B^+ + OH^-$

وعليه يحسب الاس الهيدروجينى للاحماض القوية:

$$pH = -\log [H^+]$$

حيث أن:

$[H^+]$ هو تركيز ايون الهيدروجين

يعبر عن تركيز القاعدة بتركيز ايون الهيدروكسيل $[OH^-]$ وعليه يحسب pOH كالتالي:

$$POH = -\log[OH^-]$$

ومنها يمكن حساب pH للقواعد القوية كالتالي:

$$pH = 14 - pOH$$

أما الاحماض والقواعد الضعيفة فهي تتأين تأينا جزئيا (غير كامل) فى الماء كالآتي:

معادلة تاين الحمض الضعيف $AH \rightleftharpoons H^+ + A^-$

معادلة تأين القاعدة القوية $BOH \rightleftharpoons B^+ + OH^-$

يحسب الاس الهيدروجيني للحمض الضعيف كالتالي:

$$pH = -1/2 \log (K_a x C_a)$$

حيث ان:

K_a ثابت تفكك الحمض الضعيف

C_a تركيز الحمض الضعيف

ويتم حساب الاس الهيدروجيني للقاعدة الضعيفة كالتالي:

$$pOH = -1/2 \log (K_b x C_b)$$

حيث ان : K_b ثابت تفكك القاعدة الضعيفة, C_b تركيز القاعدة الضعيفة

$$pH = 14 - [-1/2 \log (K_b x C_b)]$$

يمكن قياس الاس الهيدروجيني للسوائل بجهاز pH-meter بإتباع الخطوات التالية:-

1. نشغل جهاز قياس الاس الهيدروجيني من زر التشغيل كما موضح بالشكل (10).
2. نغسل القطب جيدا بالماء المقطر منزوع الايونات ثم نجففه.
3. نعاير الجهاز بإستخدام محاليل منظمة وذلك بغمس القطب فى المحاليل المنظمة.
4. نغسل القطب بالماء المقطر منزوع الأيونات ونجففه.
5. نغمس القطب فى المحلول أو السائل المراد معرفة الاس الهيدروجيني له.
6. نسجل القراءة ويمكن تكرار الخطوة (5) مرتين او ثلاث واخذ متوسط القراءات.

الشكل (10) جهاز pH-Meter

التوصيلية الكهربية تعبر عن نسب الأملاح الكلية الذائبة في المياه، وإرتفاعها يدل على ارتفاع نسب الأملاح في المياه، حيث انه كلما زادت الأملاح في المياه زادت توصيليتها الكهربية, حيث تعتمد التوصيلية على تركيز الاملاح الذائبة ودرجة الحرارة وتركيز الايونات وتقاس بواسطة جهاز يسمى مقياس التوصيلية (Ec) (بوحدة السمينز و الميكروسمينز).

ويتم قياس التوصيلية الكهربائية للماء بإتباع الخطوات التالية:

1. يغسل القطب بالماء المقطر منزوع الأيونات.
2. معايرة الجهاز بواسطة محلول قياسي معلومة التوصيلية وهي محاليل مرفقة مع الجهاز كما هو موضح بالشكل (11).
3. يغمس القطب فى السائل ويتم تسجيل القراءة من شاشة الجهاز بوحدة ميكروسمنز (µs).
4. يتم قياس التوصيلية للسوائل عند 25 درجة مئوية.
5. يغسل القطب بالماء المقطر بعد كل عملية قياس.

الشكل (11) جهاز قياس التوصيلية الكهربائية

6.16. 3. التجربة السادسة عشر

تفاعلات تكوين المعقدات

تعيين تركيز وقوة محلول EDTA بإستخدام محلول قياسي من كبريتات المغنيسيوم

مقدمة:

الاديتا هي حمض عضوي ضعيف تستخدم كمتصلة التي تكون معقدات مستقرة مع بعض المعادن مثل الكروم والحديد والرصاص والنحاس والماغنيسيوم, يستخدم الاديتا فى العديد من الصناعات مثل الصناعات الصيدلانية والمنظفات وتستخدم بشكل شائع فى التحاليل الطبية لقياس تراكيز المعادن فى الدم وغيرها.

تتم هذه التجربة بإستخدام محلول قياسي من ملح ثنائي الصوديوم للإديتا (EDTA) (الحمضي شحيح الذوبان في الماء) والدليل المستخدم فى هذه المعايرة هو Eriochrome Black .T.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 250 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كبريتات مغنيسيوم M0.01
2. محلول EDTA
3. محلول منظم pH=10
4. دليل Eriochrome Black .T

خطوات التجربة

أولا:- تحضير محلول كبريتات المغنيسيوم القياسي

1. نحسب عدد الجرامات اللازمة لتحضير محلول قياسي من كبريتات المغنيسيوم تركيزه 0.01 مولاري من القانون التالي:-

   الوزن بالجرام= 0.01Xالوزن الجزيئي Xالحجم باللتر

2. أوزن كبريتات المغنيسيوم بواسطة الميزان عدد الجرامات بعد أن تم حسابها من الخطوة (1).
3. أذب كبريتات المغنيسيوم فى قليل من الماء المقطر وأنقلها الى دورق قياسي سعته 250 مللتر.
4. أكمل الى العلامة بالماء المقطر مع رج المحلول جيدا.

ثانيا:- تعيين تركيز محلول EDTA

1. أنقل بواسطة ماصة 10 مللتر من محلول كبريتات المغنيسيوم المحضر وانقلها الى دورق مخروطي ثم خفف بإضافة 10 مللتر من ماء مقطر .
2. أضف بواسطة مخبار 5 مللتر من محلول منظم pH= 10 ثم قليل من دليل Eriochrome Black T الصلب .
3. إملأالسحاحة بمحلول EDTA المراد تعيين تركيزه حتى يتغير اللون الأحمر الخمري الى الأزرق
4. كرر الخطوات (1-3) ثلاث مرات وسجل متوسط الحجوم وليكن V.

الحسابات

إحسب تركيز الإديتا

$$(EDTA)M \times V = M \times V\ (MgSO_4)$$

إحسب قوة محلول EDTA

قوة محلول EDTA = التركيز المولاري x الوزن الجزيئي مقدرة بجرام/لتر

3.6.17. التجربة السابعة عشر

معايرات تكوين المعقدات

تقديرتركيز وقوة النيكل فى محلوله

مقدمة

يمكن تقدير النيكل بواسطة EDTA بطريقة المعايرة المباشرة بإستخدام دليل الموركسيد عند pH=7 (كلوريد الأمونيوم وهيدروكسيد الأمونيوم) كما يمكن إجراء المعايرة بطريقة المعايرة المرجعية بوجود دليل Eriochrome Black T . هذه التجربة من تطبيقات إستخدام الاديتا كعامل تعقيد لتقدير تركيز إحدى العناصروهو النيكل.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول النيكل
2. دليل Eriochrome Black T
3. محلول كلوريد الأمونيوم
4. الأمونيا المركزة
5. محلول EDTA معلوم التركيز

خطوات التجربة

1. أنقل بالماصة 10 مللتر من محلول النيكل الى دورق مخروطي وخفف بالماء المقطر الى 100 مللتر.
2. أضف 50 ملجم من الدليل و10 مللتر من محلول كلوريد الأمونيوم ثم قطرة قطرة من الأمونيا المركزة حتى يصبح المحلول متعادل ويتحول الى اللون الأصفر.

3. عاير بواسطة محلول قياسي من EDTA حتى قرب نقطة النهاية ثم إجعل المحلول قلوي بإضافة 10 مللتر من محلول الأمونيا وإستمر فى المعايرة حتى يتغير اللون من الأصفر الى البنفسجي.

ملاحظة

إذا لم يكن الرقم الهيدروجيني للمحلول عند قرب نقطة النهاية مساويا 10 فإن لون المحلول سيكون أصفر برتقالي مما يعوق ملاحظة تغير اللون عند نقطة النهاية لذلك يجب وضع المزيد من الأمونيا حتى نحصل على اللون أصفر واضح.

الحسابات

نحسب التركيز المولاري لمحلول النيكل من العلاقة التالية:-

(محلول النيكل) M X V = M X V (محلول EDTA)

نحسب قوة المحلول كالآتي:-

قوة محلول النيكل = المولارية X الوزن الجزيئي مقدرة بجرام/لتر

3.6.18. التجربة الثامنة عشر

معايرات تكوين المعقدات

أ- **تقدير المغنيسيوم فى كبريتات الماغنيسيوم**

مقدمة

يوجد الماغنيسيوم فى العديد من الخضروات والفواكه فهو معدن ضروري وأساسي لجسم الانسان, الماغنيسيوم يتأكسد بوجود الاكسجين ليشكل اكسيد الماغنيسيوم ونظرا لاهمية هذا العنصر فى حياتنا وكذلك أهميته فى معامل الكيمياءفمن الضروري تقدير تركيزه بواسطة الإديتا (EDTA) الذي يكون مركب ثابت مع المغنيسيوم فى الوسط القاعدي, لذلك يتم فى هذه التجربة قياس وحساب النسبة المئوية للمغنيسيوم الموجود فى محلول كبريتات المغنيسيوم ,وذلك بمعايرتة بواسطة محلول قياسي من EDTA بوجود دليل Eriochrome Black T وتتم المعايرة فى وسط قاعدي.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر

2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كبريتات ماغنيسيوم
2. محلول منظم pH=10
3. دليل Eriochrome Black T
4. محلول 0.01M (EDTA)

خطوات التجربة

1. أوزن 0.25 جم من عينة كبريتات الماغنيسيوم $MgSO_4.7H_2O$ وأذبها بالنقل الكمي بالماء المقطر فى دورق قياسي سعة 100 مللتر.
2. خذ 10 مللتر من المحلول المحضر فى الخطوة (1) وأضف اليه 25 مللتر من الماء المقطر و5 مللتر محلول منظم (pH=10) وقليل من دليل Eriochrome Black T الصلب (أحمر اللون).
3. نعاير بإستخدام محلول (EDTA) 0.01 مولاري من السحاحة فيظهر لون بنفسجي فى البداية وعند نقطة النهاية نحصل على لون أزرق واضح ونسجل الحجم المستهلك.
4. نكرر الخطوات (1–2) ثلاث مرات ونحسب متوسط الحجوم وليكن V_1 .

الحسابات

إحسب تركيز الماغنيسيوم

$$V_1 \times 0.01 = 10 \times M_{Mg2+}$$

وزن الماغنيسيوم بالجرام (w) فى 100 مللتر = $24.3x0.1x\ M_{Mg2+}$

حيث أن: 24.3 هو(الوزن الذري للمغنيسيوم)

أذن النسبة المئوية للمغنيسيوم فى العينة (%)= $100x(0.25/w)$

ب- **تقدير نسبة الكالسيوم فى كلوريد الكالسيوم**

مقدمة

تنتشر مركبات الكالسيوم فى العديد من الصناعات في نطاق واسع مثل الصناعات الدوائية والغذائية وهو عنصر مهم لجسم الانسان حيث يساعد على إمتصاص فيتامين (D), وهو عنصر نشط كيميائيا لايوجد بشكله الحر انما على شكل أكاسيد او املاح , من أملاحه كلوريد الكالسيوم الذي يتميز بشراهته للماء لذلك يستخدم فى التجفيف, وهذه التجربة هي مثال لتقدير نسبة الكالسيوم فى احدى املاحه.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق مخروطي سعة 250 مللتر
2. ماصة 10 مللتر
3. سحاحة 50 مللتر
4. قمع زجاجي
5. ساق زجاجية
6. كأس زجاجي سعة 100مللتر
7. دوارق قياسية سعة 100 مللتر
8. زجاجة ساعة

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كلوريد الكالسيوم
2. محلول EDTA 0.01M

3. دليل Eriochrome Black T
4. محلول كبريتات الماغنيسيوم معلوم التركيز

خطوات التجربة

1. أوزن 0.15 جرام من كلوريد الكالسيوم $CaCl_2$ على زجاجة ساعة وأنقلها نقلا كميا بالماءالمقطر الى دورق قياسي سعته 100 مللتر وأكمل بالماء المقطر الى العلامة.
2. خذ 10 مللتر من المحلول المحضر فى الخطوة (1) وأضف اليه قليل من دليل Eriochrome Black T الصلب وأضف 20 مللتر من محلول 0.01 EDTA مولاري ونعاير بواسطة محلول كبريتات المغنيسيوم الذي تم تقديره فى التجربة (أ) حتى يتغير اللون ونسجل الحجم المستهلك من السحاحة .
3. نكرر الخطوة (2) ثلاث مرات ونحسب متوسط الحجوم وليكن V_2.

الحسابات

$$(20-V_2)=V_3$$

$$V_3 \text{ X } 0.01 = 10 \text{ X } M_{Ca2+}$$

وزن الكالسيوم (w) فى 100 مللتر = $0.1 \text{ x } 40 \text{ x } M_{Ca2+}$

حيث أن 40 هو(الوزن الذري للكالسيوم)

النسبة المئوية للكالسيوم فى العينة (%) = $100 \text{ x } (0.15/w)$

أسئلة على الفصل الثالث

السؤال الأول:

علل لمايلي (اذكر السبب):

1- تعتبر (EDTA) أوسع إستعمالا من اي متصلة كلابية أخرى.

2- لاتعتبر محاليل أملاح (EDTA) اللامائية محاليل قياسية أولية.

3-لايمكن تحضير محلول قياسي من اليود لذلك وجب تقييم عياريته.

4- سميت العسرة الدائمة والعسرة المؤقته بهذه الأسماء.

5- يعتبر حمض الفوسفوريك ثلاثي القاعدية.

6- لايمكن إستخدام حمض الهيدروكلوريك بديلا عن حمض الكبريتيك فى معايرات برمنجانات البوتاسيوم.

7- عند إجراء معايرة يستخدم فيها محلول برمنجانات البوتاسيوم لايستخدم دليل.

8- تتم معايرة برمنجانات البوتاسيوم وحمض الاوكساليك فى وجود كمية زائدة من حمض الكبريتيك.

9 – الوزن المكافيء لكبريتيد الهيدروجين يساوي نصف الوزن الجزيئي.

10- لاتتم معايرات ثيوكبريتات الصوديوم بوجودعامل مؤكسد.

11- عند تقدير النيكل بواسطة معايرته مع EDTA تضطر احيانا لإضافة كمية زائدة من الامونيا المركزة.

12- تجرى طريقة موهر فى وسط متعادل او قاعدي ضعيف.

13- تعتبر نترات الفضة مادة غير قياسية.

السؤال الثاني:

ماعدد المولات المذابة فى 250 مللتر ومولاريته 0.1؟

السؤال الثالث:

مـاهووزن كربونـات الصـوديوم الـلا مائيـة الـلازم لتحضـير 200 مللتـر مـن محلـول 0.2 مولاري؟

السؤال الرابع:

ماهو حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم تركيزه 1عياري اللازم للحصول على 200 مللتر من محلول مخفف تركيزه 0.02 عياري؟

السؤال الخامس:

كيف يمكن تحضير محلول من حمض الخليك تركيزه 0.1 عياري حجمه لتر علما بإن كثافة الحمض1.05 جرام/ مللتر هي ونسبته المئوية 100%؟

السؤال السادس:

لـديك تجربـة لمعـايرة 15 مللتـر مـن حمـض الهيـدروكلوريك بواسـطة محلـول هيدروكسـيد الصوديوم تركيزه 0.2 مولاري وكان الحجم المستهلك من القاعدة 10 مللتر فكم يكون تركيز الحمض؟

السؤال السابع:

أحسب تركيز حمض الفوسفوريك عند معايره 20 مللتر منه بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم تركيزه 0.1 عياري علما بإن التجربة تم اجراؤها بإستعمال دليل الفينول فثالين؟

السؤال الثامن:

عند معايرة عينة وزنها 0.485 جرام بطريقة موهر لزم لاتمام معايرة 40 مللتر من محلول نترات الفضة 0.1 عياري .إحسب النسبة المئوية لكلوريدالصوديوم فى العينة؟

السؤال التاسع:

إحسب النسبة المئوية للفضة إذا علمت ان 0.2 جرام منها يحتاج الى 39 مللتر من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم تركيزه 4.1 مول /لتر لترسيب الفضة بطريقة فولهارد؟

السؤال العاشر:

لديك محلول من حمض قوي pH قيمته 2 ماهو تركيز المحلول؟

السؤال الحادي عشرة:

محلول من قاعدة قوية قيس pH له بواسطة جهاز PH-meter اعطى قراءة قيمتها 10 فما قيمة pOH؟

السؤال الثاني عشرة:

ماهو أساس طريقة فاجان ؟ وماهو اسم الدليل المستخدم؟

السؤال الثالث عشرة:

هل التفاعلات التالية هي تفاعلات أكسدة وإختزال ؟ علل ذلك موضحا أعداد الأكسدة؟

1. $MnO_2+4HCl \rightarrow MnCl_2+Cl_2+2H_2O$
2. $CaO+CO_2 \rightarrow CaCO_3$

السؤال الرابع عشرة:

ماهو وزن كربونات الصوديوم اللازم لمعايرة محلول حمض الهيدروكلوريك تركيزه 0.01 مولاري وحجمه 10 مللتر؟

السؤال الخامس عشرة:

إحسب الوزن الجزيئي والوزن المكافيء لكلا من:

$KmnO_4$,$H_2C_2O_4.2H_2O$, H_2SO_4 ,I_2 , H_3PO_4

السؤال السادس عشرة:

ما الأسم الكيميائي لمركب EDTA؟ وماهو أشهر إستعمالاته؟ اذكر اهم الأدلة التي تستخدم معه؟

السؤال السابع عشرة:

ما هو الهدف من قياس درجة الحموضة pH؟ وماسم الجهاز المستخدم لهذا الغرض؟

الفصل الرابع

التحليل الكمي الوزني

Quantitative Weight Analysis

الفصل الرابع

4.التحليل الكمي الوزني

1. 4. مقدمة

تختلف المركبات العضوية عن المركبات الغير عضوية من حيث إحتواء المركبات العضوية على روابط كربون – هيدروجين والمركبات الغير عضوية لاتحتوي على هذه الروابط , تحتوي المركبات العضوية على مجموعات وظيفية تميزها وهي عبارة عن ذرات ومجموعات ترتبط مع ذرات الكربون ومن أشهر المجموعات الوظيفية الالدهيدات والكيتونات والاحماض الكربوكسيلية والكحولات. المرسبات المستعملة فى التحليل الوزني قد تكون مركبات عضوية او غير عضوية. اهم المرسبات الغيرعضوية هي املاح الأحماض الضعيفة مثل الكبريتيدات والكاربونات والكرومات والكبريتات او هيدروكسيدات الفلزات ورواسبها غير ملونه , أما المرسبات العضوية تستعمل لترسيب الايونات الفلزية مكونه معقدات ذات روابط تساهمية ملونه يمكن تقديرها بالطرق اللونية ومن امثلة هذه المرسبات داي ميثل جلايكوسيم الذي يستعمل لترسيب النيكل.

التحليل الوزني هو من طرق تقدير العناصر أو المركبات الموجودة فى عينة ما, والمبدأ الاساسي للتحليل الوزني هو فصل او عزل العنصرالمراد تقديره من عينة موزونة بدقة ,ويتم ذلك بالترسيب بواسطة مرسب مناسب ثم الترشيح وغسل الراسب والتجفيف ثم الوزن بدقة وحساب النسبة المئوية للعنصرفى العينة الموجود فيها, وتتم عملية الترسيب بتغيير الظروف التي تؤدي الى زيادة درجة الترسيب مثل زيادة درجة الحرارة او إستخدام الهضم كما يمكن إضافة كمية زائدة من محلول الترسيب حيث تضاف محاليل مخففة وساخنة أو إذابة الراسب وإعادة ترسيبه للحصول على راسب أكثر نقاوة.

وتعتمد هذه الطريقة على تقدير كمية العنصر او المركب بعملية وزنية وذلك بعد فصلها مباشرة مثل ترسيب النحاس من محاليله بالتحليل الكهربائي على مهبط مناسب مثل البلاتين اوفصلها بعد تحويلها الى احد مشتقاتها الثابتة النقية مثل ترسيب النحاس على صورة ثيوسيانات النحاسوز وغيرها.

بشكل عام التحليل الوزني اقل دقة من التحليل الحجمي و من عيوبه ايضا يحدث تلوث للراسب أثناء الترسيب بسبب وجود الشوائب فى الرواسب, ومن أهم تطبيقات التحليل الوزني قياس نسب الأملاح مثل املاح الكبريتات والكلوريدات وبعض العناصر الموجودة فى الماء.

وهذه بعض التجارب الهامة فى التحليل الوزني التي يمكن اجراؤها فى مختبر الكيمياء التحليلية:-

4.2. تجارب فى التحليل الكمي الوزني

4.2.1. التجربة الأولى

حساب نسبة الكبريتات فى كبريتات الباريوم

مقدمة

يعتبر كبريتات الباريوم من المركبات المهمة التي تستخدم فى مجالات عديدة واهمها المجال الطبي حيث تستخدم لإظهار الصورة الإشعاعية للاشعة السينية ويستخدم فى حشوات الاسنان ويدخل فى العديد من الصناعات المختلفة , فعند زيادة نسبة الكبريتات عن الحد المسموح به يؤدي الى مشاكل صحية للانسان.

عند خلط محلول يحتوي على الكبريتات وآخر يحتوي على أيون الباريوم يتكون راسب أبيض من كبريتات الباريوم, ويستخدم هذاالتفاعل للتحليل الوزني للكبريتات وبدرجة أقل لتعيين الباريوم.

$$SO_4^{2-} + Ba^{2+} \rightarrow BaSO_4\downarrow$$

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. ساق زجاجية
2. كؤوس زجاجية سعة 100 مللتر
3. زجاجة ساعة
4. ورق ترشيح
5. سخان كهربائي
6. مخبار مدرج

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول كلوريد الباريوم المائي
2. حمض الهيدروكلوريك
3. حمض الكبريتيك M0.5

خطوات التجربة

1. أوزن حوالي 0.3 جرام من كبريتات الباريوم المائية ($BaSO_4.2H_2O$) وأنقلها نقلا كاملا الى كأس.
2. أضف الى الكأس حوالي 100 مللتر من الماء المقطر وحوالي 1 مللتر من حمض الهيدروكلوريك.
3. سخن المحلول لدرجة الغليان وأضف قليلا من حمض الكبريتيك ببطء (M0.5) مع التحريك المستمر.
4. أترك المحلول يستقر ثم أضف القليل من حمض الكبريتيك .
5. سخن كل المحلول السابق بدون أن تصل الى درجة الغليان ثم برد المحلول.

6. رشح بواسطة ورقة ترشيح وأجمع الراسب ثم إحسب النسبة المئوية للكبريتات فى $BaSO_4$.

الحسابات

وزن الراسب = وزن ورقة الترشيح وبها راسب– وزن ورقة الترشيح فارغة

وزن العينة هو: (0.3 جرام) من كبريتات الباريوم المائية

النسبة المئوية للكبريتات (%) =(وزن الراسب / وزن العينة) x 100

4.2.2.التجربة الثانية

حساب النسبة المئوية للرصاص

مقدمة

يستخدم الرصاص فى مجالات صناعية عديدة مثل صناعة البطاريات ويستخدم فى صناعة رابع ايثيل الرصاص الذي يضاف الى البنزين لتحسين أداء المحرك , كما ان كثافة الرصاص تجعله حاجبا ضد الاشعاع,كما يدخل الرصاص فى صناعة الاصباغ, ولكن التراكيز العالية له تسبب مخاطر جسيمة للإنسان والبيئة فمثلا تلوث الماء بالرصاص يضر الكائنات الموجودة فى الماء وكذلك يسبب اضرار للكائنات المستهلكة للماء وتتمثل اضراره فى حدوث مشاكل للكبد والكليتين , تقدير النسبة المئوية للرصاص فى مركباته هو مثال لهذه التجربة حيث يتم ترسيب الرصاص من ملح الرصاص فى وسط حمضي بإضافة كرومات البوتاسيوم 3% ثم ترشيح الراسب وتجفيفه ثم وزنه وحساب النسبة المئوية للرصاص.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. ساق زجاجية
2. ماصة 5 مللتر
3. كوؤس زجاجية سعة 100 مللتر

4. ورق ترشيح
5. سخان كهربائي
6. بوتقة
7. فرن تجفيف
8. مخبار مدرج

المحاليل المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول الرصاص
2. حمض الخليك
3. محلول كرومات البوتاسيوم 3%

خطوات التجربة

إغسل البوتقة جيدا ثم جففها عند درجة حرارة 120 درجة مئوية لمدة 20 دقيقة ثم بردها وعين وزنها بدقة.

1. .ضع 10 مللتر من محلول الرصاص الى كأس وخفف المحلول الى 100 مللتر ثم أضف القليل من حمض الخليك المخفف وسخن حتى درجة الغليان.
2. أضف بالماصة زيادة طفيفة بحدود 0.5 مللتر و بالتدريج محلول كرومات البوتاسيوم 3%.
3. أغلى المحلول من 5–10 دقائق حتى يتم الترسيب ويكون لون المحلول أصفر.
4. رشح فى بوتقة الترشيح التى تم غسلها ووزنها سابقا ثم اغسل الراسب بواسطة محلول ساخن من خلات الصوديوم أو الماء الساخن.
5. جفف الراسب الى درجة حرارة 120 درجة مئوية حتى الوصول الى وزن ثابت من كرومات الرصاص $PbCrO_4$ (الوزن العملي) .
6. إحسب النسبة المئوية للرصاص.

الحسابات

وزن الراسب = وزن البوتقة وبها راسب– وزن البوتقة فارغة

معامل التحويل = الوزن الذري للرصاص x عدد ذرات الرصاص فى الراسب / الوزن الجزيئي للراسب

وزن العنصر (الرصاص) = وزن الراسب X معامل التحويل

النسبة المئوية للرصاص % = (وزن العنصر/ وزن العينة) x 100

4.2.3.التجربة الثالثة

حساب نسبة الكلوريد فى كلوريد الباريوم المائي

مقدمة

كلوريد الباريوم مركب سام وعديم اللون يستخدم فى معمل الكيمياء للكشف عن أيون الكبريتات وكذلك يستخدم لتحضير كبريتات الباريوم .

فى هذه التجربة يتم تعيين كمية أيون الكلوريد فى محلول عينة ما وذلك بحساب النسبة المئوية له وذلك بترسيبه باستعمال فائض من محلول قياسي من نترات الفضة ويتم تحميض العينة بحمض النيتريك الذي يعمل على منع ترسيب أملاح الفضة الأخرى الغير مرغوب فيها مثل كربونات الفضة وفوسفات الفضة وهي أملاح تترسب بدرجة كبيرة فى الوسط المتعادل كما يعمل الحمض على تقليل ذوبان كلوريد الفضة , وعند غسل الراسب نستعمل أيضا حمض النيتريك المخفف ولا نستعمل الماء المقطر لان الماء يحول الراسب الى راسب غروي.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. ساق زجاجية
2. ماصة 5 مللتر
3. كؤوس زجاجية سعة 100 مللتر

4. ورق ترشيح
5. سخان كهربائي
6. حمام مائي
7. بوثقة
8. فرن تجفيف
9. مخبار مدرج

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. كلوريد الباريوم
2. حمض النيتريك المركز
3. محلول نترات الفضة
4. حمض نيتريك مخفف M0.01

خطوات التجربة

1. أوزن 0.4 جم من كلوريد الباريوم المائي $BaCl_2.H_2O$ فى كأس نظيف وأضف اليها 140 مللتر من الماء المقطر ثم أضف 0.5 مللتر من حمض النيتريك المركز ثم فائض من محلول نترات الفضة (40-45 مللتر) وتضاف ببطء بواسطة ماصة الى المحلول مع التحريك .

2. سخن الراسب على حمام مائي يغلى مع التحريك المستمر حتى يتخثر الراسب ثم أضف المزيد من نترات الفضة تقريبا 1 مللتر (للتأكد من الترسيب الكامل) وعند إكتمال الترسيب نترك المحلول يبرد عند درجة حرارة الغرفة لمدة 30- 60 دقيقة ثم يغسل الراسب بواسطة حمض النيتريك المخفف (M0.01).

3. إجمع الراسب على بوتقة موزونة سابقا وجافة , ثم ضع البوتقة التى تحوي الراسب فى فرن التجفيف عند درجة حرارة 150 درجة مئوية لمدة ساعة وأتركه يبرد ثم أوزن الراسب.
4. إحسب النسبة المئوية للكلوريد (%).

الحسابات

وزن الراسب = وزن البوتقة وبها راسب – وزن البوتقة فارغة

معامل التحويل = الوزن الذري للعنصر X عدد ذراته فى الراسب / الوزن الجزيئي للراسب الموزون

وزن العنصر (الكلوريد) = وزن الراسب X معامل التحويل

النسبة المئوية للكلوريد % = (وزن العنصر /وزن العينة) x 100

4.2.4.التجربة الرابعة

حساب نسبة الكالسيوم فى كربونات الكالسيوم

مقدمة

نظرا لوجود الكالسيوم فى الماء والتربة والنبات وأهميته الصناعية والطبية , كما توجد كربونات الكالسيوم فى بعض المكملات الغذائية وأدوية الحموضة وتضاف كربونات الكالسيوم الى بعض انواع الغذاء لتدعيمها بالكالسيوم , اذا من الضروري قياس نسبة الكالسيوم فى كربونات الكالسيوم كما فى هذه التجربة.

حيث يتم يترسب الكالسيوم على هيئة أوكسالات الكالسيوم وذلك بمعاملة محلول عينة من كربونات الكالسيوم بواسطة مرسب من اوكسالات الامونيوم ويعادل المحلول الناتج بالامونيا.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. فرن التجفيف

2. فرن الحرق
3. جفنة
4. ميزان حساس
5. ساق زجاجية
6. كأس
7. دورق حجمي سعة 400 مللتر

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. ملح كربونات الكالسيوم $CaCO_3$
2. حمض الهيدروكلوريك 1:1
3. دليل الميثيل البرتقالى
4. محلول اوكسالات الامونيوم 4% أو 0.04 مولاري (العامل المرسب)
5. محلول اوكسالات الامونيوم 0.1% (محلول غسيل)
6. محلول مخفف من نترات الفضة
7. محلول الامونيا 1:1

خطوات التجربة

1. أوزن بدقة 0.4 جرام من ملح كربونات الكالسيوم المجففة عند درجو 110–130 درجة مئوية لمدة ساعة ثم انقل هذه الوزنة الى دورق صغير واضف اليها 10 مللتر من الماء المقطر و5 مللتر من حمض الهيدروكلوريك (1:1).
2. رج الخليط حتى يذوب الملح ثم سخن المحلول بلطف الى ان يغلي لمدة 3–5 دقائق وذلك لطرد غاز CO_2.
3. أنقل محتويات االكأس كميا الى دورق حجمي سعته 400 مللتر ثم خفف محتويات الكأس الى 200 مللتر بالماء المقطر.

4. اضف الى الكأس قطرات من دليل المثيل البرتقالى , ثم سخن المحلول حتى درجة الغليان
5. يضاف 100 مللتر من المرسب (اوكسالات الامونيوم) لترسيب كل الكالسيوم فى العينة حيث يضاف ببطء وهو ساخن مع التقليب ثم يضاف محلول الامونيا (1:1) الى الكأس على شكل قطرات الى ان يصبح المحلول متعادل (يتغير اللون من الاحمر الى الاصفر).
6. دع الخليط يركد لمدة ساعة فوق لهب ضعيف دون ان يغلي وبعد أن يستقر الراسب فى قاع الكأس تماما أفحص المحلول الرائق فوق الراسب للتأكد من تمام عملية الترسيب بإضافة قطرات من المرسب (محلول اوكسالات الامونيوم)
7. صب السائل الرائق خلال بوتقة الترشيح (موزونة سابقا بدقة) ثم انقل الراسب الى البوتقة ويتم نقل الدقائق الملتصقة فى الكأس بواسطة ساق زجاجية
8. اغسل الراسب 5 مرات بمحلول بارد ومخفف من اوكسالات الامونيوم (0.1%), للتأكد من زوال أيون الكلور يتم فحصه بإضافة قطرات من محلول نترات الفضة إذا لم يتعكر تكون عملية الغسيل ناجحة.
9. جفف البوتقة مع الراسب فى فرن التجفيف عند درجة حرارة تتراوح من 100- 115 درجة مئوية لمدة ساعة ثم التبريد ثم الوزن ويتم إعادة التسخين ثم التبريد والوزن حتى الحصول على وزن ثابت.

ملاحظة: عدم تعرض البوتقة اثناء الوزن الى الهواء وذلك لميل اوكسالات الكالسيوم الشديد الى إمتصاص الرطوبة.

الحسابات

معامل التحويل أوكسالات الكالسيوم = (146/ 40) = 0.2739 .

النسبة المئوية لايون الكالسيوم % = (وزن ايون الكالسيوم / وزن العينة) x 100

4.2.5.التجربة الخامسة

تقدير الحديد على هيئة أكسيد الحديد

مقدمة

الحديد من العناصر المهمة سواء إستعماله فى معمل الكيمياء او اهميته الغذائية والطبية ومن هنا تكمن ضرورة قياس نسبة الحديد فى أي عينة او فى جسم الإنسان , وهذه التجربة هي مثال لقياس نسبة الحديد بالطريقة الوزنية .

يمكن تقدير الحديد على هيئة أكسيد الحديديك المتميىء ($Fe_2O_3XH_2O$), حيث بعد الترسيب والترشيح والغسل يتم حرق الراسب عند درجة حرارة معينة فيتحول الراسب الى اكسيد الحديديك وهي الصورة النهائية التي يقدر الحديد على أساسها حيث ان هذا الراسب قليل الذوبان , إن وجود بعض الايونات مثل الفلوريد والسيانيد والفوسفات او وجود حمض الستريك او حمض الطرطريك تكون معقدات مع الحديد وتمنع ترسب ايون الحديديك جزئيا او كليا على هيئة اكسيد حديديك المتميىء وتعتبر هذه من عيوب طريقة ترسيب الحديد على هيئة أكسيد الحديديك , الخطوة الاولى لهذه التجربة هو اكسدة ايون الحديدوز الى حديديك بواسطة عامل اكسدة مثل ماء البروم او حمض النيتريك ثم يتم اجراء عملية الترسيب.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. ورق ترشيح
2. جفنة للحرق
3. مجفف

4. فرن للحرق
5. كأس سعته 400 مللتر
6. قضيب زجاجي او ساق زجاجي
7. انبوبة اختبار

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. عينة من ملح مور(كبريتات الحديدوز والامونيوم) أو شب الحديد (كبريتات الامونيوم والحديديك)
2. حمض الهيدروكلوريك المخفف (1:1)
3. حمض النيتريك المركز
4. سيانيد البوتاسيوم الحديدييك
5. محلول الامونيا (1:1)
6. محلول نترات الامونيوم 1%

خطوات التجربة

1. أوزن 0.65 جرام من ملح مور وانقله الى كأس سعته 400 مللتر .
2. أذب العينة الموزونة فى 50 مللتر من الماء المقطر و10 مللتر من حمض الهيدروكلوريك المخفف (1:1).
3. سخن المحلول الى درجة الغليان ثم أضف 1–2 مللتر من حمض النيتريك المركز قطرة قطرة واستمر فى الغليان حتي يصبح لون المحلول اصفر رائق.
4. تأكد من إكتمال اكسدة الحديدوز الى حديديك وذلك بسحب قطرة من المحلول وإضافة اليها 1 مللتر من الماء المقطر فى أنبوبة إختبار ثم إضافة قطرات من محلول سيانيد الامونيوم والحديديك فإذا ظهر لون أزرق باهت دل على وجود ايون الحديديوز وبذلك

يتم إضافة كمية اخرى من حمض النيتريك المركز لإتمام عملية الاكسدة , وإذا لم يظهر اللون الازرق هذا يعني أن كل الحديدوز تأكسد الى حديديك.

5. خفف محتويات الكأس الى 200 مللتر ثم سحن المحلول حتى درجة الغليان.
6. أضف محلول الامونيا المخفف 1:1 وتكون الإضافة ببطء مع التحريك المستمر حتى نحصل على زيادة خفيفة من الامونيا ويكون ذلك بإنبعاث رائحة الامونيا من الكأس ثم اغلي محتويات الكأس لمدة دقيقة.
7. اترك الراسب يستقر فى قاع الكأس ويصبح المحلول فوق الراسب رائق وعديم اللون (وجود اللون الاصفر يدل على عدم إكتمال الترسيب).
8. عندما يستقر الراسب يسكب على ورقة الترشيح ثم يضاف الى الراسب فى ورقة الترشيح 100 مللتر من محلول نترات الامونيوم المخفف الساخن 1% .
9. رج الكأس ودع الراسب يستقر ثم اسكب المحلول خلال ورقة ترشيح واعد هذه الخطوة من 3-4 مرات (تسمى هذه العملية غسيل للراسب).
10. اجمع الراسب وكذلك جمع الدقائق الملتصقة فى الكأس بواسطة قضيب زجاجي وتنظف بقايا الراسب فى الكأس بالماء المقطر.
11. اغسل الراسب بمحلول نترات الامونيوم المخفف لازالة آثار الكلور.
12. تجهز جفنة الاحتراق وذلك بحرقها الى درجة الاحمرار لمدة ربع ساعة ثم تبريدها فى مجفف لمدة نصف ساعة ثم توزن ونسجل الوزن.
13. تنقل ورقة الترشيح الى الجفنة بدقة فيتم تجفيفها ثم ترميدها عند درجة من 600-700 درجة مئوية, حتى التفحم (مع ملاحظة عدم اشتعال ورقة الترشيح) ويجب حرق الكربون الناتج على اقل درجة مع وجود وفرة من الهواء لمنع اختزال اكسيد الحديديك, بعد الترميد يتم تبريد الجفنة فى مجفف لمدة نصف ساعة ثم اوزن الجفنة وأعد عملية الحرق والتبريد والوزن حتى الحصول على وزن ثابت.

الحسابات

معامل التحويل لعنصر الحديد = الوزن الذري للعنصر X عدد ذراته فى الراسب / الوزن الجزيئي للراسب الموزون (Fe_2O_3)

$= 159.8/2X55.9$

$= 0.6999$

وزن ايون الحديد (Fe) = وزن الراسب x 0.6996

النسبة المئوية لايون الحديد % = (وزن ايون الحديد /وزن العينة) X 100

4.2.6 . التجربة السادسة

تقدير النيكل على هيئة معقد ثنائي جلايكوسيم

مقدمة

يعتبر النيكل مهم فى حياتنا حيث يدخل فى صناعة السبائك وصناعة العملات والطلاء ومستحضرات التجميل والصناعات الكيميائية والالكترونية وهو ضروري للكائن الحي لانه يدخل فى تكوين البروتينات والانزيمات المختلفة, ولكن عند تواجد تراكيز عالية للنيكل يسبب مشاكل صحية وحساسية, لذلك من المهم والضروري تقدير نسبة النيكل فى العينات .

يعتبر ثنائي ميثيل جلايكوسيم من المرسبات العضوية المعروفة وافضل المرسبات لانه حمض عضوي ضعيف $C_4H_8N_2O_2$ وهو قليل الذوبان فى الماء ويعطي ايون هيدروجين واحد عند تأينه ويذوب فى الكحول ولذلك يستخدم محلوله الكحولى كمرسب للنيكل فى محلول حمضي يحتوي على حمض الهيدروكلوريك 5% , تتم عملية الترسيب عندما يتحد النيكل مع ثنائي ميثيل جلايكوسيم ويتحرر ايونيين من هيدروجين اللذان يتعادلان مع زيادة من هيدروكسيد الامونيوم .

حيث ان معقد النيكل مع ثنائي ميثيل جلايكوسيم لونه احمر وقليل الذوبان فى الماء.

$$Ni+\ 2C_4H_8N_2O_2 \rightarrow (C_4H_7N_2O_2)_2Ni+2NH_4^+ +2H_2O$$

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. كأس حجمه 400 مللتر
2. ميزان حساس
3. جفنة كوج او جفنة زجاج مسامي
4. ورق ترشيح
5. فرن للحرق
6. ماصة
7. ساق زجاجي

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. عينة من كبريتات النيكل
2. حمض الهيدروكلوريك المخفف 1:1
3. محلول ثنائي ميثيل جلايكوسيم فى الكحول
4. محلول الامونيا المخفف

خطوات التجربة

1. اوزن بدقة 0.3 جرام من عينة كبريتات النيكل وانقلها الى كأس حجمه 400 مللتر, ثم اذبها فى قليل من الماء المقطر واضف اليها 5 مللتر من حمض الهيدروكلوريك 1:1 واكمل بالماء المقطر الى 200 مللتر.
2. سخن المحلول السابق الى 70 درجة مئوية ثم اضف اليه 30 –35 مللتر من محلول ثنائي ميثيل جلايكوسيم ثم اضف اليه قطرات من محلول الامونيا المخفف مع التحريك المستمر الى ان يتشكل الراسب.

3. دع الراسب يركد فوق حمام مائي لمدة نصف ساعة ثم نفحص لإكتمال الراسب ونتأكد من ذلك من ان الراسب الاحمر يخف (نأخذ 1 مللتر من المحلول المرسب بالماصة وادخل نهاية الماصة الى المحلول ودع المحلول يخرج من الماصة فإذا تكون راسب جدبد فيتم إضافة 5 مللتر اخرى من المرسب) .
4. يترك الراسب يستقر لمدة ساعة فيجب ان يكون المحلول رائق وعديم اللون.
5. يرشح المحلول البارد خلال جفنة كوج او جفنة زجاج مسامي مسخنة مسبقة عند درجة حرارة 110– 120 درجة مئوية ومبردة وموزونه .
6. يغسل الراسب بالماء المقطر البارد الى ان تزول كل ايونات الكلوريد(يتم التأكد من ذلك بفحص الراسب بواسطة محلول نترات الفضة).
7. تجفف الجفنة او البوتقة التي تحتوي على الراسب فى فرن لمدة من 45–60 دقيقة عند درجة حرارة 110–120 درجة مئوية ثم تبرد وتوزن بدقة ويكرر التسخين والتبريد والوزن عدة مرات حتى الوصول الى وزن ثابت.

الحسابات

معامل التحويل = (الوزن الذري للنيكل xعدد ذراته فى الراسب)/ الوزن الجزيئي للراسب

وزن أيون النيكل = معامل التحويلx وزن الراسب

النسبة المئوية لايون النيكل = (وزن أيون النيكل / وزن العينة)x100

4.2.7. التجربة السابعة

تقدير الفضة على هيئة كلوريد فضة

مقدمة

تعتبر الفضة ذات اهمية كبيرة فى الصناعات, حيث تدخل فى صناعة المجوهرات والخلايا الشمسية والعملات, أما نترات الفضة فتستعمل فى مجال الطب كمطهر, تستخدم محاليل نترات الفضة المائية في الكيمياء التحليلية للتحليل الحجمي للهاليدات، والسيانيد،

والثيوسيانات، وكذلك للكشف عن عوامل الاختزال والكاتيونات لمختلف الأحماض التي تشكل أملاح الفضة غير القابلة للذوبان.

يتم ترسيب الفضة من نترات الفضة على هيئة كلوريد فضة بواسطة حمض الهيدروكلوريك, حيث يكون انسب تركيز لنترات الفضة 0.05 جرام/لتر, حيث يغسل الراسب بالماء المقطر حتى يصبح خالي من ايونات الكلوريد لذلك يستعمل ماء يحتوي على الكتروليت مثل حمض النيتريك لايتجاوز تركيزه 0.01 مولاري .

$$AgNO_3+HCl \rightarrow AgCl\downarrow+HCl$$

ملاحظة:

كلوريد الفضة حساس للضوء يتحلل الى فضة وكلور وتعطي الفضة اللون البنفسجي للراسب .

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. قطعة من الفضة
2. حمض الهيدروكلوريك تركيزه 0.02 مولاري
3. حمض النيتريك المخفف

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. بوتقة جوش
2. ورق ترشيح
3. مجفف كهربائي

خطوات التجربة

1. جفف البوتقة جيدا عند درجة حرارة 150 درجة مئوية لمدة 30 دقيقة ثم بردها وأوزنها.

2. اذب القطعة المعدنية فى 200 مللتر من حمض الهيدروكلوريك.
3. سخن المحلول السابق عند 70 درجة مئوية, ثم اضف حمض الهيدروكلوريك ببطء مع التحريك المستمر حتى تترسب الفضة كليا .
4. اترك الراسب يستقر واختبر تمام الترسيب بإضافة نقطتين من حمض الهيدروكلوريك
5. اترك الراسب يستقر مرة اخرى فى مكان مظلم ثم أسكب المحلول ببطء خلال بوتقة جوش التي سبق تجفيفها ووزنها .
6. اضف حمض النيتريك للراسب ثم رشح خلال البوتقة واغسل الراسب مرة اخرى ثم رشح حتى نتخلص من كل ايونات الكلوريد (يكشف عنها بمحلول نترات الفضة) , ثم جفف الراسب عند درجة 100 درجة مئوية ثم عند 150 درجة مئوية لمد 30 دقيقة ثم برد البوتقة وأوزنها وتأكد من ثبات الوزن .
7. احسب وزن الراسب(كلوريد الفضة).

الحسابات

وزن الراسب = وزن البوتقة مع الراسب – وزن البوتقة خالية

وزن الفضة = وزن الراسب xمعامل التحويل

معامل التحويل = (الوزن الذري للفضةxعدد ذرات الفضة فى الراسب)/الوزن الجزيئي للراسب

النسبة المئوية لوزن أيون الفضة (Ag^+) =(وزن أيون الفضة/ وزن العينة) 100x

4.2.8. التجربة الثامنة

تقدير الكروم على هيئة كرومات الرصاص

مقدمة

استعمالات الكروم واسعة فى حياتنا حيث يستخدم فى تغليف السيارات وحمايتها من التآكل ويستخدم فى طلاء بعض الأجهزة والادوات المنزلية ويستخدم فى مجال الطب حيث يقلل من مستوى السكر فى الدم, عند زيادة تناول تراكيز عالية من الكروم فإنه يسبب مشاكل صحية خطيرة .

يترسب الكروم على هيئة كرومات الرصاص باكسدة محلول الكروم الى ايون الكروم فى وجود زيادة من محلول نترات الرصاص ويمتاز راسب كرومات الرصاص بغن بلوراته كبيرة سهلة الترشيح.

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول الكروميك
2. محلول نترات الرصاص
3. محلول هيدروكسيد الصوديوم
4. محلول منظم (6 مولاري من حمض الخليك + 0.6 مولاري خلات الصوديوم)
5. محلول برومات البوتاسيوم 2%
6. حمض النيتريك 0.1%

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. بوتقة (جوش)
2. كأس زجاجي سعة 400 مللتر

خطوات التجربة

1. اغسل بوتقة الترشيح (بوتقة جوش) وجففها عند درجة 120 درجة مئوية لمدة 20 دقيقة ثم بردها فى المجفف واوزنها .
2. انقل 10 مللتر من محلول الكروميك الى كأس زجاجي سعته 400 مللتر ثم خفف المحلول بالماء المقطر الى 100 مللتر ثم اضف محلول هيدروكسيد الصوديوم حتى يبدأ تكون الراسب .
3. اضف 10 مللتر من المحلول المنظم ثم اضف 10 مللتر من محلول نترات الرصاص و10 مللتر من برومات البوتاسيوم.
4. سخن المحلول لمدة 45 دقيقة عند درجة حرارة 90–95 درجة مئوية حتى تكتمل عملية الترسيب ويستقر الراسب فى قاع الكأس ثم برد المحلول.
5. رشح فى البوتقة التي سبق غسلها وتجفيفها ووزنها,ثم اغسل الراسب بواسطة حمض النيتريك 0.1%.
6. جفف الراسب عند 120 درجة مئوية حتى الوصول الى وزن ثابت من كرومات الرصاص (الراسب).
7. اوزن الراسب ($PbCrO_4$) وإحسب النسبة المئوية للكروم فى العينة .

الحسابات

معامل التحويل = (الوزن الذر ي للكروم xعدد ذراته فى الراسب) / الوزن الجزيئي للراسب $PbCrO_4$.

وزن ايون الكروم = وزن الراسب x معامل التحويل

النسبة المئوية لايون الكروم = (وزن ايون الكروم/ وزن العينة)X100 .

أسئلة على الفصل الرابع

السؤال الأول:

علل لمايلي (اذكر السبب):

1- يعتبر التحليل الوزني أقل دقة من التحليل الحجمي.

2- عند نقدير نسبة الكلوريد فى عينة من كلوريد الباريوم يتم تحميض العينة بحمض النيتريك.

السؤال الثاني:

ماعدد جرامات الكلوريد الموجودة فى 0.3 جرام من كلوريد الفضة؟

السؤال الثالث:

ماهي النسبة المئوية للفوسفور فى عينة من الفوسفات وزنها 80.6 جرام تم ترسيبه على شكل وحرقه الى $Mg_2P_2O_7$ الذي كان وزنه 0.43 جرام؟

السؤال الرابع:

إحسب حجم محلول كلوريد الباريوم 0.5 عياري اللازم للتفاعل مع 1 جرام من كبريتات الصوديوم؟

السؤال الخامس:

إحسب النسبة المئوية للكبريت (SO_3) فى $BaSO_4.2HO_2$ وزنها 1 جرام انتجت راسب من كبريتات الباريوم وزنه 0.6 جرام ؟

الفصل الخامس
التحليل الكيميائي الآلي

Automaticaly Chemical Analysis

الفصل الخامس

5.التحليل الكيميائي الآلي

5.1.مقدمة

هو فرع مهم ليس للكيمياء فقط ولكن لباقي العلوم مثل علوم الهندسة والصحة والبيئة ويدرس تحليل المواد نوعيا وكميا , ومن انواع طرق التحليل الآلي منها من يعتمد على إمتصاص الضوء مثل جهاز طيف الاشعة فوق البنفسجية وتحت الحمراء والاشعة السينية ومنها من يعتمد على الانبعاث الضوئي مثل جهاز طيف إنبعاث اللهب والطرق الكهروكيميائية مثل تقنية البولاغرفيا وانواع طرق الكروماتغرافيا مثل اجهزة كروماتغرافيا الغاز وكروماتغرافيا السائل ذات الأداء العالى ومطياف الكتلة والتحليل الحراري وتتميز طرق التحليل الآلي عن التحليل التقليدي بإنه اسرع ويمكن إجراء تجاربه فى وقت قصير كذلك إجراء تحاليل للتراكيز الصغيرة جدا التي يصعب قياسها بالتحاليل العادية ولكن هذا لايعنى انه يمكن الإستغناء عن طرق التحاليل العادية نظرا لبساطتها وتوافر ادواتها واجهزتها علاوة على أن طرق التحليل الآلي لاتزال مكلفة الثمن, كما انه فى أغلب الاحيان يتم إعتماد الطرق العادية فى مقارنة النتائج المتحصل عليها بطرق التحليل الآلي, تطرقنا فى هذا الفصل الى طرق التحليل الآلي بواسطة الأجهزة التي يسهل استعمالها والتي تتوفر فى مختبر الكيمياء التحليلية لانه من المهم ان يتعرف الطالب على بعض هذه الأجهزة ويفهم المبدأ الأساسى لعملها لكي يتسنى له إستخدامها والتعامل معها بشكل جيد.

5.2.الأجهزة المعملية المستخدمة فى عمليات التحليل الآلي:

فرن التجفيف :

يتم استخدام افران التجفيف لتجفيف وتطهير الادوات الزجاجية والمعدنية، كما يستخدم فى اختبارات درجة الحرارة ، ومنها الاختبارات الحساسة لدرجة الحرارة, كما موضح في الشكل (12), ويمكن تشغيلها من درجات حرارة 50 الى 300 درجة مئوية وقدرات الافران تختلف بإختلا ف الجهد والتيار فهي مزودة بمروحة لتوزيع درجات الحرارة.

الشكل (12) فرن التجفيف

الميزان الحساس :

الميزان الحساس يستخدم على نطاق واسع في المعامل الكيميائية, يعمل الميزان على قانون يسمى قانون لينز وهو أحد أشهر القوانين الفيزيائية والكيميائية التي تجمع بين التيار الكهربائي والحث الوظيفي ويعمل هذا القانون على إيقاف الاهتزاز، والذي يحدث عند وضع وزن معين, ولحفظ الميزان يجب إبعاده عن مصادر البخار والمواد الكيماوية ودرجات الحرارة المرتفعة ومن الأفضل وضع الميزان في غرفة خاصة وعلى الأسطح المستوية, كما موضح في الشكل (13).

الشكل (13) الميزان الحساس

جهاز الطرد المركزي:

هو جهاز يدار عادة باستخدام محرك كهربائي وبعض الأنواع القديمة تستخدم بواسطة اليد – يُدوّر الجسم الموضوع داخله حول محور ثابت. كما موضح في الشكل (14), يستخدم في المختبرات وتتعدد أنواعه و تعتمد فكرة عمله على مبدأ الترسيب وهدفه فصل الجزيئات حسب إختلاف كثافتها.

الشكل (14) جهاز الطرد المركزي

جهاز طيف الأشعة الفوق بنفسجية (UV):

يستخدم جهاز طيف الاشعة الفوق بنفسجية في الكثير من المختبرات الكيميائية والاحيائية لقياس تركيز العناصروالمركبات المختلفة مثل: الفوسفات، النترات، النتريت، الكبريتات، السليكات، العناصر الثقيلة، الاصباغ، السكر الخ، كما موضح في الشكل (15), حيث يكون لهذا الجهاز مدى واسع من الاستخدامات التحليلية. يعتمد جهاز المطياف الضوئي طريقة كمية لقياس الامتصاصية او الانعكاسية للعينة باستخدام الاطوال الموجية, والمبدأ الاساسي لعمل هذا الجهاز هو على ان كل مركب يمتص او يعكس الضوء من

خلال مدى محدد من الاطوال الموجية , حيث يقوم الجهاز بقياس كمية الفوتونات الممتصة من قبل العينة عند مرور الضوء خلالها, وبالتالي نحصل على تركيز المادة المراد فحصها.

الشكل (15) جهاز طيف الاشعة الفوق بنفسجية

جهاز فليم الاسبكتروفوتوميتر(Flame Photometer):

مبدأ عمل هذا الجهاز يعتمد على ان كل عنصر يعطي طيف ذو لون معين عند تواجد احد مركباته , وان هذا الطيف يكون شديد كلما زاد تركيز العنصر, حيث يتم استثارة ذرات العنصر بإستخدام لهب شديد فتكتسب الكترونات التكافؤ بعض الطاقة و تنتقل الى مستوى طاقة عالي ثم تعود الى مستوي الطاقة الاقل عند فقد هذه الطاقة والتي تكون على شكل اشعة كهرومغناطيسية لها طول موجي مميز لكل عنصر, كما موضح في الشكل (16).

الشكل (16) جهاز فليم الاسبكتروفوتوميتر

وفى هذا الفصل تم سرد بعض التجارب فى التحليل الآلي وهي التجارب الاكثر شيوعا والتي تهتم بتحليل المواد الغذائية والمشروبات وقياساتها المختلفة.

5.3. تجارب التحليل الكيميائي الآلي

5.3.1.التجربة الأولى

مقدمة

نظرا لتطور الكيمياء التحليلية على مر العصور والسنيين ومساهمة تطورها فى تطور العلوم الاخرى مثل الطب والهندسة والصيدلة و علوم الارض وغيرها من العلوم المختلفة , حيث تطورت نظريات ومناهج البحث فى مختلف العلوم ادى هذا الى تطوير تطبيقاتها مثل تطبيقها فى صناعة الادوية ومراقبة جودة الصناعات المختلفة والعلوم الحياتية والوراثة وعلوم الآثار ومن هنا دعت الحاجة الى ابتكار اساليب حديثة وآلية للحصول على نتائج سريعة ودقيقة .

تقدير الحديد فى التربة بإستخدام جهاز الطيف المرئي

يتم تقدير العناصر فى التربة للاستفادة منها فى معرفة خصائص التربة ومنها يمكن معرفة نوع المحاصيل الملائمة لها , ويتم تقدير الحديد بإستخدام عدة كواشف (متصلات) يمكن أن تعطي محاليل ملونة مع الحديد وفى هذه التجربة يتم إستخدام كاشف حمض ثايوجلايكوليك الذي يتفاعل مع الحديد فى وسط قاعدي مكونا مركب معقدا لونه أحمر ارجواني.

$$Fe(OH).(HSCH_2COONH_4)_3$$

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. مخابير مدرجة 10-25-50- 100 مللتر
2. كوؤس زجاجية
3. سخان كهربائي
4. أنابيب إختبار
5. ماصة
6. دورارق قياسية
7. جهاز الطيف المرئي

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. حمض النيتريك المركز
2. حمض البيروكلوريك المركز
3. حمض الطرطريك
4. كاشف حمض ثايوجلايكوليك
5. محلول الامونيا المركز
6. كبريتات الحديديك والامونيوم

تحضير كاشف حمض ثايوجلايكوليك

أذب 4 جم من حمض الطرطريك في 20 مللتر من الماء المقطر وأضف اليه 4.5 مللتر حمض ثايوجلايكوليك و20مللتر من محلول الامونيا المركز ويخفف المحلول بالماء المقطر الى 100 مللتر فى دورق قياسي.

تحضير المحاليل القياسية

لتحضير محلول قياسي يحتوي على الحديد , يتم بإذابة 0.0864 جم من كبريتات الحديديك و الامونيوم في 10 مللتر من الماء المقطر وأضف اليه 1 مللتر من حمض البيروكلوريك المركز وخفف المحلول فى دورق قياسي سعته 100 مللتر بالماء المقطر ومن هذا المحلول نحضر محاليل قياسية تراكيزها : 2.5 , 5 , 7.5 , 10 , 12.5 ppm.

خطوات التجربة

1. أوزن 0.25 جم من عينة التربة فى كأس زجاجي.
2. أضف 5 مللتر من مخلوط حمض النيتريك وحمض البيروكلوريك الى العينة.
3. سخن الكأس ومحتوياته لمدة 10 دقائق.
4. أتركها تبرد ثم انقل محتويات الكأس الى مخبار مدرج 10 مللتر ثم اغسل وخفف بالماء المقطر الى 10 مللتر ورج المحلول جيدا واتركه حتى يترسب فى القاع.
5. خذ 2.5 مللتر بالماصة من المحلول الصافي وانقله الى دورق قياسي سعته 35 مللتر واضف اليه 12.5 مللتر من الكاشف الطيفى المحضر.
6. خفف الى 25 مللتر بإضافة الماء المقطر ورج المحلول جيدا.

7. قس إمتصاصية المحلول بواسطة جهاز الطيف المرئي.
8. قس الامتصاصية للمحاليل القياسية التي سبق تحضيرها.
9. إرسم منحنى قياسي يربط العلاقة بين الامتصاصية والتركيز للمحاليل القياسية ومن المنحنى يتم حساب تركيز الحديد.

5.3.2.التجربة الثانية

تعيين الفوسفور فى قشر البيض بطريقة القياس الطيفية الضوئية

مقدمة

يعتبر تعيين الفوسفور فى السوائل البيولوجية والأسمدة والجزيئات العضوية والمنتجات الصناعية من التحاليل الهامة جدا, وفى هذه التجربة سوف يتم تعيين كمية الفوسفور الغير عضوي الموجود على شكل فوسفات فى قشر البيض بطريقة القياس الطيفية الضوئية.

تتفاعل أيونات الفوسفات مع أيونات الموليبدات MoO_3^{2-} لتكوين فوسفو مولبيدات $[PO_4.12MoO_3]^{3-}$ ويختزل هذا الناتج الى أزرق الموليبدينيوم التى بدورها تضفي اللون الأزرق على المحلول ويمكن إستخدام عدد من العوامل المختزلة لهذا الغرض مثل هيدروكبريتات هيدرازين و $SnCl_2$ وحامض 1–و2–و4– امينونافثول سلفونيك وحامض الاوسكوربيك .

الأدوات والأجهزة المطلوبة لإجراء التجربة

1. بواتق خزفية
2. فرن الحرق
3. هاون
4. دوارق قياسية سعتها 50 – 100 مللتر
5. جهاز الطيف الضوئي

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1– محلول حمض الهيدروكلوريك M12

2– محلول موليبدات الصوديوم

3- محلول حمض الأوسكوربيك (عامل مختزل) أو اي عامل مختزل مناسب

4- حمض الكبريتيك M5.

تحضير محلول كاشف حمض الاسكوربيك

يحضر بإذابة حمض1 جم الأوسكوربيك في 100 مللتر ماء مقطر.

تحضير محلول الموليبدات

إذابة 12.5 جم من موليبدات الامونيوم فى 100 مللتر ماء مقطر وإضافتها الى 150 مللتر من محلول حمض الكبريتيك M5 ويخفف المحلول الناتج الى 500 مللتر وتخلط مكوناته جيدا ويحفظ فى قنينة مقفلة.

تحضير المحاليل القياسية

تحضر المحاليل القياسية من أحدى الكواشف:

KH_2PO_4 , K_2HPO_4 , NaH_2PO_4 , $NaH_2PO_4H_2O$

وذلك بإذابة 200 ملجرام من الكاشف فى لتر من الماء المقطر (يجب ان يحتوي المحلول على 8 مللتر/لترمن حمض HCl مركز) ثم تخفيفه الى تراكيز أقل.

خطوات التجربة

1. يكسر البيض ويؤخذ منه القشر ويغسل جيدا بالماء المقطر.
2. يجفف فى الهواء لعدة أيام ويسحق بالهاون الى دقائق ناعمة ثم ينقل ثلاث عينات وزن كل منها 0.250 جم الى ثلاث بوتقات من الخزف.
3. توزن كل بوتقة وبها قشر البيض بالضبط وتحرق فى الفرن الى درجة 700 درجة مئوية لمدة 16 ساعة.
4. تبرد البوتقات ويضاف اليها 2 مللتر ماء و1مللتر حمض الهيدروكلوريك M12 وعند الذوبان الجزء المتبقي من الحرق ينقل المحلول الى دورق قياسي حجمه 100 مللتر ويخفف بالماء الى العلامة .
5. ينقل من المحلول السابق 0.5 مللتر الى دورق قياسي سعته 50 مللتر ويضاف له مع التحريك 5 مللتر من محلول موليبدات الصوديوم و3 مللتر من محلول حمض الاسكوربيك ثم يخفف الخليط بالماء المقطر الى العلامة.

6. يترك المحلول جانبا لمدة لاتقل 6 دقائق ليتكون اللون.
7. يقاس الامتصاصية للمحاليل القياسية والمحلول المجهول عند 660 nm.

الحسابات

1. إحسب تركيز الفوسفور من المنحنى القياسي
2. إحسب عدد ملجرامات الفوسفور الموجودة فى 100 مللتر

عدد ملجرامات الفوسفور فى 100 مللتر = التركيز X الوزن الذري للفوسفور X 0.1

5.3.3.التجربة الثالثة

تقدير الكافيين فى البيبسي كولا بإستخدام الطيف فوق البنفسجي

مقدمة

يضاف الكافيين الى المواد الغذائية وخاصة المشروبات الغازية لتحسين النكهة والمذاق ,لذلك لابد من تقدير تركيز الكافيين وذلك بإستخلاص الكافيين فى وسط قاعدي بإستخدام الكلوروفورم ثم تقاس الإمتصاصية بإستخدام جهاز الطيف فوق البنفسجي.

الأدوات والأجهزة المطلوبة لإجراء التجربة

1. جهاز الطيف فوق البنفسجي
2. دوارق قياسي سعة 50- 100 مللتر
3. ماصة 5- 10 مللتر
4. قمع فصل
5. ورق ترشيح

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. كلورفورم
2. محلول كبريتات الصوديوم
3. ثيوسيانات البوتاسيوم
4. حمض الفوسفوريك 15%
5. محلول هيدروكسيد الصوديوم 25%
6. محلول برمنجانات البوتاسيوم 1.5%

7. الكافيين النقي.

خطوات التجربة

1. يحضرالمحلول القياسي الأساسي 250 ppm بإذابة 0.05 جم من الكافيين النقي فى 50 مللتر من الكلورفورم فى دورق قياسي سعتة 100 مللتر.
2. حضر من المحلول القياسي الأساسى محاليل قياسية بتراكيز مختلفة 5, 10, 15, 20, 25, 30 ppm فى دوارق قياسية سعتها 25 مللتر .
3. قيس الإمتصاصية للمحاليل القياسية السابقة وارسم منحنى قياسي للتركيز مقابل الإمتصاصية.
4. حضر محلول الإختزال (5 جم من كبريتات الصوديوم و5 جم ثيوسيانات البوتاسيوم).
5. بعد التخلص من غاز ثاني أكسيد الكربون فى عينة البيبسي كولا , نأخذ 10 مللتر بالماصة فى قمع الفصل واضف اليها 5 مللتر من محلول برمنجانات البوتاسيوم 1.5%.
6. بعد 5 دقائق أضف 5 مللتر من محلول الإختزال.
7. أضف 1 مللتر من حمض الفوسفوريك المخفف.
8. أضف 1 مللتر من محلول هيدروكسيد الصوديوم ورج المخلوط.
9. أضف 25 مللتر من الكلورفورم المخلوط لإستخلاص الكافيين وصب طبقة الكلوروفورم فى دورق قياسي سعة 50 مللتر من خلال ورقة ترشيح.
10. أعد الإستخلاص بإضافة 20 مللتر من الكلورفورم.
11. أكمل الى 50 مللتر للدورق القياسي بإضافة الكلورفورم وأغسل ورقة الترشيح بإضافة 5 مللتر من الكلورفورم.
12. قيس الإمتصاصية للمحلول بواسطة جهاز الطيف عند طول موجي 276 nm وأحسب تركيز الكافيين من المنحنى القياسي.

5.3.4.التجربة الرابعة

تقدير حمض البنزويك (المادة الحافظة) فى المشروبات الغازية بإستخدام طيف الأشعة فوق البنفسجية

مقدمة

تضاف المواد الحافظة للمواد الغذائية لحفظها و لتحسين النكهة ويضاف حمض البنزويك للمشروبات الغازية كمادة حافظة ومنع نشاط البكتيريا والفطريات , حيث يضاف كملح بنزوات الصوديوم و لكن يحسب على انه حمض بنزويك , واعلى قيمة مسموح بها لتركيز حمض البنزويك فى المشروبات الغازية 800 ppm.

الأدوات والأجهزة المطلوبة لإجراء التجربة

1. جهاز الطيف الضوئي
2. دوارق قياسية باحجام مختلفة
3. حمام بخاري.

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. حمض الهيدروكلوريك المخفف (M2)
2. ثنائي أيثيل إيثر
3. هيدروكسيد الصوديوم M0.1
4. كبريتات الصوديوم اللامائية
5. حمض البنزويك

خطوات التجربة

1. يحضر المحلول القياسي الاساسي لحمض البنزويك فى وسط قاعدي من محلول هيدروكسيد الصوديوم M0.1 وذلك بتحضير محلول 1000 ppm ثم يحضر منه محاليل قياسية لحمض البنزويك بتراكيز مختلفة هـــــي : 300, 250, 200, 150, 100, 50, 10 ppm.

2. خذ 25 مللتر من عينة المشروب الغازي وضعها فى قمع الفصل (بعد التخلص من غاز ثاني أكسيد الكربون), واضف قطرات من حمض الهيدروكلوريك M2 لتحويل بنزوات الصوديوم الى حمض بنزويك.
3. للإستخلاص أضف 25 مللتر ثنائي ايثيل إيثر الى قمع الفصل وافصل الطبقتين ثم اعد الإستخلاص مرة ثانية بإضافة 15 مللتر من ثنائي ايثيل ايثرعلى الطبقة المائية مع الأحتفاظ بالطبقة العضوية من الاستخلاص الاول فى كأس نظيف وبنفس الطريقة نفصل الطبقة العضوية ونجمعها على الطبقة فى نفس الكأس.
4. جفف الإيثر باستخدام كبريتات الصوديوم اللامائية.
5. تخلص من المذيب بالتسخين على حمام بخاري سوف يبقى كمية قليلة من المادة العضوية مترسبة على جدار الكأس.
6. اذب الراسب في كمية قليلة من محلول هيدروكسيد الصوديوم M0.1 وكرر العملية مرة أخرى وانقل الغسيل الى دورق قياسي 100 مللتر واكمل الى العلامة بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم.

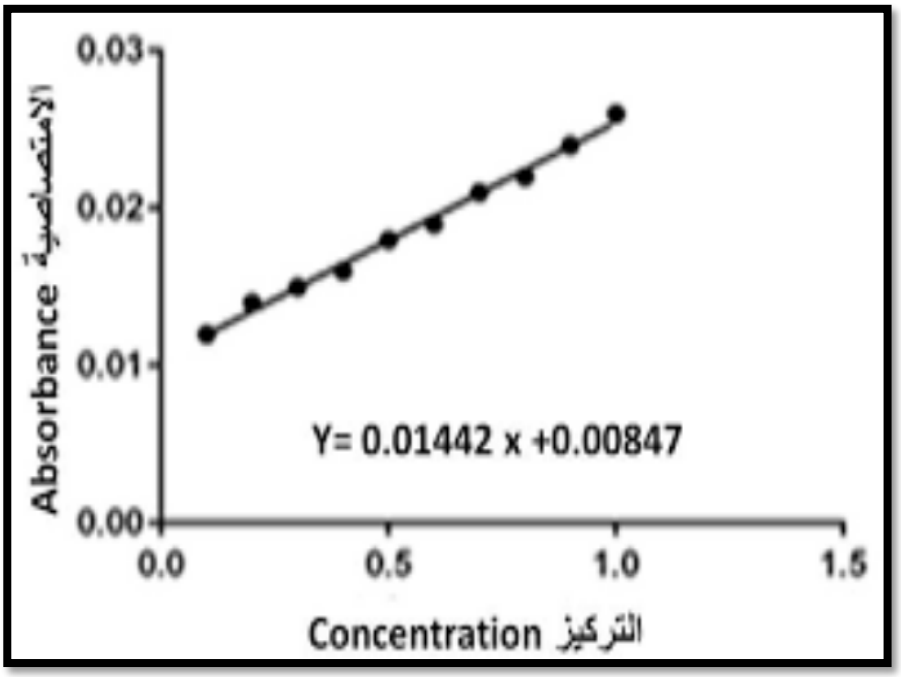
ملاحظة:

عند إكمال الدورق الى العلامة بالماء المقطر لايتكون ملح البنزوات لان حمض البنزويك لايذوب فى الماء.

7. قيس الامتصاصية للمحاليل القياسية عند طول موجي 276.5 nm
8. ارسم منحنى قياسي الامتصاصية مقابل التركيز
9. قس الأمتصاصية لحمض البنزويك فى العينة بواسطة جهاز الطيف الاشعة فوق البنفسجية عند طول موجي 276.5 nm.
10. حدد تركيز حمض البنزويك للعينة المجهولة بمعلومية الامتصاصية من المنحنى.

حيث ان العلاقة بين التركيز والامتصاصية هي علاقة طردية وهو مايعرف بقانون (بير) حيث تقاس امتصاصية العينة المجهولة بالجهاز ثم تحديد هذه الامتصاصية

على المنحنى ومنها يتم إسقاط خط عمودي على المحور السيني(محور التركيز) لمعرفة تركيز العينة المجهولة, كما موضح في الشكل (17).



الشكل (17) منحنى العلاقة بين التركيز والامتصاصية

أسئلة على الفصل الخامس

السؤال الأول:

أكتب الصيغة الكيميائية لكل من : حمض البيروكلوريك – حمض ثايوجلايكوليك – مولبيدات الصوديوم – فوسفو مولبيدات – كبريتات الحديديك والألومنيوم.

السؤال الثاني:

ماهي أهم مميزات التحليل الآلى عن التحليل العادي التقليدي؟

السؤال الثالث:

ماهو المبدأ الاساسي الذي تعتمد عليه أنواع التحليل الآلي؟

السؤال الرابع:

ماهي آلية عمل جهاز فليم الاسبكتروفوتوميتر (Flame Photometer)؟

السؤال الخامس:

ما أهم العوامل المختزلة التي يمكن إستخدامها عند تعيين تركيز الفوسفور بواسطة الموبيدات الصوديوم فى التحليل الضوئي؟

السؤال السادس:

وضح كيف يمكن تحضير محاليل قياسيه تراكيزها : 2.5 , 5 , 7.5 , 10 , 12.5 ppm من محلول تركيزه 500 ppm ؟

الفصل السادس

طرق الفصل والتنقية

Separation and Purification Methods

الفصل السادس

6.طرق الفصل والتنقية

6.1. التعريف بطرق الفصل والتنقية

إن طرق الفصل و التنقية تتوقف على نوع الناتج المراد تحليله فإذا كان الناتج المطلوب مادة صلبة سهلة التبلور وموجودة بنسبة عالية في الخليط فقد تكفي في هذه الحالة عملية البلورة او اعادتها للحصول عليه نقيا وقد يتم ذلك بالتسامي تحت الضغط العادي او الضغط المنخفض.

وتهدف جميع عمليات الفصل المستخدمة فى التحليل الكيميائي بشكل عام الى فصل خليط متجانس او غير متجانس الى مكوناته او العناصر التي يتكون منها , كذلك تعتبر طرق الفصل معالجة للعينات بحيث يتم التخلص من الشوائب الموجودة فيها حيث يمكن استخدام عمليات الفصل للتنقية او للتحليل الكمي او النوعي, وتوجد عدة طرق للفصل بعضها يستخدم منذ وقت طويل مثل الترشيح و التسامي والتقطير والإستخلاص ومنها حديث مثل الكروماتغرافيا الغاز وكروماتغرافيا الطبقة الرقيقة .

ومن اهم طرق الفصل والتنقية ما يلي:

الترشيح: هو تقنية لفصل مادة صلبة غير ذائبة ومادة سائلة بإستخدام ورق الترشيح يتم طي هذه الورقة ووضعها على قمع ويسكب المحلول فى القمع ويتم استقبال الراشح النقي فى كأس اسفل القمع.

التسامي: عملية تتبخر فيها المادة الصلبة دون أن تنصهر أي دون أن تمر بالحالة السائلة, و يستعمل التسامي لفصل مادتين صلبتين في خليط او لتنقية مادة صلبة من الشوائب و تعتبر التنقية بالتسامي فعالة جداً وتعطي درجة عالية من النقاوة بشرط أن يكون الضغط البخاري للشوائب أقل من الضغط البخاري للمادة المراد تنقيتها.

التقطير : عملية تستخدم لتنقية وفصل السوائل ويعتمد التقطير على الإختلاف فى درجات غليان السوائل المراد تنقيتها, حيث تتم عملية الغليان فيتبخر السائل ثم يتم تكثيفه فيعود سائل مرة اخرى, إن عملية التقطير تعتمد على التبخير والتكثيف معا, ويعرف التقطير ايضا بانه عملية فصل المحلول الى اجزائه المكونة له وذلك عن طريق الغليان, وتعتمد هذه الطريقة على الإختلاف في درجات غليان السوائل الناتجة من الإختلاف في تركيب السوائل وابخرتها التي تكون في حالة أتزان, وبصورة عامة تسهل عملية الفصل كلما ازداد الاختلاف بين تركيب السائل والبخار المتوازن. ويقسم التقطير حسب نوع الشوائب المراد التخلص منها الى اربعة انواع رئيسية وهي كما يلي :

1. التقطير البسيط Simple Distillation
2. التقطير التجزيئي Fractional Distillation
3. التقطير البخاري Steam Distillation
4. التقطير تحت الضغط المخلخل Vacuum Distillation

الإستخلاص :

تستخدم تقنية الإستخلاص بالمذيبات لفصل المواد من مخاليطها مثل فصل بعض العناصر والمركبات من النباتات كما تستخدم هذه التقنية لفصل الشوائب الذائبة, وتعتبر من الطرق الهامة والسهلة والسريعة ومتعددة الإستعمال وامكانية تكرارها و تطبيقها على كميات صغيرة و كبيرة والجهاز المطلوب لها بسيط هو قمع الفصل, وتعتمد عملية الفصل على إنتقال المادة المراد فصلها من مذيب الى مذيب آخر ويشترط ان يكون هذان المذيبان لايمتزجان.

الفصل بالمبادلات الايونية:

تستخدم المبادلات الايونية لتعيين وفصل الايونات الموجبة و السالبة صعبة التحليل بدقة حيث يتم تبادلها بواسطة ايونات أخرى سهلة مثل تحليل البوتاسيوم بتبديله بالهيدروجين,ومن المواد التى لها خاصية التبادل الأيونى الراتنجات (مبادلات عضوية)

والتربة والمواد الطينية وغيرها, وتستخدم المبادلات الايونية فى المختبر لفصل وتنقية العينات وجهازها هو عمود الفصل.

الفصل بتقنية كروماتغرافيا العمود:

يمتاز فصل كروماتغرافيا العمود بانه يفصل كميات كبيرة ويمكن فصل المركبات التى تتطاير أو التى تتحلل جزئيا عند درجات الحرارة اللازمة للتطايرويمكن الحصول على نتائج مطابقة للفصل بواسطة كروماتغرافيا الورق PC وكروماتغرافيا الطبقة الرقيقة TLC, الطور الثابت فى العمود هو مادة السليكا جل او الالومينا ويعتمد مبدأ الفصل على إمتزاز إحدى المواد المراد فصلها على سطح المادة المازة (الطور الثابت) بشكل اكثر من الاخرى لذلك نجد المادة الأقل إمتزاز تتحرك بشكل اسرع وتنفصل أولا.

الفصل بتقنية كروماتغرافيا الورق (PC) :

تعتبر احدى انواع كروماتغرافيا التجزئة (طور ساكن – سائل) حيث يعتبر الماء الممتز على سطح السليلوز فى الورقة هوالطور الساكن والورقة هى الساند للطور الساكن اما الطور المتحرك هو خليط من المذيبات وهناك نوعان من كروماتغرافيا الورق هما كروماتغرافيا الوررق الصاعد(يرتفع المذيب الى أعلى بالخاصية الشعرية) والنازل (يتحرك المذيب الى اسفل بالخاصية الشعرية والجاذبية معا).

الفصل بتقنية الطبقة الرقيقة (TLC):

تعتبر من اكثر طرق الكروماتغرافيا شيوعا و يتعدد استخدامها خاصة فى عمليات الفصل السريعة ويرجع ذلك الى بساطتها ولاتحتاج الى أجهزة معقدة وجودة الفصل وهي ذات فصل إنتقائي وتتم بإستخدام كواشف خاصة ,ويتم الفصل عن طريق التوزيع او الإمتزاز او الإستبدال الايوني الإ ان اكثر الطرق هي الامتزاز وهي تشبه كروماتغرافيا الورق الإ ان الطور الساكن هو طبقة رقيقة من مادة امتزازمطلية على سطح زجاجي أو الومنيوم , نلجأ الى الفصل بكروماتغرافيا الطبقة الرقيقة رغم توفر كروماتغرافيا الورق لان هناك مركبات متشابهة لاتنفصل بسهولة بكروماتغرافيا الورق مثل الاحماض الدهنية.

وفى هذا الفصل سيتم ذكر بعض تجارب فصل وتنقية المواد والمحاليل وهي كالاتي:

6.2.التجربة الأولى

التنقية بطريقة التسامي

تجربة تنقية وفصل خليط من حمض البنزوبك والرمل:-

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. حامل معدني
2. جفنة
3. ورقة ترشيح بها ثقوب
4. لهب بنزن
5. قمع زجاجي

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

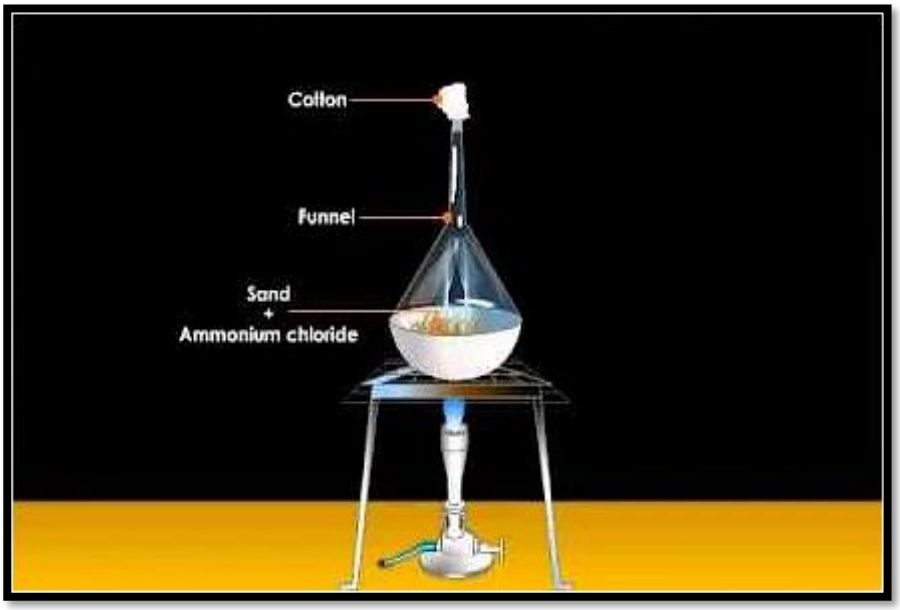
خليط من حمض البنزويك والرمل

خطوات التجربة

1. ضع 10 جم من المادة المراد تنقيتها داخل الجفنة على حامل معدني.
2. ضع فوق الجفنة ورقة ترشيح بها ثقوب ثم ضع فوقها قمع كما هو موضح بالشكل (18).
3. سخن الجفنة على لهب بنزن حتى تتبخر المادة وتصطدم بجدار القمع الذي يبرد بالماء فتتكاثف على شكل بلورات وتتساقط على ورقة الترشيح العلوية.
4. يوقف التسخين عند تسامي معظم المادة.
5. اجمع الناتج على ورقة الترشيح و بالكشط على جدران القمع.

6. إحسب وزن حمض البنزويك قبل التنقية وبعد التنقية وبالتالي حساب النسبة المئوية لناتج عملية التنقية.

النسبة المئوية لحمض البنزويك (%) = وزن الحمض بعد التنقية / وزن الحمض قبل التنقية x 100 .



الشكل (18) جهاز التنقية بالتسامي

6.3.التجربة الثانية

تنقية وفصل السوائل بالتقطيرالبسيط

يفضل استخدام جهاز التقطير البسيط لفصل السوائل التي لها درجة نقاوة عالية نسبيا او ان تكون الشوائب فيها بالحالة الصلبة مع وجود اختلاف كبير بين درجات غليانها في حين استخدام جهاز التقطير التجزيئي لفصل الامزجة المعقدة والتي يكون اختلاف بين درجات غليانها بسيطاً. في مثل هذا النوع من التقطير تستخدم الصفائح النظرية وهي تعبر

عن عدد خطوات التبخر والتكثيف لغرض الحول على عملية الفصل. ولتقطير أو لتنقية سائل به شوائب او لفصل سائلين يتم تركيب جهاز التقطير كما هو موضح بالشكل (19), وتتم عملية التقطير كالتالي:-

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

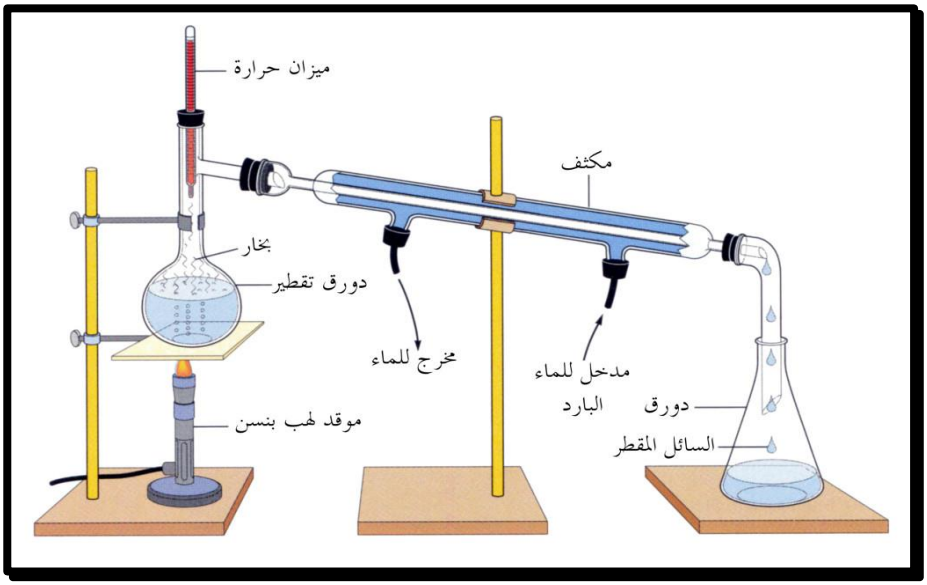
1. ترمومتر
2. جهاز تقطير
3. دورق استقبال السائل
4. لهب بنزن

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

مزيج من السائلين المطلوب فصلهما وتنقيتهما.

خطوات التجربة

1. يوضع السائل المراد تنقيته او خليط السائلين في دورق التقطير ويكون الترمومتر امام فتحة المكثف مباشرة.
2. يشغل مصدر اللهب ويكون التسخين ببطء .
3. نراقب درجة الحرارة في الترمومتر والسائل المراد تنقيته.
4. سترتفع درجة الحرارة ثم تبقى ثابتة عند غليان السائل الاول الأقل درجة غليان).
5. تتحرك الابخرة الى المكثف وتتحول الى سائل ويتم استقباله في دورق الإستقبال.
6. عندما ينفصل السائل الاول تبدأ درجة الحرارة في الترمومتر في الارتفاع وعندما ترتفع درجة الحرارة في الترمومتر اعلى من درجة غليان السائل الاول هذا يعني ان معظم السائل الاول قد انفصل عن السائل الثاني, اي معظمه موجود في دورق الإستقبال .
7. نوقف عملية التقطير بإبعاد مصدر الحرارة وابعد دورق الإستقبال .
8. السائل الثاني يبقى في دورق التقطير , بذلك تم تنقية وفصل السائليين .



الشكل (19) جهاز التقطير البسيط

6.4.التجربة الثالثة

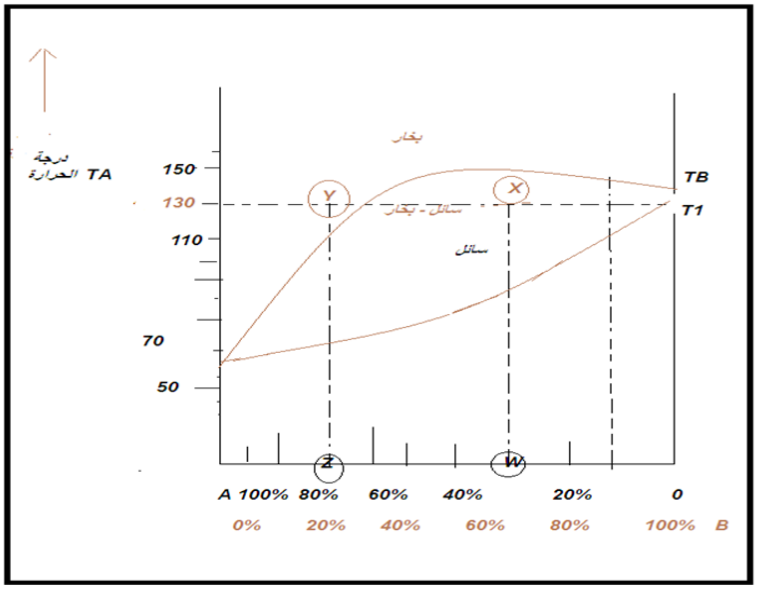
تنقية وفصل السوائل بالتقطير تحت ضغط منخفض مخلخل

مقدمة

التقطير تحت ضغط منخفض لفصل وتنقية السوائل ذات درجة غليان عالية وكذلك السوائل التي تتفكك عند درجة غليانها وهذا يساعد على تجنب فقدان جزء من السائل بسبب تفككه , حيث تتم عملية خفض الضغط داخل جهاز التقطير بربط جهاز التقطير بجهاز مشابه لجهاز التقطير عند ضغط الجوي الاعتيادي حيث تخفيض الضغط يؤدي الى خفض درجة الحرارة التي يغلى عندها السائل أي يتبخر السائل عند درجة حرارة اقل من درجة تبخره.

في هذا النوع من التقطير يتم اجراء عملية التقطير وذلك بخلخله الضغط فوق المزيج المراد فصل مكوناته (عاده ما يكون الضغط اقل من الضغط الجوي الاعتيادي) تجري عملية التقطير بتسخين المزيج.

بالرغم من التشابه الكبير ما بين تجربة التقطير البسيط والتقطير المتخلخل. كما موضح بالشكل السابق, ولكن هنالك اختلافات جوهرية في نوع السائل الذي يتم فصله وكمية الطاقة المستخدمة وكفاءة كل نوع .جهاز التقطير البسيط ابسط من جهاز التقطير المتخلخل, ويمكن ان يفصل السوائل المطلوبة بمدة اقصر وباستهلاك اقل للطاقة ولكنه في الوقت نفسه يحتاج ان يكون الفرق ما بين درجة غليان للسوائل المراد تنقيتها بأكثر من 70 درجة مئوية وتكون كفاءة الفصل فيه اقل كفاءة من التقطير المتخلخل, كما موضح في الشكل (20).



الشكل (20) مخطط الطور للتقطير تحت ضغط مخلخل

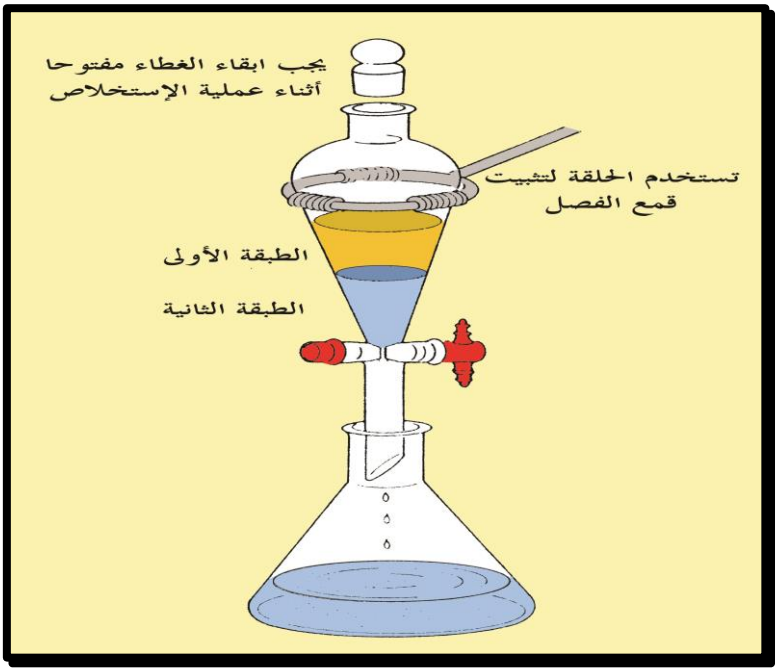
6.5.التجربة الرابعة

التنقية والفصل بالإستخلاص

إستخلاص الحديد الثلاثي بطريقة الإستخلاص بالمذيب

الحديد الثلاثي يمكن إستخلاصه بمعامل تعقيد 8- هيدروكسي كوينولين الى الكلورفورم (مذيب عضوي) عن طريق إستخلاصيين متتاليين عند حدود الرقم الهيدروجيني 2- 10 =pH.

معقد الحديد مع 8 – هيدروكسي كوينولين يمتص الأشعة المرئية عند طول موجي 740nm, وهذه التجربة مثال جيد للمعقدات التى لاتحمل شحنة كهربية والتى تستخلص بسهولة الى مذيبات غير قطبية (كلوروفورم).



الشكل (21) إستخلاص الحديد بقمع الفصل

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. قمع فصل
2. قمع زجاجي
3. دورق مخروطي 250 مللتر
4. كأس زجاجي
5. جهاز UV (جهاز قياس الإمتصاص الذري)
6. مخبار مدرج 25 مللتر
7. ماصة 5 مللتر

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. محلول الحديد الثلاثي
2. 8- هيدروكسي كوينولين
3. كلورفورم

خطوات التجربة

1. أنقل الى قمع الفصل 25 مللتر من عينة الحديد الثلاثي.
2. أضف 10 مللتر من(1%) 8-هيدروكسي كوينولين المذاب فى الكلوروفورم.
3. رج قمع الفصل وأتركه يستقر لمدة دقيقة كما فى الشكل (21) .
4. افصل طبقة الكلوروفورم وقيس الإمتصاص عند طول موجي 740nm.
5. كرر الإستخلاص بإضافة 5 ملل من 8- هيدروكسي كوينولين الى الطبقة المائية المتبقية فى القمع وقيس الإمتصاص للتأكد ان كل الحديد الثلاثي تم إستخلاصه .
6. خذ 25 مللتر من عينة الحديد الثلاثي واستخلصه بواسطة 5 مللتر من الكلورفورم فقط دون إضافة 8-هيدروكسي كوينولين.
7. إفصل طبقة الكلورفورم وقيس الإمتصاص عند طول موجي 740nm.
8. قارن النتائج المتحصل عليها فى الخطوة (5) والخطوة (7).
9. سجل النتائج النهائية بعد عملية المقارنة.

6.6.التجربة الخامسة

التنقية والفصل بالإستخلاص

فصل اليود بواسطة مذيب عضوي(الكلورفورم)

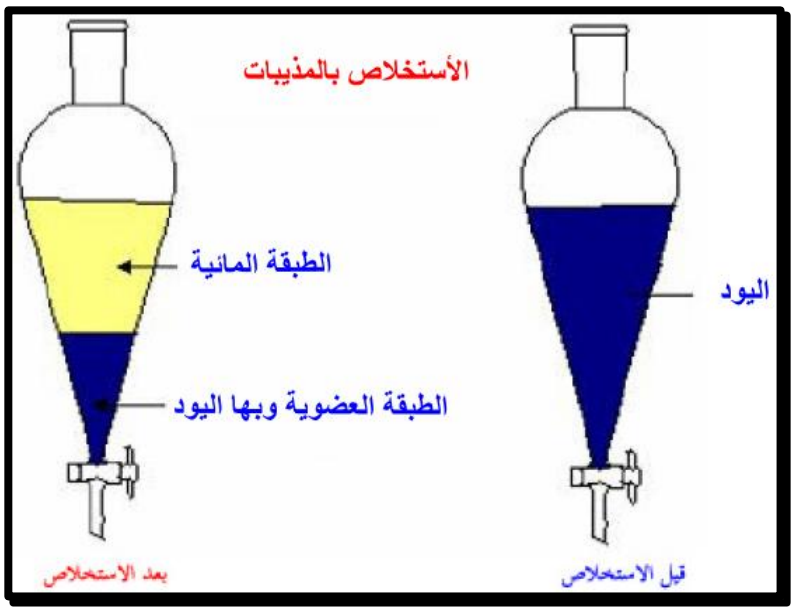
مقدمة

هذه التجربة مثال لإستخلاص الجزيئات التساهمية المتعادلة ولاتحتاج الى وسط لإستخلاص اليود لانه متعادل وينتقل بسهولة الى الوسط العضوي, يتم إضافة مذيب عضوي(كلوروفورم) الى محلول اليود المائي وبعد الرج يترك المحلول ليستقر ,نجد ان معظم اليود انتقل الى الوسط العضوي, حيث يتم استخدام احجاما مختلفة من المذيب العضوي وتحسب النسبة المئوية للاستخلاص (E%) بمعايرة الطبقة المائية بواسطة محلول ثيوكبريتات الصوديوم حسب المعادلة:-

$$I_2+2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI+Na_2S_4O_6$$

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. قمع فصل
2. دورق مخروطي 250 مللتر
3. كأس زجاجي
4. قمع زجاجي
5. مخبار مدرج50 – 100 مللتر
6. سحاحة 50 مللتر
7. ماصة 10 مللتر



الشكل (22) فصل اليود بالإستخلاص

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. اليود
2. كلورفورم
3. محلول النشا(دليل)
4. محلول ثيوكبريتات الصوديوم M0.01

خطوات التجربة

1. تحضير محلول اليود وذلك بإذابة 1 جرام من اليود فى 100 مللتر من الماء المقطرفى دورق قياسي.
2. خذ 50 ملل من محلول اليود المحضر وضعه فى قمع الفصل كما فى الشكل (22).
3. قم بإجراء الإستخلاص مرة واحدة باستخدام 6 مللتر من الكلوروفورم.
4. قم باجراء الإستخلاص مرة واحدة بإستخدام 18 مللتر الكلوروفورم.

5. قم بإجراء الإستخلاص ثلاث مرات متتالية بإستخدام6 مللتر كل مرة.
6. عاير كمية اليود المتبقية فى الطبقة المائية بأخذ 5 مللتر منه واضف اليه 1 مللتر من النشا كدليل ونعاير عينة اليود بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم 0.01 M ونسجل الحجم المستهلك.
7. نكرر الخطوة (6) ثلاث مرات ونحسب متوسط الحجوم.

الحسابات

إحسب النسبة المئوية لنسبة الاستخلاص %

$$I_2+2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI+Na_2S_4O_6$$

من المعادلة نجد ان نسبة التفاعل 2:1

عدد ملى مولات ثيوكبريتات الصوديوم = التركيزXالحجم المستهلك

عدد ملى مولات اليود فى الطبقة المائية = عدد ملليمولات ثيوكبريتات / 2

عدد ملى مولات اليود فى 100 مللتر من الطبقة المائية = عدد ملي مولات اليود فى الطبقة المائية X حجم المذيب العضوي

عدد ملى مولات اليود الكلية = الحجم الكلي x التركيز / الوزن الجزيئي

عدد ملى مولات اليود فى الطبقة العضوية = عدد ملى مولات الكلية – عدد ملى مولات فى طبقة المائية

نسبة الإستخلاص (%E) = ملىمولات اليود الكلية / ملي مولات اليود فى الطبقة العضوية x 100 .

6.7.التجربة السادسة

الفصل والتعيين بإستخدام المبادلات الأيونية

تعيين التركيز الكلى للكاتيونات فى الماء العسر بواسطة كروماتغرافيا التبادل الأيوني

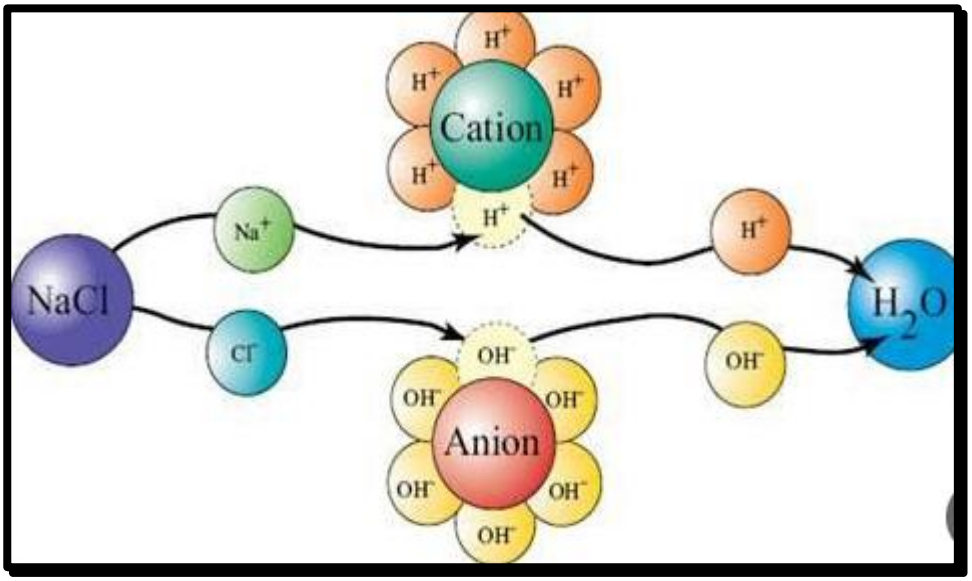
مقدمة

المبدأ العام لهذه الطريقة يتم بإمرار المحلول المجهول خلال عمود يحتوي على راتنج حيث يتم تجميع الأيونات المزاحة من الراتنج فى نهاية العمود الى الخارج.

تنقسم المبادلات الأيونية الى مبادلات كاتيونية على شكل هيدروجين ومبادلات انيونية على شكل هيدروكسيد, كما موضح في الشكل (23), حيث يمكن تقدير الكاتيونات فى الماء وذلك بامراره على مبادل كاتيونى بشكل هيدروجينى حيث تبقى الكاتيونات فى المبادل الكاتيونى ويتحرر مايكافئها من ايونات الهيدروجين ثم يتم معايرتها بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم معلوم التركيز.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. عمود الكروماتغرافيا
2. قمع زجاجي
3. مخبار مدرج 5 – 25 مللتر
4. دورق قياسي 100 – 250 مللتر
5. دورق مخروطي
6. ماصة 25 مللتر



الشكل (23) المبادلات الكيميائية الأيونية

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. مبادل كاتيوني
2. حمض الهيدروكلوريك M4
3. عينة ماء عسر
4. دليل الفينول فثالين
5. محلول هيدروكسيد الصوديوم N0.1

خطوات التجربة

1. ضع المبادل الكاتيوني فى الماء مدة من الزمن حتى ينتفخ تماما.
2. إملاء العمود بالماء المقطر حتى ينساب ويبقى 3 مللتر مع مراعاة عدم وجود فقاعات.
3. انقل المبادل الى العمود حتى ارتفاع 20 سم.

4. إن لم يكن المبادل فى الصورة الهيدروجينية مرر عليه قليل من حمض الهيدروكلوريك M4 خلال العمود بمعدل انسياب 5 مللتر/الدقيقة وكرر العملية مرتيين مستخدما 25 مللتر من الحمض فى كل مرة.
5. انقل 25مللتر من العينة الى دورق قياسي حجمه 250 مللتر واكمل بالماء المقطر الى العلامة.
6. خذ بالماصة 25 مللتر من المحلول المخفف واتركه ينساب بمعدل 5 مللتر/دقيقة واجمع المحلول فى دورق مخروطي ثم اغسل العمود ثلاث مرات بالماء المقطر مستخدما 25 مللتر من الماء المقطر واجمع ناتج الغسيل فى نفس الدورق المخروطي السابق.
7. اضف دليل الفينول فثالين ثم عاير بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم N0.1.

الحسابات

إحسب ملى مكافئات ايون الهيدروجين التى تساوي مللى المكافئات الكلية للكاتيون من قانون التخفيف التالي:

(هيدروكسيد الصوديوم) $N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$ (ايون الهيدروجين)

عدد ملى المكافئات الكلية للكاتيون = التركيز X الحجم الكلى بالمللتر

$= N_1 \times 250$.

6.8.التجربة السابعة

كروماتغرافيا الورق

فصل خليط من الهاليدات بواسطة كروماتغرافيا الورق الصاعد

مقدمة

فى هذه التجربة يتم فصل خليط من البروميد والكلوريد واليود بواسطة كروماتغرافيا الورق , حيث يتم خلط محاليل من بروميد الصوديوم وكلوريد الصوديوم ويوديد الصوديوم واستعمال خليط من البيريدين والماء كمذيبات .

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. كأس زجاجي سعته لتر
2. ورق ترشيح
3. قلم رصاص
4. مشبك ورق

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. خليط مذيبات (البيريدين والماء)
2. خليط الهاليدات (كلوريد– بروميد – اليود)
3. محلول نترات الفضة M0.1

خطوات التجربة

1. ضع خليط المذيبات (1:9) فى كأس سعته لتر
2. خذ ورق ترشيح 25سم X 25سم وارسم خط افقي بقلم الرصاص بحيث يبعد عن نهاية الورقة مسافة 2 سم (خط البداية).
3. وضع نقاط من خليط الهاليدات على إحدى جوانب الورقة.

4. تطوى الورقة على شكل اسطوانه وتثبت بمشبك ورق وتوضع فى الكأس الذي يحتوي على خليط المذيبات بحيث يكون خط البداية على مسافة قريبة من سطح المذيب.
5. اترك الورقة فى الكأس مدة من الزمن حتى يرتفع الطور المتحرك حتى يكون المذيب على بعد 2سم من طرف الورقة العلوي.
6. اخرج الورقة من المذيب ورش عليها محلول نترات الفضة 0.1 M حيث تلاحظ بقع لونها اخضر ورمادي مصفر ورمادي .
7. إحسب معامل الإعاقة R_f لكل لون.

الحسابات

$$R_{f=} \frac{\text{المسافة التي يقطعها المادة (سم)}}{\text{المسافة التي تقطعها المذيب (سم)}}$$

6.9.التجربة الثامنة

فصل الحبر التجاري بكروماتغرافيا الورق

مقدمة

هذه التجربة لفصل خليط من الحبر التجاري (احمر– ازرق – اخضر – اسود) بواسطة خليط من المذيبات وسيتم استخدام خليطين من المذيبات , الخليط الاول (60% امونيا و 60% بيوتانول و20% ايثانول) والخليط الثانى (60% ماء و 60% بيوتانول و 20%حمض الخليك الثلجي), كما موضح في الشكل (24).

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. كؤوس زجاجية سعة لتر
2. قلم رصاص
3. ورق ترشيح
4. مشبك ورق

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

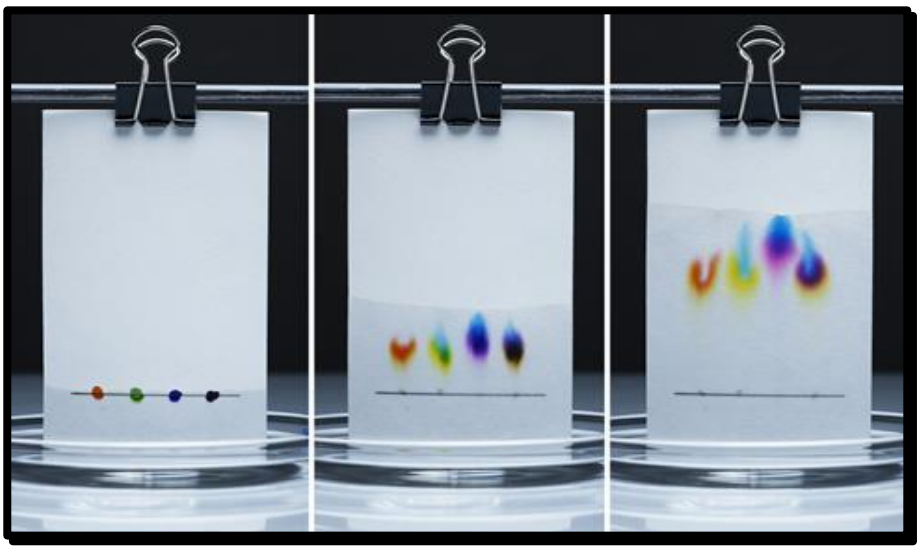
1. خليط مذيبات مختلفة (امونيا –بيوتانول – ايثانول) و(ماء– بيوتانول – حمض الخليك الثلجي).
2. خليط حبر تجاري (أحمر – أزرق – أسود – أخضر).

خطوات التجربة

1. ضع 100 ملرل من الخليط الأول للمذيبات فى كأس وضع نفس الكمية فى كأس اخر.
2. حدد بقلم الرصاص خط البداية على بعد 2 سم من نهاية ورقة الترشيح.
3. ضع اربع نقاط بقلم الرصاص واكتب تحت كل نقطة الحرف الأول من لون الحبر.
4. ضع 0.3 مللتر من كل نوع حبر على كل نقطة واتركها تجف.
5. ضع الورقة راسيا فى الحوض الذي يحتوي على المذيب.
6. غطي الحوض واتركه مدة من الزمن.
7. كرر الخطوات السابقة باستخدام الخليط الثاني للمذيبات .
8. قارن فصل الاحبار واستنتج اى خليط من المذيبات افضل لفصل الحبر التجاري.
9. إحسب معامل الإعاقة لكل لون من الحبر.

الحسابات:

$$R_{f=} \frac{\text{المسافة التي يقطعها المادة (سم)}}{\text{المسافة التي تقطعها المذيب (سم)}}$$



الشكل (24) كروماتغرافيا الورق

6.10.التجربة التاسعة

كروماتغرافيا الطبقة الرقيقة

فصل اورثونيتروفينول وبارانيتروفينول بكروماتغرافيا الطبقة الرقيقة (TLC)

مقدمة

هذه التجربة هي مثال لفصل الصور الايزومارية للمركبات العضوية عن بعضها البعض حيث يتم استخدام خليط من المذيبات(كلورفورم أو كحول ايثيلى) مع البنزين كطور متحرك, كما موضح في الشكل (25).

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. الواح زجاجية
2. دوارق مخروطية
3. ساق زجاجي
4. فرن تجفيف

5. مخبار مدرج 5مللتر
6. قلم رصاص
7. حوض زجاجي

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. مادة السيلكاجل
2. كلورفورم و بنزين
3. خليط من (اورثونيتروفينول وبارانيتروفينول)
4. محلول هيدروكسيد البوتاسيوم الكحولي

تجهيز الواح الطبقة الرقيقة

1. تطحن6جم السليكاجل ويتم عمل مستحلب مائي منها فى دورق مخروطي ويغطى ويترك لمدة نصف ساعة.
2. تفرد العجينة على لوح زجاجي بواسطة ساق زجاجية وتوضع لمدة نصف ساعة ثم نضعها فى فرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية لمدة ساعة.

خطوات التجربة

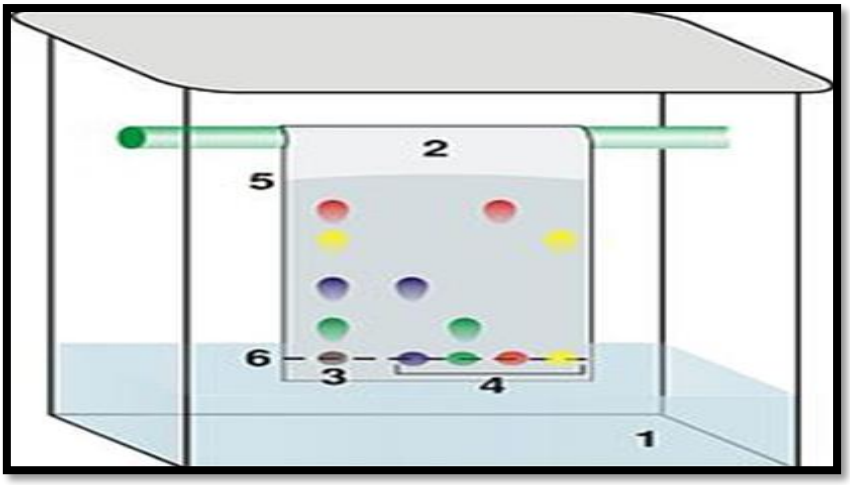
1. ضع كمية من الطور المتحرك كلورفورم و بنزين 0.95 مللتر و5 مللتر بنزين فى حوض التحليل.
2. حدد بقلم الرصاص خط البداية على بعد 2 سم من النهاية السفلية للطبقة الرقيقة.
3. قسم خط البداية الى مساحات متساوية وضع كمية قليلة من العينة (الخليط 0.1%) فى المكان المحدد واتركها تجف.
4. ضع الطبقة الرقيقة على الحوض بشكل عمودي بحيث لايصل المذيب الى خط البداية.
5. ضع الغطاء على الحوض واتركه فترة من الزمن حتى وصول المذيب الى قرب الحافة العلوية.
6. أخرج الطبقة من الحوض وحدد وصول المذيب قبل ان يجف.

7. لتظهير الفينولات يتم رش اللوح بمحلول من هيدروكسيد البوتاسيوم الكحولي 1% الذي يحتوي على (50% كحول ايثيلى و50% ماء).

الحسابات

إحسب معامل الاعاقة لكل مركب:

$$R_{f=} \frac{\text{المسافة التي يقطعها المادة (سم)}}{\text{المسافة التي تقطعها المذيب (سم)}}$$



الشكل (25) كروماتغرافيا الطبقة الرقيقة

6.11.التجربة العاشرة

فصل صبغة ورق النبات (المادة الخضراء) بكروماتغرافيا الطبقة الرقيقة

مقدمة

فى هذه التجربة يتم استخدام مادة السيليلوز(طور ساكن) كطبقة رقيقة حيث يتم تحويلها الى مادة غير قطبية بإستعمال زيت البارفين حيث تمتز الصبغة على سطح الطبقة الرقيقة الغير قطبية ويستخدم فى هذه التجربة طور متحرك وهو خليط من(ماء واسيتون وميثانول).

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. حوض زجاجي
2. الواح زجاجية
3. مدق لطحن النبات
4. أنابيب شعرية
5. مخبار مدرج 25مللتر
6. ماصة 5مللتر

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. زيت البارفين
2. إيثربترولي
3. سليلوز
4. عينة نبات مجفف
5. رمل
6. اسيتون
7. ميثانول

خطوات التجربة

1. ضع 2 مللتر من زيت البارفين و20 مللتر من ايثر بترولي في حوض التحليل.
2. جهز لوح الطبقة الرقيقة من السيليلوز كما فى التجربة السابقة.
3. ضع لوح الطبقة الرقيقة فى حوض التحليل لكى يرتفع خلالها الطور المتحرك بحيث يصل الى بعد 2 سم قرب الحافة العلوية (هذه الخطوة لتغيير قطبية الطور الساكن).
4. خذ الطبقة من الحوض وجففها فى دولاب التجفيف.
5. اطحن النبات المجفف واضف اليه 5 مللتر من الاسيتون وكمية من الرمل.

6. رشح المحلول فى الخطوة (5) واحتفظ به لاجراء الفصل.
7. بإستخدام انبوبة شعرية خذ قليل من عصارة النبات وضعها على بعد 2 سم من الحافة السفلية اتركها تجف.
8. انقل 20 مللتر من خليط الطور المتحرك الى حوض الكروماتغرافيا.
9. ضع لوح الطبقة الرقيقة فى الحوض بحيث لايصل المذيب الى خط البداية.
10. غطي الحوض وبداخله الطبقة الرقيقة فترة من الزمن تكفي لوصول الطور المتحرك الى قرب الحافة العلوية للطبقة الرقيقة.
11. خذ الطبقة وجففها فى دولاب التجفيف.
12. إحسب معامل الإعاقة.

الحسابات

$$R_{f=} \frac{\text{المسافة التي يقطعها المادة (سم)}}{\text{المسافة التي تقطعها المذيب (سم)}}$$

6.12.التجربة الحادية عشر

كروماتغرافيا العمود

فصل خليط من برمنجانات البوتاسيوم وداي كرومات البوتاسيوم بكروماتغرافيا العمود

مقدمة

يمكن فصل خليط من برمنجانات البوتاسيوم وداي كرومات البوتاسيوم بواسطة عمود فصل يحتوي على الالومينا الحمضية بإستخدام الماء المقطر كمذيب حيث يتم امتزاز داي كرومات البوتاسيوم على سطح الالومينا الحمضية أكبر من امتزاز برمنجانات البوتاسيوم لذلك تخرج البرمنجانات من العمود اولا, كما موضح في الشكل (26).

يعتبر ملىء عمود الفصل بالمادة المازة (الطور الثابت) من الامور الهامة حيث ان ملؤه بطريقة غير مناسبة ينتج عنه عدم كفاءة الفصل , حيث يملأ العمود بعجينة مصنوعة من المادة الصلبة وقليل من الطور المتحرك ويتم ملؤه على دفعات حيث يسمح لجسيمات المادة الصلبة ان تستقر قبل إضافة الدفعة الثانية وعند الإنتهاء من ملؤه يجب ان لايترك العمود يجف بحيث يغطي الطور المتحرك الطور الساكن.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. عمود الكروماتغرافيا
2. دوارق مخروطية
3. قمع زجاجي
4. ماصة 5مللتر
5. مخبار مدرج 25 مللتر
6. سحاحة 50 مللتر

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. مادة الألومينا
2. حمض النيتريك M0.5
3. خليط من (برمنجانات البوتاسيوم وداي كرومات البوتاسيوم)
4. حمض الكبريتيك M0.1
5. محلول قياسي من كبريتات الحديدوز

خطوات التجربة

1. إملأ العمود بمادة الالومينا بارتفاع 15 مللتر وذلك بوضع 40 جم منها فى 0.5 مولاري من حمض النيتريك على ان لايقل ارتفاع الطور المتحرك اعلى العمود عن 1 مللتر .
2. أضف 10 مللتر من الخليط (برمنجانات البوتاسيوم وداي كرومات البوتاسيوم) الى قمة العمود وافتح الصنبور .
3. اغسل العمود بحمض النيتريك كطور متحرك (25 مللتر) أضبط السريان 5 مللتر/دقيقة.
4. واصل استعمال حمض النيتريك كطور متحرك وبعد فترة زمنية لاحظ تحرك البرمنجانات الى أسفل العمود واجمعها فى دورق مخروطي.
5. استعمل حمض الكبريتيك 0.1 مولاري كطور متحرك لازاحة داي كرومات البوتاسيوم اجمعها فى دورق مخروطي آخر.

6. عاير 5 مللتر من كلا من محلول البرمنجانات وداي كرومات بمحلول قياسي من كبريتات الحديديوز وسجل حجم كبريتات الحديدوز المستهلك.
7. كرر الخطوة (6) ثلاث مرات وسجل متوسط الحجوم وإحسب مولارية كل من برمنجات وداي كرومات .

الحسابات

$$5Fe^{2+}+MnO_4^{2-}+8H^+ \rightarrow Mn^{2+}+5Fe^{3+}+4H_2O+Cl^-$$

عدد ملى مولات MnO_4^{2-} = عدد ملى مولات Fe^{2+} /5

عدد ملى مولات Fe^{2+} = التركيز المولاري X الحجم بالمللتر

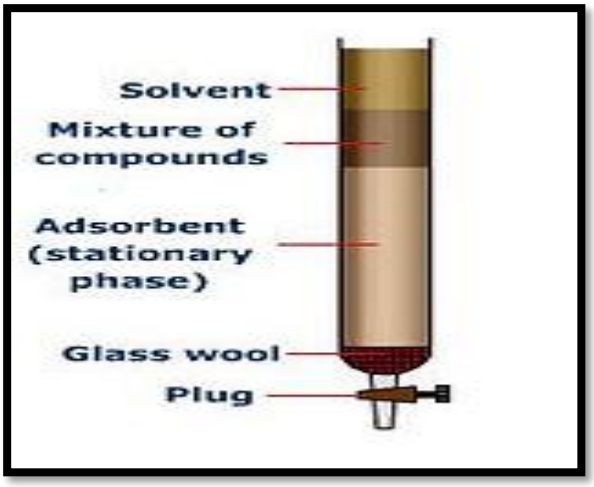
عدد ملى مولات MnO_4^{2+} = V_{Fe2+} x 0.1/5

مولارية MnO_4^{2+} = عدد مللي مولات MnO_4^{2-}/الحجم بالمللتر

حيث ان : حجم MnO_4^{2-} = 5 مللتر

حساب عددملى مولات ومولارية داي كرومات بنفس الخطوات السابقة وفق المعادلة التالية:

$$Fe^{2+}+Cr_2O_7^{2-}+14H^+ \rightarrow 2Cr^{2+}+Fe^{3+}+7H_2O$$



الشكل (26) عمود الفصل بالكروماتغرافيا

6.13.التجربة الثانية عشر

كروماتغرافيا العمود

فصل مجموعة الكبريتات عن مجموعة الكلوريد بكروماتغرافيا العمود

مقدمة

فى هذه التجربة سيتم فصل مجموعة الكبريتات الموجودة فى حمض الكبريتيك عن مجموعة الكلوريد الموجودة فى حمض الهيدروكلوريك بواسطة كروماتغرافيا العمود باستعمال الالومينا كطور ثابت ,حيث يستخدم حمض النيتريك المخفف لازاحة أيون الكلوريد لان امتزاز الكبريتات على سطح الطور الثابت اكبر من امتزاز الكلوريد والكشف عن ايون الكبريتات بمحلول كلوريد الباريوم فيتكون راسب ابيض من كبريتات الباريوم والكشف عن ايون الكلوريد بمحلول نترات الفضة.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. عمود فصل الكروماتغرافيا
2. قمع زجاجي
3. كأس زجاجي مدرج
4. دورق مخروطي250 مللتر
5. ماصة مدرجة 5 مللتر
6. مخبار مدرج 50 مللتر

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. مادة الألومينا
2. حمض الكبريتيك M0.5
3. حمض الهيدروكلوريك M1
4. حمض النيتريك M0.5

5. كلوريد الباريوم
6. نترات الفضة

خطوات التجربة

1. ثبت عمود الفصل بعد غسله وتنظيفه جيدا .
2. املأ العمود بحوالى 40 ملل من الألومينا .
3. اخلط 2مللتر من حمض الكبريتيك (M 0.5) مع 2 مللتر حمض الهيدروكلوريك (M1).
4. أضف المخلوط من قمة العمود وسجل زمن الإضافة.
5. إستخدم حمض النيتريك (M0.5) لإزاحة ايون الكلوريد وذلك بإضافته من أعلى العمود وأكشف فى نفس الوقت عن أيون الكبريتات بإضافة كلوريد الباريوم يتكون راسب ابيض من كبريتات الباريوم.
6. أكشف عن ايون الكلوريد بواسطة نترات الفضة.
7. استمر فى إضافة حمض النيتريك لازاحة ايون الكلوريد وتأكد من ذلك بإضافة كلوريد الباريوم.

6.14.التجربة الثالثة عشر

كروماتغرافيا العمود

فصل الميثيل البرتقالي والميثيل الأزرق بواسطة كروماتغرافيا العمود

مقدمة

تعتبرالكروماتوجرافيا من طرق الفصل المستخدمة لفصل خليط يصعب فصله بالطرق البسيطة مثل البلورة والتسامي والتقطير بانواعه، وتعتمد تقنية الفصل الكروماتغرافيا على توزيع المادة بين طورين أحدهما ثابت والآخرمتحرك والطور الثابت قد يكون صلبا أو سائلاً ممتزاً على دعامة صلبة أما الطور المتحرك فعادة يكون سائلاً عضوياً ويشترط في

الطـور الثابـت أن لا يتفاعـل مـع المـواد المـراد فصـلها وأن لا يكـون ملـون, امـا الطـور المتحرك فهو عبارة عن خليط من أنواع مختلفة من المذيبات بنسب معينة.

الأدوات المطلوبة لإجراء التجربة

1. دورق حجمي 250 مللتر
2. عمودين فصل الكروماتغرافيا بحجمين مختلفين
3. مخبار مدرج 25و50مللتر
4. قمع زجاجي
5. كأس زجاجي

المحاليل والمواد المطلوبة لإجراء التجربة

1. خليط من الميثيل البرتقالى والميثيل الأزرق
2. أكسيد الألومنيوم النشط
3. إيثر
4. الإيثانول

خطوات التجربة

1. أذب 0.5 جرام من المثيل البرتقالي و0.5 جرام من الميثيل الأزرق في دورق حجمي سعته 250 ملتر بواسطة الإيثانول.
2. جهزعمود الكروماتغرافيا باستخدام 28 جرام من أكسيد الألومنيوم النشط مع 50 ملتر من الإيثر.
3. ادخل 20 ملجرام من الخليط المراد فصله إلى العمود عن طريق قمع فصل.
4. أزح المثيل البرتقالي باستخدام الماء المقطر ثم أزح المثيل الأزرق باستخدام 20 مللتر من الإيثانول.
5. كرر العمل السابق باستخدام عمود أكبر مع كمية أكبر من أكسيد الألومنيوم النشط.
6. قارن بين النتيجتين عند استعمال حجمين مختلفين من اعمدة الفصل.

أسئلة على الفصل السادس

السؤال الأول: علل (اذكر السبب)

1- تستخدم كروماتغرافيا الطبقة الرقيقة بدلا من كروماتغرافيا الورق لفصل الأحماض الامينية؟

2- يفضل الإستخلاص عدة مرات بدلا من الإستخلاص مرة واحدة؟

3- عند فصل اليود بواسطة الإستخلاص لايستخدم وسط لاستخلاصه بل نكتفي بالكلورفورم فقط؟

4- عند فصل خليط من برمنجانات البوتاسيوم ودايكرومات البوتاسيوم بعمودالفصل يلاحظ خروج محلول البرمنجانات من العمود أولا؟

السؤال الثاني:

ماهي أنواع المبادلات الأيونية ؟ وماطبيعتها؟

السؤال الثالث:

ماهي طريقة الفصل المناسبة لفصل كلا من المخاليط التالية:

1- خليط من الماء والرمل

2- خليط من الملح والرمل

3- خليط من الكحول والماء

4- حديد موجود فى عينة دوائية

5- خليط من برمنجانات البوتاسيوم وداي كرومات البوتاسيوم

السؤال الرابع:

مالفرق بين كروماتغرافيا الورق الصاعدة والنازلة؟

السؤال الخامس:

لماذا يفضل ان يكون النوع المستخلص في الطور الأكثر كثافة فى قمع الفصل؟

السؤال السادس

ماهي شروط المذيب الجيد فى عملية الإستخلاص

السؤال السابع :

ماالفرق بين كروماتغرافيا الورق وكروماتغرافيا الطبقة الرقيقة؟

السؤال الثامن:

بما يمتاز كروماتغرافيا العمود ؟ وماهو مبدأ الفصل فيه؟

السؤال التاسع:

عدد أقسام الفصل بالتقطير ؟وعلى اي اساس يعتمد مبدأ التقطير؟

السؤال العاشر :

أذكر بعض مخاليط المذيبات التي تستخدم للفصل بواسطة كروماتغرافيا الورق؟

السؤال الحادي عشر:

لديك محلول حجمه 40 مللتر من حمض البيوتريك تركيزه 0.1 مولاري تم خلطه مع 20 مللتر من الايثر وبعد فصل طبقتيين وجد ان الجزء المتبقي فى الطبقة المائية 0.4 مليمول .احسب E%؟

السؤال الثانية عشر:

إذا كانت المسافة التي يقطعها المذاب والتي يقطعها المذيب 6.5 و10 سنتيمتر على التوالي إحسب R_f .

السؤال الثالثة عشر:

عينة تحتوي على كلوريد الصوديوم حجمها 5 جم تم ذوبانها فى 200 مللتر من الماء حيث أخذ 20 مللتر من الخليط تم إمراره على مبادل كاتيوني (على شكله الهيدروجيني) . عوير المحلول المزاح من العمود بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم وكان الحجم المستهلك من المحلول القاعدي 25 مللتر إحسب التركيز والنسبة المئوية لكلوريد الصوديوم؟

الفصل السابع

عمليات تحضير الكواشف والأدلة المستخدمة في التجارب المعملية

Processes for Preparing Reagents and Evidence Used in Laboratory

الفصل السابع

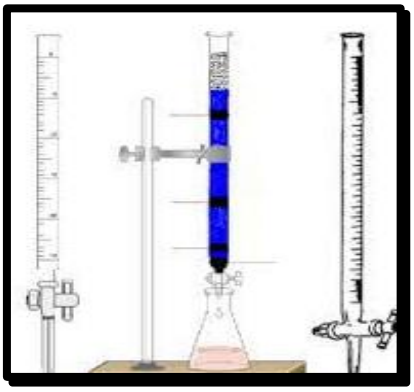
7. عمليات تحضير الكواشف والأدلة المستخدمة في التجارب المعملية

7.1.الأدوات الشائعة المستخدمة فى معمل التحاليل الكيميائية

الادوات والاجهزة المستخدمة فى معمل الكيمياء هي معدات تساهم فى تحقيق العديد من النشاطات العلمية داخل المعمل وتستخدم هذه المعدات فى إجراء التحاليل الكيميائية والإختبارات والكشوفات و تصنع الأدوات الزجاجية الموجودة في المختبر بأشكال عديدة وأحجام مختلفة , فيجب على الطالب معرفة تقنية واساليب استعمال هذه الادوات والاجهزة فتساعده فى إجراء تجاربه العملية بكل يسر وسهولة ودقة وتوفر له الوقت, وتوجد الادوات فى المعمل بشكلها الزجاجي وكذلك المعدني وبعضها ادوات بلاستيكية ويجب توفر أغلبها في أي مختبر كيميائي وهي كالاتي-:

السحاحة : Burette

هي انبوبة زجاجية مدرجة ذات شكل اسطواني وينتهي طرفها السفلي بصنبورصغيرمحكم، كما موضح في الشكل (27), وتستخدم السحاحة عادة في العديد من التجارب التي تتطلب نسبة عالية من الدقة في القياس مثل عمليات المعايرة في الكيمياء, وأكثر السحا حات استخداماً هي ذات 25 مللتر ، 50 مللتر, 100 مللتر.



الشكل (27) السحاحة

الماصة المدرجة : Graduated pipette

عبارة عن أداة زجاجية مخبرية عادة ما يتم استخدامها في معمل الكيمياء لقياس حجم معلوم من المحاليل أو نستخدمها لقياس حجم معلوم من محلول لكي يتم معايرته, كما موضح في الشكل (28).

الشكل (28) الماصة المدرجة

الماصة الحجمية : Volumetric pipette

الماصة الحجمية وهي عبارة عن أداة تستخدم لقياس كميات محددة من السائل, وعادة ما تكون الماصات أنابيب طويلة مفتوحة من كلا الطرفين، وعليها علامات تشير لما يمكن أن تحتويه من حجم معين للسائل, كما موضح في الشكل (29).

الشكل (29) الماصة الحجمية

الدورق المخروطي : Conical flask

الدورق المخروطي ويسمى أيضًا دورق إرلنماير وهو عبارة عن دورق ذو قاعدة ذات شكل مخروطي وله عنق أسطواني وهو مشابه للكأس الزجاجي إلا أنه يمتلك عنقاً أضيق قليلاً والذي يتيح إحكام إغلاق الدورق باستخدام السدادة المطاطية , كما موضح في الشكل (30), والدورق المخروطي عبارة عن نوع من الأدوات الزجاجية المخبرية التي تستخدم كثيرا فى المختبرات الكيميائية,كما تستخدم من أجل تحضير المحاليل وتستخدم فى المعايرات , أكثر الدوارق المخروطية استعمالا هى 100 مللتر الى 800 مللتر وهي مناسبة لجميع أغراض الكيمياء التحليلية.

الشكل (30) الدورق المخروطي

المخبار المدرج : Graduated cylinder

الأسطوانة المدرجة أو تسمى أيضاً بالمِخْبَار المُدَرَّج و أيضًا المِقْيَاس المُدَرَّج وهي إحدى التجهيزات الرئيسية في المختبرات والمصانع الكيميائية ويصنع من الزجاج السميك او البلاستيك, كما موضح في الشكل (31), يستخدم لقياس حجوم السوائل بدقة نسبياً تصل إلى 0.5 مللتر ويتوفر منه أحجام مختلفة.

الشكل (31) المخبار المدرج

الدورق الحجمي : Volumetric flask

هو دورق زجاجي شبه كروي مسطح من أسفله ذو عنق طويل يستخدم في معامل الكيمياء والمختبرات ومعمل الكيمياء التحليلية لتحضير و لتجهيز المحاليل ويصنع الدورق عادة من الزجاج وفى بعض الاحيان من البلاستيك ويحتوي العنق على مسد مصنوع من مادة البروبلين بدل الزجاج و يوجد على عنقه علامة تحدد حجم السائل وهذا الحجم مدون على جدارها الخارجي وكما موضح في الشكل (32), ويتوفر منه عدة حجوم تتراوح عادة ما بين 10 مللتر إلى 5000 مللتر.

الشكل (32) الدورق القياسي

الدورق الكروي : Round-bottomed flask

الدورق الكروي وهو عبارة عن دورق ذو قاعدة كروية الشكل، ويحتوي على غطاء أو سدادة ويستعمل في المعامل والمختبرات الكيميائية. يتم صنع هذه الدوارق في الغالب من الزجاج للإستخدام الكيميائي وتوجد عدة أنواع جديدة مصنوعة من مادة البوروسيليكا والتي تتميز بالمقاومة العالية للحرارة وكما موضح في الشكل (33).

الشكل (33) الدورق الكروي

دورق الغليان : Florence flask

دورق الغليـان هـو نـوع مـن انـواع الـدوارق الزجاجيـة تـم اسـتعماله كقـارورة مـن الزجاجيـات المسـتخدمة فـي المختبـر, كمـا موضـح فـي الشـكل (34), ومـن الاسـتخدامات الشائعة لهذا الدورق هو تخزين السوائل الكيميائية. في الغالب يكون دورق الغليان مصنوع من زجاج البورسليكات لمنع الشقوق في الزجاج.

الشكل (34) دورق الغليان

دورق كيلدال : Keldahl Flask

دوارق كيلدال هي عباره عن دوارق دائرية تمتلك او تتميز بعنق طويل وواسع كما موضح في الشكل (35), تستخدم في طريقة كيلدال للتقدير الكمي لمحتوى عينة النيتروجين. وعادة ما يتم تصنيع دوارق كيلدال من الزجاج المسمى بـ البورسليكات والذي يتميز بأنه مقاوم للحرارة والمواد الكيميائية.

الشكل (35) دورق كيلدال

الدورق الكمثرى : Pear-shaped flask

تُستخدم الدوارق التي تكون على شكل كمثرى في التبخير لغرض التجفيف باستخدام مبخر دوار ، كما موضح في الشكل (36), يعطي الشكل الدائري V لهذه الدوارق إمكانية إزالة المواد الصلبة بشكل أكثر كفاءة من الدوارق المستديرة ذات القاعدة.

الشكل (36) الدورق الكمثري

الدورق المعوج : Retort flask

الدوارق المعوجة هي عبارة عن جهاز يستخدم للتقطير أو التقطير الجاف للمواد, وتتكون من إناء كروي برقبة طويلة متجهة لإسفل, ويوضع السائل المراد تقطيره في الوعاء ويتم تسخينه و تعمل الرقبة في المعوجة كمكثف ، كما موضح في الشكل (37), وهذا يتيح للأبخرة بالتكثف والتدفق على طول عنق الدورق إلى وعاء التجميع الذي يوضع تحته.

الشكل (37) الدورق المعوج

دورق شلينك : Schlenk flask

دورق شلينك أو أنبوب شلنك، يعود هذا الأسم إلى مخترعه شلنك ويلهلم. ويتميز هذا الدورق بإحتوائه على ذراع من الجانب مزودة بسدادة يسمح بتفريغ الوعاء أو ملئيه بالغاز وكما موضح في الشكل (38).

الشكل (38) دورق شلينك

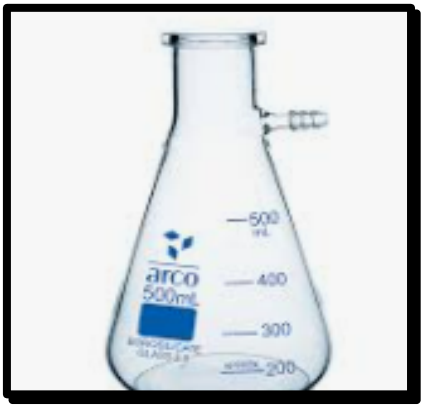
دورق شتراوس : Straus flask

وهو عبارة عن دورق تخزين يتميز بقاعدة دائرية الشكل كما موضح في الشكل (39), ويستخدم في الحفاظ وتخزين المذيبات الجافة والخالية من الشحوم وغير المؤكسدة لفترات طويلة من الزمن.

الشكل (39) دورق ستراوس

دورق التفريغ : Buchner Flask

دورق التفريغ ومن أسمائه الأخرى هي دورق التصفية والدورق ذو الذراع الجانبي كما موضح في الشكل (40), وهو عبارة عن دورق مخروطي ذو جدران سميكة تحتوي على انبوبة قصيرة فرعية يكون موقعها بالقرب من العنق.



الشكل (40) دورق التفريغ

دورق **كليزن : Claisen flask**

دورق كليزن أو الدورق الخاص بالتقطير Claisen وهو نوع خاص من دوارق التقطير و الأدوات الزجاجية الشائعة الاستخدام في المختبرات والمعامل الكيميائية، ويستخدم في عمليات مثل التقطير الفراغي, كما موضح في الشكل (41), و تم اختراعه من قبل العالم Rainer Ludwig Claisen.

الشكل (41) دورق كليزن

قمع الفصل : Separating funne

قمع الفصل هو إحدى الأدوات الزجاجية الشائعة الاستخدام في المختبرات والمعامل الكيميائية، كما موضح في الشكل (42), يستخدم قمع الفصل في العديد من العمليات مثل عملية إستخلاص سائل–سائل لفصل الأطوار في مزيج متكون من مذيبين غير قابلين للامتزاج نتيجة لإختلاف الكثافات فيما بينهما. وغالباً ما يتم استخدام قمع الفصل في فصل الطور المائي عن الطور العضوي.

الشكل (42) قمع الفصل

الكوؤس الزجاجية المدرج : Beakers

الكأس الزجاجي أو البيكرهو وعاء يصنع غالباً من الزجاج ويستخدم لتحريك وخلط ودمج ومزج السوائل في المختبرات الكيميائية, يتم صنع الكأس الزجاجي المختبري من زجاج البوروسيليكات الذي يمتاز أنه متين ومقاوم للحرارة وشفاف و لها قياسات مختلفة. كما موضح في الشكل (43).

الشكل (43) الكوؤس الزجاجية المدرجة

الأقماع الزجاجية :

أداة تتكون من قسم علوي مخروطي الشكل ينتهي بقسم اسطواني ضيق يسهل استخدام القمع في عملية صب السوائل أو ملء حبيبات المواد المختلفة في الأواني والأوعية فى المختبر ويستخدم كذلك فى ترشيح السوائل , وتصنع الأقماع من الصلب الغير قابل للصدأ او الزجاج او اللدائن, كما موضح في الشكل (44).

الشكل (44) الأقماع الزجاجية

جفنة التسخين أو الحرق :

هي إناء من الخزف يستعمل في المختبرات الكيميائية وذلك لكي يحتوي العينات المخبرية عند تسخينها لدرجات حرارة مرتفعة،تستخدم البوتقة أيضاً من أجل سكب مصهور الفلزات والحرق, كما موضح في الشكل (45), وغالبا يستخدم غطاء مع البوتقة لمنع تطاير العينات منها، كما يستعمل حامل معدني (ملقط) لتجنب لمس البوتقة الساخنة أثناء إخراجها من الفرن.

الشكل (45) جفنة التسخين أو الحرق

عمود فصل الكروماتغرافيا : Chromatography column

غالبا ما يكون من الزجاج يتراوح طول العمود الكروماتوغرافي ما بين 10– 30 سم وبقطر 1 سم او اكثر, كما موضح في الشكل (46), يوضع في نهاية العمود كمية من الصوف الزجاجي أو القطن الطبي لمنع خروج الطور الساكن من العمود, وتستخدم لفصل مكونات من مركبات كيميائية ويملأ العمود إما بحبيبات من الألومينا الصلبة أو السليكاجل.

الشكل (46) عمود فصل الكروماتغرافيا

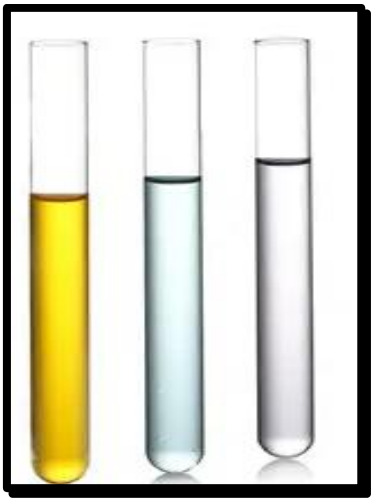
أنابيب الإختبار : Test tube

أنبوب الأختبار وهو احد اكثر الأدوات الزجاجية شيوعاً في المختبر، كما موضح في الشكل (47), ويتميز بأحتوائه على فتحة من الأعلى والتي يتم استخدامها لنقل او صب او مزج المحاليل والمواد الكيميائية والعديد من السوائل. وعادة مايتم استخدام أنبوب الاختبار من قبل الكيميائيين, وفي بعض الحالات النادرة يصنع أنبوب الاختبار من البلاستيك. وتتوفر أنابيب الإختبار بأشكال وأحجام وقياسات مختلفة.

الشكل (47) أنابيب إختبار

أنابيب الغليان : Boiling Tubes

أنبوب الغليان هو عبارة عن أنبوب ذو شكل أسطواني وكبير نوعا ما، كما موضح في الشكل (48), ومن استخداماته الشائعة في المختبر هو تسخين المواد بدرجات حرارة عاليه ويوضع على لهب موقد بنزن. أنبوب الغليان في الأصل هو عبارة عن أنبوب اختبار ولكن الإختلاف بينهما انه أكبر بحوالي 50%.



الشكل (48) أنابيب الغليان

قمع بوخنر : Filter funnel

يسمى أيضاً بقمع بوشنر وهو أحد الأدوات المعملية المستخدمة في الترشيح بالشفط وعادة يتم صنعة من مادة البورسلين ولكن المتوفر والشائع الأستخدام هو المصنوع من الزجاج ويستخدم في جمع بلورات المركبات, كما موضح في الشكل (49), من المعتاد أن يصنع من البورسلين ولكن المتوفر فى المختبرات من الزجاج واللدائن, و يوجد على رأس القمع اسطوانة بها لوحة مثقوبة تفصلها عن القمع.

الشكل (49) قمع بوخنر

قمع تنقيط : Dropping funnel

قمع التنقيط وهو احد الأدوات الزجاجية الشائعة الاستخدام في المختبرات والمعامل الكيميائية، كما موضح في الشكل (50), ويستخدم هذا القمع في إضافة كميات محدودة او قليلة من المواد الكيميائية السائلة وبشكل بطيء جداً إلى خليط التفاعل وتكون عملية الإضافة هذه على شكل قطرات. يتم التحكم بكمية المواد المضافة إلى المزيج من خلال الصنبور الزجاجي الذي يكون مدمج مع هيكل القمع.

الشكل (50) قمع التنقيط

قمع ثيستل : Thistle funnel

قمع ثيستل أو الأنبوب السناني هو أحد الأدوات او المعدات الزجاجية المستخدمة في المختبرات والمعامل الكيميائية , وعادة ما تستخدم أنابيب ثيستل من قبل الكيميائيين لإضافة السوائل الكيميائية إلى الأجهزة الدقيقة, كما موضح في الشكل (51).

الشكل (51) قمع سيثتل

مجفف زجاجي :

وعاء زجاجي أو لدائني يُستخدم في مختبر الكيمياء لتجفيف كميات صغيرة من المواد تجفيفا تاما, كما موضح في الشكل (52), وتوضع المادة المجففة (مثل هلام السيليكا أو هيدروكسيد الصوديوم) تحت رفّ توضع فوقه المادّة المُراد تجفيفها.

الشكل(52) مجفف زجاجي

ورق الترشيح :

عبارة عن ورق نصف نفاذ ويستخدم ورق الترشيح في المختبرات الكيميائية لفصل المواد الصلبة الدقيقة الموجودة في سائل, وتوضع ورقة الترشيح غالباً في القمع, كما موضح في الشكل (53).

الشكل (53) ورق الترشيح

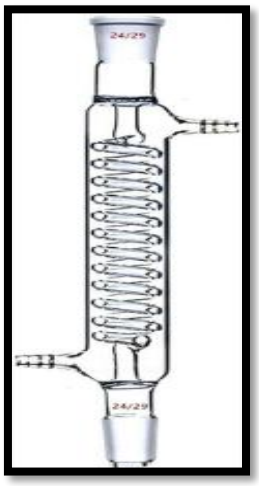
المكثف المستقيم : Liebig condenser

هو من الأدوات الزجاجية الشائعة الاستخدام في المختبرات والمعامل الكيميائية، وهوانبوب مستقيم زجاجي محاط بالماء, كما موضح في الشكل (54), وهو جزء أساسي في عملية فصل المخاليط السائلة وتقطير مخلوط من السوائل الغرض منه لفصل المكونات عن بعضها البعض, ويتم ذلك بفصل مكونات الخليط السائل عن طريق إختلاف مقدار التطاير للمكونات التي تكون الخليط.

الشكل (54) المكثف المستقيم

مكثف جراهام : Graham condenser

هو من الأدوات الزجاجية الشائعة الاستخدام في المختبرات والمعامل الكيميائية، كما موضح في الشكل (55), ويتمتع هذا المكثف بقدرة تبريد منخفضة ويمكن انسداده بسهولة إلى حد ما حيث يتدفق السائل المكثف مرة أخرى إلى القارورة ويمنع البخار الذي من الممكن أن يخرج.



الشكل (55) مكثف جراهام

مكثف فريدريش : Friedrichs condenser

اخترع فريتز والتربول فريدريش مكثف فريدريش (الذي سمي على إسمه) ، الذي نشر تصميمًا لهذا النوع من المكثفات في عام 1912, و يتكون هذا المكثف من اسطوانه كبيرة مبرده بالماء مثبته بإحكام داخل أسطوانة عريضه. للاسطوانة سلسلة من التحدبات والتقعرات الحلزونية على طولها ، كما موضح في الشكل (56), وذلك لترك مسار حلزوني ضيق للبخار, يجبر هذا التكوين البخار على البقاء لوقت اطول في ملامسة الاسطوانة.

الشكل (56) مكثف فريدريش

جهاز سوكسلت : Soxhlet extractor

جهاز السوكسلت هو جهاز يستخدم في المختبر والمصانع ,اخترعه العالم فرانز فون سوكسلت في عام 1879. وقد صمم هذا الجهاز في الأصل لإستخلاص الليبيدات من المواد الصلبة، ولكن جهاز السوكسلت غير مقتصر على استخلاص الليبيدات, كما موضح في الشكل (57).

الشكل (57) جهاز سكوسلت

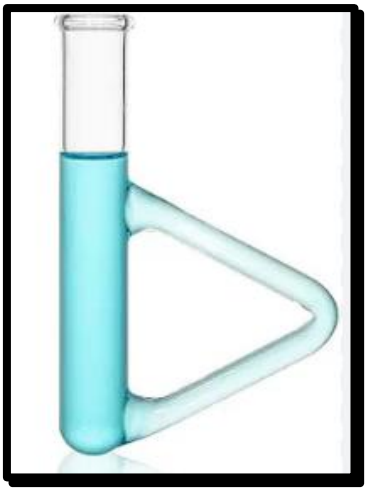
محقنة الغاز: Gas syringe

محقنة الغاز أو تسمى زجاجة جمع الغاز هي إحدى زجاجيات المختبر، تستخدم في إدخال أو تفريغ حجم من الغاز من نظام مغلق، أو في قياس حجم الغاز المتولد عن تفاعل كيميائي. كما موضح في الشكل (58), وتستخدم محقنة الغاز في قياس حجم السوائل أو في تغذية السوائل بنسب معينة وخاصة عندما نحتاج إلى حفظ هذه السوائل بعيدة عن الهواء.

الشكل (58) محقنة الغاز

أنبوب ثيل : Thiele tube

أنبوب ثيل هو أنبوب يستعمل في المختبرات الكيميائية، وقد سمي باسم الكيميائي الألماني يوهانس ثيل، أن تصميم هذا الأنبوب مبني على أساس الإحتواء والتسخين في حمام زيتي, كما موضح في الشكل (59).



الشكل (59) أنبوب ثيل

7.2.الادلة (الدليل الكيميائي):

الأدلة (الدليل الكيميائي): هي قواعد عضوية ضعيفة او احماض عضوية ضعيفة يتغير لونها بتغير الوسط اي بتغير pH, وتستعمل الادلة لمعرفة نقطة التكافوء وذلك بتغير لونها او ظهور تعكر, فى حالة الحمض القوي والقاعدة القوية تكون قيمة الاس الهيدروجيني (pH=7) بينما إذا كان الحمض ضعيف والقاعدة ضعيفة تكون قيمة الرقم الهيدروجيني أقل من (7)، أما في حالة تعادل القاعدة القوية مع الحمض الضعيف تكون قيمة الرقم الهيدروجيني أكبر من (7)، بحيث أن نقطة نهاية التفاعل (نقطة التكافؤ) تتوقف على طبيعة تركيز المحلول حسب قيم معينة للرقم الهيدروجيني.

7.3.طرق تحضير بعض الكواشف والأدلة الهامة المستخدمة في التجارب المعملية:

دليل الفينول نفثالين (Phenolphthalein)

هو دليل ذو طبيعة حامضية ويرمز له بالرمز ph.ph ويعمل ضمن مدى pH 8.3–10 ويكون فى الوسط الحامضي عديم اللون وفى الوسط القاعدي أحمر وردي (باهت) حيث يتفكك الدليل حسب المعادلة :

$$HIn + H_2O \rightarrow In^- + H^+$$

لونه أحمر(الوسط القاعدي) عديم اللون (الوسط الحامضي)

عند إضافة قاعدة ينزاح التفاعل ناحية اليمين ليعوض النقص في H^+ فيعطي لون احمر اما عند إضافة حمض ينزاح التفاعل ناحية اليسار لزيادةH^+ فيعطي عديم اللون.

يحضر دليل الفينول فثالين بإذابة 0.5 جرام من فينولفثالين الصلب في 150 مللتر من الايثانول ثم يخفف الى 250 مللتر ماء مقطر .

دليل المثيل البرتقالي (Methyl Orange)

هو دليل ذو طبيعة قاعدية ويرمز له بالرمز M.O ويعمل ضمن مدى 4.4-pH=3.1 ويكون لونه فى الوسط الحمضي أحمر (باهت) بينما فى الوسط القاعدي أصفر.

يمكن توضيح لون الدليل حسب الوسط الموجود فيه وفق المعادلة التالية:

$$InOH \rightarrow In^{+} + {}^{-}OH$$

احمر(الوسط القاعدي) اصفر(الوسط الحامضي)

عند إضافة حمض ينزاح التفاعل ناحية اليسار فيعطي لون أحمر بينما عند إضافة قاعدة ينزاح التفاعل ناحية اليمين فيكون اللون أصفر.

يحضر بإذبة 1 جرام من مادة المثيل البرتقالي في75 مللتر من الماء المقطرثم أخلط جيدا ثم أكمل المحلول بالماء المقطر لحجم 100 مللتر ورشح المحلول إن لزم الأمر.

دليل الميثيل الأحمر (Methyl Red)

يرمز له بالرمز M.R وهو ذات طبيعة قاعدية ويعمل ضمن مدى pH من 4.2 الى 6.3 ,ويعطي هذا الدليل لونا احمر فى الوسط الحامضي واصفر فى الوسط القاعدي .

$$HIn \rightarrow In^{-} + H^{+}$$

أحمر (الوسط الحمضي) أصفر(الوسط القاعدي)

يحضربإذبة 0.1 جم من الميثيل الأحمر في 600 مللتر من الكحول الإيثيلي ويخفف بالماء المقطر الى لتر.

دليل أزرق الميثلين (Methylene Blue)

يعطي دليل ازرق الميثلين فى الوسط الحمضي لون ازرق بينما يعطي لون بني فى الوسط القاعدي ويحضر الدليل بإذابة 38 مليجرام من مسحوق الميثيلين الأزرق الصلب في 250 مللتر من الماء المقطر .

دليل النشا (Starch).

النشاهو بوليمر جلوكوز ورمزه $(C_6H_{10}O_5)_n$ ويستعمل فى المعايرات مع محلول اليود (اليود مع يوديد البوتاسيوم) حيث يكون مع اليود معقد ازرق ويمكن ملاحظة هذا اللون حتى عندما تكون التراكيز صغيرة لذلك فإن النشا يعد مفضلا لهذه المعايرات ويختفي اللون الأزرق بإختفاء اليود , يتم تحضيره بخلط 2 جم من النشا مع قليل من الماء المقطر وحرك جيدا.

اليود + النشا (اصفر اللون) ← معقد اليود مع نشا (ازرق اللون)

دليل كرومات البوتاسيوم Potassium Chromate)0.25 M)

يستخدم هذا الدليل بشكل خاص فى طريقة موهر (معايرات الترسيب) عند تقدير ايون الكلوريد بالتفاعل مع محلول نترات الفضة القياسي بوجود دليل كرومات البوتاسيوم ويوضح التفاعل تغير لون الدليل بالمعادلة التالية:-

$$AgNO_3 + NaCl \rightarrow NaNO_3 + AgCl\downarrow$$

(راسب ابيض)

$$AgNO_3 + K_2CrO_4 \rightarrow KNO_3 + Ag_2CrO_4\downarrow$$

(لونه أحمر) **(لونه اصفر)**

يحضر هذا الدليل بوضع 48.54 جم من كرومات البوتاسيوم الصلب فى دورق حجمي سعة لتر ثم أضف الماء المقطر إلى منتصف حجم الدورق تقريبا وأغلق الدورق و رجّه جيدا حتى تذوب المادة الصلبة ويمكن زيادة كمية الماء إذا لزم الأمر لضمان ذوبان المادة الصلبة وبعد ذلك أضف الماء المقطر بحذر إلى الدورق الى العلامة المحددة.

دليل ايروكروم بلاك –تي (Eriochrome Black T)

يرمز له بالرمز EBT وهو أكثر الأدلة إستعمالا فى معايرات المعقدات ويعطي لون ازرق عندما تكون pH المحلول فى المدى 6.3 الى 11.5 ويصبح برتقاليا عندما تصل pH الى أكثر من 11.5 ويمكن كتابة معادلة الإتزان للدليل مع محلول يحتوي على ايون فلزي (M^{2+}) عند معايرته مع EDTA (H_2Y^{-2}) كالتالي:-

$$Hin^{-2} + M^{+2} \rightarrow MIn^{-} + H^{+}$$

أحمر أزرق (قبل المعايرة)

$$MIn^{-} + H_2Y^{-2} \rightarrow MgY^{-2} + HIn^{-2} + H^{+}$$

أحمر (عند نقطة التكافؤ) أزرق

لتحضير الدليل أذب 1 جم من Eriochrome Black T في 80 مللتر فى 95% من الكحول الإيثيلي ثم خفف بالكحول للوصول الى 100 مللتر.

دليل اليود (Iodine)

أذب 6.7 جم من يوديد البوتاسيوم فى 100 مللتر من الماء المقطر, ثم أضف 3.3 جم من اليود الصلب , واخلط المحلول جيدا وخفف بالماء المقطر لتحصل على 1 لتر ويحفظ المحلول فى زجاجة قاتمة اللون, ويمكن توضيح تغير لون الدليل عند تفاعله مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم وفق المعادلة التالية:

$$2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightarrow S_4O_6^{2-} + 2\ I^{-}$$

شب الحديديك (Ferric alum)

يستخدم شب الحديديك فى طريقة فولهارد (معايرات الترسيب) بالمعايرة مع محلول قياسي من ايون الثيوسيانات ويتSCN^{-} يتفاعل دليل شب الحديديك وفق المعادلة التالية:

$$Fe^{3+} + SCN^{-} \rightarrow Fe\ [SCN^{-}]^{2+}$$

احمر اصفر او بني قاتم

لتحضيره أذب 140 جم من بلورات كبريتات الأمونيوم الحديديك في 400 مللتر من الماء الساخن حتى تذوب تماما ثم التبريد.

$$Fe_2(SO_4)_3 + (NH_4)_2SO_4 = 2\ NH_4Fe(SO_4)_2$$

دليل الفلورسين (Fluorescein)

الفلورسين مركب عضوي لونه برتقالي ويذوب فى الماء والكحول, يستخدم هذا الدليل فى معايرات الترسيب (طريقة فاجان).

يحضر بذوبان 0.1 جم من الفلوريسين في 80 مللتر من الكحول الإيثيلي تركيز 95% و خففه بالكحول لتصل الى حجم 100 مللتر.

دليل ثنائي فينيل أمين(Diphenylamine)

يستعمل هذا الدليل فى معايرات الاكسدة والاختزال مثل معايرته مع اليود حسب المعادلة التالية:

$$(C_6H_5)_2NH + I_2 \rightarrow (C_6H_4)_2NH + 2\ (HI_6H_5)_2NH$$

يحضربإذبة 0.2 جم من مادة ثنائي فينيل أمين في 100 مللتر من حمض الكبريتيك المركز.

أسئلة على الفصل السابع

السؤال الأول :

ماهي الأداء المناسبة لكلا من االعمليات التالية :

التقطير الفراغي – تخزين مذيبات جافة – التقطير الجاف – التقدير الكمي للنيتروجين – تسخين عينة صلبة عند درجة حرارة عالية – فصل خليط من السوائل – إستخلاص الليبيدات – سحب غاز مننظام مغلق.

السؤال الثاني :

ماهي أهم استعمالات كلا من الأدوات الزجاجية التالية فى معمل الكيمياء:

الماصة – السحاحة – المخبار المدرج – الكوؤس الزجاجية – قمع الفصل.

السؤال الثالث :

ما الفرق بين كلا من الازواج النالية من الادوات الزجاجية من حيث الإستخدام :

قمع بوخنر – قمع التنقيط

المكثف المستقيم – مكثف جراهام

أنبوب الغليان – أنبوب الاختبار

عمود الفصل – قمع الفصل

السؤال الرابع :

عرف الأدلة؟ ومافائدتها؟

السؤال الخامس:

ماهو الدليل المناسب للمعايرات التالية:

معايرة حمض مع قاعدة

معايرة طريقة موهر(معايرة الترسيب)

معايرة فولهارد (معايرة الترسيب)

معايرة فاجان(معايرة الترسيب)

معايرة اليود(معايرة الاكسدة والاختزال).

الخـــــــــاتمة

إن العمل في معمل التحليل الكيميائي يكون مؤثرا فقط عند التطبيق الفعلي بوعي وإدراك مع التفهم الكامل للنظرية, وهذا بالاضافة الى ان كل عملية كيميائية تتطلب ان القائم بالتجربة يكون حريصا عند إجراء خطوات هذه التجربة, حتى ان التجربة التى تبدو غير ضارة وقد تسبب نتائج ضارة عند عدم التخطيط الجيد لها وذلك لعدم مقدرة البعض للفهم الجيد لظروف التفاعل التى تحدث في التجربة قبل البدء فيها. ولذلك وجب علينا إعداد دليل يعمل على تسهيل وتوضيح طريقة إجراء هذه التجارب المعملية ووجب على الطلاب ان يقرأو وصف التجارب التى سيقوم بعملها وتحضيرها والإلمام الكامل بالدليل المعملي وبخواص المواد الكيميائية المراد تحليلها ودراستها وفهم المعادلات ذات العلاقة وطرق الحسابات الكيميائية اللازمة, وكذلك ملاحظة وتقييم التجارب التى تتطلب انتباه خاص ولهذا وجب على كل الطلاب قبل البدء في التجربة إجراء التحضيرات المعملية الضرورية اللازمة وفهم الغرض من كل جهاز معملي والعمل عليه بحرص ودقة وإهتمام. ونجد في هذا الكتاب طريقة البساطة والسلاسة والوضوح وتوجد الامثلة والاسئلة التطبيقية كلما قضت الحاجة الى ذلك وينتهي كل فصل بمجموعة من الاسئلة التي تساعد الطالب على زيادة فهم واستيعاب المادة العلمية فى كل نهاية فصل من فصول الكتاب.

وفى النهاية أن هذا الكتاب العلمي يغطي معظم التجارب والموضوعات التي يحتاجها الباحث والطالب في مختبر الكيمياء التحليلية فى كافة المراحل الدراسية مع الإستعانة بالرسومات التوضيحية المميزة والمفيدة لكي يكتسب الطالب المهارة اللازمة التى يحتاجها بعد مراحل الحياة الدراسية.

الملاحق
Appendices

الملحق (1)

أجابات الاسئلة الزوجية

الباب الأول:

إجابة السؤال الثاني

- أن يكون المختبر جيد التهوية ويحتوي على عدد كافي من شفاطات الهواء مصممة خصيصا للمختبرات وتعمل طول فترة العمل فى المختبر.
- أن تكون جدران وأسقف المختبر من مادة كيميائية خاملة ولاتكون من مواد قابلة للإشتعال والأفضل ان تكون الارضيةمن مواد خشبية غير قابلة للإنزلاق.
- يجب ان يكون المختبر بالقرب من مصادر المياه ومياه الصرف الصحي .
- تكون الطاولات مصنعة من مادة مقاومة للمواد الكيميائية مثال الإيبوكسي.

إجابة السؤال الرابع

- التسمم بالمواد السائلة او الصلبة
- التسمم بالمواد القاعدية
- التسمم بالمواد الحمضية
- التسمم بالغازات

إجابة السؤال السادس

إستخدام ثاني اكسيد الكربون او الرمل او جهاز الاطفاء الرغوي في عملية الاطفاء.

الباب الثاني :

إجابة السؤال الثاني

درجة الإنصهار هي الدرجة التي تتحول فيها المادة من الحالة الصلبة الى الحالة السائلة.

درجة التجمد هي هي الدرجة التي يتساوى فيها الضغط البخاري للسائل مع ضغط بخار الجليد أو هي الدرجة التي تتحول فيها المادة من الحالة السائلة الى الصلبة.

درجة الغليان هي الدرجة التي يتساوى عندها ضغط بخار السائل مع الضغط الجوي المطبق عليه.

اللزوجة هي هي مقاومة السائل للجريان أو الانسياب عند حركته.

الكثافة هي كتلة وحدة الحجم من المادة وتقاس بالوحدة الدولية (كيلوجرام/متر^3) .

الكثافة النسبية هي كثافة السائل نسبة الى كثافة مادة قياسية مثل الماء.

إجابة السؤال الرابع

يستدل على نقاوة المواد الصلبة بقياس درجة إنصهارها والمواد السائلة بتعيين درجة غليانها حيث ان المواد الصلبة الملوثة تنصهر عند درجة اقل من درجة إنصهارها والمواد السائلة الملوثة تغلى عند درجة اعلى من درجة غليانها.

الباب الثالث:

إجابة السؤال الثاني

عدد المولات المذاب= المولارية x حجم المحلول باللتر

إذن :

عدد المولات = 0.1مول/لتر x 0.250 لتر

= 0.025 مول

إجابة السؤال الرابع

$NXV_{ml}=NXV_{ml}$ (المحلول المخفف) (المحلول المركز)

$1X200= 0.2XVml$

$Vml=100\ ml$

إجابة السؤال السادس

$MXV(HCl) = MXV(NaOH)$

$M_{HCl}x15= 0.2x10$

M_{HCl}= 0.13 M

إجابة السؤال الثامن

وزن كلوريد الصوديوم =V_{AgNO3}X58.5X N_{AgNO3}

40X58.5X0.1=

=0.234جرام

النسبة المئوية لكلوريد الصوديوم فى العينة (%) = الوزن بالجرام/0.485 X100

100X 0.485/0.234 =

=%48.24

إجابة السؤال العاشر

pH= −log[H^+]

2= −log[H^+]

[H^+] =0.01 M

إجابة السؤال الثاني عشر

هذه الطريقة على فكرةإدمصاص(إمتزاز) أيونات الدليل عند نقطة التكافؤ على سطح الراسب وهذا الإدمصاص يصاحبه تغيير فى لون الدليل ومن الأدلة المستخدمة الفلورسين والأيوسين.

إجابة السؤال الرابع عشر

وزن كربونات الصوديوم =V_{HCl}X106x N_{HCl}

0.01X106 X0.01=

= 0.0106جرام

إجابة السؤال السادس عشر

ماالأسم الكيميائي لمركب EDTA؟ وماهو أشهر إستعمالاته؟ اذكر اهم الأدلة التي تستخدم معه؟

هو ايثيلين ثنائي أمين رباعي حمض الخليك – أكثرالمتصلات شيوعا واستعمالا فى تحديد الكثير من الفلزات وتعيين العسرة الكلية للماء,لان معقداته ثابتة مع كثير من الفلزات فى مدى هيدروجينى معين, والإديتا من المتصلات سداسية السن– الدليل التي تستخدم معه هو Eriochrome Black .T والفلورسين والموركسيد.

الباب الرابع :

إجابة السؤال الثاني

عدد جرامات الفضة = وزن الراسب xمعامل التحويل

معامل التحويل = (الوزن الذري للفضةxعدد ذرات الفضة فى الراسب)/الوزن الجزيئي للراسب(كلوريد الفضة)

143.3X1X107.81

0.75 =

عدد جرامات الفضة = 0.75X0.3= 0.225جرام

إجابة السؤال الرابع

وزن Na_2SO_4/ الوزن المكافيء Na_2SO_4= حجم $BaCl_{2(L)}$تركيز $BaCl_2$X

حجم $BaCl_{(L)}$ = 0.5X71/1

=28 0.0 لتر

= 28مللتر

الباب الخامس :

إجابة السؤال الثاني

تتميزطرق التحليل الآلي عن التحليل التقليدي بإنه اسرع ويمكن إجراء تجاربه فى وقت قصيركذلك إجراء تحاليل للتراكيز الصغيرة جدا التي يصعب قياسها بالتحاليل العادية.

إجابة السؤال الرابع

مبدأ عمل هذا الجهاز يعتمد على ان كل عنصر يعطي طيف ذو لون معين عند تواجد احد مركباته , وان هذا الطيف يكون شديد كلما زاد تركيز العنصر, حيث يتم استثارة ذرات العنصر بإستخدام لهب شديد فتكتسب الكترونات التكافؤ بعض الطاقة و تنتقل الى مستوى طاقة عالي ثم تعود الى مستوي الطاقة الاقل عند فقد هذه الطاقة والتي تكون على شكل اشعة كهرومغناطيسية لها طول موجي مميز لكل عنصر.

إجابة السؤال السادس

نفرض اننا سنحضر هذه المحاليل فى حجم 250 مللتر , والمحاليل المطلوب تحضيرها جميعها ستكون مخففة من المحلول الاصلى (ppm500) إذن نحسب حجم المحلول الاصلي اللازم أخذه لتحضير كل محلول من قانون التخفيف :

$CXV_{(\text{المحلول الاصلي})} = CXV_{(\text{محلول المخفف})}$

لتحضير محلول تركيزه 12.5ppm نحسب حجم المحلول الاصلي كالاتي:

$500XV_{(\text{المحلول الاصلي})} = 12.5X25_{(\text{محلول المخفف})}$

$V_{(\text{المحلول الاصلي})} = 6.25\ ml$

أنقل هذا الحجم 6.25 مللتر الى دورق قياسي سعته 250 مللتر وأكمل الحجم الى العلامة المحددة بالماء المقطر منزوع الايونات.

لتحضير محلول تركيزه 10ppm نحسب حجم المحلول الاصلي كالاتي:

$500XV_{(\text{المحلول الاصلي})} = 250X10_{(\text{محلول المخفف})}$

$V_{(\text{المحلول الاصلي})} = 5ml$

أنقل هذا الحجم 5 مللتر الى دورق قياسي سعته 250 مللتر وأكمل الحجم الى العلامة المحددة بالماء المقطر منزوع الايونات.

لتحضير محلول تركيزه ppm7.5 نحسب حجم المحلول الاصلي كالاتي:

500XV (المحلول الاصلي)=250X7.5(محلول المخفف)

V=3.75ml(المحلول الاصلي)

أنقل هذا الحجم 3.75 مللتر الى دورق قياسي سعته 250 مللتر وأكمل الحجم الى العلامة المحددة بالماء المقطر منزوع الايونات.

لتحضير محلول تركيزه ppm5 نحسب حجم المحلول الاصلي كالاتي:

500XV (المحلول الاصلي)=250X5(محلول المخفف)

V=2.5ml(المحلول الاصلي)

أنقل هذا الحجم 2.5 مللتر الى دورق قياسي سعته 250 مللتر وأكمل الحجم الى العلامة المحددة بالماء المقطر منزوع الايونات.

لتحضير محلول تركيزه ppm2.5 نحسب حجم المحلول الاصلي كالاتي:

500XV (المحلول الاصلي)= 250X2.5(محلول المخفف)

V=1.25ml(المحلول الاصلي)

أنقل هذا الحجم 1.25 مللتر الى دورق قياسي سعته 250 مللتر وأكمل الحجم الى العلامة المحددة بالماء المقطر منزوع الايونات.

الباب السادس :

إجابة السؤال الثاني

مبادلات كاتيونية على شكل هيدروجين ومبادلات انيونية على شكل هيدروكسيد .

إجابة السؤال الرابع

كروماتغرافيا اللورق الصاعد يوضع الطور المتحرك فى قاع حوض التحليل ويتحرك الطور المتحرك الى اعلى الورقة بخاصية الجاذبية الشعرية اما كروماتغرافيا الورق النازل يوضع الطور المتحرك فى قمة حوض التحليل و يتحرك الطور المتحرك الى اسفل بفعل الجاذبية

إجابة السؤال السادس

شروط المذيب الجيد فى عملية الإستخلاص هي:

ان يكون مناسب للمادة المراد استخلاصها – أن ينفصل عن الماء بسرعة اي كلما كان الوزن النوعي للمذيب اكبر او اقل بكثير من الواحد كان المذيب مناسبا للاجراء عملية الفصل – له قدرة عالية على الإذابة .

إجابة السؤال الثامن

يمتاز فصل كروماتغرافيا العمود بأنه يفصل كميات كبيرة ويمكن فصل المركبات التى تتطاير أو التى تتحلل جزئيا عند درجات الحرارة اللازمة للتطاير – يعتمد مبدأ الفصل على أمتزاز احدى المواد المراد فصلها على سطح المادة المازة (الطور الثابت) بشكل اكثر من الاخرى لذلك نجد المادة الأقل امتزاز تتحرك بشكل اسرع وتنفصل أولا.

إجابة السؤال العاشر

بعض مخاليط المذيبات التي تستخدم للفصل بواسطة كروماتغرافيا الورق هي:

حمض الخليك الثلجي : الكحول ميثيلي5%

ايثيل :ميثيل كيتون

استيل اسيون المشبع بالماء

كحول البيوتانول مشبع بحمض الهيدروكلوريك

إجابة السؤال الثاني عشر

$$R_{f=} \frac{\text{المسافة التي يقطعها المادة (سم)}}{\text{المسافة التي تقطعها المذيب (سم)}}$$

$$R_{f=} \frac{6.5 \text{ (سم)}}{10 \text{ (سم)}}$$

$$R_f = 0.65$$

الباب السابع:

إجابة السؤال الثاني

- الماصة المدرجة: يتم استخدامها في معمل الكيمياء لقياس حجم معلوم من المحاليل أو نستخدمها لقياس حجم معلوم من محلول لكي يتم معايرته.
- السحاحة: وتستخدم السحاحة عادة في العديد من التجارب التي تتطلب نسبة عالية من الدقة في القياس مثل عمليات المعايرة في الكيمياء.
- المخبار المدرج : يستخدم لقياس حجوم السوائل بدقة نسبياً تصل إلى 0.5 مل.
- الكؤوس الزجاجية: ويستخدم لتحريك وخلط ودمج ومزج السوائل في المختبرات الكيميائية–
- قمع الفصل: يستخدم قمع الفصل في العديد من العمليات مثل عملية استخلاص سائل–سائل لفصل الأطوار في مزيج متكون من مذيبين غير قابلين للامتزاج نتيجة لاختلاف الكثافات فيما بينهما. وغالباً ما يتم استخدام قمع الفصل في فصل الطور المائي عن الطور العضوي.

إجابة السؤال الرابع

الأدلة هي قواعد عضوية ضعيفة او احماض عضوية ضعيفة يتغير لونها بتغير الوسط اي بتغير pH وتستعمل الادلة لمعرفة نقطة التكافوء وذلك بتغير لونها او ظهور تعكر.

الملحق (2)

جدول خواص أغلب المواد الكيميائية المستخدمة فى معمل الكيمياء التحليلية

المادة الكيميائية	الرمز الكيميائي	الكثافة (g/ml)	درجة الانصهار ودرجة الغليان (درجة مئوية)		النسبة المئوية %
			الغليان	الانصهار	
حمض الهيدروكلوريك	HCl	1.10	80	–	36.00
حمض النيتريك	HNO_3	1.42	83		72.00
حمض البيروكلوريك	$HClO_4$	1.67	203	–	–
حمض الكبريتيك	H_2SO_4	1.84	279.6	–	96.00
حمض الخليك	CH_3COOH	1.05	118	–	99.50
حمض الفوسفوريك	H_3PO_4	1.69	158	–	98.00
حمض الاوكزاليك	$H_2C_2O_4$	1.9	–	102–101	–
حمض الطرطريك	$C_4H_6O_6$	1.79	–	174–170	99.5
حمض البنزويك	C_6H_5COOH	1.32	–	122.4	–
هيدروكسيد الصوديوم	NaOH	2.13	–	318	–
كربونات الصوديوم اللامائية	Na_2CO_3	2.53	–	851	–
برمنجانات البوتاسيوم	$KMnO_4$	2.70	–	270	–
ثيوكبريتات الصوديوم	$Na_2S_2O_3$	1.66	–	48.3	–
حمض البنزويك	$C_7H_6O_2$	1.32	–	122.4	–
السيلكاجل	SiO_2	2.20	–	1710	–
كبريتات الصوديوم	Na_2SO_4	2.66	–	884	–
كبريتيد الصوديوم	Na_2S	1.86	–	1180	–
خلات الصوديوم	$CH_3COO\ Na\ .3H_2O$	1.53	–	324	–

–	360	–	2.044	KOH	هيدروكسيد البوتاسيوم
35	–	37.7	0.91	NH_4OH	هيدروكسيد الامونيوم
–	338	–	1.53	NH_4Cl	كلوريد الامونيوم
–	1137	–	2.66	$MgSO_4$	كبريتات الماغنيسيوم
–	772	–	2.15	$CaCl_2$	كلوريد الكالسيوم
–	1580	–	4.48	$BaSO_4$	كبريتات الباريوم
–	150	–	2.284	$CuSO_45H_2O$	كبريتات النحاس المائية
–	209.7	–	4.35	$AgNO_3$	نترات الفضة
–	681	–	3.123	KI	يوديد البوتاسيوم
–	175	–	1,89	KSCN	ثيوسيانات البوتاسيوم
–	113.7	–	4.933	I_2	اليود

الملحق (3)

جدول أهم أدلة معايرات التعادل الكيميائية

الدليل	مجال الرقم الهيدروجينى Ph	لون الدليل فى الوسط الحمضي	لون الدليل فى الوسط القاعدي	نوع الدليل
الميثيل البرتقالي	4.40 -3.10	أحمر	أصفر	قاعدة ضعيفة
الفينولفثالين	9.60 -8.00	عديم اللون	أحمر	حامض ضعيف
الميثيل الأصفر	4.00 -2.90	أحمر	أصفر	قاعدة ضعيفة
الميثيل الأحمر	6.30 -4.20	أحمر	أصفر	قاعدة ضعيفة
أحمر الفينول	8.00 -6.40	أصفر	أحمر	حامض ضعيف

الملحق (4)

جدول أهم أدلة معايرات الأكسدة والإحتزال

الدليل	لون الإختزال	لون التأكسد
أزرق الميثلين	عديم اللون	أزرق
ثنائي فينيل أمين	عديم اللون	بنفسجي
ثنائي فينيل امين حمض السلفونيك	عديم اللون	أحمر بنفسجي

الملحق (5)

جدول مقارنة بين طرق معايرات الترسيب

الطريقة	طريقة موهر	طريقة فاجان	طريقة فولهارد
المواد التى تقدر بها الطريقة	Br^-,Cl^-	Cl^- , Br^- , I^- , SCN^-	Cl^- , Br^- , I^- , SCN^-
الدليل المستخدم	الكرومات	الفلورسين	أيون الحديديك الثلاثي
اللون عند نقطة التكافؤ	احمر	يتحول من أخضر الى وردي	أحمر بني
الوسط	متعادل	حمضي	حمضي
المحلول القياسي	نترات الفضة	نترات الفضة	نترات الفضة
نوع المعايرة	مباشرة	مباشرة	غير مباشرة

الملحق (6)

جدول أهم ادلة معايرات تكوين المعقدات

أسم الدليل	الرقم الهيدروجيني pH	الفلزات
Eriochrome Black T	10-8	Ca,Mg,Cd,Pb,Zn
الموركسيد	13-6	Co,Ni,Ca,Cu
حمض السالساليك	3-2	Fe
	8-10	Cu,Ca,Cd,Ni,Pb,Ba,Zn

الملحق (7)

أهم المذيبات المستخدمة في عمليات الإستخلاص

المذيب	درجة الغليان C^0	الكثافة (g/ml)
داي ايثيل ايثر	35	0.71
بنتان	36	0.62
ايثر بترولي	60-40	0.064
داي كلوروميثان	40	1.32
كلورفورم	61	1.48
هكسان	69	0.66
تولوين	111	0.87

الملحق (8)

جدول أهم المذيبات الشائعة المستخدمة فى كروماتغرافيا العمود

المذيبات الشائعة
بترول خفيف (ايثر بترولي , هكسان ,هبتان)
سيكلوهكسان
رباعي كلوريد الكربون
طولوين
بنزين
كلوروفورم
ايثيل ايثر
أسيتات الإيثيل
اسيتون
بروبانول اعتيادي
ميثانول
ايثانول
ماء
بيريدين
أحماض عضوية
أحماض غير عضوية وقواعد

الملحق (9)

جدول أنواع المبادلات الأيونية حسب استخدام المواد العضوية والمواد الغير عضوية

مواد غيرعضوية	نوع المبادل	موادعضوية
مواد طبيعية: زيوليت ,طفل مـــواد مصـــنعة: MgO,SiO_2,Al_2O_3,SiO_2- Al_2O_3	مبـــــــــادلات الكاتيون	مواد طبيعية: الخشب الصخري نصف متفحم, فحم بني داكن مواد مصنعة: راتنجات بوليمرية تحتوي على مواقع حامضية للتبادل
طبيعية: دلوميت مصنعة: سليكات المعادن الثقيلة	مبادلات الانيون	مصنعة: راتنجات بوليمرية تحتوي على مواقع قاعدية للتبادل

الملحق (10)

جدول إستخدامات Eriochrome Black T في معايرات EDTA

الفلز	ظروف التجربة
ماغنيسيوم, رصاص, خارصين, كادميوم, منجنيز , كالسيوم	pH=10
الفلزات الارضية النادرة	وجود آثار قليلة من الماغنيسيوم, pH=10
الالومنيوم, الحديديك, الكوبلت, نيكل, نحاس, الفضة, الزئبق الثنائي, الجاليوم, الفلزات الارضية النادرة	يستخدم الماغنسيوم للمعايرة العكسية, pH=10

الملحق (11)

جدول وحدات التعبير عن التركيز

الوحدة القياسية	تعريفها	رمزها
المولارية	عدد مولات المذاب الموجودة فى لتر من المحلول	M
العيارية	عدد مكافئات المذاب الموجودة فى لتر من المحلول	N
المولالية	عدد مولات المذاب الموجودة فى 1000جرام من المذيب	M
الجزء من المليون	عدد المليجرام للمذاب فى لتر من المحلول او فى كيلوجرام من المحلول	ppm (mg/l) ppm (mg/kg)
الجزء من البليون	عدد الميكروجرام من المذاب فى لتر أوفى الكيلوجرام من المحلول	ppb (µg /L) ppb (µg /kg)
النسبة المئوية الوزنية	النسبة بين وزن المذاب بالجرام الى وزن المحلول بالجرام	%(W/W)
النسبة المئوية الحجمية	النسبة بين حجم المذاب بالمللتر الى حجم المحلول بالمللتر	%(V/V)
النسبة المئوية الوزنية الحجمية	النسبة بين وزن المذاب بالجرام الى حجم المحلول بالمللتر	%(W/V)

الملحق (12)

جدول الأطوار المتحركة الأساسية فى عمليات كروماتغرافيا الورق

ت	الاطوار الاساسية
1	أيزوبروبانول – أمونيا – ماء (2:1:9)
2	بيوتانول – حمض الأستيك – ماء (5:1:4)
3	ماء – فينول
4	فورماميد – كلورفورم
5	فورماميد – كلورفورم – بنزين
6	فورماميد – بنزين
7	فورماميد – بنزين– سيكلوهكسان
8	ثنائي ميثيل فورماميد – سيكلوهكسان
9	زيت بارفين – ثنائي ميثيل فورماميد – ميثانول – ماء

الملحق (13)

جدول الأوزان الجزيئية والأوزان المكافئة لاغلب المواد والاحماض الكيميائية الشائعة

ت	المادة الكيميائية	الرمز	الوزن الجزيئي (جرام/مول)	الوزن المكافي (جرام/مكافيء)
1	حمض الكبريتيك	H_2SO_4	98.00	49.00
2	حمض الهيدروكلوريك	HCl	36.60	36.60
3	حمض الخليك	CH_3COOH	60.00	60.00
4	حمض البيروكلوريك	$HClO_4$	100.46	100.46
5	حمض النيتريك	HNO_3	63.00	63.00
6	حمض البنزويك	$C_7H_6O_2$	122.12	122.12
7	حمض الفوسفوريك	H_3PO_4	98.00	32.66
8	حمض الاوكزاليك	$H_2C_2O_4$	90.00	45.00
9	هيدروكسيد الصوديوم	NaOH	40.00	40.00
10	هيدروكسيد البوتاسيوم	KOH	56.10	56.10
11	هيدروكسيد الكالسيوم	$Ca(OH)_2$	74.00	37.00
12	هيدروكسيد الامونيوم	NH_4OH	53.50	53.50
13	برمنجانات البوتاسيوم	$KmnO_4$	157.90	31.58
14	كلوريد الحديديك	$FeCl_3$	163.50	54.50
15	كلوريد الامونيوم	NH_4Cl	53.50	53.50

16	كبريتات الصوديوم	Na_2SO_4	142.06	71.03
17	كربونات الصوديوم	Na_2CO3	106.00	53.00
18	كبريتيد الصوديوم	Na_2S	78.04	39.02
19	خلات الصوديوم	$CH_3COONa.3H_2O$	136.08	-
20	كبريتات ماغنيسيوم	$MgSO_4$	159.60	79.80
21	نترات الفضة	AgCl	169.87	-
22	يوديد البوتاسيوم	KI	166.00	-
23	ثيوسيانات البوتاسيوم	KSCN	97.18	-
24	اليود	I_2	254.00	-

الملحق (14)

جدول الاعداد الذرية لعناصر الجدول الدوري

العنصر	رمزه	العدد الذري
هيدروجين	H	1
هيليوم	He	2
ليثيوم	Li	3
بريليوم	Be	4
بورون	B	5
كربون	C	6
نيتروجين	N	7
أكسجين	O	8
فلور	F	9
نيون	Ne	10
صوديوم	Na	11
ماغنيسيوم	Mg	12
الومنيوم	Al	13
سيليكون	Si	14
فوسفور	P	15
كبريت	S	16
كلور	Cl	17
بوتاسيوم	K	19

كالسيوم	Ca	20
كروم	Cr	24
منجنيز	Mn	25
حديد	Fe	26
كوبلت	Co	27
نيكل	Ni	28
نحاس	Cu	29
زنك	Zn	30
بروم	Br	35
قضة	Ag	47
كادميوم	Cd	48
قصدير	Sn	50
ذهب	Au	79
بلاتين	Pt	78
الزئبق	Hg	80
رصاص	Pb	82

الملحق (15)

جدول الكميات التحليلية القياسية الاساسية

ت	الوحدة	الرمز	القيمة العددية
1	T	Tera	10^{12}
2	G	Gige	10^{9}
3	M	Mega	10^{6}
4	K	Kilo	10^{3}
5	D	Deci	10^{1-}
6	C	Centi	10^{2-}
7	M	Milli	10^{3-}
8	µ	Micro	10^{6-}
9	N	Nano	10^{9-}
10	P	Pico	10^{12-}
11	F	Femto	10^{15-}
12	A	Atto	10^{18-}

الملحق (16)

جدول دليل المصطلحات أغلب الكيميائية العلمية

المصطلح بالعربي	المصطلح بالانجليزي
إمتصاص	Absorption
حمض	Acid
قاعدة	Basic
الوزن الذري	Atomic Weight
محلول منظم	Buffer Solution
درجة الغليان	Boiling Point
درجة الانصهار	Melting Point
درجة التجمد	Freezing Poin
سحاحة	Burette
ماصة	Pipette
معايرة	Calibration
معادلة كيميائية	Chemical Equation
تفاعل كيميائي	Chemical Reaction
مادة كيميائية	Chemical
خواص كيميائية	Chemical Properties

Colorless	عديم اللون
Complex	معقد (متراكب)
Ion	أيون
Concentrated Acid	حمض مركز
Dilute Acid	حمض مخفف
Cconcentration	تركيز
Distilled Water	ماء مقطر
Calibration Curve	منحنى معايرة
Density	كثافة
Deposition	ترسيب
Dissociation	تفكك
Dissociation Constant	ثابت التفكك
Drop	قطرة
Equivalent Weight	وزن مكافىء
End Poin	نقطة النهاية
Equivalent Point	نقطة التعادل
Layer	طبقة
Material	مادة

Reagent	كاشف
Volume	حجم
Mixture	مخلوط
Measurement	قياس
Soluble	يذوب
Insoluble	لايذوب
Organic Layer	طبقة عضوية
Aqueous Layer	طبقة مائية
Liquid	سائل
Solid	صلب
Gas	غاز
Molar Concentration	تركيز مولاري
Molecule	جزيئة
Mole	مول
Neutral	متعادل
Normality	العيارية
Normal Solution	محلول عياري
Oxidation Number	عدد التأكسد

Oxidizing Agent	عامل مؤكسد
Reducing Agent	عامل مختزل
pH	الاس الهيدروجيني (الرقم الهيدروجيني)
pH Range	مدى الرقم الهيدروجيني
Precipitate	راسب
Precipitation	ترسيب
Reaction	تفاعلات
Primary Standard	مادة قياسية أولية
Purification	تنقية
Quantitative Analysis	تحليل كمي
Qualitative Analysis	تحليل نوعي
Redox Reaction	تفاعل أكسدة واختزال
Separtion	فصل
Solubility	الذوبانية
Solubility Product	حاصل الإذابة
Solute	مذاب
Solvent	مذيب
Solution	محلول

Spectroscopy	التحليل الطيفي
Standard Solution	محلول قياسي
Strong Acid	حمض قوي
Strong Base	قاعدة قوية
Volumetric Aanalysis	التحليل الحجمي
Weight Analysis	التحليل الوزني

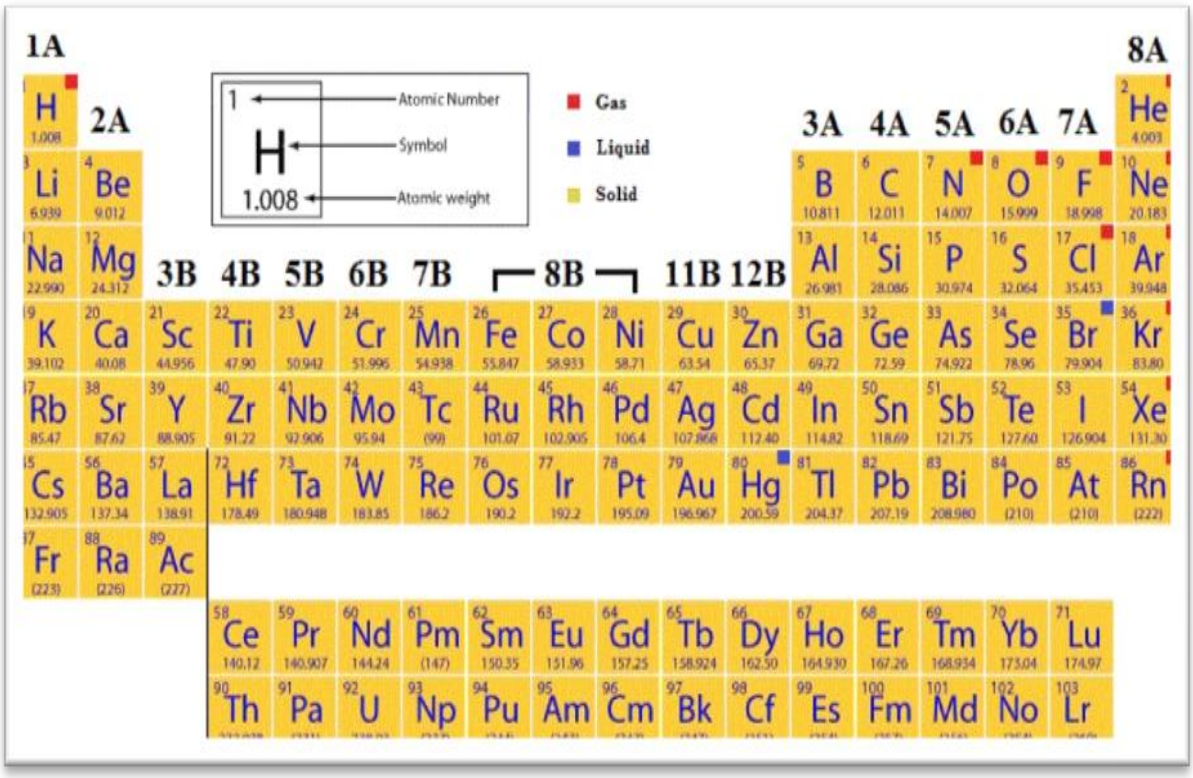
الملحق (17)

جدول أغلب أنواع المقطرات النفطية المستخدمة بالمعامل الكيميائية

اسم المقطر	عدد الذرات الكربونية (C)	درجة الغليان (c^0)	الاستخدام
الغازات	34	30 >	أسطوانات الغاز
الكازولين	79	150-100	وقود السيارات
النفثالين	611	200-70	مذيبات
الكيروسين	810	300-200	وقود الغازات
زيت الغاز	1720	350-300	وقود الشاحنات
زيت الوقود	5027	450-340	وقود السفن
زيوت التزييت	1825	500-350	تشحيم الآلات
شحوم وشموع	2530	500 >	تشحيم وشموع

الملحق (18)

الجدول الدوري للعناصر الكيميائية الاساسية



الملحق (19)

أهم أنواع الزجاجيات المستخدمة في المختبرات الكيميائية

الملحق (20)

أهم الادلة والرموز الاسترشادية بالمعامل الكيميائية

الملحق (21)

العلامات الاساسية الاسترشادية لاجراءات السلامة بالمعامل الكيميائية

المراجع العلمية

أولا: المراجع العلمية باللغة العربية:

1. عمر بن عبد الله الهزاري , (تجارب فى الكيمياء العامة) , منشورات مكتبة فريد الإلكترونية , القاهرة , مصر , 2004.
2. مسعود فرج بوستة , تجارب فى الكيمياء التحليلية (تحليل حجمي ووزني) , كلية العلوم الهندسية والتقنية (قسم علوم البيئة) , منشورات جامعة سبها , ليبيا , 2007.
3. ريم محمد الغانمي , الكيمياء التحليلية الكمية (التحليل الحجمي والوزني) , كلية العلوم جامعة الملك عبد العزيز , منشورات جامعة الملك عبد العزيز , المملكة العربية السعودية , 2008.
4. جون أج كندي , (الكيمياء التحليلية العملى) , منشورات وزارة التعليم العالي والبحث العلمي , جامعة صلاح الدين , عمان , الاردن , 1991.
5. دونالد بيترزيك – (ترجمة : عبد المطلب جابر & سليمان سعسع) , (الكيمياء التحليلية) , منشورات مجمع اللغة العربية الاردني , عمان , الاردن , 1984.
6. محمد ايمن سمرة , (مباديء الكيمياء التحليلية) , منشورات جامعة عمر المختار , وزارة التعليم العالي والبحث العلمي , البيضاء , ليبيا , 2002.
7. عادل عباس حسن , (تجارب فى التحليل الآلي) , المملكة العربية السعودية – منشورات جامعة الملك سعود , الرياض , السعودية , 2001.
8. الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج , (اساسيات الكيمياء التحليلية) , المملكة العربية السعودية , منشورات وزارة التعليم العالي التقني والفني والمهني , الرياض , السعودية , 2008 .
9. سامي الحارث , عادل كريري , (المحاليل الكيميائية) , المملكة العربية السعودية , منشورات وزارة التعليم العالي التقني والفني والمهني , الرياض , السعودية , 2009 .

10. محي الدين البكوش , نوري بسيبسو , ياسر حورية , نبيل قروش , (مباديء الكيمياء العامة) , فاليتا , مالطا , منشورات شركة ألجا للطباعة والنشر , طرابلس , ليبيا , 2003.

11. صالح بن علي علان ، علي بن محمد الريس ، حسن بن علي الشهري , صالح بن محسن العطاس , (دليل السلامة في المختبرات المدرسية) , مدينة الملك عبد العزيز للعلوم والتقنية , اللجنة الوطنية للتعليم , الرياض , السعودية , 2000.

12. محمود أحمد بكار ، ومحمد سالم بكار , (إدارة المواد الكيميائية في المختبرات: المراحل الهامة للسلامة) , الرياض , المملكة العربية السعودية , 2007.

13. علي الطيب الازرق , محبوبة البشير النائلي , علي عبد السلام العجمي , (أساسيات الكيمياء العضوية) , منشورات دار الحكمة للطباعة والنشر , طرابلس , ليبيا , 2014.

14. فتحي سالم معتوق وأخرون , (الكيمياء العضوية العملية : التقنيات والتحليل النوعي) , منشورات شركة ألجا للطباعة والنشر , طرابلس , ليبيا , 1998.

15. الصديق عبد الله عبيد , علي محمد الصل , مدخل الي ميكانيكيات التفاعلات العضوية , منشورات جامعة 7 أكتوبر , مصراته , ليبيا , 2010 .

16. نجم ليون واخرون , الكيمياء التحليلية (2) القسم العملي , منشورات جامعة حلب , سوريا , 2002.

17. عمر فاروق ، عمر مرتض ، سعدية سحر , الكيمياء اللاعضوية (الجزء العملي) , منشورات جامعة حلب , حلب , سوريا , 1993.

18. علي زايد الربيعي , المبادئ والتجارب المعملية في الكيمياء الغير العضوية , المكتب الوطني للبحث والتطوير (وزارة التربية والتعليم – طرابلس/ليبيا) , منشورات دار الكتب الوطنية , بنغازي , ليبيا , 2007.

19. الحصاوي عوض , عبد الرؤوف عبد المنعم , النقاش سهيل , الأسس النظرية والعملية للتحليل الكيميائي النوعي , منشورات جامعة قار يونس , بنغازي , ليبيا , 1994.
20. كامل محمد قاسم , علي الميهوب عبد السلام , الكيمياء المعملية للمراحل الأولى من التعليم الجامعي , منشورات جامعة الفاتح , طرابلس , ليبيا , 1995.
21. الهادي زروق واخرون , كيمياء العناصر , منشورات المنظمة العربية للتربية والثقافة والعلوم , صفاقس , تونس , 1988.
22. أسماء عبد الحميد وآخرون , دراسة الخواص الكيميائية و الفيزيائية للمياه المعبأة من منطقة غرب ليبيا , المجلة الجامعة , منشورات جامعة الزاوية , الزاوية , ليبيا , المجلد الأول (1) , العدد (21) , 2019.
23. دليل المواصفات و المعايير القياسية الليبية , المركز الوطني المواصفات والمعايير القياسية الليبية , مركز البحوث الصناعية تاجوراء , طرابلس – ليبيا. الإصدار: م ق ل (82) : 1995.
24. عبد القادر الرابطي , محمد الغويل , تطور استخدام تقنيات تحليه المياه في الجماهيرية: تحديات الحضارة وأفاق المستقبل, منشورات جامعة طرابلس , ليبيا , المجلد (2) , العدد (1) , 1996.
25. ميلاد شلوف وآخرون , دراسة بعض الدلائل عن جودة المياه الجوفية في مدينة مصراتة , ليبيا ,مجلة علوم البحار والتقنيات البيئية , المجلد (2) , العدد (1) , 2018.
26. الرزوقي وآخرون , دراسة الخصائص الفيزوكيميائية والميكروبية للمياه المعبأة المنتجة والمستوردة في مدينة بغداد , العراق , منشورات المجلة العراقية للبحوث البيئية , مجلد (2) , العدد (3) , 2010.

27. مفتاح داعوب وآخرون , تقدير كمية المواد الصلبة المذابة والأس الهيدروجيني للمياه الجوفية في مدينة هون , ليبيا , منشورات المجلة الليبية العالمية , المجلد (1) , العدد (2) , 2005.

28. حسن أحمد شحاته , الكيمياء العامة , منشورات الدار المصرية اللبنانية , كلية العلوم , جامعة الازهر , القاهرة , مصر , 2009.

29. جميل نعمان شاهين , الطرائق العملية في المختبرات التعليمية , الطبعة الثانية , منشورات دار المناهج , عمان , الاردن , 2004.

30. جميل شاهين , خولة خطاب , المختبر المدرسي ودوره في تدريس العلوم التطبيقية , الطبعة الاولي , منشورات دار عالم الثقافة , عمان , الاردن , 2005.

31. منظمة الصحة العالمية , دليل الطرائق الاساسية في المختبرات الطبية , جنيف , سويسرا , 1983.

32. عبدالرحمن العبادي وأخرون , تحضير المحاليل الكيميائية , منشورات وزارة التربية والتعليم الاردنية (م ت / ق م / 95-1996) , عمان , الاردن , 1996.

33. الصديق الشكشوكي وأخرون , الكيمياء التحليلية والنووية , منشورات وزارة التربية والتعليم الليبية , طرابلس , ليبيا , 1981.

ثانيا: المراجع العلمية باللغة الانجليزية:

34. Vogel, G. H. Jeffry, J. Bassett, J. Mendham, R. C. Denney-(Quantitative chemical analy) , Fifth Edition Published in the United States with John Wiley & Sons, Inc., New York , 1989.

35. Jensen, William , The origin of pyrex, Journal of Chemical Education. 83 (5): 692, 2006.

36. Zhang, Jia-Zhong , Laboratory glassware as a contaminant in silicate analysis of natural water samples, Water Research. 33 (12): 2879-2883, 1999.

37. Campoi, M. L. , Dissolved organic carbon in rainwater: Glassware decontamination and sample preservation and volatile organic carbon, Atmospheric Environment. 41 (39): 8924-8931, 2007.

38. Fleming (I) , Selected Organic Synthesis, Willey, New York, USA, 1973.

39. M. E. Green & A. Turk , Safety in Working With Chemicals , Mc Millan Publishing Co. Ine. , 1978.

40. Royston, M. R., C. G. John, L. B., Rodewald & A. S. Wingrove, Modern Experimental Organic Chemistry 3rd Edition, New York, USA, 1980.

41. James E. Brady, John R. Holum, Fundementals Of Chemistry, Third Edition, John Wiley & Sons, 1988.

42. James E. Brady, John, Gerard E. Humiston, General Chemistry: (Principles And Structure), Third Edition, John Wiley & Sons, 1986.

43. Wiley, J. , Laboratory Experiment for Introction to chemiStry, by T. R. Dickson, 4th edition, New York, 1983.

44. Oxtoby, D. , Principles of modern chemistry, Sounders college publishing, New York, 1986.

45. Mustafa M. Sofia, Promotion of wind energy in Libya, Renewable Energy Authority of Libya (REAOL), Tripoli, Libya, 2012.

أنتهـــــــــ***ـــــــــي