

التحليل الطيفي

Spectrophotometer

قانون بير لامبيرت :

عند سقوط حزمة من الأشعة ذات شدة  $I_0$  وطول موجة واحدة  $\lambda$  على العينة فان جزء من هذه الأشعة يمتص بواسطة جزيئات المادة المذابة ( $I_a$ ) والجزء المتبقي ( $I_t$ ) ينفذ (Transmitted) خلال وعاء العينة

$$A = \log I_0 - \log I_t = \log \frac{I_0}{I_t}$$

$$T = \frac{I_t}{I_0} = \text{(النفادية)}$$

$$T = \frac{I_t}{I_0} \times 100$$

ولقد وجد أن  $A = a.l.C$

معامل الامتصاص  $a =$  وهو مميز للمادة عند طول موجة  $\lambda_{\max}$

$C$ : التركيز.  $l$ : طول المسار

عند استخدام المولارية للتعبير عن التركيز فان معامل الامتصاص يسمى في هذه الحالة بمعامل الامتصاص الجزيئي (Molar absorptivity) ووحداته  $l.mol^{-1}.cm^{-1}$  ويرمز له بالرمز  $\epsilon$  وتتراوح قيم معامل الامتصاص الجزيئي :

$$\epsilon = 10^{-2} - 10^5 l.mol^{-1}.cm^{-1}$$

وكما كانت قيمة معامل الامتصاص كبيرة كلما كان الامتصاص كبيرا وكلما أمكن تقدير تركيز مخففة جدا من المادة

$$A = \log \frac{I_0}{I_t} = -\log \frac{I_t}{I_0} = -\log T = \epsilon . c . l$$

## تجارب في التحليل الآلي

$$A = -\log T = -\log \frac{\%T}{100}$$

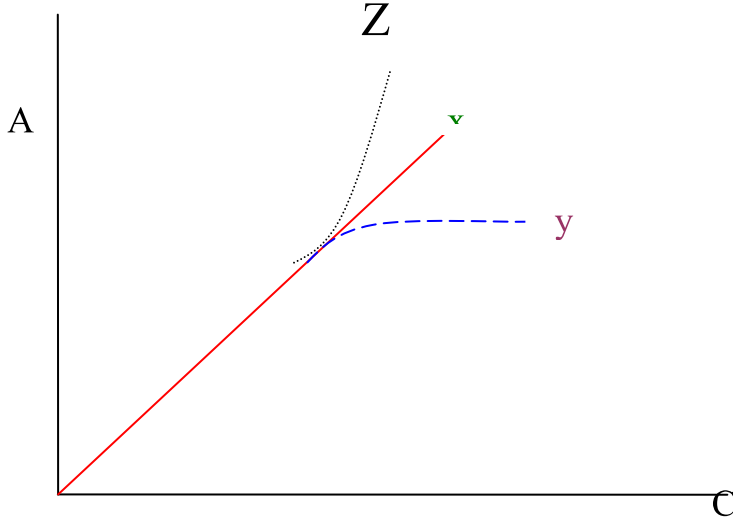
وتحتوي أجهزة الطيف علي مقياس يمكن من قراءة الامتصاص ( $A$ ) أو النسبة المئوية للنفاذية ( $\%T$ )

$\%T$		90	100
$A$	1.0	0.05	0.0

$$A = -\log \frac{\%T}{100} = -\log \frac{10}{100} = -\log 0.1 = 1$$

$$A = -\log \frac{\%T}{100} = -\log \frac{90}{100} = -(-0.0457) = 0.05$$

الحيود عن قانون بير-لامبرت



شكل (K) الحيود من قانون بير لامبرت من خلال منحنى التدرج القياسي

العلاقة بين الامتصاص والتركيز علاقة خطية وهناك بعض العوامل التي تجعل العلاقة تحيد إلى اعلي (حيود ايجابي) أو إلى أسفل (حيود سلبي) وخاصة عند التراكيز العالية ويرجع ذلك إلى الجهاز المستخدم أو تغيرات كيميائية في المحلول يمكن حساب التركيز إذا علم كل من  $A, \epsilon, l$  وذلك بتطبيق قانون بير ويتم الحصول علي منحنى قياسي عن طريق تحضير عدة محاليل قياسية للمادة المراد تحليلها ثم رسم العلاقة بين الامتصاص (A) والتركيز (C) ومنها يمكن الحصول علي معامل الامتصاص الجزيئي ( $\epsilon$ ) من ميل الخط المستقيم

## تجارب في التحليل الآلي

$$A = \epsilon \cdot C \cdot l = \epsilon \cdot l \cdot C$$

$$\epsilon \cdot l = \text{الميل}$$

$$\text{slope} = \epsilon \cdot l$$

$$\therefore \epsilon = \frac{\text{slope}}{l}$$

يمكن استخدام قانون بير لتحليل مخلوط مكون من مادتين إذا وجد طول موجة تمتص فقط عندها احدي المادتين وطول موجة أخرى تمتص فقط عندها المادة الاخرى عندها يتداخل طيف المادتين كما هو الحال بالنسبة للمادتين M,N فيمكن تحليل المخلوط إذا كانت المادتين المكونتين للمخلوط تختلفان في مقدار الامتصاص عند طول موجتين معينتين مثل  $\lambda_1, \lambda_2$  حيث أن :

$$A = \epsilon \cdot c \cdot l$$

$$A_1 = \epsilon_M^1 \cdot c_M \cdot l + \epsilon_N^1 \cdot c_N \cdot l = \lambda_1$$

$$\epsilon_M^2 \cdot c_M \cdot l + \epsilon_N^2 \cdot c_N \cdot l = \lambda_2$$

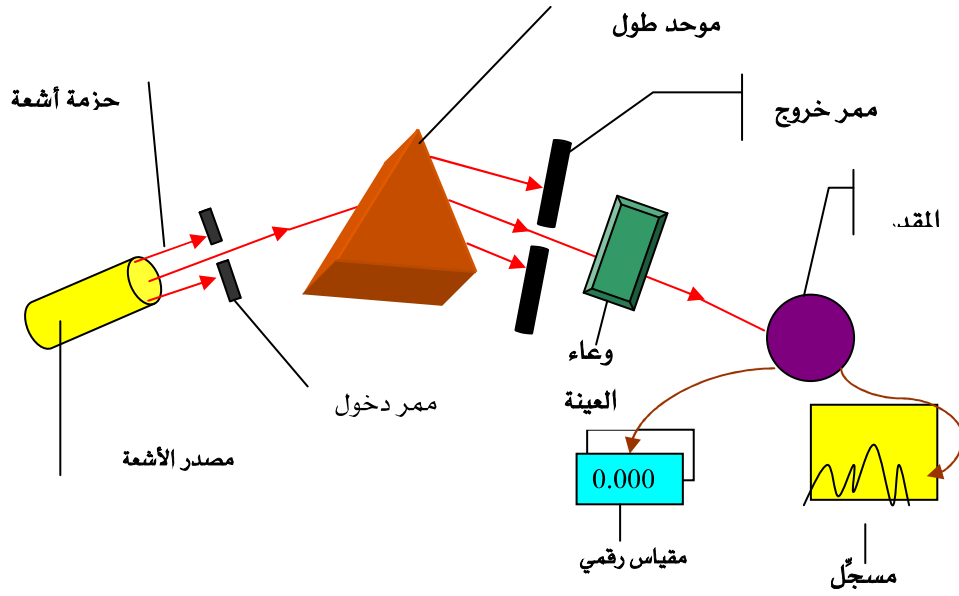
يمكن الحصول علي قيم معاملات الامتصاص  $\epsilon_M^1, \epsilon_M^2, \epsilon_N^1, \epsilon_N^2$  عن طريق تحضير محاليل قياسية لكل من (M,N) عند  $\lambda_1, \lambda_2$  لنحصل على قيم معاملات الامتصاص المذكورة بالنسبة إلي قيم  $A_1, A_2$  وكذلك  $l$  نحصل عليهم بقياس طيف الامتصاص للمخلوط (M,N) وتبقي فقط  $c_M, c_N$  فيمكن حسابهما عن طريق حل المعادلتين السابقتين

## الامتصاص الجزيئي للطف المرئي والفوق بنفسجي

### تمهيد نظري:

تعتبر طرق الامتصاص الجزيئي للطف المرئي والفوق بنفسجي من أكثر طرق التحليل الكمي استعمالاً. وتعتمد هذه الطرق على امتصاص الأشعة المرئية أو فوق البنفسجية بواسطة جزيئات المادة في المحلول، ويتناسب هذا الامتصاص تناسباً طردياً مع تركيز المادة. تستخدم طريقة الامتصاص الجزيئي للطف المرئي (الطريقة اللونية) (الطريقة اللونية) (visible molecular spectrometry (colorimetry) في تحليل المواد الملونة في المجال (380-780 nm) ، بينما تستخدم طريقة الامتصاص الجزيئي للطف الفوق بنفسجي (ultraviolet molecular spectrometry في تحليل المواد التي تمتص في المجال فوق البنفسجي (200-380 nm).

يتكون جهاز الطيف المرئي والفوق بنفسجي من مصدر للأشعة (radiation source) تسلط على المادة الموجودة في وعاء العينة (sample cell)، وقبل توجيه أشعة المصدر إلى المادة يجب أن تفصل بحيث يُسمح فقط للمجال الطيفي المطابق لطيف المادة بالمرور خلال وعاء العينة، ويتم فصل الأشعة بواسطة ما يسمى موحد طول الموجة monochromator. وبعد ذلك يتوجه الشعاع النافذ من موحد طول الموجة إلى وعاء العينة، حيث تقوم العينة بامتصاص جزء من الأشعة، يتم تقدير هذا الامتصاص من خلال معرفة الأشعة النافذة من وعاء العينة إلى المقدر detector الذي يقيس شدة الأشعة الساقطة عليه ومن ثم تعرض استجابة المقدر بواسطة آلة العرض والتي تكون إما مقياس رقمي أو مسجل .



شكل (1): رسم توضيحي لجهاز الطيف ذو النظام الأحادي الحزمة

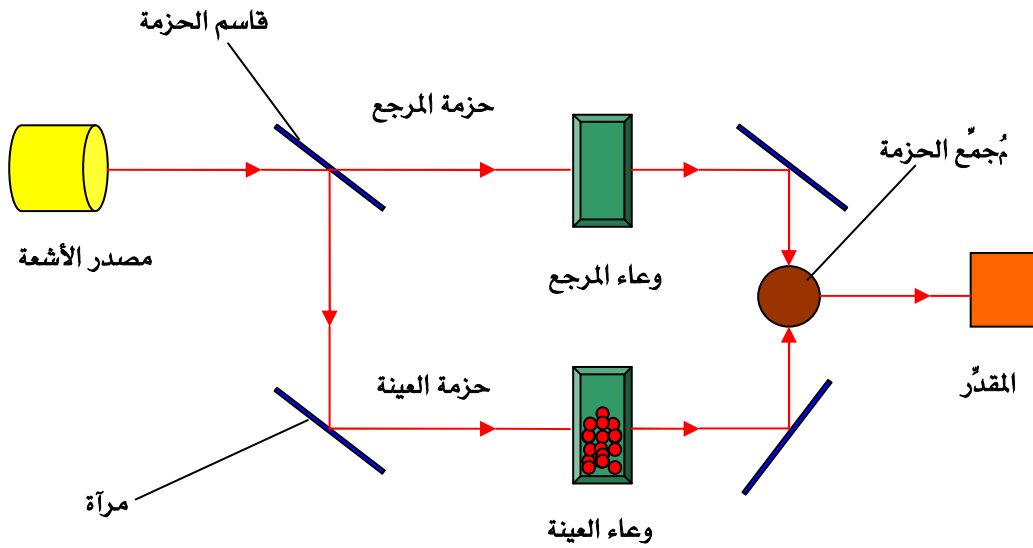
### تصميم أجهزة القياس:

#### ١- النظام أحادي الحزمة Single-Beam System:

في هذا النظام يتم ترتيب أجزاء الجهاز كما هو موضح بالشكل (1)، وهذا النظام لا يصلح لطرق الامتصاص الطيفي لعدة أسباب منها أن هذا النظام يقيس مجموع الأشعة المفقودة وليس فقط الجزء الممتص بواسطة المادة، حيث أن الأشعة قد تفقد عن طريق السطوح العاكسة (جدران وعاء العينة)، بالإضافة إلى أن الخطأ الناتج من عدم ثبات شدة أشعة المصدر لا يمكن تلافيه باستعمال هذه النظام حتى ولو استخدم المحلول الخالي Blank .Solution

٢- النظام ثنائي الحزمة Double-Beam System:

تعتمد طرق الامتصاص الطيفي على قياس شدة الأشعة قبل وبعد مرورها خلال العينة. ولذا فإن أي اختلاف في شدة المصدر يسبب خطأ كبيراً في القياس، لهذا فإن النظام أحادي الحزمة لا يصلح لهذه الطرق، ولحل هذه المشكلة اعتمد النظام ثنائي الحزمة شكل (٢)



شكل: (٢) رسم تخطيطي لجهاز الطيف ذو النظام الثنائي

تجربة رقم (٢٢)

## تقدير الكروم باستخدام جهاز الأشعة المرئية

تمهيد نظري:

تهدف التجربة إلى التحقق من قانون بير- لامبيرت وذلك برسم منحنى تغير الامتصاص بدلالة التركيز وهو عبارة عن خط مستقيم

المواد المطلوبة :

١- نترات الكروم

٢- ماء مقطر

الأدوات المطلوبة :

١- جهاز الأشعة المرئية

٢- ميزان حساس

خطوات العمل :

١- حضر محلولاً قياسياً من نترات الكروم تركيزه 60g/l واحسب عدد المولات في اللتر

٢- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل التالية في أربعة دوارق سعة 25ml علي التوالي 6ml ، 9ml ، 12ml ، 16ml من المحلول القياسي ثم أكمل الحجم حتى 25ml بالماء المقطر

٣- أملا الخلية الأولى بالماء المقطر ( المذيب ) والثانية بمحلول نترات الكروم الأكثر تركيزاً والثالثة بالمحلول الذي يليه وهكذا .

٤- ارسم منحنى طيف الامتصاص باستخدام الخلية الثانية (الأكثر تركيزاً) وذلك بتغير قيمة الطول الموجي  $\lambda$  عشرة فعشرة بين (500 – 700nm)

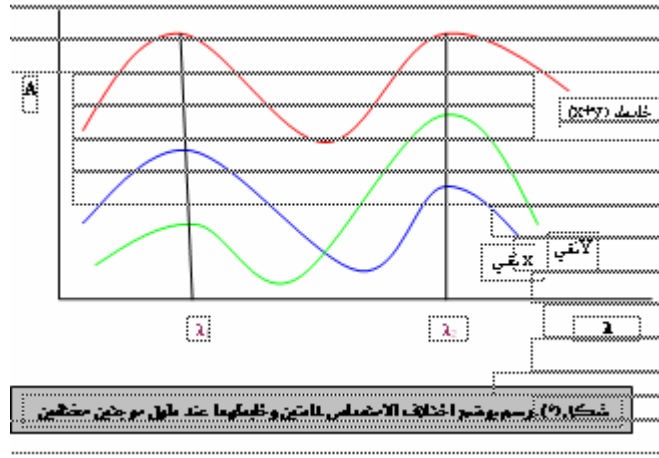
- ٥- ضع المحلول الخالي عند كل طول موجة وصفر الجهاز كل مره جاعلا الامتصاص يساوي صفر
- ٦- حدد الطول الموجي  $\lambda_{max}$  المرافق للامتصاص الاعلي باستخدام المنحني
- ٧- بعد تحديد  $\lambda_{max}$  قس الامتصاص (A) للمحاليل المحضرة بما فيها المحلول القياسي وذلك بعد تثبيت  $\lambda_{max}$  التجريبية
- ٨- ارسم المنحني  $A = f(c)$  أي تغير الامتصاص بدلالة التركيز
- ٩- خذ المحلول المجهول وقس امتصاصه عند طول الموجة  $\lambda_{max}$
- ١٠- حدد تركيز المحلول المجهول باستخدام المنحني  $A = f(c)$

تجربة رقم (٢٣)

التحليل الطيفي لمخلوط من برمنجينات ودايكرومات البوتاسيوم

تمهيد نظري:

تمتص كل من دايكروات البوتاسيوم  $Cr_2O_7^{--}$  (لونها برتقالي) وبرمنجينات البوتاسيوم  $MnO_4^-$  (لونها بنفسجي) بشكل قوي في المجال المرئي وتعتمد التجربة على إيجاد معامل الامتصاص الجزيئي لكل من  $Cr_2O_7^{--}$  و  $MnO_4^-$  عند  $440nm$  و  $545nm$  باستخدام محاليل قياسية لكل منهما ثم يحسب تركيز المحلول المجهول عن طريق المعادلتين:



$$l = 1cm$$

المواد المطلوبة:

- ١- حمض كبريتيك مركز
- ٢- فوق يودات بوتاسيوم
- ٣- محلول قياسي من كبريتات المنجنيز ويحضر كمايلي:

جفف 1g من كبريتات المنجنيز لمدة ساعة في فرن درجة حرارته  $110^{\circ}C$  وضعها نصف ساعة في مجفف ثم زن منها 0.08g وضعها في كأس سعة 400ml ثم نوبها في 150ml من الماء المقطر ثم انقل محتويان الكأس إلي دورق عياري سعة 250ml وأكمل الحجم بالماء المقطر حتي العلامة حضر محلول قياسي من دايكرومات البوتاسيوم  $K_2Cr_2O_7$  (0.017M) في دورق سعة 250ml ويحضر كالآتي:

جفف 2.0g من دايكرومات البوتاسيوم لمدة ساعتين علي الأقل في درجة حرارة  $120^{\circ}C$  برد لمدة 40 دقيقة ثم زن منها 0.125g وضعها في كأس سعة 400ml ثم نوبها في 150ml ماء مقطر ثم انقل محتويات الكأس إلي دورق قياسي سعة 250ml وأكمل الحجم حتي العلامة بالماء المقطر .

#### الأدوات المستخدمة

- ١- دوارق مخروطية سعة 250ml
- ٢- مخبار مدرج سعة 10ml
- ٣- ميزان حساس
- ٤- دوارق قياسية سعة 250ml
- ٥- كأس سعة 400ml
- ٦- فرن تجفيف

#### خطوات العمل :

- ١- تحديد معامل الامتصاص المولاري ( $\epsilon$ ) للبرمنجنينات
- أ- انقل الأحجام التالية : 10,15,25 ml من محلول البرمنجنينات القياسي إلي ثلاثة دوارق مخروطية سعة 250ml بها 50ml ماء

ب- أضف لكل دورق  $10ml$  من حمض الكبريتيك المركز بحذر شديد باستخدام  
مخبر مدرج ثم أضف  $0.5g$  من فوق يودات البوتاسيوم  $KIO_4$  لكل دورق

ج - سخن كل الدورق حتي الغليان لمدة عشر دقائق

د- برد ثم انقل محتوى كل دورق مخروطي إلي دورق قياسية سعة  $250ml$   
وأكمل بالماء المقطر حتي العلامة

هـ - قس الامتصاص للدورق الثلاثة في طول موجي  $440nm$  و  $545nm$   
واستخدم  $0.5M$  من حمض الكبريتيك كمحلول خالي.

و- احسب معامل الامتصاص المولاري ( $\epsilon$ ) حيث  $\left(\epsilon = \frac{A}{C}\right)$  في الطول الموجي

$440nm$  و  $545nm$

٢- تحديد معامل الامتصاص المولاري ( $\epsilon$ ) للدايكرومات:

أ- انقل الأحجام التالية :  $10,15,25ml$  من محلول الدايكرومات القياسي إلي دورق  
قياسية سعة  $250ml$  ثم أضف لكل دورق  $100ml$  ماء مقطر .

ب- أضف لكل دورق  $10ml$  من حمض الكبريتيك المركز بحذر شديد وذلك  
باستخدام مخبر مدرج ثم اخلط جيدا ثم أكمل بالماء المقطر حتي العلامة.

ج- قس الامتصاص للدورق الثلاثة في الطول الموجي  $440nm$  و  $545nm$   
واستخدم  $0.05M$  من حمض الكبريتيك كمحلول خالي.

د- احسب معامل الامتصاص المولاري ( $\epsilon$ ) عند الطول الموجي

$440nm$  و  $545nm$

٣- تحليل الخليط : خذ خليط من  $MnO_4^-$  و  $Cr_2O_7^{2-}$  من المحضر ثم قس

الامتصاص للخليط في الطول الموجي  $440nm$  و  $545nm$ .

النتائج والحسابات:

- ١- حول أحجام البرمنجينات والدايكرومات المأخوذة من المحاليل القياسية ألي تركيز بالمولارية.
- ٢- سجل قيم الامتصاص لمحاليل البرمنجينات والدايكرومات.
- ٣- من قيم الامتصاص احسب ( $\epsilon$ ) البرمنجينات والدايكرومات في الطول الموجي  $440nm$  و  $545nm$  للتركيز المختلفة.
- ٤- احسب متوسط ( $\epsilon$ ) لكل من البرمنجينات والدايكرومات في الطول الموجي  $440nm$  و  $545nm$ .
- ٥- سجل قيم الامتصاص لخليط من البرمنجينات والدايكرومات في الطول الموجي  $440nm$  و  $545nm$ .
- ٧- عوض في المعادلتين السابقتين (1) و (2) وحلها أنيا و اوجد تركيز البرمنجينات والدايكرومات في الخليط.

تجربة رقم (٢٤)

تقدير الحديد طيفيا باستخدام الأشعة المرئية

تمهيد نظري:

يتفاعل الحديد الثلاثي  $Fe^{+3}$  مع ايون الثيوسيانات لتشكيل المعقد  $[Fe(SCN)_6]^{-3}$  ذو اللون الأحمر. يستخدم هذا المعقد لتعيين الحديد بالطرق الطيفية الضوئية. يستخدم حمض النيتريك أو الهيدروكلوريك لمنع حلامة الحديد ولا يستخدم حمض الكبريتيك لأنه قد يشكل معقدات مع ايون الحديد الثلاثي.

المواد المستخدمة:

- ١- كبريتات حديدك .
- ٢- محلول قياسي من ايونات الحديد  $Fe^{+3}$  بتركيز 100mg/l.
- ٣- حمض نيتريك 4M.
- ٤- محلول ثيوسيانات البوتاسيوم 2M.

طريقة العمل:

- ١- ضع في أربعة دوارق معايرة سعة 50ml الأحجام 10,20,30,35ml من المحلول القياسي للحديد  $Fe^{+3}$  ثم أضف إليها 5ml من ثايوسيانات البوتاسيوم 2M و 3ml من حمض النيتريك 4M وأكمل الحجم إلي 50ml بالماء المقطر.
- ٢- حضر المحلول الخالي (المذيب) من كل الكواشف السابقة عدا ايون الحديد أي 5ml من ايون الثايوسيانات و 3ml من حمض النيتريك ثم أكمل الحجم إلي 50ml بالماء المقطر.

٣- أملا الخلية الأولى بالمذيب والخلية الثانية بالمحلول الأقل تركيزا واقراء امتصاص هذا المحلول عند  $480nm$  التي توافق  $\lambda_{max}$  لطيف امتصاص  $[Fe(SCN)_6]^{-3}$ .

٤- اعد الخطوة السابقة مع باقي المحاليل الاخري وارسم منحنى الامتصاص بدلالة التركيز  $A = f(c)$ .

٥- خذ  $25ml$  من المحلول المجهول وأضف إليها في دورق معايرة سعة  $50ml$ .  $5ml$  من ثايوسيانات البوتاسيوم و  $3ml$  من حمض النيتريك ثم أكمل الحجم إلى  $50ml$  بالماء المقطر.

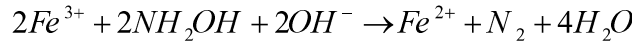
٦- إقراء امتصاص العينة عند طول الموجة نفسها واحسب تركيزها باستخدام المنحنى السابق  $A = f(c)$ .

### تقدير الحديد طيفيا باستخدام جهاز الأشعة المرئية

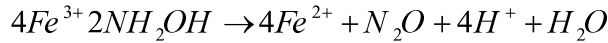
تمهيد نظري:

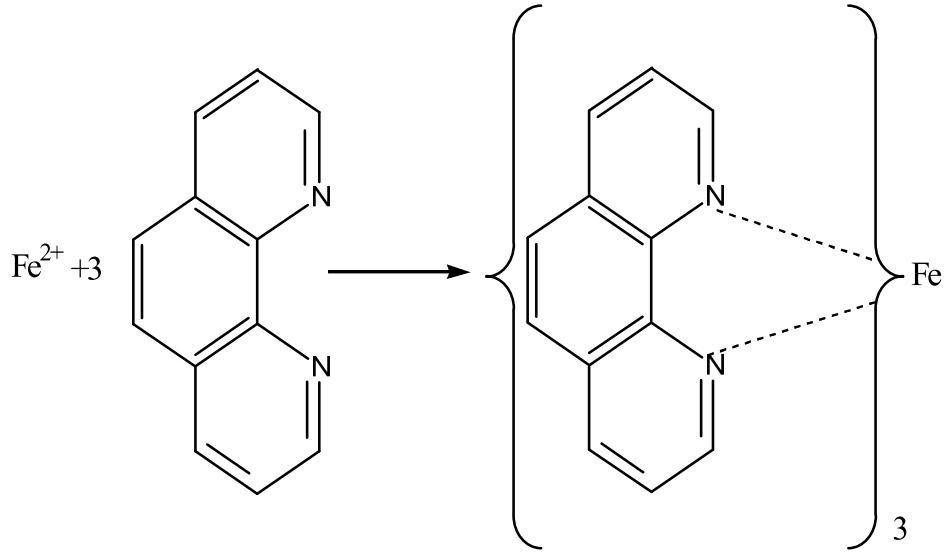
تعتمد هذه الطريقة على تكوين مترابك احمر برتقالي اللون بين الحديد الثنائي والمركب المخليبي ١،١٠،١ فينانثرولين (1,10 phenanthroline) وهذه الطريقة حساسة جدا لتعيين الحديد عن طريق الامتصاصية الجزيئية (Molar absorptivity) لهذا المترابك  $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$  وتبلغ الحساسية حوالي  $\epsilon = 11100 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  عند طول موجي  $\lambda_{\text{max}} = 508 \text{ nm}$  ولاتتأثر شدة اللون بالرقم الهيدروجيني عند ٢-٩ والمترابك ثابت ولا يتغير لونه بعد مضي فترة زمنية طويلة وتتناسب شدة اللون مع التركيز حسب قانون بير لامبيرت .

يضاف الهيدروكسيل امين  $NH_2OH$  ليختزل الحديد الثلاثي ( $Fe^{3+}$ ) إلي الحديد الثنائي ( $Fe^{2+}$ ) حسب المعادلة :



أو





المواد المطلوبة :

- ٧- ١٠، افينانثرولين.
- ٨- هيدروكسيل امين .
- ٩- خلات صوديوم.
- ١٠- كبريتات الحديد +٢ النشارية .
- ١١- حمض كبريتيك .
- ١٢- حمض هيدروكلوريك .
- ١٣- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ١- مخبار مدرج سعة لتر.
- ٢- ماصة حجميه.

٣- مخبار مدرج أحجام مختلفة.

خطوات العمل :

١- يحضر المحلول القياسي من الحديد الثنائي كالآتي :

يؤخذ 0.07g من كبريتات الحديد النشارية  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  وتذاب في الماء في دورق سعة لتر ثم يضاف 2.5ml من حمض الكبريتيك المركز ويكمل الحجم إلي لتر وهذا المحلول تركيزه (10ppm).

٢- يحضر محلول الفينانثرولين بأخذ 0.1g وإذابتها في 100ml ماء مقطر مع التسخين البسيط لإتمام عملية الذوبان.

٣- يحضر محلول الهيدروكسيل امين بأخذ 10g وإذابتها في 100ml ماء مقطر وكذلك محلول خلات الصوديوم.

٤- خذ بواسطة ماصة حجميه 1,2,5,5,10,25,ml من محلول الحديد الثنائي إلي خمسة دوارق سعة 100ml .

٥- أضف إلي كل دورق من هذه الدوارق 1ml من الهيدروكسيل امين و 5ml من الفينانثرولين (الكاشف الطيفي) و 8ml من محلول خلات الصوديوم وذلك لمعادلة الحمض وتثبيت الـpH عند 3.5.

٦- بعد حوالي عشرة دقائق من إضافة الكاشف اللوني يتكون المركب المعقد ويظل ثابتا لفترة طويلة .

٧- خذ في دورق حجمي 50ml من الماء المقطر وأضف إليها محلول الحديد القياسي ومحلول هيدروكسيل امين و خلات الصوديوم وأكمل حتي العلامة ويستخدم كمحلول خالي (blank) .

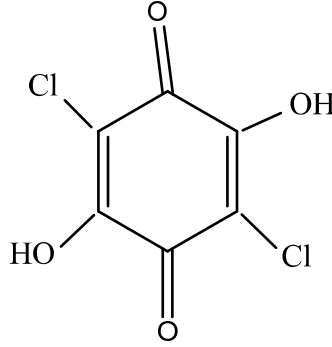
- ٨- قس طيف الامتصاص للمركب المعقد الأحمر الذي يتكون في كل دورق قياسي مستخدماً المحلول القياسي عند طول موجي  $\lambda_{\max} = 508nm$ .
- ٩- خذ عينة الحديد المجهولة ويحضر محلول الحديد المجهول ويستخدم نفس الكمية من الحديد ويضاف إليها بقية الإضافات للحصول على محلول خالي (blank).
- ١٠- يقاس طيف الامتصاص للعينة المجهولة عند  $\lambda_{\max} = 508nm$ .
- ١١- احسب تركيز العينة المجهولة.

تجربة رقم (٢٥)

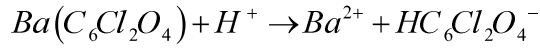
التقدير الطيفي غير المباشر للكبريتات

تمهيد نظري:

الفكرة العامة هي أن التجربة تعتمد علي قياس امتصاص مركب لا يحتوي على المادة المراد تحليلها وإنما ينتج من هذه المادة مادة أخرى لذا فان امتصاص هذا المركب الناتج يتناسب مع تركيز المادة المراد تحليلها .  
تعتمد هذه الطريقة علي أن الراسب الشحيح النوبان كلوروانيلات الباريوم عند تأينه في وسط حمضي يعطي ايون الكلوروانيلات ذو اللون الأحمر



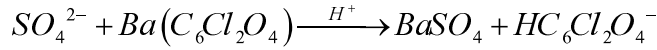
Chloranilic acid(2,5-diChloro-3,6-dihydro-1,4-benzoquinone)



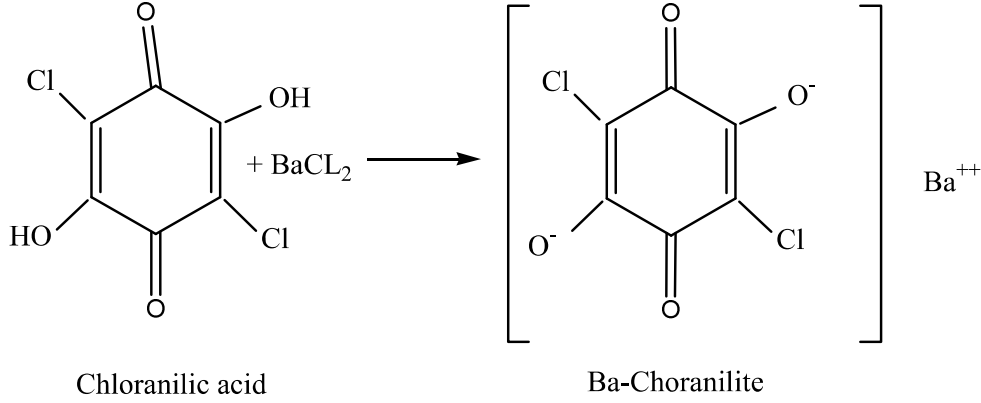
أنيون ملون (احمر بنفسجي) راسب

عند إضافة ايون  $SO_4^{2-}$  لكلورو انيلات الباريوم يتكون راسب ابيض من  $BaSO_4$

وتتحر ايونات الكلوروانيلات الملونة لها  $(\epsilon = 0.2 \times 10^3)$  عند  $\lambda_{max} = 530nm$



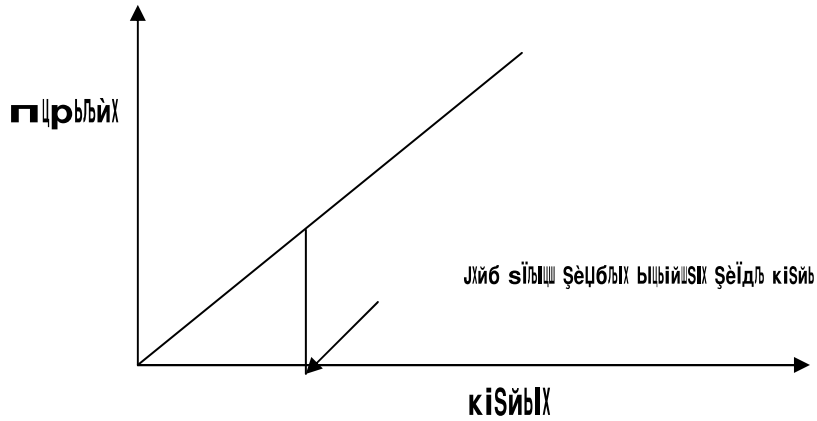
إن امتصاص المركب الملون يتناسب مع تركيز ايون الـ  $SO_4^{2-}$  وبقياس امتصاص هذا المركب الملون يمكن معرفة تركيز ايون  $SO_4^{2-}$ .



### خطوات العمل:

- ١- يحضر محلول كلوروانيلات الباريوم Barium Chloranilate خذ 0.1% حمض كلورانليك وأضف إليها 5% كلوريد باريوم حيث يتكون راسب اتركه لمدة ٢٤ ساعة ورشحة واغسله بالماء المقطر عدة مرات للتخلص من ايونات الكلوريد الزائدة ثم اغسل الراسب بالكحول الايثيلي والايثر واتركه في فرن عند درجة حرارة  $60^{\circ}C$  لمدة ساعة .
- ٢- محلول منظم له رقم هيدروجيني  $pH = 4$  ويحضر من 0.05M من بوتاسيوم هيدروجين فثاليت Potassium Hydrogen Phthalate.
- ٣- مبادل كاتيوني للتخلص من الكاتيونات الملونة التي قد تتداخل في القياس
- ٤- مرر محلول الكبريتات المطلوب معرفة تركيزه على مبادل كاتيوني للتخلص من الكاتيونات التي تتداخل في عملية التحليل ثم يضبط الـ  $pH = 4$  باستخدام محلول مخفف من  $NH_4OH$  أو  $HCl$ .

- ٥- خذ حوالي 40ml من محلول الكبريتات إلي دورق قياسي سعة 100ml ثم أضف 10ml من المحلول المنظم  $pH = 4$  ثم 50ml من الكحول الايثيلي ثم أكمل الحجم إلي 100ml بالماء المقطر ثم أضف 0.3g من كلوروانيلات الباريوم ورج المحلول لمدة 10 دقائق حتي يتكون راسب ابيض من  $BaSO_4$
- ٦- رشح المحلول للتخلص من راسب  $BaSO_4$  والزيادة من راسب كلوروانيلات الباريوم .
- ٧- قس امتصاص الرشيح ذو اللون الأحمر البنفسجي عند  $\lambda_{max} = 530nm$  مقابل المحلول الخالي الموجود به جميع المكونات في الخطوة (٥) عدا الكبريتات .
- ٨- حضر 5 محاليل قياسية من الكبريتات باستخدام  $K_2SO_4$  وعامل كل منهما كما في الخطوات السابقة .
- ٩- ارسم منحنى التعبير القياسي للخمس تركيزات عند  $\lambda_{max} = 530nm$  واوجد تركيز العينة المجهولة من المحنى القياسي .

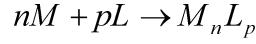


دراسة المعقدات

المعايرة الطيفية للنحاس (+2) باستخدام الـ EDTA

تمهيد نظري:

إن الطرق الطيفية مناسبة لدراسة المركبات المعقدة وخاصة الغير ثابتة . نفترض تكوين المعقد  $(M_nL_p)$  حيث M ترمز إلي ايون الفلز و L إلي اللاقط (Ligand)



حيث: nM: ايون الفلز

pL اللاقط

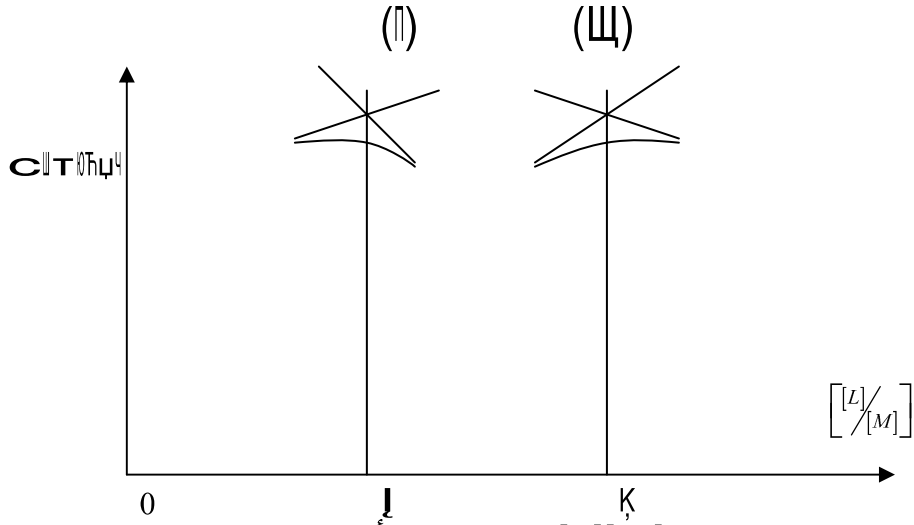
$M_n L_p$  المركب المعقد

النسبة  $\left(\frac{L}{M}\right)$  مهمة في حالة تعيين ثابت الاتزان وكذلك التحليل الكمي لأننا

يجب أن نعرف بالضبط الزيادة من L التي يجب أن نضيفها حتي نجبر الاتزان في اتجاه تكوين  $(M_nL_p)$  وذلك لنتأكد أن كل من M قد تفاعلت وهذه النسبة  $[L][M]$  يمكن تعيينها .

طريقة النسبة الجزيئية (Molar Ratio Method)

في هذه الطريقة تحضر سلسلة من المحاليل للمركب المعقد بحيث يثبت تركيز احدي مكوناته وغالبا نثبت تركيز ايون لفلز بينما يتغير تركيز اللاقط (Ligand) وبذلك نحصل على محاليل.



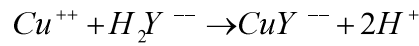
في كل منه نسبة من  $[L][M]$  مختلفة عن الأخر ويقاس الامتصاص لكل محلول عند تراكيز مختلفة ثم نرسم العلاقة بين الامتصاص والنسبة  $[L][M]$  شكل يوضح طريقة النسبة الجزيئية.

(أ) معقد بنسبة  $ML (1:1)$ .

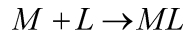
(ب) معقد بنسبة  $ML_2 (1:2)$ .

يلاحظ أن امتصاص المركب المعقد يزداد بزيادة تركيز  $[L]$  حتي نصل إلي النسبة الجزيئية للمركب المعقد والتي عندها تفاعلت كل كمية  $M$  الموجودة مع كل كمية  $L$  مضافة وبعد ذلك فان زيادة من  $L$  سوف لا تؤثر على الامتصاص ونحصل على مستقيمين متقاطعين عند النسبة الجزيئية للمركب المعقد أي عند نقطة التكافؤ .

يتفاعل النحاس  $Cu^{+2}$  مع الـ EDTA طبقا للمعادلة :

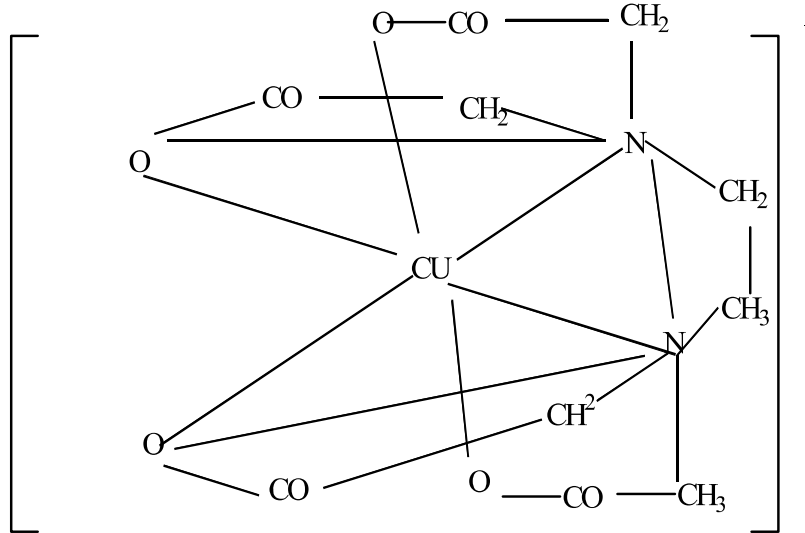
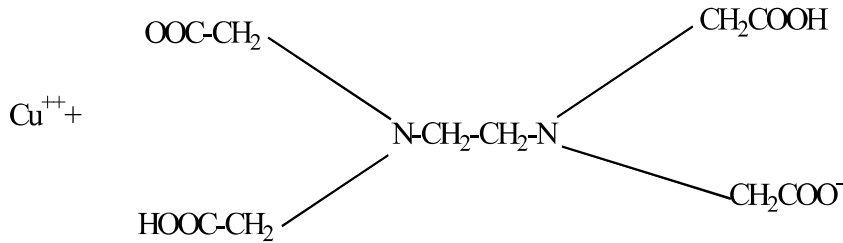


تجارب في التحليل الآلي



حيث: M أيون الفلز

L اللاقط



EDTA : Ethylene DiammineTetraaceyic Acid(disodium salt)

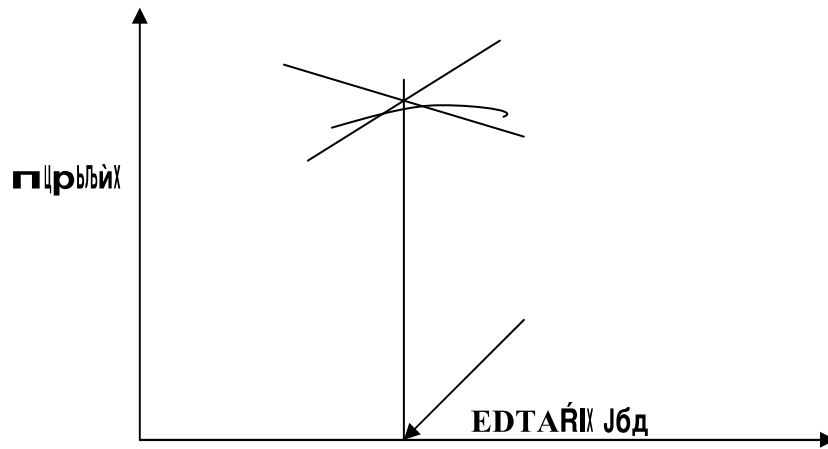
يقاس امتصاص المحلول أثناء المعايرة عند  $\lambda_{\max} = 625nm$  حيث أن كل من  $Cu^{2+}$  و  $CuY^{2-}$  يمتصان عند  $\lambda_{\max} = 625nm$  إلا أن المعقد  $CuY^{2-}$  يمتص بشكل

اقوي من  $Cu^{2+}$  وعند رسم العلاقة بين حجم محلول الـ EDTA المضاف (اللاقط  $L_1$ ) والامتصاص نجد أن الامتصاص يزداد إلي أن يصل إلي نقطة التكافؤ ويلعب الرقم الهيدروجيني دورا مهما في تركيب المعقد ويتم التفاعل عند  $pH = (2.4 - 2.8)$  لذلك يجب تثبيته باستخدام محلول منظم من خلات الصوديوم وحمض الهيدروكلوريك ليعطي الرقم المحدد المذكور .

#### المواد المطلوبة :

- 1- محلول منظم من حمض الهيدروكلوريك وحمض الخل (4.1g) من خلات الصوديوم إلي 50ml من الماء المقطر ثم يضاف حمض الهيدروكلوريك (0.1M) حتي نصل إلي الرقم 2.2 بواسطة الـ  $pH - meter$  .
- 2- يحضر محلول الـ EDTA تركيزه (0.2M) من الملح الصوديومي للـ EDTA خطوات العمل :
  - 1- ضع 10ml من  $Cu^{2+}$  في خلية جهاز المطياف وخفف بالماء المقطر واستخدم المقلب المغنطيسي وثبت الطول الموجي عند  $\lambda_{max} = 625nm$  .
  - 2- أضف 1ml من الـ EDTA ثم قس الامتصاص مقابل المحلول الخالي.
  - 3- كرر الخطوة (2) بزيادة حجم الـ EDTA المضاف تدريجيا وقس شدة الامتصاص وقرب نقطة التكافؤ (عندما تقترب قيم شدة الامتصاص ) تضاف أحجام قليلة من الـ EDTA.
  - 4- ارسم علاقة بين شدة الامتصاص وحجم الـ EDTA المضاف بالمليمتر وينتج من ذلك مستقيمين متقاطعين.
  - 5- مد المستقيمين المتقاطعين عند نقطة التكافؤ ومن المنحني اوجد حجم الـ EDTA المكافئ للنحاس  $Cu^{2+}$  .

٦- احسب التركيز المولاري للنحاس  $Cu^{2+}$ .



دراسة طيفية لتركيب المركبات المعقدة مثل الحديد (٢+) مع 1.10  
phenanthroline

تمهيد نظري :

لدراسة النسبة الجزيئية بين الكاشف الطيفي والمادة المراد قياسها نجد ان هنالك  
ثالث طرق للقيام بذلك هي :

١- طريقة المسبة الجزيئية

٢- طريقة المتغيرات المستمرة

٣- طريقة نسبة الميل

طريقة النسبة الجزيئية Molar Ratio Method

في هذه الطريقة يثبت تركيز ايون الفلز ويزداد تركيز الكاشف اللوني تدريجيا  
المواد المستخدمة :

١- كبريتات الحديد (٢+) النشادرية (0.0005M)

٢- الكاشف الطيفي (1.10phenanthroline) تركيزه (0.0005M).

٣- خلات الصوديوم 10g /100ml.

٤- هيدروكسيل امين 10g /100ml.

خطوات العمل:

١- حضر ١ دورق قياسي سعة 50ml وضع في كل دورق

1.10 phenanthroline + 8ml NaAc + 1ml NH<sub>2</sub>OH + 4ml Fe<sup>++</sup>

## تجارب في التحليل الآلي

رقم الورق	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
حجم ثابت من حديد $Fe^{++}$	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
حجم الكاشف الكيفي	4	6	8	10	12	14	16	18	20	22	24
شدة الامتصاص											

ثم خفف بالماء المقطر حتي العلامة  $50ml$  ثم انتظر  $10_{min}$  ليثبت اللون.

٢- قس شدة الامتصاص لكل ورق مقابل المحلول الخالي عند  $\lambda_{max} = 508nm$

٣- ارسم العلاقة بين شدة الامتصاص  $\frac{[M]}{indicator}$  نحصل على خطين مستقيمين ويتمديهما يلتقيان عند نقطة تحدد نسبة عدد مولات الكاشف إلي عدد مولات الحديد  $(2+)$  في المركب المعقد.

الطريقة الثانية:

### طريقة التغيرات المستمرة Continues variation method

يثبت مجموع التراكيز المولارية للحديد  $(2+)$  والكاشف الطيفي في المحلول ولكن نغير نسبة كل منهما إلي الآخر.

خطوات العمل :

١- انقل الحجم الموضحة في الجدول التالي من الحديد  $(2+)$  الي ١١ ورق قياسي سعة  $50ml$  ثم أضف الي كل منهما  $1ml$  من الهيدروكسيل امين (عامل مختزل)  $+ NaAC$   $8ml$  ثم أضف الي كل الدوايق على التوالي الحجم المبينة في

## تجارب في التحليل الآلي

الجدول من الكاشف الطيفي (1.10phenanthroline) ثم خفف بالماء حتي العلامة 50ml ثم انتظر  $10_{\min}$

٢- قس شدة الامتصاص عند  $\lambda_{\max} = 508nm$  مقابل المحلول الخالي

رقم الدورق	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
حجم $Fe^{+2}$ ذو التركيز $5 \times 10^{-4} M$	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
حجم الكاشف الطيفي ذو التركيز $5 \times 10^{-2} M$	20	18	16	14	12	10	8	6	4	2	0
الكسر الجزيئي $\frac{V_M}{V_M + V_L}$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
شدة الامتصاص											

٣- ارسم العلاقة بين شدة الامتصاص والكسر الجزيئي ومن الرسم نحصل على النسبة الجزيئية بين ايون الفلز والكاشف.

الطريقة الثالثة :

**Slope ratio method** طريقة نسبة الميل

طريقة العمل:

١- حضر سلسلتين من المحاليل في السلسلة الأولى تضاف كميات مختلفة من الحديد ( $2+$ ) إلي كميات زائدة وثابتة من الكاشف الطيفي (استخدم نفس الإضافات

- السابقة في الطريقتين ) وفي السلسلة الثانية تضاف كميات مختلفة من الكاشف الطيفي الي كميات زائده وثابتة من الحديد (+2) وبرسم العلاقة بين شدة الامتصاص وتركيز المكون المتغير نحصل على خط مستقيم لكل سلسلة وقياس ميله نستطيع معرفة النسبة الجزيئية للمركب المعقد
- ٢- انقل 30ml من الحديد (+2) الي 5 دوارق قياسية سعة 50ml ثم أضف 1-2-3-4-5ml من الكاشف الطيفي
- ٣- انقل 30ml من الكاشف الطيفي الي 5 دوارق قياسية سعة 50ml ثم أضف 1-2-3-4-5ml من حديد (+2) ثم اوجد تركيب المعقد الملون.

### تعيين الصيغة الجزيئية لمتراكب

تمهيد نظري:

يمكن استعمال ظاهرة امتصاص المتراكبات في المجال الضوئي وفوق البنفسجي في تعيين صيغتها الجزيئية وحساب ثابت تكوينها ويمكن استعمال طريقة النسبة المولية وطريقة التغير المستمر

المواد المطلوبة :

١- كلوريد نحاس ثنائي 0.005M

٢- ميثانول ثنائي ايثل الثيوكرامات 0.005M

الأدوات المطلوبة :

١- دوارق حجميه سعة 25ml, 250ml

٢- ماصة مدرجة سعة 1ml.

طريقة العمل:

أ- طريقة النسبة المولية :

- ١- حضر سلسلة المحاليل التي تحتوي على الكمية نفسها احد ايونات الفلز وسلسلة تحتوي على تراكيز مختلفة من المكون الثاني الذي غالبا مايكون لاقط (Ligand) او مركب مخلبي (Chelate)
- ٢- قس امتصاص هذه المحاليل عند طول موجي يمتصه فقط المترابك ولا يمتصه ايون الفلز ولا اللاقط أو المركب المخلبي .
- ٣- ارسم علاقة بين قيم الامتصاص والتركيز المولاري للمترابك الي التركيز المولاري لايون الفلز .

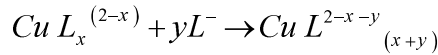
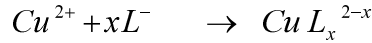
- ٤- حدد نقاط التقاطع التي تمثل على المحور السيني عدد مولات المركب المخلبي المرتبطة بمول واحد من الفلز

يمكن كتابة المعادلة بين ايون النحاس الثنائي وثنائي ايثيل الثيوكرامات



الذي يعطي الرمز (L) الذي يكون مع النحاس الثنائي

متراكبين حسب التفاعل بين التاليين:



نجد أن المترابك الأول لونه اصفر أما الثاني فلونه بني يمتص الضوء عند طول

$$\lambda_{max} = 430nm \text{ موجي}$$

٥- خذ عشرة دوارق حجميه سعة كل منها 25ml ورقمها وضع في كل واحد

منها 3ml من النحاس الثنائي .

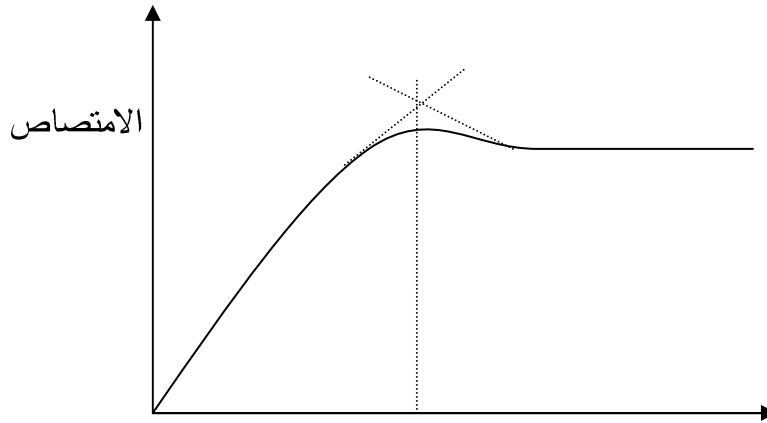


٦- أضف بالماصة المدرجة  $1ml$  من محلول ثنائي إيثيل الثيوكاربامات الي الدورق رقم ١ و  $2ml$  للدورق رقم ٢ و  $3ml$  للدورق رقم ٣ وهكذا الي الدورق العاشر .

٧- خفف المحلول في كل الدوارق العشرة الي  $25ml$  باستعمال الميثانول وخذ قراءة الامتصاص لكل محلول عند  $\lambda_{max} = 430nm$  مستعملا الميثانول كمحلول مرجع.

٨- ارسم منحنى الامتصاص بدلالة نسبة عدد المولات للمركب المخلي الي عدد مولات ايون النحاس

٩- مد الخطوط المستقيمة في المنحني و عين نسبة عدد المولات للمركب المخلي الي عدد مولات الفلز في المتراكب وذلك من تقاطع الخطين المستقيمين ومن ثم عين الصيغة الجزيئية للمتراكب .

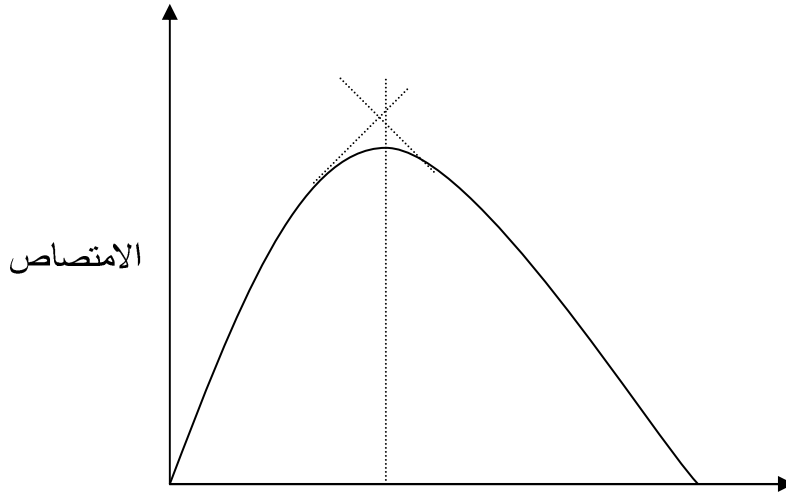


التركيز المولاري للمركب المخلي  
التركيز المولاري للايون الموجب

طريقة التغير المستمر لتعيين الصيغة الجزيئية لايون الحديد الثلاثي مع الثيوسيانات

تمهيد نظري :

في هذه الطريقة تمزج محاليل من الفلز والمركب المخليبي لها التركيز نفسه تماما بنسب حجميه مختلفة بحيث يكون الحجم النهائي ثابت في كل حالة ويقاس الامتصاص لكل محلول عند قمة موجة الامتصاص للمترابك الناتج مع إجراء لتصحيح لقيم الامتصاص وذلك بطرح معامل امتصاص المحاليل المستعملة قبل التفاعل إن وجد . ومن ثم يرسم منحنى الامتصاص بدلالة نسبة حجم احد الكاشفين الي الحجم الكلي . ويظهر المنحنى قمة امتصاص مرافقة لنسبة المركب المخليبي في المترابك كما سيظهر من الشكل التالي :

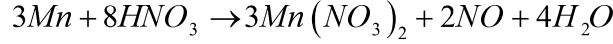


تجربة رقم (٢٦)

تعيين المنجنيز في الحديد الصلب بواسطة التحليل اللوني

تمهيد نظري:

تذاب عينة من الحديد التي تحتوي علي منجنيز في حمض النيتريك وفقا للمعادلة :



المنجنيز الثنائي المتكون يتم أكسدته إلي ايون البرمنجينات  $(MnO_4)^-$  البنفسجي اللون والذي له طيف امتصاص عند  $\lambda_{max} = 525nm$  وتتم عملية الأكسدة بواسطة

بالغليان لإسراع التفاعل وتضاف Ammonium  $(NH_4)_2S_2O_8$

persulphate للتخلص من اكاسيد النيتروجين المتبقية من التفاعل الأول وبغض

الشوائب العضوية الموجودة في عينة الحديد ويتم التخلص من الزيادة من ايون

$(S_2O_8^{--})$  بالغليان . وإذا احتوت عينة الحديد علي بغض الايونات الملونة مثل

$Ni^{+2}, Co^{+2}, V^{+3}, Cr^{+3}, Ce^{+3}$  والتي تتداخل في عملية قياس امتصاص ايون

$(MnO_4)^-$  البنفسجي اللون ففي هذه الحالة يستخدم جزء من محلول عينة الحديد

بعد إذابته في  $HNO_3$  كمحلول خالي blank أثناء قياس امتصاص ايون

$(MnO_4)^-$  وذلك للتخلص من امتصاص تلك الايونات الملونة .

يضاف حمض  $H_3PO_4$  ليكون معقدا عديم اللون مع ايون  $Fe^{+3}$  الذي له لون

اصفر والذي يتداخل أثناء قياس امتصاص ايون  $(MnO_4)^-$  .

خطوات العمل

١- حضر المنحني القياسي standard curve كالاتي

يذاب 0.1g من المنجنيز النقي في 10ml من  $HNO_3$  ويغلي المحلول للتخلص من

اكاسيد النيتروجين ثم يضاف بchner 1.0g من  $(NH_4)_2S_2O_8$  ثم يغلي بلطف لمدة

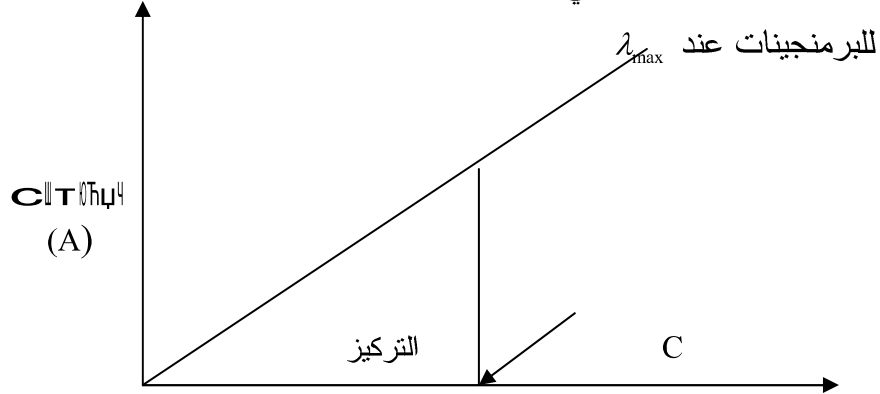
## تجارب في التحليل الآلي

ربع الساعة وإذا كان المحلول بنفسجي أو يحتوي على أكسيد المنجنيز البني يضاف 1.0g من  $Na_2CO_3$  ثم يسخن لمدة خمس دقائق للتخلص من  $SO_2$  ثم يبرد وخفف المحلول إلي لتر . انقل أحجام مختلفة من هذا المحلول إلي خمسة دوارق مخروطية سعة 100ml ثم أضف إليها  $H_3PO_4$  من 3-5ml وبع ذلك يضاف حوالي 0.4g من  $(KIO_4)$  إلي كل أربعة دوارق فقط ويغلي لمدة خمسة دقائق لتكون ايون  $(MnO_4)^-$  البنفسجي اللون أما المحلول الخامس فلا يضاف إليه  $(KIO_4)$  لأنه سوف يستخدم كمحلول خالي .

يقاس طيف الامتصاص لكل محلول مع استخدام المحلول الخالي ويقاس  $\lambda_{max}$  التي تقع بين 480 – 600nm ثم ارسم المنحني القياسي .

٢- خذ عينتين من الحديد وزن كل منهما 0.8g وتذاب كل منهما في  $HNO_3$  مع الغليان لعدة دقائق ثم تعامل كما في الخطوة السابقة مع ملاحظة إضافة  $(KIO_4)$  لأحد المحلولين فقط إما الآخر فيستخدم كمحلول خالي ثم يقاس طيف الامتصاص للمحلول المضاف إليه  $(KIO_4)$  مقابل المحلول الخالي عند  $\lambda_{max}$  المتوقعة بين 480 – 600nm .

٣- احسب تركيز المنجنيز في عينة الحديد باستخدام المنحني القياسي ثم احسب النسبة المئوية للمنجنيز في عينة الحديد . احسب معامل الامتصاص الجزيئي



الحسابات : بمعرفة تركيز العينة المجهولة وحيث أن

$$A = \epsilon \cdot l \cdot c$$

$$\epsilon = \frac{\text{slope}}{l}$$

### الأشعة تحت الحمراء

### Infra-red Spectroscopy

تمهيد نظري:

يؤدي امتصاص الأشعة المرئية وفوق البنفسجية إلى حركة إلكترونية (انتقال إلكتروني) بينما يؤدي امتصاص الأشعة تحت الحمراء إلى حركة اهتزازية للذرات المكونة للجزيء.

ينشأ عن الحركة الاهتزازية للذرات بالنسبة لبعضها البعض تغير دوري في:

أ- طول الروابط الكيميائية.

ب- الزوايا بين هذه الروابط.

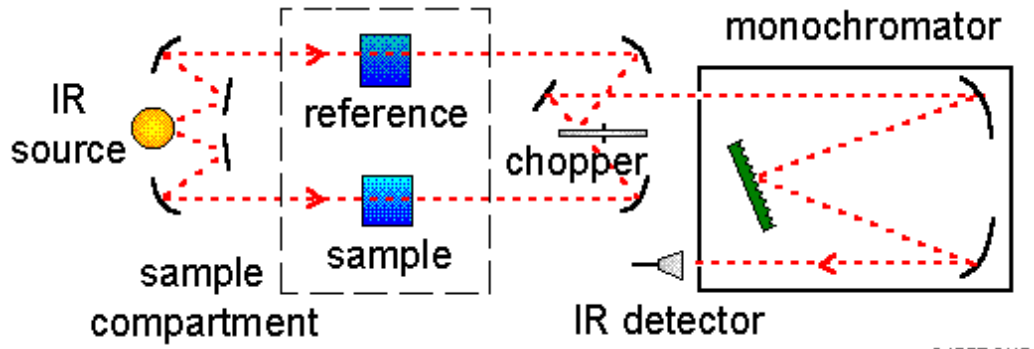
تتوقف طاقة الأشعة الممتصة لأي من الحركات الاهتزازية في الجزيء على:

أ. نوع الذرات.

ب. طبيعة الروابط الكيميائية المتضمنة في الحركة الاهتزازية.

لذا فإنه بتحليل طيف الامتصاص للأشعة تحت الحمراء يمكن معرفة طاقة الامتصاص، ومنها يمكن معرفة نوع الذرات والروابط الموجودة في الجزيء (المجموعات الوظيفية) بالتحليل النوعي، وعليه يعتبر طيف الأشعة تحت الحمراء إحدى الوسائل المألوفة لتشخيص المجاميع الوظيفية، ولكن للتعرف الكامل على

عينة ما لا يمكن الوصول إليها إلا بمساعدة طرق أخرى مثل طيف الكتلة mass spectroscopy ، وطيف الأشعة فوق البنفسجية، وطيف الرنين المغناطيسي .N.M.R. تقاس أطيف الأشعة تحت الحمراء عن طريق معرفة طول موجة الأشعة  $\lambda$  التي تمتصها مادة ما ويعتبر الميكرون  $\mu\text{m}$  وحدة قياس الطول الموجي. كما يمكن قياس هذه الأطيف بواسطة وحدات التردد التي يعبر عنها بالعدد الموجي  $\text{cm}^{-1}$  عند دراسة الأشعة تحت الحمراء.



©1995 CHP

تجربة رقم (٢٧)

الكشف عن المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية السائلة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)

تمهيد نظري:

يستعمل طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للتعرف على المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية، حيث يتم التعرف على هذه المجموعات من خلال مواقعها في طيف الأشعة تحت الحمراء وبالتالي إعطاء صورة تقريبية لبنية المركب المراد الكشف عنه.

المواد الكيميائية المطلوبة:

رابع كلوريد الكربون.

١- حمض الخل.

٢- نيتروبنزين.

٣- أسيتون.

الأدوات المستخدمة:

١- أقراص بروميدالبوتاسيوم KBr.

خطوات العمل:

أولاً: إعداد العينة:

١. تنظيف أقراص بروميد البوتاسيوم بالأسيتون.

٢. أخذ نقطة صغيرة من المادة العضوية السائلة الأولى ووضعها على قرص بروميد البوتاسيوم ثم يوضع قرص آخر فوق هذه النقطة فينتشر السائل على هيئة غشاء رقيق ، ثم تثبت هذين القرصين على حامل معدني.

**ثانياً: التعرف على المجموعات الوظيفية:**

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة بالجهاز.
٢. ضع الحامل المعدني لأقراص بروميد اليوتاسيوم في مسار الأشعة.
٣. من خلال جدول مواقع المجموعات الوظيفية تعرف على المجموعات الوظيفية للعيينة ومن ثم تعرف على بنية المركب.
- ٤- كرر الخطوات أعلاه للعينات السائلة الأخرى.

**النتائج والحسابات:**

- ٢- حدد مواقع المجموعات الوظيفية لكل عينة في جدول
- ٣- تعرف على بنية المركب لكل عينة

تجربة رقم (٢٨)

الكشف عن المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية الصلبة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)

تمهيد نظري:

يستعمل طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للتعرف على المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية، حيث يتم التعرف على هذه المجموعات من خلال مواقعها في طيف الأشعة تحت الحمراء وبالتالي إعطاء صورة تقريبية لبنية المركب المراد الكشف عنه.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- ١- حمض البنزويك (صلب).
- ٢- بروميد البوتاسيوم.
- ٣- أسيتون.

الأدوات المستخدمة:

- ١- حامل العينة الصلبة.
- ٢- المطحن.
- ٣- ملعقة صغيرة.

خطوات العمل:

أولاً: إعداد العينة:

١. وزن 0.001 g من حمض البنزويك.
٢. وزن 0.1 g من بروميد البوتاسيوم.
٣. اخلط الوزنين في المطحن، ثم اطحن لمدة عشر دقائق في القاع بشكل دائري.

٤. انقل الخليط إلى القطعة المخصصة للكبس ووزعه على السطح بشكل متساوٍ، ثم ضعه في المكبس.
  ٥. شغل الكمبرسور لمدة عشر دقائق لسحب الغازات والرطوبة.
  ٦. اقل الصمام الجانبي واكبس بالعصا إلى 1000 kg لمدة ربع ساعة.
  ٧. نزل الضغط ببطء إلى الصفر.
  ٨. اقل الجهاز، ثم أخرج القرص برفق باستخدام ملعقة صغيرة.
  ٩. ضع القرص في حامل العينة الصلبة.
- ثانياً: التعرف على المجموعات الوظيفية:
١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة بالجهاز.
  ٢. ضع الحامل المعدني للعينة الصلبة في مسار الأشعة.
  ٣. من خلال جدول مواقع المجموعات الوظيفية تعرف على المجموعات الوظيفية للعينة، ومن ثم تعرف على بنية المركب.
- النتائج:

- ١- حدّد مواقع المجموعات الوظيفية لحمض البنزويك في الجدول المرفق.
- ٢- تعرّف على بنية المركب.

## الانبعاث الذري بالذهب

تمهيد نظري:

عند تمرير العينة في شكل رذاذ عن طريق المرشحة إلى داخل اللهب تحدث الخطوات التالية بتتابع سريع.

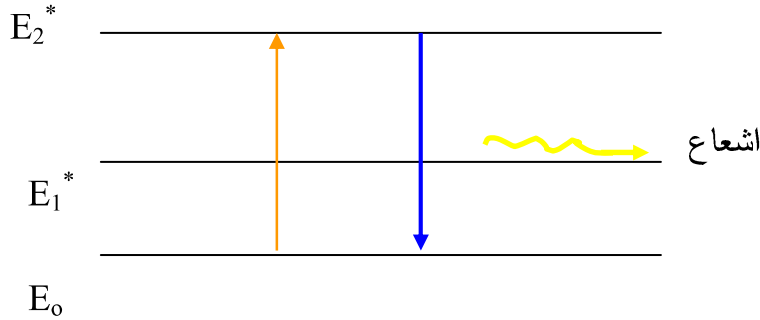
• تبخر المذيب أو احتراقه مخلفاً جسيمات صلبة من المركبات المذابة في المحلول.

• تتبخر أو تنصهر الجسيمات الصلبة وتتحول جزئياً إلى ذرات مستقرة في الحالة الغازية كما يلي:

خطأ! لا يمكن إنشاء كائنات من تحرير رموز الحقول.

• يُثار جزء قليل جداً من هذه الذرات الحرة المستقرة بواسطة الطاقة الحرارية ولأنها غير مستقرة فإنها تعود بسرعة إلى حالة الاستقرار بفقد طاقتها المكتسبة على هيئة انبعاث أشعة مرئية أو فوق بنفسجية مميزة لكل عنصر كما يلي:

خطأ! لا يمكن إنشاء كائنات من تحرير رموز الحقول.

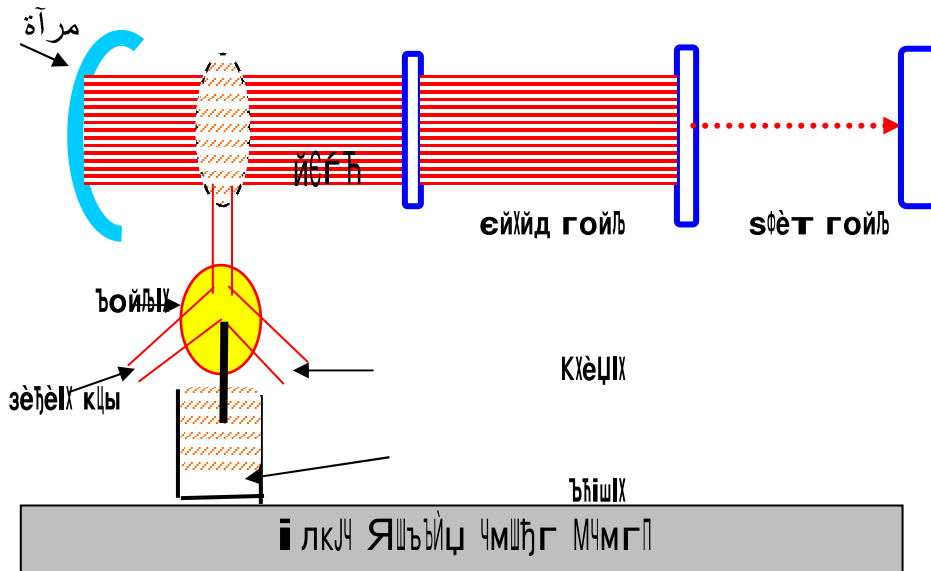


شدة الأشعة المنبعثة تتناسب طردياً مع عدد الذرات وبالتالي مع التركيز

(تحليل كمي).

تجارب في التحليل الآلي

وبين الشكل أدناه رسم تخطيطي لجهاز الانبعاث الذري اللهبى.



تجربة رقم (٢٩)

تحليل الماء باستخدام جهاز الانبعاث الذري.

تمهيد نظري:

أهم الأيونات الموجودة في الماء هي الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم وتوجد عناصر أخرى بكميات ضئيلة مثل الماغنيسيوم والليثيوم. تراكيز هذه العناصر في الماء لها أهميتها من الناحية الطبية والصناعية والزراعية. وتكمن أهمية تحليل الماء لتأثيره على خواص التربة وبالتالي على النبات. ويمكن في هذه التجربة تقدير العناصر مثل الصوديوم والبوتاسيوم باستخدام طريقة الانبعاث الذري.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- ١- كلوريد الصوديوم.
- ٢- كلوريد البوتاسيوم.
- ٤- الماء المقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ١- ميزان.
- ٢- كأس سعة 100 ml.
- ٣- دوارق قياسية سعة 1000 ml.
- ٥- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل:

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

١. حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1000p.p.m من البوتاسيوم من مادة كلوريد البوتاسيوم في دوارق قياسي سعة 1000 ml.

٢. باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي p.p.m 1000 إلى 100-p.p.m في دورق قياسي سعة 1000 ml.

٣. باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: ( 5, 10, 15, 20, 25 p.p.m ) في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول البوتاسيوم 100 p.p.m.

٤. أعد الخطوات السابقة لتحضير الصوديوم من مادة كلوريد الصوديوم.

**ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:**

١. ابدأ بتشغيل الجهاز لقياس البوتاسيوم حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.

٢. باستخدام المحلول الخالي والمحلول ذي التركيز الأعلى اضبط حساسية الجهاز.

٣. ابدأ بقياس الانبعاث للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأدنى ثم الأعلى، ثم سجل النتائج في جدول.

٤. قس انبعاث المجهول ( ماء الصنبور، ماء الصحة ).

٥. كرر الخطوات أعلاه لقياس الصوديوم.

**النتائج والحسابات:**

١. وزن كلوريد البوتاسيوم اللازم لتحضير 1000 p.p.m من البوتاسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.

٢. الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي 1000 p.p.m لتحضير 100-p.p.m في دورق قياسي سعة 1000 ml.

٣. الأحجام المأخوذة من المحلول القياسي 100 p.p.m لتحضير المحاليل القياسية التالية ( 5, 10, 15, 20, 25 p.p.m ) في دوارق سعة 100 ml.

٤. نتائج الانبعاث المقابلة للتركيز المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
٥. رسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والانبعاث.
٦. حدد تركيز المجهول من الرسم.
٧. جميع ما سبق مع عنصر الصوديوم.

### تجربة رقم ( ٣٠ )

تحديد تلوث ملح الطعام بالبوتاسيوم والكالسيوم باستخدام جهاز الانبعاث النري.

#### تمهيد نظري:

يتكون ملح الطعام من كلوريد الصوديوم (NaCl)، إلا أن ملح الطعام يمكن أن يحتوي على بعض الشوائب ومن أهمها أملاح البوتاسيوم والكالسيوم ولذلك فمن الضروري تحديد هذه الشوائب في ملح الطعام، وذلك عن طريق رسم منحنى التدرج القياسي باستخدام محاليل قياسية من البوتاسيوم والكالسيوم وإيجاد تراكيز المجهول من الرسم.

#### المواد الكيميائية المطلوبة:

- ١- كلوريد البوتاسيوم.
- ٢- نترات الكالسيوم.
- ٣- ماء مقطر.

#### الأدوات المستخدمة:

- ١- ميزان.
- ٢- كأس سعة 1000 ml.
- ٣- دوارق قياسية سعة 1000 ml.

٤- دوارق قياسية سعة 100 ml.

### خطوات العمل:

#### أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

١. حضر محلولاً قياسيًّا تركيزه 1000 p.p.m من البوتاسيوم من مادة كلوريد البوتاسيوم في دوارق قياسي سعة 1000 ml.
  ٢. باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي 1000 p.p.m إلى 100- p.p.m في دوارق قياسي سعة 1000 ml.
  ٣. باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: ( 5, 10, 15, 20, ) p.p.m في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول البوتاسيوم 100 p.p.m.
- أعد الخطوة رقم ١ لتحضير الكالسيوم من مادة نترات الكالسيوم، وأعد الخطوة رقم ٣ لتحضير محاليل قياسية من الكالسيوم في دوارق سعة 100 ml تركيزها كما يلي: ( 25, 50, 75, 100, 125 p.p.m ) وذلك من المحلول الأساسي للكالسيوم ( 1000 p.p.m ).
- #### ثانياً: إعداد المجهول (ملح الطعام):

١. أذب 10g من ملح الطعام NaCl في دوارق سعة 100 ml.

#### ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز لقياس البوتاسيوم حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
٢. باستخدام المحلول الخالي والمحلول ذي التركيز الأعلى اضبط حساسية الجهاز.
٣. ابدأ بقياس الانبعاث للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأدنى ثم الأعلى، ثم سجل النتائج في الجدول المرفق في كراسة المتدرب.

٤. قس انبعاث المجهول.
٥. كرر الخطوات أعلاه لقياس الكالسيوم.

#### النتائج والحسابات:

١. وزن كلوريد البوتاسيوم اللازم لتحضير 1000 p.p.m من البوتاسيوم في ورق قياسي سعة 1000 ml.
  ٢. الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي 1000p.p.m لتحضير 100 p.p.m في ورق قياسي سعة 1000 ml.
  ٣. الأحجام المأخوذة من المحلول القياسي 100 p.p.m لتحضير المحاليل القياسية التالية: ( 5,10,15,20,25 p.p.m ) في دوارق سعة 100 ml.
  ٤. نتائج الانبعاث المقابلة للتركيز المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
  ٥. رسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والانبعاث.
  ٦. حدد تركيز المجهول من المنحنى .
  ٧. ثم احسب تركيز المجهول بـ ( i ) p.p.m ( خطأ! لا يمكن إنشاء كائنات من تحرير رموز الحقول).  
١- كنسبه مئوية ( g/g ) % .
- باتباع:

$$1 - \frac{p.p.m(\mu g / ml) \times final\ volume \times d.factor}{weight\ of\ the\ sample\ (g)}$$

$$2 - \% = \frac{p.p.m(\mu g / ml) \times final\ volume \times d.factor \times 10^{-4}}{weight\ of\ the\ sample\ (g)}$$

٨. أوجد جميع ما سبق مع عنصر الكالسيوم مع مراعاة عدم تخفيف المحلول الأساسي للكالسيوم ، واستخدام محاليل قياسية تركيزها: ( 25, 50, 75, 100, 125 ) (p.p.m).

### الامتصاص الذري باللهب Atomic Absorption

#### تمهيد نظري:

الامتصاص الذري Atomic Absorption والذي يعرف اختصاراً بـ "AA" من الطرق التحليلية المعتمدة على امتصاص أشعة فوق بنفسجية أو مرئية بواسطة ذرات المادة في الحالة الغازية، يتم تحويل العينة إلى ذرات بواسطة بخ محلول العينة إلى اللهب، هذه الذرات المتكونة تمتص أشعة آتية من مصدر مصباح كاثود المجوف.. يعتبر جهاز الامتصاص الذري من أكثر الأجهزة استخداماً في المختبرات في مجال التحليل الطيفي الذري وذلك بسبب البساطة والحساسية العالية التي قد تصل إلى جزء في البليون p.p.b

#### المبدأ:

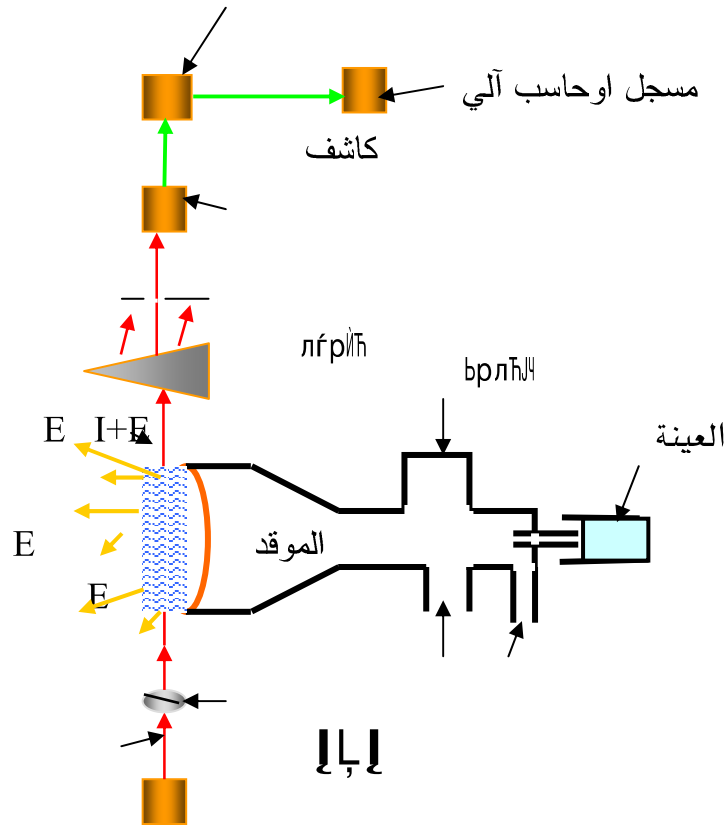
عند سحب محلول العينة إلى داخل اللهب بواسطة المرشحة atomizer، يتبخر أو يحترق المذيب تاركاً العينة والتي بدورها تتفكك بواسطة الطاقة الحرارية إلى ذرات. الجزء الأكبر من هذه الذرات تكون في حالة الاستقرار، وجزء يسير منها (حوالي ٥%) يثار ويبعث أشعة (في شكل خطوط) مميزة للعنصر (طريقة الانبعاث الذري).



مكونات جهاز الامتصاص الذري:

- يتكون الجهاز من الأجزاء الرئيسية التالية كما في الشكل أدناه
- ١- مصدر خطي لإصدار الأشعة، وهذا في العادة عبارة عن المصباح ذي المهبط المجوف.
  - ٢- وسيلة لتحويل المادة إلى ذرات حرة، ويتم ذلك عن طريق اللهب أو بالتسخين الكهربائي.
  - ٣- موحد طول الموجة، وذلك لفصل خط الرنين المطلوب.
  - ٤- مُقَدِّر، ويستخدم عادة الخلية الضوئية المضاعفة، كما تكبر استجابة المقَدِّر بالاستعانة بمكبر، ومن ثم تعرض هذه الاستجابة على آلة عرض مناسبة، والتي قد تكون مسجِّل أو مقياس مدرج أو رقمي

Аналитический прибор



E

йґґґґґ мшә

йәәәәә мшәәәә

تجربة رقم ( ٣١ )

تقدير تركيز الماغنيسيوم باستخدام جهاز الامتصاص الذري

تمهيد نظري:

في هذه التجربة يتم تقدير عنصر الماغنيسيوم، وذلك عن طريق تحضير محاليل قياسية من الماغنيسيوم، وتقدير امتصاصها، ورسم منحنى التدرج القياسي، ومن ثم تقدير امتصاص المجهول، وإيجاد تركيزه من الرسم البياني.

المواد الكيميائية المطلوبة:

١- كلوريد الماغنيسيوم.

٢- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

١- ميزان حسّاس.

٢- كأس سعة 100 ml.

٣- ورق قياسي سعة 1000 ml.

٤- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل:

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

١. حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1000 p.p.m من الماغنيسيوم من مادة كلوريد

الماغنيسيوم في ورق قياسي سعة 1000 ml.

٢. باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي 1000 p.p.m إلى 100 p.p.m

في ورق قياسي سعة 100 ml.

٣. باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي 100 p.p.m إلى 10ppm في ورق قياسي سعة 100ml.
٤. باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: ( 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, ) في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول الماغنيسيوم 10 p.p.m

#### ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة.

٢. قس امتصاص المحاليل القياسية.

٣. قس امتصاص المجهول.

#### النتائج والحسابات:

١. وزن كلوريد الماغنيسيوم اللازم لتحضير 1000 p.p.m من الماغنيسيوم في ورق قياسي سعة 1000 ml.
٢. الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي 1000 p.p.m لتحضير 100p.p.m في ورق قياسي سعة 100 ml.
٣. الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي 100 p.p.m لتحضير 10p.p.m في ورق قياسي سعة 100 ml.
٤. الأحجام المأخوذة من المحلول القياسي 10p.p.m لتحضير المحاليل القياسية التالية: ( 0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 p.p.m ) في دوارق سعة 100 ml.
٥. أرفق النتائج والرسم البياني التي حصلت عليها من الجهاز.
٦. تركيز الماغنيسيوم للعينة المجهولة.

تجربة رقم ( ٣٢ )

### تقدير النحاس في الشاي باستخدام جهاز الامتصاص الذري

#### تمهيد نظري:

في هذه التجربة يتم تقدير عنصر النحاس، ويمكن تطبيق هذه الطريقة لتقدير العناصر الأخرى مثل النيكل. أملاح النحاس والنيكل تستخدم عادةً لحماية نبات الشاي من الآفات الزراعية والقرواح التي تحدث من الفطريات والتي تؤثر على الشاي، ويتم تقدير هذه العناصر للتأكد من الجودة النوعية لعينات الشاي. المحاليل القياسية في هذه التجربة لا بد وأن تحتوي على نفس الوسط وذلك للتخلص من تداخلات العناصر مثل: الصوديوم والبوتاسيوم والألمونيوم.

#### المواد الكيميائية المطلوبة:

- ١- عينة من الشاي.
- ٢- حمض النيتريك المركز.
- ٣- كبريتات النحاس.
- ٤- كلوريد الصوديوم.
- ٥- كلوريد البوتاسيوم.
- ٦- كلوريد الألمونيوم.
- ٧- ماء مقطر.

#### الأدوات المستخدمة:

- ١- ميزان حسّاس.
- ٢- سخان كهربائي.

٣- كأس سعة 250 ml.

٤- كأس سعة 100 ml.

٥- ورق قياسي سعة 25 ml.

٦- دوارق قياسية سعة 100 ml.

### خطوات العمل:

#### أولاً: إعداد العينة:

١. وزن 0.5 g من عينة الشاي في كأس. أضف 5 ml من حمض النيتريك المركز إلى

محتويات الكأس ثم حرك المحلول لكي يتفاعل الحمض مع العينة.

٢. في دولا ب الغازات ضع المحلول على سخان كهربائي وبخر الحمض إلى أن

يصبح حجم المحلول 1 ml تقريباً.

٣. برّد المحلول ثم أضف 10 ml من الماء المقطر ثم رشح المحلول في ورق

قياسي سعة 25 ml، وأكمل إلى العلامة بالماء المقطر.

#### ثانياً: تحضير المحاليل القياسية:

١. حضر محلولاً قياسياً من النحاس تركيزه 100 p.p.m من ملح كبريتات النحاس

في ورق قياسي سعته 100 ml.

٢. حضر محلولاً قياسياً يحتوي على: Na, K, Al في ورق قياسي سعة 100 ml

واسأل مدرب العملي عن طريقة تحضيره وتركيزه.

٣. باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: (2, 4, 6, 8, 10 p.p.m)

في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول النحاس 100 p.p.m مع

ملاحظة إضافة 1 ml من المحلول الذي يحتوي على: Na, K, Al.

**ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:**

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
٢. قسّ امتصاص المحاليل القياسية.
٣. قسّ امتصاص المجهول.

**النتائج والحسابات:**

١. أوجد وزن كبريتات النحاس اللازم لتحضير 100 p.p.m من النحاس في ورق سعة 100 ml.
٢. أوجد الأحجام المناسبة المأخوذة من المحلول الأساسي 100 p.p.m لتحضير المحاليل القياسية: 2, 4, 6, 8, 10 p.p.m في دوارق سعة 100 ml.
٣. أرفق النتائج والرسم البياني المأخوذة من الجهاز.
٤. سجل تركيز النحاس.
٥. أوجد تركيز النحاس في عينة الشاي بـ (i) خطأ! لا يمكن إنشاء كائنات من تحرير رموز الحقول.

## تحليل المياه الملوثة

### تمهيد نظري:

التلوث من أهم المشاكل المعاصرة اليوم خصوصا التلوث البيئي الذي يتعرض حياة الإنسان . مما يضاعف دور المحلل الكيميائي في تشخيص هذه المعضلة بوسائله التي يمكن أن تشير إلي وجود التلوث ونسبته .....  
سندرس بعض التحاليل الخاصة بالمياه الملوثة حيث سنحل كل من الكاديوم والكوبالت والرصاص والنيكل بطريقة الامتصاص الذري.

### ١- تحليل الكاديوم :

الحد المسموح به في مياه الشرب  $0.01mg/l$  والري تصل إلي  $0.05mg/l$  ويتم التحليل عن طريق لهب استلين هواء

### المحاليل وتحضيرها:

- ١- حضر محلول أولي لايونات الكاديوم وذلك بإذابة  $1g$  من معدن الكاديوم في حمض النيتريك (١:١) ثم خفف إلي لتر بواسطة الماء المقطر.
- ٢- حضر محلول ثاني من ايونات الكاديوم تركيزه ( $10ppm$ ) وذلك بأخذ  $10ml$  من المحلول الأول ثم خففها إلي لتر بالماء المقطر.
- ٣- حضر سلسلة لايونات الكاديوم باستخدام المحلول الثاني بحيث يتراوح تركيزها بين ( $0.5-2ppm$ )

### طريقة العمل :

- ١- جهاز مصباح المهبط المجوف لمعدن الكاديوم مع اختيار الطرق المثالية للعمل حسب الجهاز.
- ٢- أشعل اللهب بحذر .
- ٣- عاير الجهاز باستخدام المحلول الخالي (الماء المقطر) وعاير حساسيته بالمحلول الأكثر تركيزا (2ppm) كي تصل إبرة المؤشر إلي أقصى اليسار وليس الصفر.
- ٤- قس امتصاص السلسلة العيارية ولا تنسي تصفير الجهاز بين كل محلول وآخر باستخدام المحلول الشاهد (الماء المقطر)
- ٥- مثل قراءات الجهاز بيانيا مع التركيز ثم قس امتصاص المحلول المجهول وحد تركيزه باستخدام المنحني البياني.

#### تحليل الكوبالت:

يستخدم لهب استلين هواء

#### المحاليل وتحضيرها:

- ١- حضر محلول رئيسي لايونات الكوبالت وذلك بإذابة 1g من معدن الكوبالت في كمية قليلة من حمض النيتريك (١:١) وخفف إلي لتر بالماء المقطر.
- ٢- حضر سلسلة لايونات الكوبالت باستخدام المحلول الرئيسي بتركيز يتراوح بين (3-12ppm)

#### طريقة العمل :

- ١- جهاز المصباح المجوف لمعدن الكوبالت ثم اختار الشروط المناسبة للعمل.
- ٢- شعل اللهب ثم عاير الجهاز وحدد حساسيته .

٣- قس امتصاص السلسلة العيارية ثم ارسم منحنى المعايرة وذلك بالتمثيل البياني لقراءة الجهاز مع التركيز

٤- قس امتصاص المحلول المجهول ثم حدد تركيزه بالمنحنى السابق

٥- قس امتصاص عينة المياه ثم حدد تركيزها باستخدام المنحنى السابق.

#### تحليل الرصاص:

لكي يكون الماء صالحا لشرب يجب أن يكون تركيز الرصاص اقل من  $50\mu g/l$  ومياه الري لحد أقصى  $5mg/l$  ويستخدم لهب استئلين هواء.

#### المحاليل وتحضيرها :

١- حضر محلول أولي من معدن الرصاص وذلك بإذابة  $1g$  منه في حمض النيتريك (١:١) ثم خفف بالماء المقطر إلي لتر

٢- حضر سلسلة عيارية لايونات الرصاص يتراوح تركيزه بين ( $5-20ppm$ )

#### طريقة العمل:

١- جهز مصباح المهبط المجوف لمعدن الرصاص وجهاز شروط العمل المناسبة .

٢- أشعل اللهب تم عاير الجهاز وحدد حساسيته.

٣- قس امتصاص السلسلة العيارية ثم ارسم منحنى تغير الامتصاص بدلالة التركيز

٤- قس امتصاص عينة المياه ثم حدد تركيزها بالاعتماد على المنحنى السابق.

#### تحليل النيكل

النيكل غير سام بالنسبة للإنسان إلا انه يضر ببعض النباتات ويجب ألا يتعدى

تركيزه في مياه الري  $5mg/l$

#### المحاليل وتحضيرها:

١- حضر محلول أولي من معدن النيكل وذلك بإذابته في قليل من حمض النيتريك (١:١) ثم خفف بالماء المقطر إلي لتر.

٢- حضر سلسلة عيارية يتراوح تركيزها بين (3-12ppm)

**طريقة العمل :**

١- جهز مصباح المهبط المجوف لمعدن النيكل ثم ضع الشروط المناسبة للعمل

٢- أشعل اللهب ثم عاير الجهاز وحدد حساسيته .

٣- قس امتصاص السلسلة العيارية ثم ارسم المنحني البياني الذي يبين الامتصاص بدلالة التركيز .

٤- قس امتصاص عينة المياه ثم حدد تركيزها بالاعتماد على المنحني السابق

**ملحوظة:**

١- إذا كانت العينات مركزة يجب تخفيفها.

٢- إذا كانت العينة مخففة جدا يجب تبخيرها وتركيزها .

٣- يجب أن تعلم التركيز الجديد من قانون التخفيف  $M \times V = M' \times V'$

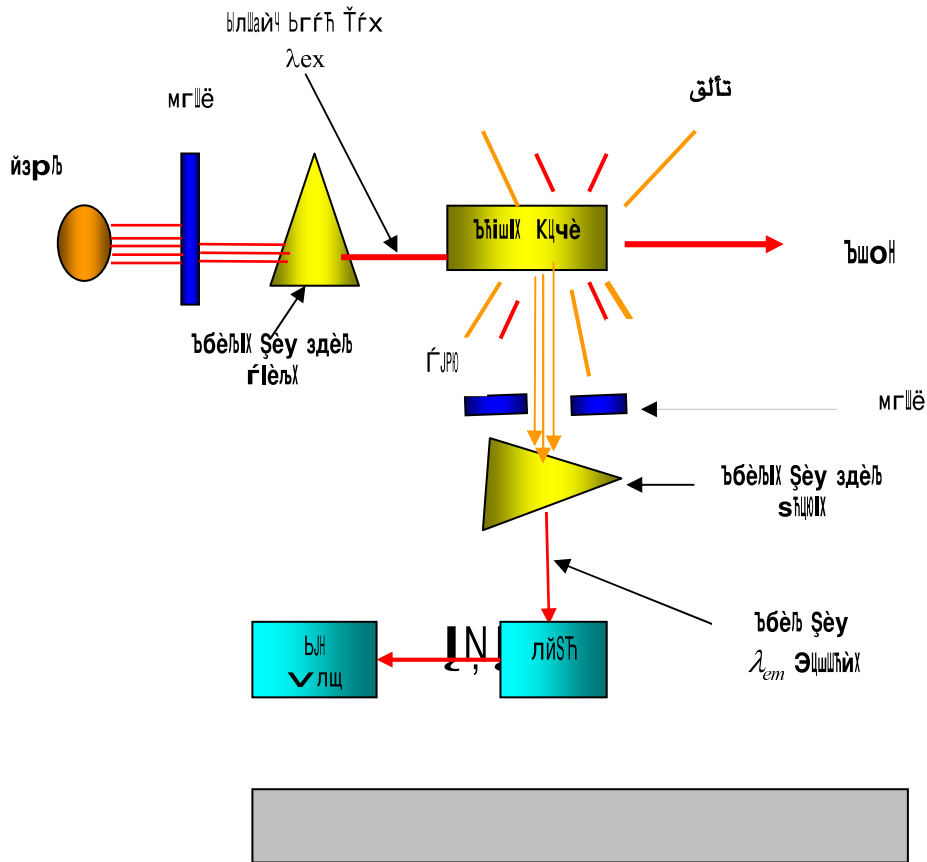
### الانبعاث ( التآلق ) الجزيئي

تمهيد نظري:

التآلق fluorescence يعتبر نوع من أنواع الضيائية والتي يحدث بها الانبعاث بسرعة عالية في زمن وقدره  $10^{-6}$ - $10^{-9}$ sec وذلك نتيجة فقد الطاقة الممتصة.

يجب ملاحظة أن ظاهرة التآلق تظهر في عدد قليل من الجزيئات التي تتميز بتكوين صلب غير مرن مثل المجموعات الحلقية.

الشكل رقم (٦) يوضح جهاز التآلق الجزيئي:



المصدر يتكون من مصباح زينون أو مصباح الزئبق ويمكن استخدام خلايا أسطوانية أو مضلعة مصنوعة من الزجاج أو الكوارتز. شدة التألق  $F$  تعتمد على شدة الأشعة الممتصة. علماً بأنه في التراكيز المخففة جداً يمكن الوصول للمعادلة التالية والتي تعتمد على ترتيب قانون بير - لامبرت:

$$F = K \cdot I_0 \cdot (2.303 \cdot \epsilon \cdot b \cdot c)$$

ونظراً لأن كل العوامل في المعادلة أعلاه ثابتة ما عدا  $F$  و  $c$  لذا يمكن

كتابة المعادلة بالصورة المبسطة:

$$F = Kc$$

يتضح من ذلك أن العلاقة بين  $F$  و  $c$  تشبه العلاقة بين  $A$  و  $c$  في قانون

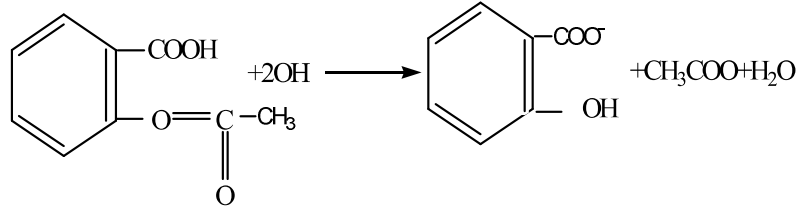
بير - لامبرت. لذا فإن رسم العلاقة بين  $F$  و  $c$  يعطي خطاً مستقيماً للتراكيز المخففة.

تجربة رقم (٣٣)

تقدير تركيز أستاييل حمض الساليسيك في عينة الأسبرين باستخدام طريقة التآلق الجزيئي

تمهيد نظري:

في هذه التجربة يتم ذوبان عينة من الأسبرين بالماء لمقطر ومن ثم يتم تحويله إلى أيون الساليسيلات بإضافة هيدوركسيد الصوديوم كما في المعادلة التالية:



ونلاحظ أن أيون الساليسيلات يتألق في طول موجي حوالي 400 nm بعد إثارته بطول موجي حوالي 310 nm ( نانومتر ).

المواد الكيميائية المطلوبة:

- ١- أسبرين.
- ٢- حامض الساليسيك.
- ٣- هيدوركسيد الصوديوم تركيزه 4 M

الأدوات المستخدمة:

- ١- كأس سعة 100 ml.

٢-ميزان حسّاس.

٣-كأس سعة 2L.

٤-ورق ترشيح.

٥-دورق قياسي سعة 1L.

٦-قمع ترشيح زجاجي.

٧-دوارق قياسية سعة 100 ml.

### خطوات العمل:

١. اطحن عينة الأسبرين ثم أوزن 0.1 g في كأس سعة 100 ml .
٢. سخن حوالي لتر من الماء المقطر في كأس سعة 2L إلى ما يقارب درجة الغليان.
٣. ضع ورق ترشيح في قمع زجاجي ثم ضع القمع فوق دورق قياسي سعة 1 L.
٤. حول المادة الصلبة إلى القمع باستخدام زجاجة الغسيل.
٥. بببطء اسكب الماء الساخن من خلال المادة الصلبة ( في حدود 500 ml).
٦. دع الدورق القياسي ليبرد إلى درجة حرارة الغرفة ثم أكمل إلى العلامة بالماء المقطر.
٧. حضر 100 p.p.m من حامض السالسيك كمحلول قياسي في دورق سعة 100 ml.
٨. علّم 6 دوارق قياسية سعة 100 ml كالتالي: (U، 5، 4، 3، 2، 1).
٩. ضع 2 ml من هيدروكسيد الصوديوم في كل الدوارق القياسية والمجهول.
١٠. ضع في الخمسة الدوارق الأولى من (١-٥) الأحجام الآتية من حامض السالسيك القياسي: ( 5 ml، 4، 3، 2، 1) ثم أكمل بالماء المقطر للعلامة.

١١. ( احسب تركيز المحاليل القياسية في الدوارق الخمسة ).  
في الدورق القياسي ( U ) ضع 5ml من محلول الأسبرين ثم أكمل بالماء المقطر حتى العلامة ( يعتبر هذا الدورق المحلول المجهول التركيز ).  
١٢. تابع خطوات التشغيل للجهاز ثم أوجد تركيز أستايل حمض السالسليليك ( يؤخذ في الاعتبار عامل التخفيف ) بالـ p.p.m ومن ثم بالنسبة المئوية.  
**النتائج والحسابات:**

من النتائج التي تحصل عليها من الجهاز سجّل الآتي :

- ٦- وزن العينة المراد تحليلها.  
٧- طول موجة الإثارة.  
٨- طول موجة التألق.  
٩- تركيز السالسليليك بالـ p.p.m.  
١٠- الوزن بالـ mg ثم بالـ g.  
١١- عدد مولات السالسليليك.  
٧- عدد مولات أستايل السالسليليك.  
٨- وزن أستايل السالسليليك بالـ g.  
٩- النسبة المئوية لأستايل السالسليليك.

تجربة رقم ( ٣٤ )

تقدير فيتامين B<sub>2</sub> باستخدام جهاز التآلق الجزيئي

تمهيد نظري:

يعطي فيتامين B<sub>2</sub> (Ribo Flavin) تآلقاً جزيئياً قوياً في محلول 5% من الخل، ويمكن تقديره بناءً على قياس التآلق.

المواد الكيميائية المطلوبة:

١- فيتامين B<sub>2</sub>.

٢- حمض الخل V/V 5%.

الأدوات المستخدمة:

١- ميزان حسّاس.

٢- كأس سعة 100 ml.

٣- ورق قياس سعة 1000 ml.

٤- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل:

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

١. حضرّ محلولاً قياسيًّا تركيزه 100 p.p.m من فيتامين B<sub>2</sub> وذلك بإذابة 0.01 g منه في محلول 5% V/V من حمض الخل وتكملة الحجم إلى لتر واحد.
٢. باستخدام قانون التخفيف حضرّ المحاليل القياسية التالية: 0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1 p.p.m وذلك بإذابتها في حمض الخل 5% في دوارق قياسية سعة 100 ml.

#### ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة معه.
٢. استخدم المحلول الذي تركيزه 0.0 p.p.m كمحلول خالٍ، وذلك لأنه يحتوي على حمض الخل فقط.
٣. باستخدام المحلول القياسي الذي تركيزه 0.6 p.p.m قسّ تركيز كل من طيف الامتصاص (الإثارة) وطيف التآلق، ومن هذين الطيفين حدّد طول موجة الإثارة وطول موجة التآلق المناسبين.
٤. قسّ تآلق كل المحاليل القياسية المحضّرة.
٥. قسّ تآلق محلول المجهول.
٦. استنتج تركيز المجهول.

#### النتائج والحسابات:

- ١- حدّد كيف أمكن تحديد وزن فيتامين B<sub>2</sub> بـ 0.01 g.
- ٢- حدّد الأحجام المأخوذة لتحضير المحاليل القياسية ( 0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1 p.p.m) في دورق سعة 100 ml من المحلول القياسي الأساسي 100 p.p.m.
- ٣- كيف يمكن تحضير محلول 5% V/V من حمض الخل في دورق سعة 1000 ml.
- ٤- أرفق الرسم البياني الذي حصلت عليه من الجهاز.

### تجربة رقم (٣٥)

#### التقدير البولاجرافي لمخلوط من الرصاص والكاديوم

##### تمهيد نظري:

تعتمد الطرق الفولتامترية على دراسة زمن-تيار-جهد أثناء عملية التحليل الكهربائي الجارية في خلية تحتوي على قطب يتمتع بمسافة كبيرة وقطب آخر (قطب العمل) يتمتع بمسافة صغيرة جدا وغالبا ما يكون قطب مايكرونيًا. تعتمد هذه التقنيات على دراسة تغير الجهد على التيار المار عبر الخلية . يتألف القطب الميكروني عادة من معدن حامل ناقل للتيار مثل الذهب والبلاتين والكربون وأحيانا قطب الزئبق التنقيطي (Dropping Mercury Electrode (DME) في حالة استخدام القطب الأخير تسمى الطريقة بالبولاروغرافي. يعتمد التقدير البولاروغرافي لمخلوط الرصاص والكاديوم على الاختلاف في جهد نصف الخلية  $E_{1/2}$  لاختزالهما على قطب الزئبق المتساقط (DME) في وجود كلوريد البوتاسيوم كالكتروليت مساعد إذ يبلغ جهد نصف الموجه لاختزال ايونات الرصاص حوالي  $-0.4V$  بالنسبة لقطب الكالوميل المشبع في حين يبلغ نصف جهد

الموجه لاختزال ايون الكادميوم حوالي  $0.6V$  - بالنسبة لقطب الكالوميل المشبع وبالتالي فان الفرق بينهما حوالي  $0.2V$  - يسمح بتقدير كل منهما في وجود الآخر حيث نحصل غلي موجتين بولاروغرافيتين متتاليتين تمثل الأولى منهما اختزال ايونات الرصاص والثانية (الأكثر سالييه) تمثل اختزال ايونات الكادميوم.

#### المواد المطلوبة :

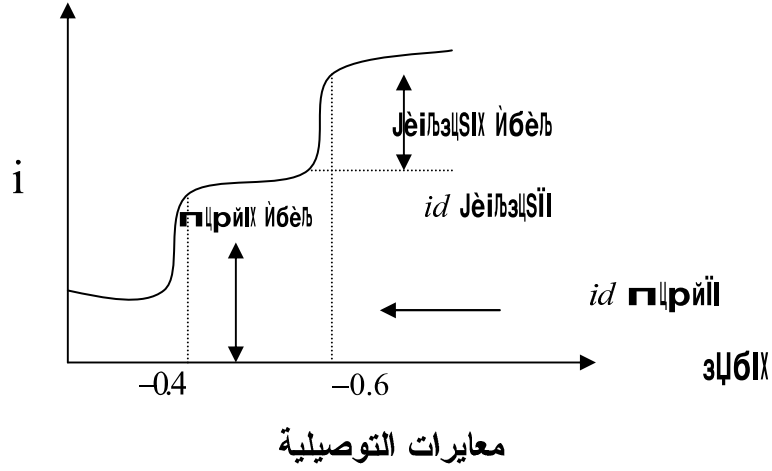
- ١- محلول قياسي من الكادميوم يحتوي على  $1g/l$  من ايون الكادميوم
- ٢- محلول قياسي من الرصاص يحتوي على  $1g/l$  من ايون الرصاص
- ٣- كلوريد البوتاسيوم  $2M$
- ٤- محلول جلاتيني 2%
- ٥- محاليل قياسية تحتوي على  $0.1, 0.05, 0.025, 0.01g/l$  من ايونات الكادميوم وذلك بنقل  $10, 5, 2.5, 1ml$  من محلول الكادميوم المركز ( $1g/l$ ) إلي دوارق قياسية سعة  $100ml$  ثم يضاف إلي كل منهم ( $50ml$ ) من كلوريد الكالسيوم ( $2M$ ) و ( $2.5ml$ ) من محلول الجلاتين (2%) ثم تكمل إلي  $100ml$  بالماء المقطر
- ٦- محاليل قياسية تحتوي على  $0.1, 0.05, 0.025, 0.01g/l$  من ايونات الرصاص تحضر بنفس الطريقة المشار إليها سابقا

#### خطوات العمل :

- ١- تابع خطوات تشغيل الجهاز المرفقة
- ٢- سجل الموجات البولاروغرافية لكل محلول من المحاليل القياسية المخففة التي تحتوي على ايونات الرصاص والكادميوم التي تم تحضيرها سابقا

- ٣- أملا الخلية البولاروغرافية بالمحلول وإمرار النيتروجين خلاله لمدة عشرة دقائق ثم اترك جوا من النيتروجين خلال القياس
- ٤- ثبت جهد قطب الزئبق المتساقط عند  $-0.2V$  مقابل قطب الكالوميل المشبع واضبط قلم المسجل عند بداية الورقة ثم زد جهد قطب الزئبق المتساقط في الاتجاه السلبى حتى تحصل على البولاروغراف كاملا
- ٥- كرر الخطوة السابقة بالنسبة لكل محلول من المحاليل السابقة المخففة التي تحتوي على الرصاص والكاديوم
- ٦- احسب تيار الانتشار لكل محلول من البولاروجرام الناتج وذلك بطرح قيمة التيار المتبقي من التيار المحدد
- ٧- ارسم منحنى التعبير القياسي لكل من الكاديوم والرصاص وذلك برسم العلاقة بين تركيز كلا منهما وتيار الانتشار
- ٨- انقل (10ml) من محلول العينة الذي يحتوي على مخلوك الكاديوم والرصاص إلى ورق قياسي سعة (100ml) وأضف إليه (50ml) من محلول كلوريد الكالسيوم (2M) و (2.5ml) من محلول الحلاتين (2%) ثم أكمل إلى (100ml) بالماء المقطر
- ٩- سجل الموجه البولاروغرافية لمحلول العينة واحسب تيار الانتشار لكلا من الكاديوم والرصاص كما بالشكل أدناه وذلك بطرح قيمة التيار المتبقي من التيار المحدد لموجة الرصاص وذلك للحصول على تيار الانتشار للرصاص ( $id_{pb}$ ) وبطرح قيمة التيار المحدد للرصاص من التيار المحدد للكاديوم ( $id_{ca}$ )

١٠- استنتج تركيز الرصاص والكاديوم في العينة من خلال منحنيات التعبير القياسية التي تم إعدادها سابقا

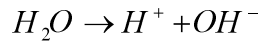
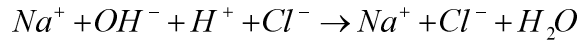
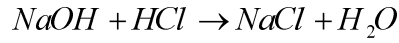


تمهيد نظري :

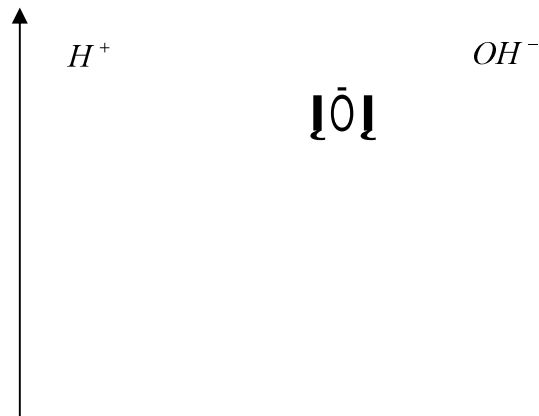
يجب تتبع التغير في التوصيلية للمحلول أثناء إضافة المحلول المعيار من السحاحة وبرسم العلاقة بين التوصيلية والحجم المضاف ومن ذلك يمكن تعيين حجم المعيار المكافئ وإيجاد تركيز المجهول من الحسابات المعروفة في التحليل الحجمي

$$m_1 \times v_1 = m_2 \times v_2$$

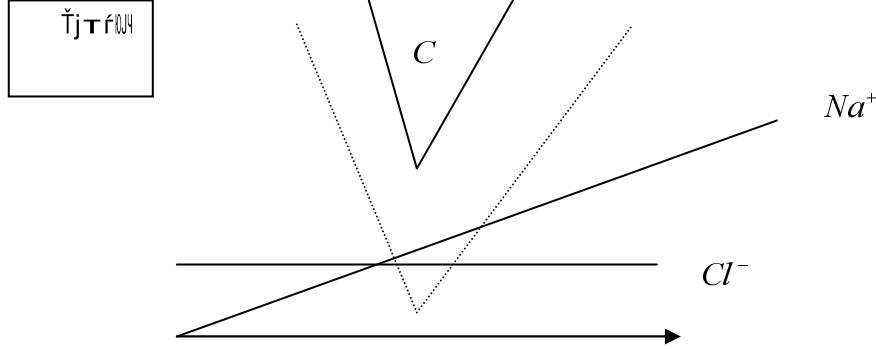
مثلا حمض قوي مع قاعدة قوية :



يوضع محلول  $HCl$  في كاس يحتوي على ايونات  $H^+$  و  $Cl^-$  في الماء باستمرار إضافة محلول  $NaOH$  من السحاحة يقل تركيز  $H^+$  لأنه يتفاعل مع  $OH^-$  وفي



نفس الوقت يزداد تركيز  $Na$  بينما يظل تركيز  $Cl^-$  ثابتا ويمكن توضيح منحنى المعايرة بالشكل التالي:



الحجم المضاف من  $NaOH$

نجد من البداية وحتى النقطة  $C$  يقل توصيل  $H^+$  ويزداد توصيل  $Na^+$  أما توصيل  $Cl^-$  يظل ثابتا طوال المعايرة . وعند النقطة  $C$  والتي تمثل التكافؤ تختفي ايونات  $H^+$  من المحلول نتيجة تحويلها إلى  $H_2O$  بعهد هذه النقطة يزداد التوصيل لزيادة تركيز ايونات  $OH^-$  و  $Na^+$ . نستنتج من ذلك انه يمكننا أن نقيس التوصيل عند ثلاث نقاط قبل نقطة التكافؤ وثلاث بعدها ونحصل بذلك علي مستقيمين وبتمديدهما نجد أنهما يلتقيان عند نقطة التكافؤ  $C$ .

ولكن يجب أن نعلم انه لايمكن أن نقيس توصيل الايونات علي انفراد والذي يقاس عمليا هو التوصيل الإجمالي للمحلول وفي الرسم رسمت للتوضيح فقط أما الذي نحصل عليه عمليا هو المنحني الاعلي كما هو موضح بالرسم أعلاه.

تجربة رقم (٣٦)

تعيين مولارية حمض الهيدروكلوريك بجهاز التوصيلية

ال مواد المطلوبة :

١٥٥

١- حمض الهيدروكلوريك (مجهول)

٢- هيدروكسيد الصوديوم (0.2M)

### خطوات العمل :

٢- ضع (100ml) من حمض الهيدروكلوريك في كأس سعة (400ml) ثم ضع

قطعة مغناطيسية ثم شغل جهاز المحرك المغناطيسي.

٣- ضع خلية التوصيل الموصلة بجهاز التوصيلية داخل المحلول (يجب ألا يلامس القطعة المغناطيسية خلية التوصيل).

٤- سجل التوصيلية قبل إضافة المحلول القياسي ثم أضف المحلول علي دفعات حجم كل دفعة (0.5ml) مع التحريك المستمر سجل التوصيلية بعد كل إضافة.

٥- استمر في الإضافة حتي ارتفاع قراءة التوصيلية بعد الانخفاض الذي كان مستمرا قبل نقطة التعادل.

٦- الحسابات:

٤- سجل قيم التوصيلية لكل حجم مضاف من هيدروكسيد الصوديوم .

٥- ارسم العلاقة بين التوصيلية وحجم المحلول القياسي المضاف.

٦- حدد نقطة التكافؤ عن طريق تمديد المستقيمين الناتجين

٧- احسب مولارية حمض الهيدروكلوريك (HCl) بالطرق الحسابية المألوفة .

تجربة رقم (٣٧)

### تحليل الأسبرين بالمعايير التوصيلية

#### تمهيد نظري:

استايل سالسليك والذي يعرف تجاريا بالأسبرين حمض ضعيف . كمية استايل سالسليك الموجودة في عينة الأسبرين يمكن تقديرها بمعيارته بهيدروكسيد

الصوديوم . وهذه التجربة رغم بساطتها إلا إنها دقيقة جدا في تقدير استايل  
سالسليك التجاري.

#### المواد الكيميائية :

٦- هيدروكسيد الصوديوم (0.1M)

٧- ايثانول

٨- عينة أسبرين تجاري

#### الأدوات المستخدمة:

١- جهاز التوصيلية وخلية توصيل

٢- كأس اسطواني سعة (250ml)

٣- دورق حجمي سعة (250ml)

#### طريقة العمل

١- زن حبة أسبرين وانقلها إلي دورق حجمي سعة (250ml)

٢- أضف حوالي (15ml) من الماء المقطر وزج حتي النوبان الجزئي.

٣- أضف (30ml) من الايثانول ورج مرة أخرى حتي نوبان الحبة بالكامل.

٤- أكمل بالماء المقطر حتي العلامة ورج الدورق بشكل متواصل.

٥- انقل (100ml) من عينة الأسبرين المذاب إلي كأس سعة (250ml)

٦- ضع قطعة مغناطيسية وشغل المحرك المغناطيسي.

٧- ضع خلية التوصيل داخل المحلول وسجل التوصيلية قبل إضافة هيدروكسيد

الصوديوم من السحاحة.

٨- أضف (0.5ml) من هيدروكسيد الصوديوم وسجل التوصيلية.

٩- استمر في الإضافة حتي يصل الحجم الكلي المضاف من هيدروكسيد الصوديوم حوالي (10ml)

الحسابات:

- ١- سجل قيم التوصيلية
- ٢- ارسم منحنى العلاقة بين التوصيلية والحجم
- ٣- اوجد حجم هيدروكسيد الصوديوم عند نقطة التعادل من المنحنى
- ٤- احسب مولارية استايل سالسليك بالطرق الحسابية المألوفة
- ٥- احسب تركيز استايل سالسليك بالجرام (وزنه الجزيئي = 188) ثم احسب النسبة المئوية .

تجربة رقم (٣٧)

تعبير قطب الزجاج وتعيين الرقم الهيدروجيني لمحاليل مختلفة

تمهيد نظري :

استحدث العالم سورنسون مايعرف بالرقم الهيدروجيني (pH) والذي يساوي

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

هذا المصطلح يستخدم للاستدلال علي الأوساط الحمضية والقاعدية للمحاليل المائية

. إذا أخذنا في الاعتبار ثابت تأين الماء ( $K_w$ ) نجد أن:

$$K_w = [H^+][OH^-] = 1 \times 10^{-14}$$

وبأخذ لوغريثم الطرفين للمعادلة أعلاه نجد

$$\log K_w = \log[H^+] + \log[OH^-] = 14$$

وبالضرب في سالب نحصل علي

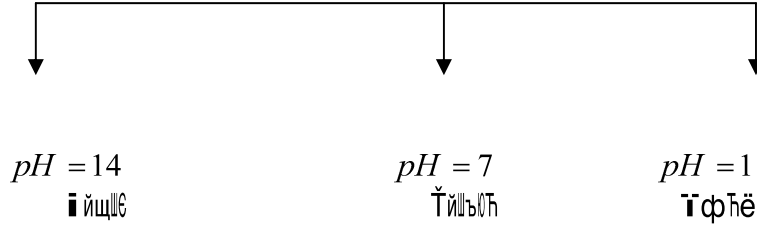
## تجارب في التحليل الآلي

$$-\log K_w = (-\log [H^+]) + (-\log [OH^-]) = 14$$

وبما أن  $(-\log)$  تعني  $(p)$  نجد أن

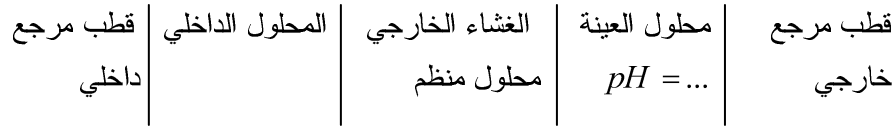
$$pK_w = pH + pOH = 14$$

$$pH = pOH = 7 \quad \text{إذا للماء النقي}$$



نجد أن قياس ومعرفة الرقم الهيدروجيني ذا أهمية كبرى في كل أوجه الحياة .  
فمثلا نجد نقل الأوكسجين بواسطة الدم يتم في  $pH = 7.4$  فإذا تغير الـ  $pH$  بمقدار  
(0.1) فإن الدم لا يستطيع حمل الأوكسجين لأجزاء الجسم .وكذلك صلاحية المياه  
لشرب والتربة والزراعة

يستخدم قطب زجاج خاص لقياس الرقم الهيدروجيني يسمى بالقطب الدليل يمثل  
جزء من خلية كهروكيميائية ويوصل بقطب آخر يسمى القطب المرجع لتكملة  
الدائرة الكهربائية ويستخدم حاليا قطب متراكب Combined Electrode ويمكن  
تمثيل الخلية الكاملة كالآتي:



بما ان جهد قطب المرجع الخارجي والداخلي ثابت فان جهد الخلية ( $E_{cell}$ ) يغير  
عن جهد الغشاء الخارجي المغموس في محلول العينة

$$E_{cell} = K - 2.303 \frac{RT}{nF} \log [H^+]$$

$$E_{cell} = K - 2.303 \frac{RT}{nF} pH$$

وبالأخذ في الاعتبار قيم  $T, F, R$  نجد أن كل (  $59.1mV$  ) يعادل وحدة رقم هيدروجيني كما يجب أن ننبه إلي أن أجهزة الرقم الهيدروجيني تقيس الجهد والرقم الهيدروجيني معا والثابت  $K$  هو عبارة عن جهد قطبي المرجع الخارجي والداخلي وجهد اتصال السائل وجهد اللاتماثل الذي ينشأ نتيجة لعدم تماثل جانبي الغشاء الداخلي والخارجي في التركيب ودرجة التميؤ وهو يتغير مع الزمن خاصة إذا ترك القطب يجف لذا لابد من معايرة قطب الزجاج باستعمال محاليل منظمة

معلومة الرقم الهيدروجيني  $pH = 7$  أو  $pH = 4$

#### خطوات العمل :

٣- عاير الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز

٤- قس الرقم الهيدروجيني للمحاليل المعطاة وسجل استنتاجاتك عنها

#### احتياطات هامة :

٥- يجب تخزين القطب دائما في الماء المقطراو محلول منظم أو يغطي بغطاء

خاص في المقنمة يحتوي علي كلوريد البوتاسيوم  $3M$  وإذا ترك ليحجف يجب

أن ينقع في كلوريد البوتاسيوم لمد ٢ ساعة

٦- يجب تغيير محلول كلوريد البوتاسيوم كل ٦ اشهر

٧- غطي فتحة قطب المرجع بغطاء مطاط

٨- عند فشل القطب في القراءة يجب تغييره

٩- يجب نظافة الأقطاب الزجاجية بالمناديل الورقية الناعمة

تجربة رقم (٣٨)

تعيين قطب التوصيلية وقياس التوصيلية لمحاليل مختلفة

تمهيد نظري:

ينص قانون اوم على أن شدة التيار ( $I$ ) المقاسة بالأمبير والمار خلال موصل يتناسب طردياً مع الجهد الكهربائي المطبق ( $E$ ) المقاس بالفولت ، ويتناسب عكسياً مع المقاومة ( $R$ ) المقاسة بالاوم ( $ohm$ ) حسب العلاقة :

$$I = \frac{E}{R}$$

حيث يعرف مقلوب المقاومة  $\left(\frac{1}{R}\right)$  بالتوصيل ( $G$ ) ويقاس بوحدته ( $ohm^{-1}$ ) وحالياً

تستخدم وحدة Siemens ( $S$ )

نعطي مقاومة محلول متجانس ذو الأبعاد : طول ( $L$ ) ومساحة مقطع ( $a$ ) من العلاقة:

$$R = \frac{P.L}{a}$$

حيث تمثل ( $P$ ) المقاومة النوعية resistivity وهذه تعتبر خاصية مميزة للمادة ومن العلاقة أعلاه نجد أن المقاومة النوعية ( $P$ ) تساوي:

$$P = \frac{R.a}{L}$$

وحدة ( $P$ ) هي  $ohm\ cm$

ومقلوب المقاومة النوعية هي التي تعرف الآن بالتوصيلية ( $K$ )

$$K = \frac{1}{P} = \frac{L}{R.a}$$

وتقاس التوصيلية ( $K$ ) حالياً بوحدته  $Sm^{-1}$  أو بوحدته ( $Scm^{-1}$ )

ونجد أن قياس التوصيلية ذو أهمية كبيرة في تصنيف المياه وخاصة مياه الري فمثلا إذا كانت التوصيلية اقل من  $700\mu S\text{cm}^{-1}$  تعتبر هذه المياه من الدرجة الأولى أما إذا كان من  $700-3000\mu S\text{cm}^{-1}$  فتعد مياه من الدرجة الثانية بينما أكثر من  $3000\mu S\text{cm}^{-1}$  تعتبر من الدرجة الثالثة. وبالإضافة إلي قياس التوصيلية يستخدم جهاز التوصيلية أيضا في :

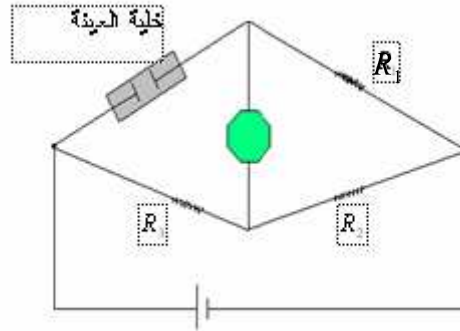
٧- قياس الأملاح الكلية الذائبة (Total Dissolved Solid) (T.D.S)

٨- المقاومة النوعية

٩- درجة الحرارة

قياس التوصيلية

أملا خلية العينة التي تحتوي علي قطبين من البلاتين وعابرها باستخدام محلول قياسي من كلوريد البوتاسيوم ( $0.01M$ ) والتي لها توصيلية معلومة في درجات حرارة مختلفة وهي تمثل جزء من قنطرة هويستون كما هو موضح أدناه :



قنطرة هويستون

تثبت المقاومة ( $R_1$ ) عند قيمة معينة أما المقاومتين ( $R_2, R_3$ ) فيمكن التحكم بهما وتغييرهما للحصول على نقطة التوازن والتي يشير عندها الجالفانومتر عند الصفر دالا على عدم مرور تيار كهربائي وعند هذه النقطة نجد أن :

$$\frac{X_{(sample)}}{R_1} = \frac{R_3}{R_2}$$

حيث ( $X_{sample}$ ) هي مقاومة محلول العينة. وبما أن مقاومة معلومة لذا يمكن مقاومة محلول العينة التي تمثل التوصيلية وتستخدم الآن أجهزة الكترونية بدلا عن نظام توازن الجالفانومتر.

#### خطوات العمل :

٨- عاير الجهاز المستخدم حسب الخطوات المرفقة معه

٩- قس التوصيلية للمحاليل المعطاة .

#### النتائج

٩- سجل التوصيلية وجموع الأملاح الذائبة ( $T.D.S$ ) من الجهاز وباستخدام

التحويل المباشر من التوصيلية إلي ( $T.D.S$ ) من المعادلة:

$$T.D.S = \text{التوصيلية} \times 0.6$$

#### المعايرة التوصيلية لحمض الفسفوريك باستخدام قطب الزجاج

##### تمهيد نظري :

يمكن إيجاد نقطة التكافؤ بين حمض الفسفوريك وهيدروكسيد الصوديوم باستخدام قطب الزجاج كدليل وقطب الكالوميل كقطب مرجع.

المواد اللازمة :

١- حمض فسفوريك (  $H_3PO_4$  ) (0.2M)

٢- هيدروكسيد صوديوم (  $NaOH$  ) (0.5M)

٣- محلول منظم  $pH = 7$

الأدوات اللازمة:

١- دورق سعة 250ml

٢- مقلب مغنطيسي

٣- قطب زجاجي

٤- قطب كالوميل

٥- جهاز  $pH_{meter}$

طريقة العمل:

١- عاير جهاز الـ  $pH_{meter}$  عدة مرات باستخدام المحلول المنظم .

٢- ضع 10ml من حمض الفسفوريك في كاس سعة 250ml ثم خفف إلي 50ml بالماء المقطر .

٤- اغسل القطبين الزجاجي والمرجع بالماء المقطر ثم أغمسهما برفق في الكأس مع استخدام مقلب مغنطيسي لتقليب المحلول .

٥- صل القطبين بجهاز الـ  $pH_{meter}$  وقس الـ  $pH$

٦- أضف من السحاحة محلول هيدروكسيد الصوديوم على دفعات (1-2ml) في كل إضافة . في البداية قس الجهد أو الـ  $pH$  بعد كل إضافة وبالقرب من نقطة التكافؤ اجعل حجم الدفعات المضافة من هيدروكسيد الصوديوم صغيرة جدا (0.1ml) وفي كل مرة قس الجهد أو الـ  $pH$  .

٧- ارسم علاقة بين قيم الـ  $pH$  المقاسة وحجم الهيدروكسيد المضاف ومنه استنتج نقطة التكافؤ برسم منحنى المعايرة البسيط او باستخدام منحنى الاشتقاق الأول أو الثاني إذا لزم الأمر.

٨- دوّن النتائج في الجدول التالي:

$pH$									
$V_{(NaOH)}$									

### تجربة رقم (٣٩)

#### التحليل الوزني الكهربائي

#### Electrogravimetry

#### تمهيد نظري:

يعتمد هذا النوع من التحليل على ترسيب فلز علي سطح حامل من مهبط البلاتين النقي لإمكانية حرقة للتخلص من الشوائب العلقة بها المعروف وزنه ثم يوزن الكاثود بعد تمام ترسيب الفلز عليه .

يعتبر التحليل الوزني الكهربائي من الطرق التي تعتمد علي الخلية الالكتروليتية وان تفاعلاتها غير تلقائية ، وللحصول علي ترسيب جيد ونو كفاءة عالية اتبع الآتي:

١-التقليل المستمر طوال التجربة لتقليل زمن الترسيب.

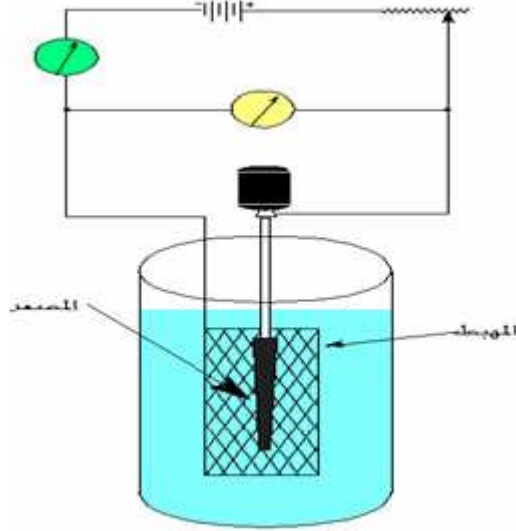
٢-استخدام شدة تيار صغيرة

## تجارب في التحليل الآلي

٣-- استخدم مثبطات الاستقطاب المناسبة (Depolarizers) مثل حمض النيتريك والهيدرازين.

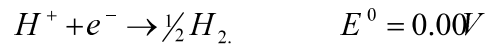
يتم تقدير الفلز بترسيبه علي سطح المهبط الموزون مسبقا ثم يجفف ويوزن بعد إتمام عملية الترسيب يمثل الفرق بين الوزنين تركيز المادة المراد تحليلها.

رسم يوضح جهاز التحليل الكهربائي

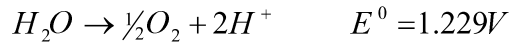


يعتبر تقدير النحاس من أهم التطبيقات في هذا المجال فنجد التفاعلات الممكنة في حالة النحاس ومحلول حمض الكبريتيك هي :

علي المهبط :



علي المصعد:



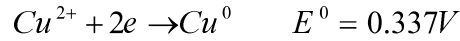
وبما أن قيمة الجهد القياسي ( $E^0$ ) لأكسدة الكبريتات ( $2SO_4^{2-} \rightarrow S_2O_8^{2-} + 2e^-$ ) يساوي ( $2.10V$ ) والذي يعتبر أكثر ايجابية من المذيب (الماء) لذلك تعتبر الكبريتات غير نشطة كهربيا في المحاليل المائية .  
 إذا أخذنا التراكيز التالية من النحاس ( $0.01M$ ) وحمض الكبريتيك ( $0.05M$ ) والهيدروجين يساوي ( $0.1M$ ) في درجة حرارة ( $25^0C$ ) يمكن حساب الجهد لكل نصف خلية من معادلة نيرست

$$Cu = 0.337 - \frac{0.0592}{2} \log \frac{1}{10^{-2}} = +0.278V \quad E_{Cu^{2+}}$$

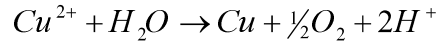
$$H_2 = 0.000 - 0.0592 \log \frac{1}{10^{-1}} = -0.059V \quad E_{H^+}$$

$$H_2O = 1.229 - \frac{0.0592}{2} \log \frac{1}{(10^{-1})^2} = 1.170V \quad E_{O_2}$$

وبما ان جهد النحاس أكثر ايجابية من جهد الهيدروجين نجد أن النحاس يختزل بسهولة ويترسب علي سطح المهبط ويكون تفاعل المهبط كالاتي:



وعليه يكون التفاعل الكلي كالاتي:



الجهد اللازم تطبيقه على الخلية من المصدر الخارجي يعتمد على عوامل كثيرة منها فرق الجهد والاستقطاب التركيزي والجهد الاومي

تجربة رقم (٤٠)

### تقدير النحاس بجهاز التحليل الوزني الكهربائي

#### المواد المطلوبة :

- ١- محلول كبريتات النحاس مجهول التركيز
- ٢- حمض الكبريتيك (3M)
- ٣- حمض النيتريك المركز
- ٤- أسيتون
- ٥- يوريا
- ٦- حمض نيتريك مخفف

#### خطوات العمل :

- ١- نظف قطبي البلاتين بمحلول مخفف ودافئ من حمض النتريك والماء المقطر والأسيتون وجفف في فرن لمدة خمس دقائق ثم برد القطبين وأوزن قطب المهبط.
- ٢- انقل (25ml) من كبريتات النحاس إلي كاس سعة (250ml) ثم أضف (0.5ml) من محلول حمض الكبريتيك (3M) و (2ml) من حمض النيتريك المركز ثم أضف (2g) من اليوريا
- ٣- أضف ماء مقطر للكأس مع ملاحظة أن الجز الاعلي من القطب حوالي (1cm) لا يغطي بالماء

٤- وصل قطب المهبط بالنهاية السالبة والمصعد بالنهاية الموجبة للجهاز وتأكد من أن قطب المصعد الصغير يكون في وسط قطب المهبط الكبير دون أن يلامسه  
 ٥- شغل المحرك المغناطيسي واضبط الجهاز المعطي بحيث تحصل على تيار في حدود 2 أمبير حيث يترسب النحاس على المهبط ويتصاعد غاز الأوكسجين عند المصعد واجعل التيار ثابتا وذلك بزيادة الجهد المعطي واستمر في التحليل لمدة 45 دقيقة

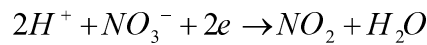
٦- بعد التأكد من تمام ترسيب النحاس أطفئ المحرك ثم ارفع الأقطاب خارج المحلول قبل إطفاء الجهاز ثم اغسل بالماء المقطر لان اى حمض يبقي علي الراسب يؤدي إلي ذوبانه.

٧- انزع المهبط من الجهاز واغسله بالأسيتون ثم جففه في الفرن عند درجة حرارة (110°C) لمدة ثلاث دقائق ثم برد وسجل وزن المهبط مع ملاحظة أن أي زيادة في زمن التجفيف تؤدي إلي أكسدة النحاس

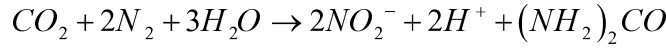
٨- احسب تركيز النحاس بالجزء من المليون (ppm) (parts per million)  
 ملاحظات:

١- عنصر النحاس ( $E^0 = +0.34V$ ) يتم تحليله في وسط حمضي لان جهده القياسي أكثر ايجابية من جهد الهيدروجين القياسي لذا يضاف حمض الكبريتيك.

٢- يضاف حمض النيتريك لمنع تصاعد غاز الهيدروجين



٣- تضاف اليوريا للتخلص من ايونات ( $NO_2^-$ ) الناتجة من التفاعل أعلاه ويمكن تمثيل تفاعل اليوريا كمايلي



حيث أن أيونات  $(NO_2^-)$  تمنع ترسيب النحاس  
يجب ملاحظة أن العناصر التي جهدها القياسي اقل ايجابية من الهيدروجين يتم  
ترسيبه في الوسط القاعدي ومثال لذلك الخارصين  $(E^0 = -0.763)$   
تقدير النحاس والخارصين في سبيكة النحاس باستخدام التحليل الوزني الكهربائي  
تمهيد نظري :

من التطبيقات الهامة للتحليل الوزني الكهربائي فصل النحاس  $(E^0 = 0.34V)$  من  
الخارصين  $(E^0 = -0.763V)$  وتقديرهما في السبائك . يترسب النحاس في الوسط  
الحمضي بينما لا يترسب الخارصين وبعد فصل وترسيب النحاس يتم ترسيب  
الخارصين في الوسط القاعدي  
لاحظ أن الخارصين لا يترسب في الوسط الحمضي لان  $(NO_2^-)$  و  $(H^+)$   
الموجودة في الوسط الحمضي أسهل اختزالا من الخارصين  
المواد المطلوبة:

- ١- حمض النيتريك المركز
- ٢- حمض الكبريتيك المركز
- ٣- هيدروكسيد الصوديوم  $(2M)$
- ٤- أسيتون

#### الأدوات المطلوبة

- ١- قطبين من البالتين
- ٢- كأس سعة  $(250ml)$
- ٣- ثيرمو متر

٤-مجفف

٥-دورق حجمي سعة (500ml)

خطوات العمل:

١- زن (1g) من السبيكة ونوبه في (10ml) من حمض النيتريك في دولاب الأبخرة

٢- سخن المحلول حتي قرب الجفاف ثم برد لدرجة حرارة الغرفة

٣- أضف بحذر (0.5ml) من حمض النيتريك المركز

٤- سخن الكأس حتي اختفاء اللون المصفر من الغاز المتصاعد

٥- برد الكأس ثم أضف (0.5ml) من حمض الكبريتيك المركز ثم سخن حتي ظهور لون حمض الكبريتيك الأبيض ثم برد إلي درجة حرارة الغرفة مرة أخرى

٦- أملا دورق قياسي سعة (500ml) بالماء (حوالي 200ml) ثم انقل إليه وبحذر محلول السبيكة

٧- اغسل الكأس عدة مرات للتأكد من نقل كل المادة المذابة للدورق القياسي ثم أكمل بالماء المقطر حتي العلامة

فصل النحاس :

١- نظف قطبي البالتين بمحلول مخفف ودافئ من حمض النيتريك تم بواسطة الأسيتون وجفف في الفرن لمدة خمس دقائق ثم برد القطبين داخل مجفف وزن قطب المهبط فقط

٢- انقل (50ml) من محلول السبيكة إلي كاس سعة (250ml) ثم أضف (1g) من اليوريا

- ٣- صل قطبي البلاتين بجهاز التوصيل الكهربائي . وتأكد من عدم تلامس القطبين
- ٤- شغل المحرك المغنطيسي واضبط الجهد بحيث تحصل على تيار في حدود (2-3A) وفي حالة عدم وصول التيار إلي هذه القيمة يضاف كمية قليلة من حمض الكبريتيك.
- ٥- استمر في التحليل مع الحفاظ علي قيمة التيار أعلاه لمدة (45-60 min) أو حتى اختفاء اللون الأزرق لايونات النحاس.
- ٦- بعد تمام الترسيب أطفئ المحرك ثم ارفع الأقطاب خارج المحلول قبل إطفاء الجهاز ثم اغسل أي حمض يبقي علي الراسب .
- ٧- انزع المهبط ثم اغسله بالأسيتون وجففه في فرن درجة حرارته (110°C) لمدة ثلاثة دقائق ثم برد في مجفف وأوزن المهبط مرة أخرى.(يستخدم المهبط المرسب علية النحاس لتجربة الخارصين)
- ثانيا فصل الخارصين:**

- ١- عالج المحلول الخالي من النحاس في التجربة أعلاه بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (2M) حتي يتم نوبان هيدروكسيد الخارصين المتكون مرة أخرى.
- ٢- صل القطب المترسب علية النحاس مرة أخرى بالجهاز ثم أبدا التحليل الكهربائي مرة أخرى لمدة ساعة في درجة حرارة (60°C) والجهد المطبق في حدود (4.0V)
- ٣- بعد تمام الترسيب أطفئ المحرك ثم ارفع الأقطاب خارج المحلول قبل إطفاء الجهاز

- ٤- انزع المهبط ثم اغسله بالأسيتون ثم جففه تحت ضغط منخفض داخل مجفف وذلك لتفادي تكون أكسيد الخارصين من الهواء.
- ٥- سجل وزن الراسب قبل وبعد عملية ترسيب الخارصين.

**الحسابات:**

١- من وزن مادتي النحاس وال خارصين . احسب كمية كل منهما في (50ml) ثم في (500ml) (الحجم الكلي للمحلول)

٢- احسب النسبة المئوية لكل منهما من العلاقة :

وزن الراسب في (50ml)

وزن الراسب في (X) (500ml)

$$\text{النسبة المئوية} = \text{وزن الراسب} \times \frac{500}{50} \times \frac{1}{W_{\text{of alloy}}} \times 100$$

أمثلة محلولة :

مسألة (١)

يتفاعل كل من  $V, Ti$  مع  $H_2O_2$  في وجود وسط حامضي وهو  $HClO_4$  ليكون مركبين معقدين ملونين فإذا أخذ 5g من كل عنصر وتم تحضير محلول

قياسي لكل عنصر وتم قياس طيف الامتصاص عند  $\lambda_{max} = 410nm$

و  $\lambda_{max} = 460nm$  وإذا أذيب 1.0g من سبيكة تحتوي على  $V, Ti$  وتم قياس

الامتصاص عند  $\lambda_{max} = 410nm$

$\lambda_{max} = 460nm$  وكان طول مسار الوعاء  $\ell = 1.0cm$  وتم الحصول على

النتائج

	$A_{410nm}$	$A_{460nm}$
$Ti$	0.760	0.513
$V$	0.185	0.250
السبيكة	0.715	0.657

فاحسب النسبة المئوية لكل من:

$Ti$  و  $V$  %

الحل :

حيث أن :  $A = \epsilon c . \ell$

IGI

تجارب في التحليل الآلي

$$\lambda_{\max} = 410nm$$

$$Ti : 0.760 = a \times 5 \times 1, \quad a = 0.152$$

$$V : 0.185 = a \times 5 \times 1, \quad a = 0.037$$

عند  $\lambda_{\max} = 460nm$

$$Ti : 0.513 = a \times 5 \times 1, \quad a = 0.103$$

$$V : 0.250 = a \times 5 \times 1, \quad a = 0.050$$

بالنسبة للسبيكة

$$(410nm) \quad A = a c_{Ti} \cdot l + a c_V \cdot l \dots\dots\dots(1)$$

$$(460nm) \quad A = a c_{Ti} \cdot l + a c_V \cdot l \dots\dots\dots(2)$$

بالتعويض في المعادلتين

$$0.715 = 0.152 \times c_{Ti} \times 1 + 0.037 \times c_V \times 1 \dots\dots\dots(3)$$

$$0.657 = 0.103 \times c_{Ti} \times 1 + 0.050 \times c_V \times 1 \dots\dots\dots(4)$$

من المعادلة (3) نحصل على:

$$\frac{1}{0.037} (0.715 - 0.152 c_{Ti}) = c_V \dots\dots\dots(5)$$

بالتعويض في المعادلة (4)

$$0.657 = 0.103 c_{Ti} + 0.050 \times \frac{1}{0.037} (0.715 - 0.152 c_{Ti})$$

$$c_{Ti} = 3.021 \text{ mg / 100ml}$$

بالتعويض في معادلة (5)

$$c_v = 6.914 \text{ mg} / 100\text{ml}$$

$$\%V = \frac{6.914}{1000} \times 100 = 0.6914$$

$$\%Ti = \frac{3.021}{1000} \times 100 = 0.3021$$

### مسألة (٢)

لديك محلول من البرمنجينات مجهول التركيز  $C_u$  ويعطي امتصاص  $A_u = 0.5$  عند  $525\text{nm}$  وباستخدام وعاء خلية ذو مسار مجهول واستخدام محلول آخر من البرمنجينات تركيزه  $C_s = 1 \times 10^{-4} \text{ M}$  ليعطي امتصاص  $A_s = 0.2$  عند  $525\text{nm}$  مستخدماً نفس الخلية (الوعاء) السابق . احسب التركيز المولاري للمجهول.  
الحل : حيث أن

$$A = \epsilon c . l \dots \dots \dots (1)$$

$$A_u = \epsilon c_u . l \dots \dots \dots (1)$$

$$A_s = \epsilon . c_s . l \dots \dots \dots (2)$$

نقسم المعادلة (1) على المعادلة (2) ينتج:

$$\frac{A_u}{A_s} = \frac{\epsilon c_u . l}{\epsilon c_s . l} = \frac{A_u}{A_s} = \frac{C_u}{C_s}$$

$$\frac{0.5}{0.2} = \frac{C_u}{1 \times 10^{-4}} = \therefore C_u = 2.5 \times 10^{-4} \text{ M}$$

### مسألة (٣)

تم تحليل عينة من الأسبرين وزنها 0.1g بجهاز التآلق الجزيئي. فإذا كان تركيز حمض السالسليك يساوي 3.65 p.p.m أوجد النسبة المئوية لحمض أستايل السالسليك في العينة.

الحل:

$$1- \text{تركيز حمض السالسليك با ل} \text{---} = \text{p.p.m} = 3.65$$

$$2- \text{تركيز حمض السالسليك بال} = \text{mg} = 3.65$$

$$3- \text{تركيز حمض السالسليك بال} = \text{g} = 3.65 \times 10^{-3}$$

$$\text{الوزن بال} = 3.65 \times 10^{-3}$$

$$\bullet \text{ عدد مولات السالسليك} = \frac{\text{g}}{\text{الوزن الجزيئي}} = \frac{3.65 \times 10^{-3}}{138.12} = \frac{2.64 \times 10^{-5}}{10^{-5}}$$

**خطأ! لا يمكن إنشاء كائنات من تحرير رموز الحقول.** عدد مولات السالسليك

$$= \text{عدد مولات حمض أستايل السالسليك من المعادلة (}$$

$$1- \text{عدد مولات حمض أستايل السالسليك} = 2.64 \times 10^{-5}$$

$$2- \text{وزن أستايل السالسليك بال} = \text{g} = \text{عدد المولات} \times \text{الوزن الجزيئي.}$$

$$= 4.76 \times 10^{-3} = 180.12 \times 2.64 \times 10^{-5}$$

$$\text{g} \times 10^{-3}$$

$$\bullet \text{ وزن أستايل السالسليك قبل التخفيف} = \frac{4.76 \times 10^{-3}}{10^{-3}} \times \frac{100}{5} = \frac{0.096}{\text{g}}$$

$$\therefore \text{النسبة المئوية لأستايل حمض السالسليك} = \frac{\text{التركيز بال} \text{g}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

$$96\% = 100 \times \frac{0.096}{0.1} =$$

#### مسألة (٤):

تم تحويل (25ml) من عينة من خام النحاس بجهاز التحليل الوزني الكهربائي. فإذا كان وزن المهبط قبل الترسيب يساوي (16.45g) وبعد تمام عملية الترسيب يساوي (16.5g) احسب تركيز النحاس في هذه العينة بالـppm

الحل:

$$\text{وزن المهبط} + \text{وزن المصعد} = 16.50g$$

$$\text{وزن المهبط} = 16.45g$$

$$\text{وزن الراسب} = 0.05g$$

بما أن (25ml) من المحلول يحتوي علي (0.05g)

(1000ml) من المحلول يحتوي علي Xg

$$0.05 \times \frac{1000}{25} = 2.0g = \text{وزن الراسب في (1000ml)}$$

بما أن تركيز النحاس بالجـم/لتر = 2.0g / l

$$2 \times 1000 = 2000ppm = \text{تركيز النحاس بالـppm}$$

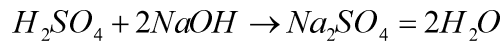
#### مسألة (٥)

## تجارب في التحليل الآلي

في تجربة لتحديد تركيز حمض الكبريتيك  $H_2SO_4$  بجهاز التوصيلية وجد انم حجم هيدروكسيد الصوديوم  $NaOH$  الذي تركيزه  $(0.1M)$  عند نقطة التكافؤ  $(20ml) =$  فإذا كان حجم  $H_2SO_4 = (100ml)$  احسب تركيز حمض الكبريتيك بالمولارية

الحل

نكتب معادلة التفاعل أولاً :



من معادلو التفاعل نجد أن:

$$\frac{\text{no of mmoles of } H_2SO_4}{\text{no of mmoles of } NaOH} = \frac{2}{1}$$

$$\frac{M_{H_2SO_4} \times V_{H_2SO_4}}{M_{NaOH} \times V_{NaOH}} = \frac{2}{1}$$

$$\frac{M_{H_2SO_4} \times 100}{0.1 \times 20} = \frac{2}{1}$$

$$M_{H_2SO_4} = \frac{2(0.1 \times 20)}{100} = 0.04$$

IGR

### اختبر معلوماتك

- ١- عدد المكونات الرئيسية في أجهزة الطيف المرئي وفوق البنفسجي واذكر المجالات المستخدمة فيها.
- ٢- متي لا يتحقق قانون بير - لامبيرت
- ٣- اذكر قانون إيجاد معامل الامتصاص ( $\epsilon$ )
- ٤- عرف  $\lambda_{max}$
- ٥- اكتب العلاقة بين التركيز والامتصاص.
- ٦- مانوع التحليل الأكثر استخداما في طيف الناشئة تحت الحمراء.
- ٧- ماهو الوزن المطلوب من كبريتات الكوبالت ( $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ ) لتحضير محلول قياسي من الكوبالت تركيزه ( $1.0g/l$ ) في دورق قياسي سعة ( $100ml$ )
- ٨- كيف تحضر محلول تركيزه ( $2.0g/l$ ) في دورق سعة ( $100ml$ ) من محلول قياسي آخر تركيزه ( $10g/l$ ).
- ماهو الوزن المطلوب من حمض السالسيك اللازمة لتحضير محلول قياسي تركيزه ( $100ppm$ ) في دورق قياسي سعة ( $100ml$ )
- ٩- ضبط الرقم الهيدروجيني ( $pH = 3.5$ ) عند تقدير تركيز الحديد الثنائي (علل)
- ١٠- استخدام خلايا الكوارتز في تجارب طيف الأشعة فوق البنفسجية. (علل)

- ١١- عدم استخدام الماء مطلقا في تنظيف أقرص ( $KBr$ ) (علل)
- ١٢- يفرض استخدام النظام ثنائي الحزمة على أحادي الحزمة في أجهزة الطيف المرئي وفوق البنفسجي. (علل).
- ١٣- إضافة ( $١٠، ١٠$ ، فاناثرولين) عند تقدير الحديد الثنائي. (علل)
- ١٩- ماهو الوزن المطلوب من كلوريد الكالسيوم ( $CaCl_2$ ) وزنه الجزيئي ( $110.99 g / mole$ ) لتحضير محلول قياسي من الكالسيوم تركيزه ( $100 ppm$ ) في ورق قياسي سعة ( $1000 ml$ )
- ٢٠- لديك محلول قياسي تركيزه ( $1000 ppm$ ) ماهو الحجم الذي يجب أخذه لتحضير محلول قياسي آخر تركيزه ( $100 ppm$ ) في ورق قياسي سعة ( $1000 ml$ )
- ٢١- عند إذابة ( $2.0 g$ ) من ماح الطعام في ( $100 ml$ ) وقياس تركيز البوتاسيوم في هذا المحلول عن طريق رسم منحنى التدرج القياسي كان التركيز ( $4 \mu g / ml . ppm$ ) اوجد تركيز البوتاسيوم بوحدة ( $\mu g / g . ppm$ )
- ٢٢- اذكر مميزات الاستخلاص بالمذيبات.
- ٢٣- ماهو الأساس النظري للاستخلاص بالمذيبات .
- ٢٤- كيف يمكن حساب تركيز اليود في محلوله المائي
- ٢٥- سهولة استخلاص اليود. (علل)
- ٢٦- عرف زمن الاستبقاء ( $RT$ ).
- ٢٧- تغطية خزان الطور المتحرك في الفصل عن الطبقة الرقيقة (علل).
- ٢٨- عدم استخدام قلم الحبر في تحديد خط البداية والنهاية في الفصل بالورقة (علل)
- ٢٩- استخدام قطعة من الصوف الزجاجي في قاع العمود. (علل).

- ٣٠- تأخر ثاني كرومات البوتاسيوم في الخروج بالمقارنة مع برمنجينات البوتاسيوم في العمود الكلاسيكي. (علل)
- ٣١- اذكر أهمية قياس الرقم الهيدروجيني .
- ٣٢- ماهي أهمية تحديد التوصيلية والأملاح الذائبة .
- ٣٣- ماهي الوحدة المستخدمة لقياس التوصيل والتوصيلية
- ٣٤- وضح كيفية إجراء المعايير التوصيلية .
- ٣٥- ماهي الخاصية التي تقاس في تجارب الفولتاميتري
- ٣٦- لا يستخدم (HCl) في تجارب التحليل الوزني الكهربائي. (علل)
- ٣٧- لأ يتم ترسيب الخارصين في الوسط الحمضي. (علل)
- ٣٨- التيار المتبقي خاصية غير مرغوب فيها في الطرق الفولتامترية. (علل)
- ٣٩- إضافة الالكتروليت المساند في تجارب الطرق الفولتامترية (علل).
- ٤٠- يجب نزع كاس التحليل من جهاز التحليل الوزني بعد الانتهاء من التحليل قبل قفل الدائرة الكهربائية (علل).

المادة	مجال أطول الموجات النافذة (μm)
السليكا	0.16 ___ 4
فلوريد الليثيوم	0.13 ___ 9
فلوريد الكالسيوم	0.13 ___ 12
كلوريد الصوديوم	0.2 ___ 25
بروميد البوتاسيوم	0.25 ___ 40

جدول (١): جدول يوضح بعض المواد التي تنفذ الأشعة تحت الحمراء

جدول (٢): يوضح مواقع حزم الامتصاص للمجموعات الوظيفية.

مواقع الامتصاص كعدد موجي cm <sup>-1</sup>	نوع الرابطة
<p>٢٨٥٠ - ٣٠٠٠</p> <p>٣٠٠٠ - ٣١٠٠</p> <p>٣٠٥٠ - ٣١٥٠</p> <p>٣٣٠٠</p> <p>{ ٢٨٠٠ - ٢٩٠٠</p> <p>{ ٢٧٠٠ - ٢٨٠٠</p>	<p>C - H ألكانات</p> <p>ألكينات (شد)</p> <p>المركبات الأروماتيه (شد)</p> <p>ألكاينات</p> <p>الدهيد</p>

تجارب في التحليل الآلي

١٦٨٠ - ١٦٠٠ ١٦٠٠ و ١٤٧٥	C = C ألكينات مركبات أروماتيه
٢٢٥٠ - ٢١٠٠	C ≡ C ألكينات
١٧٢٠ - ١٧٤٠ ١٧٠٥ - ١٧٢٥ ١٧٠٠ - ١٧٢٥ ١٧٣٠ - ١٧٥٠ ١٦٤٠ - ١٦٧٠ ١٦٧٠ و ١٨١٠ ١٨٠٠	C = O ألدهيد كيتون أحماض كربوكسليه أستر أميد أنهيدريد كلوريد الحمض
١٣٠٠ - ١٠٠٠	C - O كحولات ، أثيرات أسترات ، أحماض كربوكسليه وأنهيدريدات
٣٦٥٠ - ٣٦٠٠ ٣٢٠٠ - ٣٥٠٠ ٢٤٠٠ - ٣٤٠٠	O - H كحولات - فنيولات حرة مرتبط برابطة هيدروجينية أحماض كربوكسليه
٣٥٠٠ - ٣٠٠	N - H الأمينات الأولية والثانوية والاميدات
٣٥٠ - ١٠٠٠	C - N أمينات
١٦٩٠ - ١٦٤٠	C = N اكزيمات إمينات
٢٢٦٠ - ٢٢٤٠	C ≡ N نتريلات
١٥٥٠ - ١٣٥٠ ١٤٠٠ - ١٠٠٠ ٨٠٠ - ٦٠٠ أقل من ٦٦٧	N = O نايترو فلوريد = X <sup>o</sup> C-X = كلوريد = بروميد ويونيد

جدول يوضح بعض مزيات الاستخلاص

المذيب	نقطة الغليان (°C)	الذائبية في الماء (جم/100 مل)	الكثافة	مصدر الخطر
دباي ايثيل ايثر	35	6	0.71	الاستنشاق، اللهب، الاستنشاق
بنتان	36	0.04	0.62	الاستنشاق، اللهب، الاستنشاق
ايثر بترولي	60-40	قليلة	0.064	الاستنشاق، اللهب، الاستنشاق
داي كلورو ميثان	40	2	1.32	1.6 مل/كجم
كلوروفورم	61	0.5	1.48	-
هكسان	69	0.02	0.66	الاستنشاق، اللهب، والاستنشاق
طولوين	111	0.06	0.87	الاستنشاق، اللهب، والاستنشاق

جدول يوضح مواد التجفيف اللامائية

المادة	الصفة	عدد مولات الماء التي يمتصها مول واحد	قابلية التجفيف وسرعته
$MgSO_4$	متعادل	7	عالية وسريعة جدا
$CaCl_2$	متعادل	6	عالية وسريعة جدا
$Na_2SO_4$	متعادل	10	عالية ولكن بطيئة
$K_2SO_4$	قاعدي	2	ضعيفة وبطيئة
$CaSO_4$	متعادل	0.5	ضعيفة ولكن سريعة
$KOH$	قاعدي	قليلة	ضعيفة ولكن سريعة
$H_2SO_4$	حامضي	كبير جدا	عالية جدا وسريعة

### المراجع العربية

- ٧- إبراهيم الزامل ، الكيمياء التحليلية - التحليل الآلي ، الطبعة الثالثة ، دار الخريجي للنشر ، ١٩٩٨م.
- ٨- يحيى قدسي وآخرون ، تجارب أولية في التحليل الآلي ، الطبعة الخامسة ، جامعة دمشق ، ٢٠٠٣م
- ٩- عبدالغني حمزة وآخرون ، الكيمياء التحليلية. تجارب عملية في طرق التحليل الآلي ، الطبعة الثانية ، جامعة الملك عبد العزيز ، ١٩٩٥م
- ١٠- محمود رزق . وحيد فتحي ، التحليل الآلي . الطرق الكهربيائية والطيفية ، الطبعة الأولى ، دار النشر الدولي، ٢٠٠٣م.
- ١١- رضوان صدقي فرج ، التحليل الكروماتوغرافي، مركز النشر لجامعة القاهرة (١٩٩٠م)

### المراجع الأجنبية

- 1-Christian Gery D., Analytical Chemistry , Fourth Edition , John Wily and Sons, New York(1986)
- 2- D.A. Skoog & D.M. West, Principles of Instrumental Methods of analysis , Sixth edition,Holf Rinehart & Wiston, New York(1991)
- 3- A.I. Vogel , Textbook of Quantitative Chemical Analysis, fifth adition,LongmanLondon(1975)
- 4- G.W.Ewing, Instrumental methods of Chemical Analysis , fourth edition , McGraw- Hill , New York,(1975 )
- 5- Sawyer.Heineman .Beebe. Chemistry Experiments For Instrumental Methods , John Wily and Sons, New York(1984)

أ. عادل عباس حسن مجوّه

والله الموفق