

جامعة الموصل

كلية علوم البيئة وتقاناتها

فرع علوم البيئة

التحليل النوعي (الوصفي) والتحليل الكمي الحجمي (شرح نظري وتجارب عملية) لطلبة المرحلة الاولى

اعداد

د. يسرى مجيد الشاكر

2008-2007

ارشادات عامة حول التعامل في المختبر:

أ- العناية بنظافة الايدي بالماء والصابون ونظافة الادوات قبل وبعد الاستعمال بغسلها بالماء ومساحيق التنظيف ثم بالماء المقطر مع مراعاة عدم الاسراف بهما او بتنظيفهما بمزيج التنظيف اذا تطلب الامر لذلك والذي يحضر من (اذابة 10غم من $K_2Cr_2O_7$ في 20 مللتر ماء مقطر ثم اضافة 100 مللتر من H_2SO_4 من المركز ببطء مع التحريك والتسخين ثم يبرد المحلول ويستخدم).

ب- تنظيم الادوات الزجاجية وقناني المواد الكيميائية على المنضدة والرفوف الخاصة بها ومراعاة اعادتها الى اماكنها بعد استخدامها وتغطيتها باغطيتها الخاصة بها منعا للتلوث.

ت-مراعاة تحوطات الامان عند استخدام المواد الكيميائية من خلال ارتداء الرداء الصدرية اثناء العمل وغسل الايدي مباشرة بالماء عند تعرضها لاي مادة كيميائية واستخدام مفرغات الهواء لسحب الغازات والابخرة السامة والتعامل مع المواد الخطرة داخل غرفة الابخرة السامة (HOOD).

ث- عدم رمي قصاصات الورق والمواد الكيميائية الصلبة في احواض الغسيل وتخفيف الحوامض والقواعد المركزة بالماء قبل تصريفها في المجاري لتجنب انسدادها وتلفها اضافة الى تنظيف المنضدة المختبرية بعد الانتهاء من التجربة.

مدخل الى التحليل النوعي والكمي (الحجمي)

التحليل الوصفي (النوعي) Qualitative Analysis

هو التحليل الذي يتم فيه تشخيص هوية المادة الكيميائية في النموذج بدون معرفة تركيزها ونسبة نقاوتها ويتم ذلك اما باستخدام حواس الانسان الخمسة او بعض التفاعلات الكيميائية المشخصة.

التحليل الكمي Quantitative Analysis

هو التحليل الذي يبحث في تقدير كمية مكونات النموذج من حيث تقدير التركيز او النسبة المئوية ويشتمل على طرق كلاسيكية لا تعتمد على الاجهزة مثل التحليل الحجمي والوزني وطرق حديثة (تحليل آلي) مثل طرق التحليل الكهربائي والبصرية والكروماتوغرافيا.

التسحيح والمعايرة Titration and Standardization

هي عملية الاضافة التدريجية للعامل المسحح (Titrant) من السحاحة (محلول قياسي اولي ذو تركيز مضبوط) الى المحلول المادة المراد تقديرها (Analyte) في الدورق المخروطي والتي اما ان تكون مجهولة التركيز والغاية منها ايجاد التركيز المجهول او تكون معلومة التركيز غير مضبوط (عملية المعايرة) والغاية منها ضبط التركيز وتنتهي عملية التسحيح عند نقطة التكافؤ بتغير لون الدليل.

الدلائل Indicators

هي مركبات معظمها عضوية تعاني محاليلها من تغيرات فيزيائية او كيميائية تؤدي الى تغير لوانها عند نقطة التكافؤ.

نقطة التكافؤ Equivalent

هي المرحلة التي يتم فيها تفاعل مواد متكافئة من العامل المسحح والمادة المراد تحليلها وتحدد بتغير لون الدليل.

الاجهزة والادوات المستخدمة في المختبر

1- جهاز الطرد عن المركز Centrifuge

يستخدم لفصل الراسب عن الراشح بواسطة قوة الطرد عن المركز وذلك بوضع الانبوبة الحاوية على محلول النموذج في الجهاز ووضع انبوبة اخرى بنفس الحجم والوزن في الجهة المقابلة لها لغرض التوازن.

2- الحمام المائي Water Bath

يستخدم لتسخين المحاليل بعد وضعها في انابيب الاختبار ثم تثبيتها بواسطة الحامل الخاص بها ووضعها داخل الحمام المائي الساخن.

3- الادوات المستخدمة في التجارب:





فرشاة
Brush



محرك زجاجي
Glass rod



أنبوبة اختبار مخروطية
Conical test tube



أنبوبة اختبار
Test tube

الزمرة الاولى وتشمل العناصر

(الفضة Ag^+ ، الزئبق Hg^{+2} ، الرصاص Pb^{+2})

الكاشف المختص بترسيبها هو ايون الكلوريد (Cl^-) في وسط حامضي (2-5 N).

الكشوفات الفردية لايونات الزمرة الاولى

الايونات			محلول الكاشف
Pb^{+2}	Hg^{+2}	Ag^{+1}	
يتكون راسب ابيض من محاليله الباردة يذوب عند التسخين ويذوب في وفر من حامض HCl المركز.	يتكون راسب ابيض يذوب في الماء الملكي ولا يذوب في الماء الساخن ولا في الحوامض المخففة ويسود عند اضافة NH_4OH .	يتكون راسب ابيض يذوب في حامض حامض HCl المركز و NH_4OH ويسود عند تعرضها للضوء لترسب الفضة.	$3N HCl$
يتكون راسب اصفر يذوب بوفر من الكاشف وفي الماء المغلي مكونا طبقات ذهبية.	يتكون راسب اصفر مخضر يذوب بوفر من الكاشف مكونا ملحا معقدا.	يتكون راسب اصفر يذوب في محلول KCN ومحلول $Na_2S_4O_3$ ولا يذوب في الامونيا المركزة.	KI
يتكون راسب اصفر يذوب في المحاليل القاعدية القلوية المركزة وفي حامض النتريك ولا يذوب في حامض الخليك والامونيا.	يتكون راسب بني في المحاليل الباردة يتحول الى اللون الاحمر عند الغليان.	يتكون راسب احمر يذوب في حامض النتريك المخفف وفي الامونيا ولا يذوب في حامض الخليك المخفف.	K_2CrO_4

ملاحظة: يرمز للزئبقوز Hg^{+1} والزنبيك Hg^{+2} .

الكشوفات الفردية لايونات الزمرة الثانية

محلول الكاشف	الايونات					
	As^{+3}	Sn^{+4}	Bi^{+3}	Cu^{+2}	Cd^{+2}	Hg^{+2}
H_2S	يتكون راسب اصفر يذوب في حامض النتريك المركز الساخن وفي الهيدروكسيدات القلوية ولا يذوب في HCl المركز.	يتكون راسب اصفر يذوب في حامض HCl المركز والقواعد القوية.	يتكون راسب بني يذوب في حامض النتريك المخفف الساخن و HCl المركز المغلي ولا يذوب في الحوامض المخففة الباردة.	يتكون راسب اسود يذوب في حامض النتريك المخفف الساخن ولا يذوب في حامض الكبريتيك الساخن ولا في محلول KOH .	يتكون راسب اصفر يذوب في حامض النتريك المخفف الساخن ولا يذوب في محلول KCN .	يتكون راسب بني مسود يذوب في الماء الملكي ولا يذوب في الحامض النتريك المخفف ولا محاليل الهيدروكسيدات القلوية وكبريتيد الامونيوم.
$NaOH$	-	يتكون راسب ابيض جيلاتيني يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب ابيض يذوب في الحوامض متحولا الى اللون الاصفر عند الغليان.	يتكون راسب ازرق لا يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب ابيض لا يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب احمر بني يتحول الى اللون الاصفر بوفر من الكاشف.
NH_4OH	-	-	يتكون راسب ابيض لا يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب ازرق فاتح يذوب في وفر من الكاشف متحولا الى اللون الغامق.	يتكون راسب ابيض يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب ابيض يذوب بوفر من الكاشف وفي محلول كلوريد الامونيوم.
KI	-	-	يتكون راسب بني يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب ابيض يذوب في وفر من الكاشف محررا اليود.	-	-
$AgNO_3$	يتكون راسب اصفر في المحاليل المتعادلة يذوب في الامونيا وفي حامض النتريك.	-	-	-	-	-

الكاشف المختص بتربيتها هو ايون الكبريتيد (S^{2-}) في وسط حامضي (0.3N)(القصدير Sn^{+2} ، القصدير Sn^{+4} ، الزرنيخ As^{+3} ، الزرنيخ As^{+5} ، الانتيمون Sb^{+3})(الزئبق Hg^{+2} ، الكاديوم Cd^{+2} ، النحاسيك Cu^{+2} ، البزموت Bi^{+3} ، الرصاص Pb^{+2} ،

الزمرة الثانية وتشمل العناصر

(الأمونيوم Al^{+3} , الكروم Cr^{+3} , الخارصين Zn^{+2} , الحديدوز Fe^{+2} , المنغنيز Mn^{+2} , الكوبلت Co^{+2} , النيكل Ni^{+2})

الكاشف المختص بترسيبها هو أيون الكبريتيد في وسط قاعدي

محلول الكاشف	الأيونات						
	Ni^{+2}	Co^{+3}	Mn^{+4}	Fe^{+3}	Zn^{+2}	Cr^{+3}	Al^{+3}
NH_4OH	يتكون راسب اخضر يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب ازرق يذوب في وفر من الكاشف متحولاً الى اللون الاحمر عند تعرضه للهواء.	يتكون راسب ابيض يذوب في محاليل املاح الامونيوم.	يتكون راسب اخضر يعزل عن الهواء ولا يتكون راسب بوجود NH_4Cl بفعل الأيون المشترك.	يتكون راسب ابيض جيلاتيني يذوب في وفر من الكاشف وكذلك في املاح الامونيوم.	يتكون راسب اخضر مزرق عند الغليان يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب ابيض جيلاتيني يذوب في الحوامض والقواعد القوية.
NaOH	يتكون راسب اخضر لا يذوب في الكاشف وينوب في الامونيا.	يتكون راسب ازرق يسود عند التعرض للهواء يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب بني يذوب في وفر من الكاشف.	يتكون راسب بني بوجود الهواء ولا يذوب في وفر من الكاشف وينوب في الحوامض المخففة.	يتكون راسب ابيض جيلاتيني يذوب في وفر من الكاشف وفي الحوامض المخففة.	يتكون راسب اخضر رمادي يذوب في وفر من الكاشف ويترسب عند الغليان.	يتكون راسب جيلاتيني يذوب في وفر من الكاشف.
$(\text{NH}_4)_2\text{S}$	يتكون راسب اسود في المحاليل المتعادلة يذوب في حامض النتريك المركز الساخن والماء الملكي ولا يذوب في وفر من الكاشف ولا في HAC, HCl .	يتكون راسب اسود في المحاليل المتعادلة يذوب في حامض النتريك المركز الساخن والماء الملكي ولا يذوب في وفر من الكاشف ولا في HAC, HCl .	يتكون راسب وردي يذوب في الحوامض المخففة متحولاً الى اللون البني وينوب في وفر من الكاشف.	-	يتكون راسب ابيض في المحاليل المتعادلة يذوب في الحوامض المعدنية ولا يذوب في وفر من الكاشف ولا في حامض الخليك والهيدروكسيدات القوية.	يترسب هيدروكسيد الكروم بعد تحلل Cr_2S_3 مائياً.	يتكون راسب ابيض جيلاتيني من $\text{Al}(\text{OH})_3$ بعد تحلل الراسب Al_2S_3 مائياً.
Na_2HPO_4	-	-	يتكون راسب احمر طابوقي بوجود وفر من الامونيا.	-	يتكون راسب ابيض بوجود NH_4Cl يذوب في هيدروكسيد الامونيوم والحوامض المخففة.	يتكون راسب اخضر يذوب في الحوامض المعدنية ولا يذوب في HAC المخفف البارد.	يتكون راسب ابيض جيلاتيني يذوب في الحوامض المعدنية والقواعد القوية ولا يذوب في حامض الخليك.
$\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	-	-	-	يتكون راسب ابيض يعزل عن الهواء او ازرق فاتح بوجود الهواء.	يتكون راسب ابيض من فيروسيانيد الخارصين لا يذوب في وفر من الكاشف.	-	-
DMG ثنائي مثيل كلايوكزيم	يتكون راسب احمر في الوسط القاعدي.	-	-	-	-	-	-

الزمرة الرابعة وتشمل العناصر

(الباريوم Ba^{+2} ، الكالسيوم Ca^{+2} ، السنثرونيتوم Sr^{+2} ، المغنيسيوم Mg^{+2})

الكاشف المختص بترسيب هذه الايونات هو جذر الكاربونات او الفوسفات في الوسط القاعدي.

كشف اللهب: يتم تنظيف سلك من البلاتين عدة مرات بغمره في HCl المركز ثم تسخينه على لهب

مصباح البنزن ، بعد ذلك يغمر بالحامض ثم بمسحوق الملح المراد الكشف عن فلزه وتعرض المادة

الى اللهب يلاحظ ظهور الوان في اللهب الازرق خاصة بالعناصر وكما موضح في الكشفات

الفردية لكل عنصر.

الكشفات الفردية لايونات الزمرة الرابعة

الايونات				محلول الكاشف
Mg^{+2}	Sr^{+2}	Ca^{+2}	Ba^{+2}	
يتكون راسب ابيض جيلاتيني يذوب في محلول الامونيوم بفعل الايون المشترك ولا يذوب في الماء.	لا يتكون راسب.	لا يتكون راسب.	لا يتكون راسب وعند تعرض المحلول للهواء يتعكر لامتصاصه غاز CO_2 من الجو.	NH_4OH
يتكون راسب ابيض يذوب في المحاليل الحامضية ولا يذوب في المحاليل القاعدية .	يتكون راسب ابيض يذوب في الحوامض المعدنية ولا يذوب في الماء المقطر.	يتكون راسب ببطء ، يسرع بالوسط القاعدي يذوب بالحوامض المعدنية ولا يذوب في الماء المقطر او HAC.	يتكون راسب ابيض يذوب في الحوامض المعدنية HAC الساخن ولا يذوب في الماء المقطر.	$(NH_4)_2C_2O_4$
-----	يتكون راسب ابيض ولا يذوب في الماء ولا في HCl الساخن ولا في محلول $(NH_4)_2CO_3$.	يتكون راسب ابيض يذوب في وفر من كبريتات الامونيوم.	يتكون راسب ابيض لا يذوب في الماء ولا في الحوامض المخففة.	H_2SO_4
-----	يتكون راسب اصفر معتدل الذوبان في الماء المقطر HAC.	لا يتكون راسب.	يتكون راسب اصفر يذوب في الحوامض المعدنية ولا يذوب في الماء المقطر ولا في HAC المخفف.	K_2CrO_4
-----	لهب احمر بنفسجي.	لهب احمر مائل للاصفرار.	لهب اخضر مصفر.	كشف اللهب

الزمرة الخامسة وتشمل العناصر

(الصوديوم Na^+ ، البوتاسيوم K^+ ، الامونيوم NH_4^+)

لا يوجد كاشف متخصص لترسيبها وذلك لان املاحها شديدة الذوبان في الماء.

محلل الكاشف	الايون NH_4^+	محلل الكاشف	الايون K^+	محلل الكاشف	الايون Na^+
NaOH	يتحرر غاز الامونيا عند تسخين املاح الامونيوم مع محلول NaOH ويكشف عن ذلك من رائحة الامونيا ويتحول ورقة العباد الحمراء المبللة بالماء الى زرقاء او بتسويد ورقة ترشيح مبللة بنترات الزئبقوز.	حامض الترتريك $\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$	يتكون راسب ابيض في المحاليل المركزة ولا يذوب في الماء ولا في الكحول ويذوب في الحوامض المعدنية والقلويات.	يورنيل خلات المغنيسيوم $\text{MgUO}_2(\text{AC})_2$	يتكون راسب اصفر من صوديوم يورنيل خلات المغنيسيوم بعد اضافة الكحول الى المحلول بقدر ثلث حجمه ليساعد على الترسيب $\text{NaMg}(\text{UO}_2)_3(\text{AC})_9 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
محلل نسلر* $\text{K}_2(\text{HgI}_4)$	يتكون راسب او محلول بيا او اصفر وهذا كاشف خاص وحساس للامونيوم.	كشف الذهب	لهب بنفسجي فاتح يرى بوضوح من خلال زجاجة الكويلت الزرقاء**.	خلات اليورنيل الخارصيني	يتكون راسب اصفر من صوديوم خلات اليورنيل الخارصيني وهذا الكاشف اكثر حساسية من سابقه.
كوبالتي الصوديوم $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$	يتكون راسب اصفر من كوبالتي نترت الامونيوم.	كوبالتي نترت البوتاسيوم	يتكون راسب اصفر لا يذوب في الحوامض المخففة.	كشف الذهب	لهب اصفر يراق لا يرى من خلال زجاجة الكويلت الزرقاء لأنها تمتصه.

*محلول نسلر يحضر من اذابة (10g) من KI في (10ml) ماء مقطر ثم قطرات من (60g/l) HgCl_2 لحين تكوين راسب ثم

اضف (81ml) من (9N KOH) وخفف المحلول الى (200ml) بالماء المقطر واترك المحلول يركد (24hr) ثم خذ الجزء الرائق واستعمله.

**زجاجة الكويلت الزرقاء زجاجة لونها أزرق يدخل في تركيبها عنصر الكويلت تتصف بامتصاصها اللون الاصفر وامرارها ببقية اللون

الذهب.

تحليل ايونات الزمرة الخامسة

نعمد على الكشوفات الفردية لان ايونات هذه الزمرة لا تترسب جميعها بكاشف خاص بها فللكشف عن الامونيوم نجعل المحلول المحتوي على املاح الامونيوم قاعديا باضافة (3N KOH) ثم وضع انبوبة الاختبار المحتوية على المحلول القاعدي في حمام مائي ساخن ونضع على فوهة الانبوبة ورقة العباد الحمراء المبللة بالماء المقطر نلاحظ تغير لونها الى الازرق نتيجة لتحرر غاز الامونيا بسبب التحلل المائي لاملاح الامونيوم في الوسط القاعدي.

تصنيف الجذور السالبة والكشف عنها

لا يوجد نظام تصنيف خاص بها كما في الايونات الموجبة للأسباب التالية:

1. معظم الجذور السالبة مكونة اكثر من عنصر.

2. معظمها تكون رواسباً متماثلة مع عدد كبير من الايونات الفلزية.

لذا نتبع تصنيفا خاصا بها من خلال اسلوب الكشف عنها وكما يلي:

1. جذور يكشف عنها من خلال الغازات التي تحررها عند تفاعلها مع الحوامض والقواعد المخففة او المركزة.

2. جذور يكشف عنها من خلال تفاعلها داخل المحلول من خلال تكوينها لرواسب او تعاني من اكسدة واختزال.

الكشوفات الفردية للجذور السالبة									
الجذور السالبة									محلول الكاشف
BO_2^-	NO_2^-	CrO_4^{2-}	CH_3COO^-	$\text{S}_2\text{O}_3^{4-}$	S^{2-}	SO_3^{2-}	HCO_3^-	CO_3^{2-}	
	يتكون محلول أزرق عند إضافة الحامض إلى الملح الصلب.			يتحرر غاز SO_2 ويترسب الكبريت بعد فترة في المحلول الساخن.	يتحرر غاز H_2S يتميز برائحته الكريهة وتسويد ورقة ترشيح مبللة بخلات الرصاص.	يتحرر غاز SO_2 الذي يتميز برائحته وتغييره لون محلول الكرومات الأصفر وتغييره محلول KIO_3 بوجود النشا إلى اللون الأزرق.		يتحرر غاز CO_2 الذي يعكر ماء الجير الصافي.	3NHCl
يتكون راسب أبيض في المحاليل المركزة ويذوب في وفر من الكاشف والحوامض المخففة.	لا يتكون راسب.	يتكون راسب أصفر يذوب في الحوامض المعدنية ولا يذوب في الماء ولا في HAC .	لا يتكون راسب.	يتكون راسب أبيض.	لا يتكون راسب.	يتكون راسب أبيض يذوب في HCl المخفف.		يتكون راسب أبيض.	BaCl_2
يتكون راسب أبيض يذوب في HAC الأمونيا.	يتكون راسب أبيض في المحاليل المركزة.	يتكون راسب أحمر يذوب في HNO_3 ويتحول إلى راسب أبيض بإضافة حامض HCl .	يتكون راسب أبيض يذوب بالغليان.	يتكون راسب أبيض يذوب في وفر من الكاشف متحولاً إلى اللون الأصفر ثم البني المسود.	يتكون راسب أسود يذوب في HNO_3 المخفف الساخن ولا يذوب في الحامض البارد.	يتكون راسب أبيض يذوب في الأمونيا و HNO_3 .		يتكون راسب أبيض يذوب في الأمونيا و HNO_3 ويصبح بنياً عند الغليان.	AgNO_3
							تتجزأ المادة الصلبة وتحرر CO_2 يكتشف عنه بتعكر ماء الجير الصافي.		التسخين
يمزج $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{ml})$ مركز + (5ml) كحول أثيلي أو مثيلي + مادة البورات ليعطي غازات تحترق بلهب أخضر.									كشف الألب

التحليل الحجمي Volumetric Analysis

الكيمياء التحليلية اما تحليل نوعي (وصفي) او تحليل كمي والاخير يقسم الى تحليل حجمي وتحليل وزني ويشمل التحليل الحجمي طرق تحليل مباشرة وغير مباشرة. واساس التحليل الحجمي يعتمد على مبدأ عملية التسحيح والمواد القياسية المستخدمة والدلائل.

هناك شروط يجب توفرها في التفاعل كي يستخدم في التحليل الحجمي (عملية التسحيح) هي ان يكون التفاعل سريعاً، تاماً، غير عكسياً، متوازناً، كميًا، يخلو من التفاعلات الجانبية وان يحدث تغيير فيزيائي وكيميائي عند اكتماله لتحديد نقطة الانتهاء.

المواد المستخدمة في التحليل الحجمي اما مواد قياسية اولية (تتصف بأنها مواد مستقرة التركيب، لا تتأثر بظروف الخزن والمحيط الذي حولها، عالية النقاوة، متوفرة، رخيصة، لها وزن جزيئي كبير لتقليل الخطأ اثناء التحضير وسهولة الذوبان في المذيب) او مواد قياسية ثانوية لامتلاك المواصفات اعلاه فهي اما تمتص الرطوبة مثل NaOH او تفقد من تركيزها بسبب التطاير كالحوامض والقواعد المركزة مثل HCl ، HNO_3 ، NH_4OH .

يشمل التحليل الحجمي اربع انواع من التسحيحات هي:

تسحيحات التعادل (حامض . قاعدة)، التسحيحات الترسيبية، تسحيحات الاكسدة والاختزال، واخيرا تسحيحات تكوين معقدات.

القوانين الرياضية المستخدمة في التحليل الحجمي للتعبير عن التركيز بدلالة المولارية (M) او العيارية (N) يمكن ان نختصرها كما يلي:

1. القانون الخاص بتحضير المحاليل من المواد الصلبة

$$N = \frac{Wt(g) * 1000}{eqwt * Vol(ml)}$$

2. القانون الخاص بتحضير المحاليل من المواد السائلة

$$N = \frac{spgr * \% * 1000(10)}{eqwt}$$

$$N = \frac{V * spgr * \frac{y}{100} * 1000}{eqwt}$$

$$N = \frac{V * spgr * y * 10}{eqwt}$$

حيث ان Sp.gr تعني الوزن النوعي (الكثافة).

Sp.gr 1.84 , % 1

$$Wt = V * Sp.gr * \%$$

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

3. قانون التخفيف (قانون التكافؤ)

4. قانون حساب الاوزان المكافئة للمواد المختلفة

$$Eq.wt = \frac{M.wt}{n}$$

n = عدد ذرات الهيدروجين الحامضية القابلة للأبدال بالفلز (للمواد الحامضية)

= عدد مجاميع OH الموجودة او عدد ذرات الهيدروجين الحامضية المتفاعلة مع القاعدة

(للمواد القاعدية)

= عدد ذرات الفلز في المركب $\times$ عدد تأكسد الفلز (للاملاح)

= عدد الالكترونات المفقودة او المكتسبة (للمواد التي تعاني اكسدة و الاختزال)

= شحنة الايون المرتبط بالمعقد (للمعقدات)

= شحنة الايون الموجب او السالب (للايونات)

ملاحظة: جميع الزجاجيات المستخدمة في التحليل الحجمي لا يتم تجانسها عدا الماصة

والسحاحة والبيكر في حالة استخدامه لنقل محلول قياسي اولى بواسطته.

الادوات الزجاجية المستخدمة في التحليل الحجمي



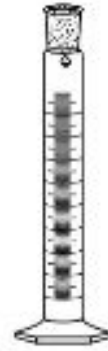
دورق مخروطي
Conical flask



بيكر
Beaker



دورق حجمي
Volumetric



اسطوانة مدرجة
Cylinder



زجاجة وزن
Weighing glass



قمع
Funnel



ماصة ناقلة
Transferred pipette



ماصة مدرجة
Graduated pipette



سحاحة
Burette

تسحيحات التعادل Neutralization Titration

تجربة تحضير محلول 0.1N من حامض الهيدروكلوريك ومعايرته ضد كاربونات الصوديوم الحوامض السائلة المركزة مواد قياسية ثانوية لان تركيزها يقل مع الزمن بسبب تطايرها لذا يحضر منها محلول قياسي ثانوي ثم يعاير ضد محلول قياسي اولي من القاعدة باستخدام الدليل المناسب.

طريقة العمل:

1. املأ السحاحة بعد مجانستها بمحلول (0.1N) كاربونات الصوديوم والمحضر كمحلول قياسي أولي ثم يتم تصغيرها الى العلامة.
2. ضع (10ml) من محلول حامض الهيدروكلوريك المحضر كمحلول قياسي ثانوي في الدورق المخروطي بواسطة ماصة مجانسة بالحامض ثم أضف قطرتين من دليل المثل البرتقالي (M.O).
3. أبدأ بمعايرة الحامض ضد القاعدة الى ان يتغير لون الدليل البرتقالي في الوسط الحامضي الى الاصفر في الوسط القاعدي ثم توقف عن إضافة القاعدة من السحاحة.
4. كرر عملية المعايرة ثلاث مرات بحيث تكون النتائج مقارنة جدا وسجل النتائج كما يلي:

عدد مرات التسحيح.	القراءة الاولى من السحاحة (ml).	القراءة الثانية من السحاحة (ml).	الفرق بين القرائتين (ml).	معدل القراءات (ml)
1	0	10.2	10.2	10
2	10.2	20	9.8	
3	20	30	10	

5. الحسابات: يتم حساب التركيز المضبوط للحامض باستخدام قانون التكافؤ:

القاعدة الحامض

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

$$N_1 * 10 = 0.1 * \text{السحاحة}$$

6. احسب تركيز محلول NaOH المجهول بنقل (10) مللتر من حامض

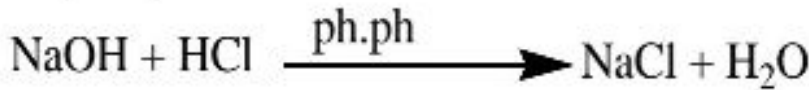
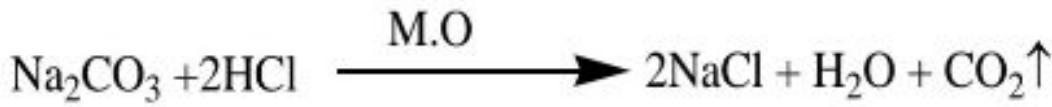
الهيدروكلوريك بعد ضبط تركيزه كما سبق بواسطة الماصة الى الدورق المخروطي

واضافة قطرتين من دليل الفينولفثالين (ph.ph) وتسحيح هذا المحلول ضد محلول

NaOH الموجود في السحاحة لحين تغير لون الدليل من عديم اللون في الوسط

الحامضي الى الوردي في الوسط القاعدي.

المعادلات:



تجربة تعيين مزيج من محلول هيدروكسيد الصوديوم وكاربوناته:

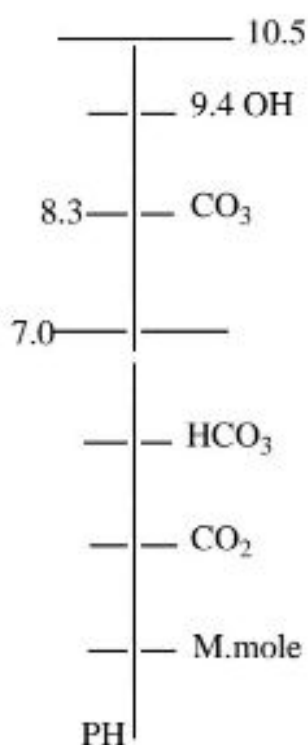
هناك ثلاث طرق لتقدير الـ CO_3 و OH في مزيجهما:

A. تسحيح محلولين كلاً على انفراد باستخدام دليلين مختلفين.

B. تسحيح محلول واحد باستخدام دليلين مختلفين بالتعاقب.

C. تسحيح محلولين كلاً على انفراد بوجود كلوريد الباريوم وبعدم وجوده.

	OH^-	CO_3^{2-}	HCO_3^-
$p.v = \text{Zero}$	Nil	Nil	$M * 10$
$P < \frac{1}{2} M$	Nil	$2P * 10$	$10 (M-2P)$
$P = \frac{1}{2} M$	Nil	$M * 10$	Nil
$P > \frac{1}{2} M$	$10 * (2P-M)$	$10 * 2 (M-P)$	Nil
$P = M$	$10M$ OR $10P$		



العمل:

A. تسحيح محلولين كلاً على انفراد باستخدام دليلين مختلفين:

1. انقل بالماصة (5) مللتر من محلول المزيج الى الدورق المخروطي واطف (2) قطرة من

دليل M.O وسحب ضد محلول قياسي من HCl لحين تغير لون الدليل من الاصفر الى

الاحمر.

2. كرر العملية ثلاث مرات واحسب حجم الحامض (X) والذي يكافئ جميع OH و CO_3 .

3. اعد نفس التسحيح باستخدام دليل ph.ph واحسب حجم الحامض (Y) والذي يكافئ جميع

OH و $\frac{1}{2}\text{CO}_3$.

حجم الحامض الذي يكافئ كل $\text{CO}_3 = 2 \times (X - Y)$

وان حجم الحامض الذي يكافئ كل $\text{CO}_3 - X = \text{OH}$

B. تسحيح محلول واحد باستخدام دليلين مختلفين بالتعاقب:

1. سح (5) مللتر من محلول المزيج الحاوي على (2) قطرة من دليل ph.ph ضد HCl لحين

اختفاء اللون الوردي فيكون حجم الحامض (Z) يكافئ كل من OH و $\frac{1}{2}\text{CO}_3$.

2. اضع لنفس المحلول (2) قطرة من دليل M.O واكمل التسحيح ضد الحامض لحين تغير اللون

الاصفر الى الاحمر فيكون حجم الحامض المستخدم (R) يكافئ $\frac{1}{2}\text{CO}_3$.

حجم الحامض الذي يكافئ جميع $\text{CO}_3 = 2R$

و حجم الحامض الذي يكافئ جميع $\text{OH} = R - Z$

C. تسحيح محلولين كلاً على انفراد بوجود كلوريد الباريوم وبعدم وجوده

1. انقل (5) مللتر من المزيج الى الدورق المخروطي وسخنه الى 70°C في الحمام المائي وأضف

اليه محلول ($11\% \text{BaCl}_2$) ببطء لترسيب جميع الكاربونات ثم برد المحلول وأضف (2) قطرة

من دليل ph.ph وسح ضد محلول قياسي من HCl لحين اختفاء اللون الاحمر فيكون حجم

الحامض المستخدم X يكافئ جميع OH.

2. اعد عملية التسحيح اعلاه (بدون كل من عمليتي التسخين واطافه BaCl₂) واستخدم دليل

M.O بدل ph.ph وسجل حجم الحامض Y الذي يكافئ جميع OH و CO₃ بعد تغير لون

الدليل من الاصفر الى الاحمر.

حجم الحامض المكافئ لجميع X-Y = CO₃

بعد حصولنا على حجم الحامض المكافئ لجميع OH وجميع CO₃ كلا على انفراد في الطرق

الثلاثة يمكن استخدام العلاقة الرياضية التالية لحساب تركيز كل قاعدة على انفراد:

$$1L \ 1N \ HCl = 40 \ g \ NaOH$$

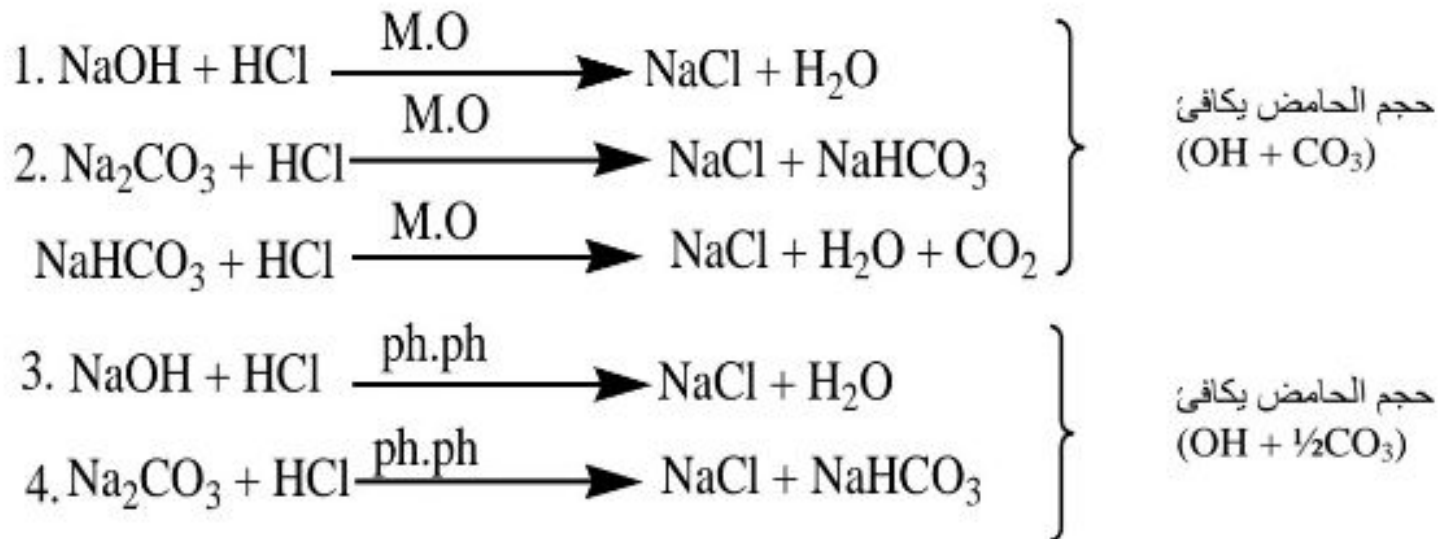
$$1L \ 1N \ HCl = 53 \ g \ Na_2CO_3$$

ومن العلاقة الاولى مثلاً نستنتج ان تركيز NaOH بدلالة (g/l) يحسب كما يلي:

$$[NaOH] \ g/l = 0.04 * V * N * \frac{1000}{\text{حجم النموذج المسح}}$$

علماً (V,N) عيارية وحجم الحامض الذي يكافئ كل OH في الطرق الثلاثة السابقة.

المعادلات الكيميائية:



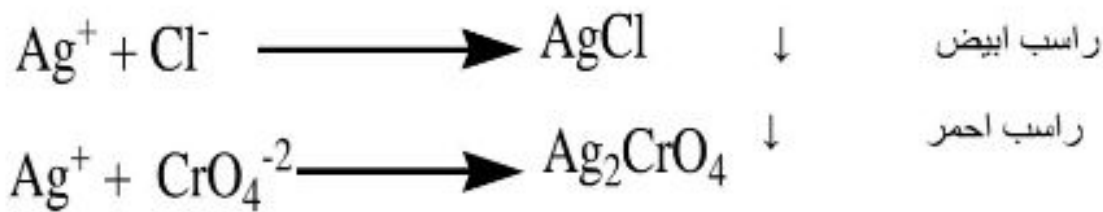
التسحيحات الترسيبية Precipitation Titration

تتكون خلال هذه التسحيحات مواد شحيحة الذوبان بهيئة رواسب وتستخدم هذه التسحيحات في تقدير الهالوجينات بالتسحيح المباشر بين محلول الفضة كعامل مسح والهالوجين باستخدام دليل يعطي رسبا ملونا عند نقطة التكافؤ كما في طريقة مور او بالتسحيح الغير مباشر (التسحيح الرجعي) Back Titration من خلال تفاعل محلول الفضة مع الهالوجين داخل الدورق ثم تسحيح الزيادة من الفضة ضد محلول ثايوسيانييد البوتاسيوم كعامل مسح باستخدام دليل يكون محلولاً ملونا عند نقطة الانتهاء كما في طريقة فولهارد.

وهناك نوع ثالث من الدلائل هي دلائل الامتزاز والتي تمتاز على سطح الراسب المتكون عند نقطة التكافؤ كدليل الفورسين في طريقة فاجان.

تجربة مور لتقدير الهالوجينات:

تعتبر هذه التجربة تسحيحاً مباشراً لتقدير الهالوجينات في المحاليل المتعادلة باستخدام كرومات البوتاسيوم كدليل حيث يتكون راسب من كلوريد الفضة مثلاً نتيجة لانخفاض حاصل اذابته (1.2×10^{-10}) وعند نقطة التكافؤ يتفاعل محلول الفضة مع الدليل ليكون راسب احمر طابوقي من كرومات الفضة.



ويجب استخدام الدليل بتركيز (0.5%) لان زيادته او قلته تؤثران على زمن نقطة الانتهاء كما يجب المحافظة على وسط التفاعل (متعادل - قاعدي خفيف) (7-8.3) PH لان الوسط الحامضي <7

PH يعمل على تكوين الجذر HCrO_4^- مع الدليل وهذا يكون الراسب AgHCrO_4 والذي يتداخل مع الراسب AgCl اما في الوسط القاعدي $\text{PH} > 10$ تترسب الفضة بهيئة راسب اسود بهيئة Ag_2O يؤثر على راسب كرومات الفضة الاحمر عند نقطة التكافؤ فيعطي خطأ في تقدير الهاليدات.

طريقة العمل:

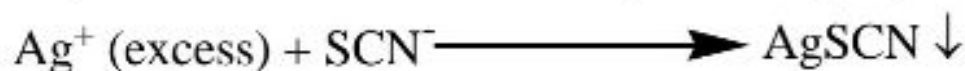
1. املأ السحاحة بمحلول (0.05N AgNO_3) المحضر والمعاير مسبقاً.
2. انقل الى الدورق المخروطي (10) مللتر من محلول الكلوريد المراد تقديره ثم أضف (1) مللتر من ($5\% \text{K}_2\text{CrO}_4$) كدليل.
3. مسح باضافة محلول نترات الفضة الى النموذج ولاحظ تكون راسب ابيض اثناء التسحيح وعند نقطة التكافؤ يتغير لون الدليل الاصفر الى اللون الاحمر الطابوقي نتيجة لتكون راسب AgCrO_4 .
4. اعد التسحيح ثلاث مرات وسجل النتائج واحسب تركيز الكلوريد باستخدام العلاقة:

$$1\text{L } 1\text{N AgNO}_3 = 35.5\text{g Cl}^-$$
$$[\text{Cl}^-] \text{ g/l} = 0.0035 * \text{N} * \text{V} * \frac{1000}{10}$$

حيث ان (V,N) عيارية وحجم محلول نترات الفضة .

تجربة فولهارد لتقدير الهالوجينات:

تعتبر هذه التجربة من التسحيحات غير المباشرة لتقدير الهالوجينات في الوسط الحامضي حيث تضاف كمية كبيرة من محلول نترات الفضة الى الهاليد في الدورق المخروطي ثم تسحح الزيادة من نترات الفضة ضد محلول قياسي من ثايوسيانييد البوتاسيوم كعامل مسح وعند نقطة الانتهاء يتم تفاعل الثايوسيانييد مع ايون الحديدك كدليل ليعطي معقدا احمر اللون $[Fe(SCN)]^{+2}$.



ملاحظة:

1. تستخدم هذه الطريقة لتقدير البروميد دون أي تداخل.
2. عند تقدير الكلوريد يحدث تداخل نتيجة تفاعل SCN^{-} مع الراسب $AgCl$ بعد ترسيب الزيادة من الفضة بهيئة $AgSCN$ بدلا من تفاعله مع الدليل لذا يجب عزل الراسب $AgCl$ بعد تكوينه اما بأحاطته بمادة النيتروبانزين او بترشيحة قبل اضافة SCN^{-} من السحاحة.

3. عند تقدير الايوديد بهذه الطريقة يجب مراعاة تسلمل الاضافات بحيث يضاف الدليل (ايون الحديدك) آخر في الدورق كي لا يحدث اكسدة للايوديد بالحديدك وبالتالي نخسر جزء من النموذج قبل تفاعله مع الفضة.

طريقة العمل:

1. انقل بالسحاحة (10) مللتر من محلول البروميد الى الدورق المخروطي ثم اصف (2) مللتر من محلول (6N HNO₃) اي بنسبة (1:1) ثم اصف (20) مللتر من محلول (0.1N AgNO₃) القياسي بحيث يضمن الزيادة، واخيرا اصف (1) مللتر من محلول شب الحديد كدليل.

2. سح الزيادة من الفضة ضد محلول ثايوسيانيد البوتاسيوم كعامل مسح الى ان يتكون معقد احمر اللون ثم احسب تركيز البروميد حسب العلاقة:

$$1L \ 1N \ AgNO_3 = 79.9 \ g \ Br^-$$
$$[Br^-]g/l = 0.0799 * N * V * \frac{1000}{10}$$

حيث ان (V,N) عيارية وحجم محلول نترات الفضة الذي يكافئ البروميد بعد معرفة حجم المحلول الفضة المكافئ لـ SCN⁻ وطرحه من حجم محلول الفضة الكلي المضاف باستخدام قانون التكافؤ $N_1V_1 = N_2V_2$.

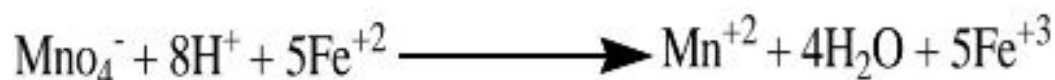
تسحيحات الاكسدة والختزال Oxidation-Reduction Titration

هنا يحدث فقدان الكترونات من قبل المواد التي تعاني اكسدة واكتساب الكترونات من قبل المواد التي تعاني اختزال لذا يجب مراعاة حساب الوزن المكافئ تبعاً لعدد الالكترونات المفقودة والمكتسبة.

تجربة تقدير الحديد بواسطة برمنكنات البوتاسيوم:

تعتبر تجربة تقدير برمنكنات البوتاسيوم عاملا مؤكدا لأكسدة الحديدوز الى الحديدك في الوسط

الحامضي وحسب المعادلة:



حيث يختفي لون البرمنكنات البنفسجي نتيجة لاختزال المتغير من Mn^{+7} الى Mn^{+2} عديم اللون

بعد اكتساب المنغنيز (5) الكترونات ناتجة من أكسدة الحديدوز. وفي هذه التجربة تعتبر مادة

البرمنكنات عاملا مسحاحا ودليلا في نفس الوقت لذا لا نستخدم هنا دليل كمادة ثالثة بل تعتبر

البرمنكنات دليلا ذاتيا ويجب مراعاة حساب الوزن المكافئ للبرمنكنات حسب وسط التفاعل حيث

يساوي في الوسط الحامضي $\text{Mwt.} \backslash 5$ وفي الوسط المتعادل $\text{Mwt.} \backslash 3$ وفي الوسط القاعدي

$\text{Mwt.} \backslash 1$ وكما تعتبر البرمنكنات مادة قياسية ثانوية بسبب تكوين راسب MnO_2 عند اذابتها في

الماء المقطر.

طريقة العمل:

1. معايرة محلول البرمنكنات وذلك بملأ السحاحة بمحلول برمنكنات البوتاسيوم

وتسحيحه ضد (10) مللتر من محلول (0.1N $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) مضافا اليه (20)

مللتر من محلول (2N H_2SO_4) وتسخينه لدرجة (50-60°C). نستمر بأضافة

البرمنكنات لحين ظهور اللون البنفسجي الفاتح، كرر عملية التسحيح ثلاث مرات

واحسب عيارية البرمنكنات من العلاقة $N_1V_1 = N_2V_2$.

2. لحساب تركيز الحديدوز سحح محلول البرمنكنات بعد ضبط تركيزه ضد (10)

مللتر من محلول الحديدوز الموجود في الدورق المخروطي مضافا اليه (5) مللتر

من (2N H₂SO₄) لحين ظهور اللون البنفسجي الفاتح، كرر التسحيح ثلاث

مرات واحسب تركيز الحديدوز حسب العلاقة.

$$1L \ 1N \ KMnO_4 = 55.85 \ g \ Fe$$

$$[Fe]g/l = 0.05585 * N * V * \frac{1000}{10}$$

حيث ان (V,N) عيارية وحجم محلول البرمنكنات من السحاحة.

تسحيحات تكوين معقدات Complexes Formation Titration

المعقدات مركبات متعادلة الشحنة او ايونية تتضمن اواصر تناسقية بين الفلز (حامض لويس يستقبل

الكترونات) والليكاند (قاعدة لويس واهبة الكترونات) حيث يمتلك الليكاند ذرات فيها زوج او اكثر من

الالكترونات غير مشتركة بالتأصر. حيث أن هناك ليكاندات احادية المخلب (الكلاب) مثل CN

وثنائية المخلب مثل DMG ومتعدد المخلب مثل EDTA (أثنين ثنائي الامين رباعي حامض

الخليك) ويكون الاخير بهيئة ثنائي الملح Na₂H₂Y اهم ليكاند. ان اهمية ملح هذه المادة هي

لتسهيل ذوبانه ولتحلله المائي الضعيف ولكونه مادة نقية ويمكن ان نحفظ بمحلوله فترة طويلة كما

يعتبر أفضل عامل مسح في هذا النوع من التسحيحات لتكوينه معقدات فلزية ذائبة ومستقرة وتفاعله

الانتقائي عند تقدير العناصر كما ويمكن تحديد نقطة التكافؤ بشكل واضح باستخدام الدلائل الفلزية

اضافة الى ان ال EDTA يستخدم بارية أنواع من التسحيحات هي التسحيح المباشر والغير

المباشر وتسحيح الازاحة والتسحيحات القاعدية.

يعتبر الـ EDTA حامض اميني ضعيف وهو مادة قياسية أولية تتحلل مائيا بأربع خطوات:



ونتيجة لتحرير البروتونات الحامضية أثناء التحلل وكما أن تفاعل تكوين المعقد مع الـ EDTA في التجربة يجري في وسط قاعدي لذا يجب استخدام محلل منظم (PH=10).

تجربة تقدير العسرة الكلية للمياه باستخدام EDTA:

يتم تقدير العسرة الكلية للمياه بدلالة CaCO_3 باستخدام التسحيحات المباشرة بوجود دليل فلزي هو ايريوكروم بلاك . ت EBT في وسط قاعدي منظم (PH 10) وتنقسم العسرة الى عسرة مؤقتة (بيكاربونات العناصر) ودائمة (كلوريدات وكبريتات ونترات العناصر) ويمكن ازالة المؤقتة بالغليان او بأضافة هيدروكسيد الكالسيوم



وفي الطبيعة تتولى الطحالب فعل ذلك وخاصة في البحيرات



حيث تستغل CO_2 كمصدر للكربون وبذلك ترتفع الدالة الحامضية.

بينما الدائمة تزال بالمبادلات الايونية.

Acid+Base	Mw	M	%	Sp.gr	MI\l d.w (1M)
HAC*	60.05	17.4	99.5	1.051	57.5
HCl	36.46	12.4	38.0	1.188	80.6
HNO ₃	63.02	15.4	69.0	1.409	64.9
H ₃ PO ₄	98.00	14.7	85.0	1.689	68.0
H ₂ SO ₄	98.08	18.5	98.0	1.85	54.0
NH ₄ OH	17.032	14.8	28.0	0.898	67.6

* Acetic Acid حامض الخليك

الدلائل المستخدمة في التحليل

Indicator	Color (H ⁺)	Color (OH ⁻)	PH-Range
Methyl Violet	Yellow	Violet	0-2
Methyl Orange	Red	Yellow-Orange	3.1-4.6
Methyl Red	Red	Yellow	4.4-6.2
phenolphthalein	Colorless	Red	8.2-9.8

ان امتصاص (absorption) وانبعاث (emission) الطاقة الشعاعية هو الاساس التي يعتمد عليه كثيرا من الطرق في الكيمياء التحليلية اذ بتفسير هذه المعلومات يمكن الحصول على معلومات كمية ونوعية. فمن الناحية النوعية تستخدم مواقع خطوط او حزم الامتصاصية والانبعاثية التي تحدث على الطيف الكهرومغناطيسي (electromagnetic spectrum) دليلا على وجود مادة خاصة اما من الناحية الكمية فيمكن تقدير تركيز المجهول من قياس شدة (intensity) خطوط امتصاص وانبعاث المجهول والمحلل القياسي. ويمكن اعطاء المعلومات التي نحصل عليها من القياسات الطيفية على شكل رسم بياني بين الطاقة الاشعاعية الممتصة او المنبعثة بدلالة الموقع على الطيف الكهرومغناطيسي ويدعى بالطيف. ويقاس موقع الامتصاص او الانبعاث بوحدات الطاقة او وحدات طول الموجة (Wave length). كما موضح في الشكل الاتي:

وحسب قانون بير. لامبرت، فإنه عند مرور ضوء احادي الموجه خلال محلول في خلية ذات طول

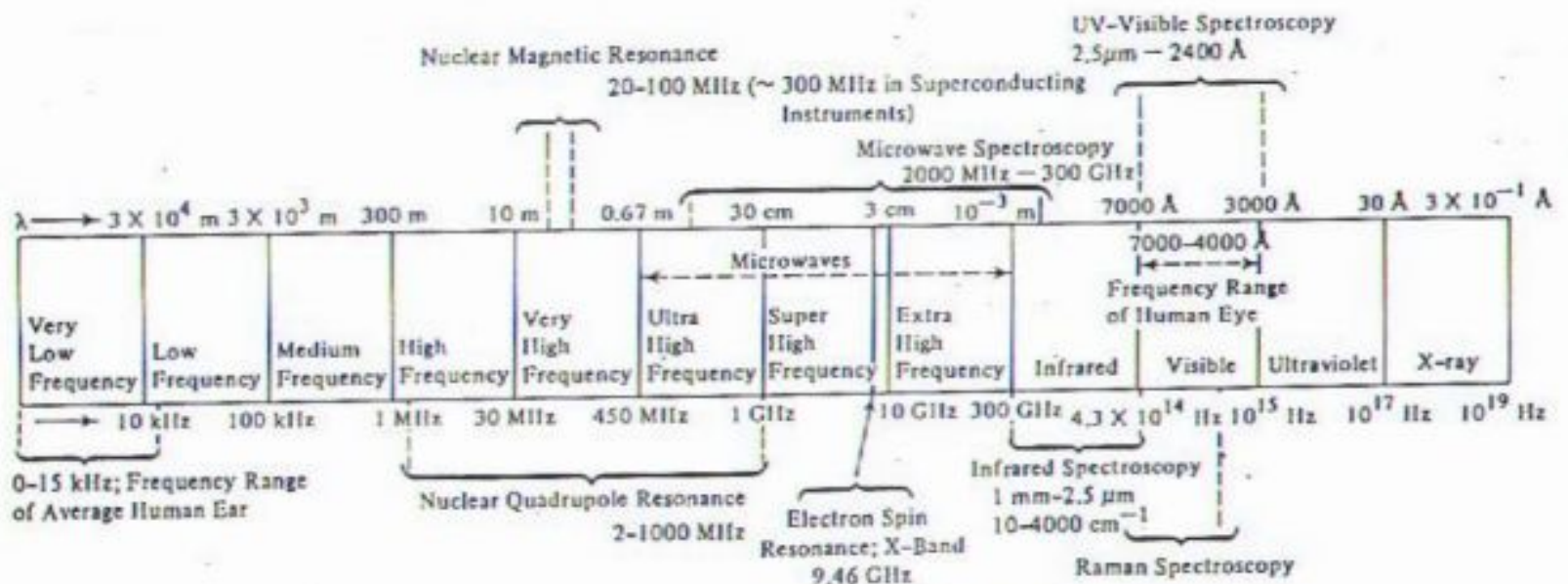


FIGURE 6.1. The electromagnetic spectrum from DC to x-ray; frequency ranges are shown for different spectroscopic methods.

مسار ضوئي ثابت فإن الامتصاص يتناسب طرديا مع تركيز المحلول.

$$A = Ebc$$

حيث ان

$$A = \text{الامتصاص}$$

$$E = \text{معامل الامتصاص المولاري (لتر / مول .سم)}$$

$$b = \text{طول مسار الضوء (سم)}$$

$$c = \text{تركيز المحلول (مول / لتر)}$$

اما اذا كان تركيز المحلول بالغرامات في اللتر، فإن:

$$A = abc$$

$$a = \text{ثابت الامتصاص (لتر / غم .سم)}$$

$$c = \text{تركيز المحلول (غم / لتر)}$$

$$E = a * M_w$$

اي ان: معامل الامتصاص المولاري = ثابت الامتصاص * الوزن الجزيئي او الوزن الذري

ويمكن التعبير عن حساسية الطريقتين بدالتين:

1. معامل الامتصاص المولاري: ويمكن حسابه بتطبيق قانون بير او من المنحني القياسي

بواسطة الانحدار (Slope).

2. دلالة ساندل او دلالة الحساسية

$$S = \frac{M_w}{E} = \frac{1}{a}$$

تجربة (1): كشف الفوسفات بالطريقة الطيفية

اساس التجربة: تتكاثف أيونات الموليبيدات والأرثوفوسفات في المحلول الحامضي لاعطاء حامض مولبدوفوسفوريك (حامض الفوسمولبدات) والذي بدوره يتفاعل مع حامض الاسكوريك تفاعلا اختزاليا لينتج معقد أزرق اللون تتناسب شدة لونه مع كمية الفوسفات الموجودة في التفاعل. ويمتص هذا المعقد عند طول موجي 820-830 نانوميتر.

الجزء العملي:

المواد الكيميائية المستعملة:

1. محلول الموليبيدات:- أذب 12.5غم من Sodium molybdate (موليبيدات الصوديوم) $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ في 10N حامض الكبريتيك وخفف الى 500مل بحامض الكبريتيك 10N.

2. محلول حامض الاسكوريك:- أذب 2.28غم من حامض الاسكوريك Ascorbic acid في ماء مقطر وخفف الى 1 لتر.

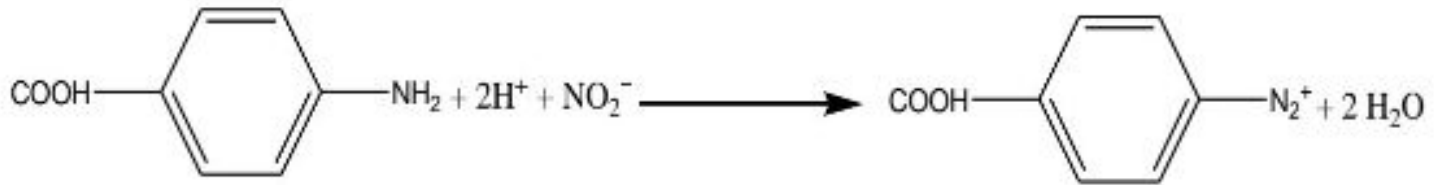
3. محلول الفوسفات القياسي:- أذب 0.2187غم من ثنائي هيدروجين فوسفات البوتاسيوم Potassium dihydrogen phosphate في ماء مقطر وخفف الى 1 لتر في القنينة حجمية.

طريقة العمل:

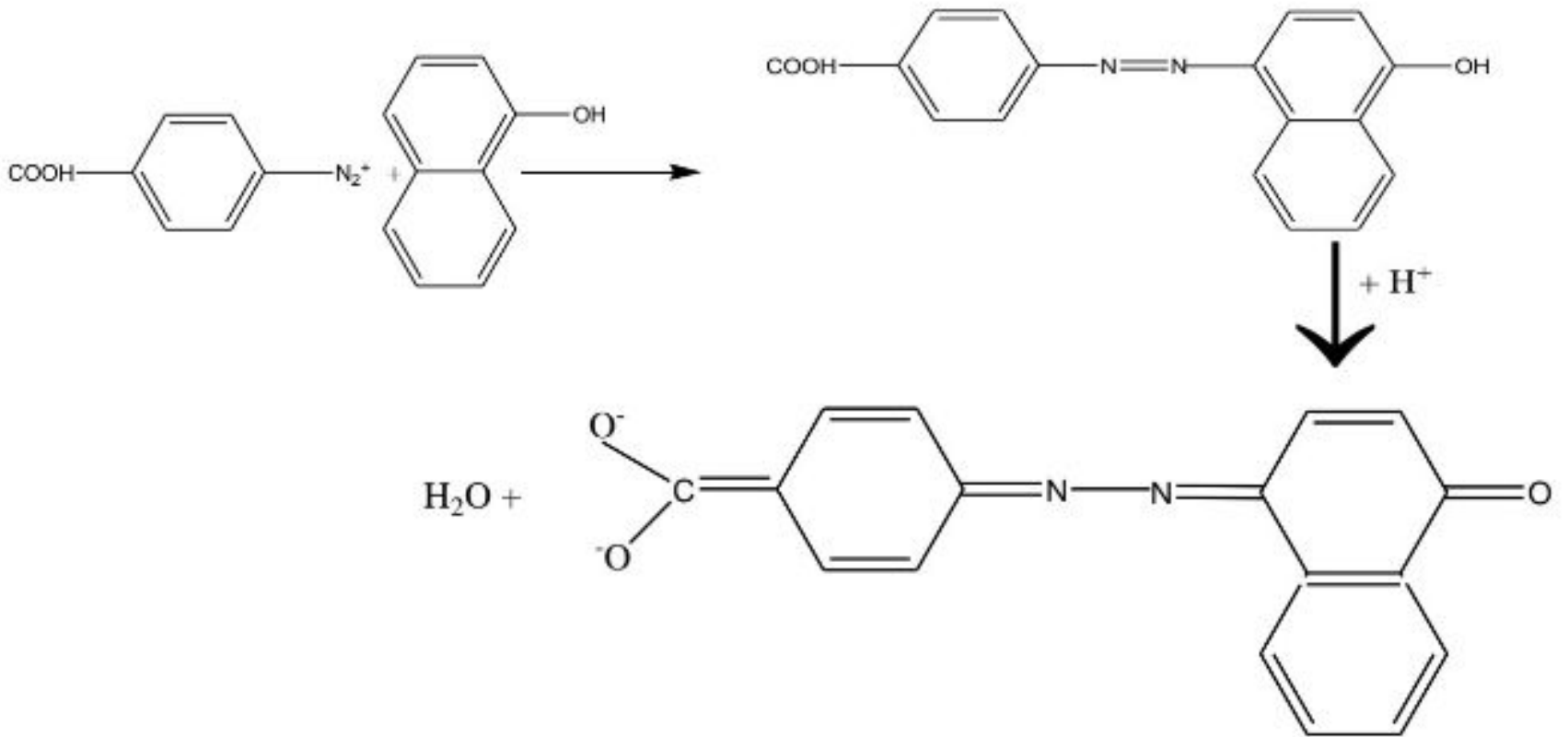
1. انقل 25 مل من محلول نموذج الفوسفات الى قنينة حجمية تقاوم الحرارة سعة 50 مل.
2. أضف 5 مل من محلول الموليبيدات.
3. أضف بعدها 2 مل من محلول حامض الاسكوريك .
4. خفف الى العلامة بالماء المقطر ورج المحلول جيدا.
5. اغمر القنينة الحجمية في الماء المغلي للحمام المائي لمدة 10 دقائق.
6. ارفع القنينة من الحمام وبردها بسرعة تحت ماء الحنفية.
7. رج القنينة وقس امتصاص المحلول عند 830 نانوميتر مقابل الماء المقطر أو المحلول بلاك.
8. جد معامل الامتصاص المولاري باستخدام الفوسفات القياسي.

تجربة (2) : الطيف المرئي الجزيئي . تقدير ايون النتريت

اساس التجربة: يتفاعل ايون النتريت (NO_2^-) في المحيط الحامضي مع الامينات الاروماتية الاولى لتكوين املاح الدايزونيوم، والذي بدوره يقترن مع نواة نفثالين منشطة لتكوين صبغات الازو ذات اللون الغامق الذي تعتبر الاساس في طريقة تقدير ايون النتريت، فمثلا يتفاعل ايون النتريت مع بارا امينو حامض البنزويك لتكوين ملح الدايزونيوم.



ويقترن ملح الدايزونيوم المتكون مع 1-نفثول لتكوين صبغة الازو:



صبغة الازو

الجزء العملي:

المواد الكيميائية المستعملة:

1. محلول النتريت القياسي: حضر 100 مل من محلول 1000 جزء لكل مليون من النتريت

باستعمال ملح نتريت الصوديوم NaNO_2 ومن هذا المحلول الاصلى حضر 100 مل من

محلول 50 جزء لكل مليون من النتريت بعملية التخفيف.

2. محلول بارا امينو حامض البنزويك: اذب 0.75 غم من المركب في ماء مقطر يحتوي

على 2.5 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز ثم خفف الى 50 مل بالماء المقطر.

3. محلول 1-نفثول: اذب 0.5 غم من المركب في 50 مل من الايثانول.

4. محلول هيدروكسيد الصوديوم: حضر 100 مل من محلول 0.5N.

طريقة العمل:

منحنى الامتصاص: الى 50 مل قنينة حجمية، اصف 1 مل من محلول 50 جزء لكل مليون من

النتريت، 1 مل من محلول بارا امينو حامض البنزويك، 1 مل من محلول 1-نفثول و 5 مل من محلول

هيدروكسيد الصوديوم، ثم خفف الى العلامة بالماء المقطر. حضر نموذج شكلي blank بنفس

الطريقة ولكن لا يحتوي على ايون النتريت. قس الامتصاص لمحلول النموذج مقابل النموذج الشكلي

عند الاطوال الموجية 450-550 نانومتر. عين الطول الموجي لأعلى امتصاص من منحنى

الامتصاص.

المنحني القياسي: الى مجموعة من قناني 50 مل الحجمية، اضع 0.1، 0.2، 0.4، 0.6، 0.8، 1.0، 1.5 مل من محلول 50 جزء لكل مليون من ايون النترت، اضع الى كل قنينة 1 مل من محلول بارا امينو حامض البنزويك، 1 مل من محلول 1-نفتول و 5 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم. خفف المحاليل الى العلامة بالماء المقطر. قس الامتصاص لهذه المحاليل عند طول موجي لاهلى امتصاص المستحصل مسبقا. ارسم المنحني القياسي واستخدمه لاجاد تركيز النترت في النموذج المجهول ثم احسب معامل الامتصاص المولاري ومعامل الحساسية للنظام الملون.

سؤال: اذكر ثلاث مركبات لتكوين ملح الدايزونيوم مع ايون النترت وثلاث مركبات مقترنة لتكوين صبغة الازو.

تجربة (3) : مطياف الالهـب-تقدير الصوديوم والبوتاسيوم

اساس التجربة: تعتبر هذه التقنية شائعة الاستعمال لدى الكيميائيين الذين يعملون في التحليلات المرضية، حيث يعتبر الالهـب مصدرا لطاقة التهيـج، يدخل المحلول او النموذج الى الالهـب على هيئة رذاذ منتظم ودقيق، يتبخـر المذيب تاركا ملحا لامائيا ويتكسر الملح الى ذرات مطلقة غازيا في حالة طاقة واطنة مستقرة، ويمتص جزء معين من هذه الذرات طاقة من الالهـب ويرتقي الى حالة الكترونية متهيجة وان هذه الذرات المتهيجة عند رجوعها الى الحالة المستقرة تبعث فوتونات ذات طول موجي يمكن تميزه باستخدام المرشحات. تتناسب شدة الانبعاث طرديا مع تركيز المادة المذابة في المحلول، وعليه يمكن رسم منحني معيار بين شدة الانبعاث والتركيز.

ومن فوائد الذهب:

1. تبخير المذيب.

2. تحليل الملح الى ذرات متعادلة.

3. تهيج الذرات المتعادلة.

الجزء العملي:

المواد الكيميائية المستعملة:

1. محلول الصوديوم القياسي: حضر 100 مل من محلول 100 جزء لكل مليون من ايون

الصوديوم، باستعمال كلوريد الصوديوم. ومن هذا المحلول حضر 100 مل من تركيز 1،

2، 3، 4، 5 جزء لكل مليون من ايون الصوديوم بعملية التخفيف.

2. محلول البوتاسيوم القياسي: حضر 100 مل من محلول 100 جزء لكل مليون من ايون

البوتاسيوم، باستعمال كلوريد البوتاسيوم. ومن هذا المحلول حضر 100 مل من التراكيز

2، 4، 6، 8، 10 جزء لكل مليون من ايون البوتاسيوم بعملية التخفيف.

طريقة العمل:

قَسْ شدة الانبعاث لكل محلول من هذه المحاليل ولكلا الايونين، وارسم المنحنيات القياسية

لاستعمالها في ايجاد تركيز محاليل مجهولة من الصوديوم و البوتاسيوم.

تجربة (4) : مطياف اللهب-تقدير الليثيوم والكالسيوم

اساس التجربة: يمكن تطبيق تقنية مطياف اللهب لتقدير عناصر الاتربة القلوية، والتي تعطي اطياف انبعاثية عند ترميز محاليلها في اللهب، وتتاسب تركيز هذه الذرات مع شدة المصدر المنبعث.

الجزء العملي:

المواد الكيميائية المستعملة:

1. محلول الليثيوم القياسي: حضر 250مل من محلول 100 جزء لكل مليون من ايون الليثيوم، باستعمال كبريتات الليثيوم ومن هذا المحلول حضر 100مل من التراكيز 10، 20، 30، 40، 50 جزء لكل مليون من ايون الليثيوم بعملية التخفيف.

2. محلول الكالسيوم القياسي: حضر 250مل من محلول 100 جزء لكل مليون من ايون الكالسيوم وباستعمال كاربونات الكالسيوم (اذب المادة في حوالي 10مل من الماء المقطر ثم اصف 2-3 قطرات من حامض الهيدروكلوريك المركز لاتمام عملية الذوبان). ومن هذا المحلول حضر 100مل من التراكيز 10، 20، 30، 40، 50 جزء لكل مليون من ايون الكالسيوم بعملية التخفيف.

طريقة العمل:

قس شدة الانبعاث للمحاليل اعلاه وارسم المنحنيات القياسية لكلا الايونين واستعملهما في ايجاد تركيز الليثيوم والكالسيوم في المحاليل المجهولة.

تجربة (5): النفيلومتري-تقدير الكبريتات

اساس التجربة: عند مرور ضوء خلال خلية تحتوي على جسيمات معلقة يمكن ملاحظة

الاشعة عند جميع الزوايا. وتدعى هذه العملية بالنتشت Scattering.

وتعتمد كمية الضوء المنتشت على تركيز المحلول (عدد الدقائق العالقة)، حجم الدقائق، شكل

الدقائق، الطول الموجي للضوء، معامل انكسار الدقائق والمحيط وعرض الخلية، ونقاس شدة

الضوء المنتشت عند زوايا قائمة على شدة الضوء الساقط.

ويعتمد تقدير ايون الكبريتات على القياس النفيلومتري للمحلول المعكر المتكون من كبريتات

الباريوم الناتج من التفاعل التالي:



الجزء العملي:

المواد الكيميائية المستعملة:

1. محلول الكبريتات القياسي: حضر 100 مل من محلول 1000 جزء لكل مليون من

الكبريتات مستخدما كبريتات البوتاسيوم.

2. محلول الملح الحامضي: اذب 12 غم من كلوريد الصوديوم في 40 مل ماء مقطر،

اضف 1 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز ثم اكمل الحجم الى 50 مل بالماء

المقطر.

3. خليط الايثانول-الكليسيرول: امزج 50 مل من الايثانول مع 25 مل من الكليسيرول.

4. كلوريد الباريوم: زن 6 X 0.2 غم من كلوريد الباريوم.

طريقة العمل:

الى مجموعة 50مل قناني حجمية، اصف 0.0، 0.5، 1.0، 1.2، 1.5مل من محلول الكبريتات القياسي، ثم اصف الى كل قنينة 5مل من محلول الملح الحامضي و 10مل من الخليط العضوي ثم خفف الحجم الى 50مل بالماء المقطر.

اضف 0.2غم من كلوريد الباريوم الى كل قنينة، سد القنينة ورج المحلول لمدة دقيقة ثم اتركه لمدة 3 دقائق قس شدة التشتت لكل محلول وارسم المنحني القياسي لايجاد تركيز المجهول من الكبريتات.