الكيمياء التحليلية العملي

المرحلة الثانية

للدراسة الصباحية والمسائية

الفصل الأول

اعداد : م.م. الاء حسين مهدي صالح

ماجستير كيمياء تحليلية

٢٠١٦-٢٠١٧

الكيمياء التحليلية Chemistry Analytical

هي فرع من علم الكيمياء يهتم بالتقدير الكمي والنوعي للعناصر او المركبات المكونة للمادة المراد تحليلها. وينقسم هذا الفرع إلى عدة طرق واساليب يمكن استخدامها ولكل منها استخداماته وأهميته وهي :

١- التحليل النوعي أو الوصفي Qualitative Analysis : وهو مجموعة العمليات التي يتم فيها الكشف عن تركيب المواد أو المركبات أو العناصر الداخلة في تركيب مادة معينة أو خليط من المواد سواء أكانت في الحالة الصلبة أو محلول في مذيب معين ولا يتعرض هذا التحليل إطلاقًا إلى كميات هذه المكونات

٢- التحليل الكمي Quantitative Analysis : يعني التحليل الكمي للمواد بتقدير كمية) مقدار (المادة كوحدة واحدة عند وجودها في أي من الحالات الثلاث) سائل ، غاز ، صلب (أو تقدير نسبة وجود بعض أو كل العناصر الداخلة في تركيب المركب الكيميائي أو الخليط.

ويمكن تقسيم طرق التحليل الكمي إلى ثلاثة أقسام رئيسية وذلك اعتماداً على الوسيلة المستخدمة لإجراء التحليل:

أ -التحليل الحجمي : يهدف التحليل الحجمي إلى تعيين الحجم من محلول معلوم التركيز) محلول قياسي (الذي يتفاعل كمياً مع حجم معين من المحلول المجهول التركيز والمطلوب تعيينه.

ب-التحليل الوزني : يعرف التحليل الوزني بانه تلك العمليات التي تتضمن فصل المكون المطلوب تقديره في أنقى صورة ممكنة) غير قابلة للذوبان (يسهل وزنها ويمكن حساب مقدار المكون) أو الشق أو العنصر (بعد ذلك بطريقة الحساب الكيميائي.

ت-التحليل بإستخدام الأجهزة) التحليل الآلي : (تعتمد هذه الطرق على بعض الخواص الفيزيائية والكيميائية في أغراض التحليل الكيميائي ولذلك فإنها تستخدم بعض الأجهزة لقياس خصائص محددة للمواد المطلوب تحليلها شريطة أن يتناسب مقدار الخاصية تناسباً طردياً مع مقدار المادة تحت الاختبار.

سندرس في الفصل الاول من السنة الدراسية التحليل الكمي الوزني /

ويقصد به / تعين المادة سواء كانت عنصرا أو مركبا أو أيونا في مزيج معين بطريقة كمية إما عن طريق الترسيب أو عن طريق التطاير .، وإذا كان المطلوب لإيجاد تركيز عنصر معين يتم استخراج تركيز العنصر من تركيز المركب بطريقة تناسبية أو باستخدام معامل وزني . يفصل عن المحلول بالترسيب أو الطرد المركزي ثم غسله وتجفيفه ووزنه، فيحسب وزن المادة المراد تقديرها من معرفتنا لوزن الراسب وتركيبه .

هناك عدة طرق تستخدم في التحليل الوزني وهي :

١- طريقة الانحلال والتطاير Voltilization Method

٢- طريقة الترسيب Precipitation method

٣ - طريقة الترسيب الكهربائي Electro precipitation Method

٤- الطريقة الجسيمية Partical Method

الترسيب الاعتيادي غير المتجانس :

هو تكوين راسب شحيح الذوبان في الماء او المذيبات الاخرى عن طريق اضافة عامل مرسب من قبل المحلل الكيميائي وهذا الراسب مستقر بدرجة حرارة الغرفة وغير قابل للتفكك وجاف لكي يتم اجراء الحسابات الكيميائية لايجاد كمية المكون فيه وايجاد نسبته المئوية

الترسيب المتجانس :

في هذه التقنية لا يضاف العامل المرسب كما هو وإنما يتولد بشكل بطيء ضمن المحلول . عن طريق تفاعل كيميائي متجانس . وبهذه الطريقة يتكون الراسب تحت شروط تودي إلى تجنب التأثيرات والنتائج غير المرغوب بها والتي تحصل عند الترسيب بالطريقة الاعتيادية . بهذه الطريقة يمكن ، مثلا تجنب حصول مراكز فوق إشباع موضعية أو مراكز ph موضعيه عالية. وبالتالي فالراسب الناتج يكون اقل تلوث . كما ان السيطرة على سرعة الترسيب تودي إلى الحصول على راسب ذو بلورات كبيرة سهلة الترشيح ومن الممكن توليد العديد من الانيونات بسرعة بطيئة

خطوات الترسيب

١- وزن كمية معلومة وبشكل مضبوط من النموذج

٢- اذابة النموذج

٣- اضافة العامل المرسب

٤- الترشيح (فصل الراسب)

٥- غسل الراسب

٦- التجفيف اوالحرق

٧- الوزن

٨- اجراء الحسابات المطلوبة

صفات الراسب الجيد المستعمل في التحليل الوزني

١- تركيبه البلوري معروف

٢- ان يكون قليل الذوبانية

٣- يجب ان تكون بلوراته كبيرة بحيث يمكن ترسيبها

٤- نقي (خالي من الشوائب)

٥- يكون ذات ثباتية عالية بدرجات الحرارة

٦- ان يكون ذو وزن جزيئي كبير

٧- ان يكون غير متميع

انواع الرواسب

١- رواسب متخثرة Curdy Precipitate: هذه الرواسب تكون على شكل عالق غروي لا يمكنها تكوين بلورات كبيرة ومثالها Ag Cl

٢- رواسب جيلاتينية Gelatinous Precipitate: أثناء تكوين هذه الرواسب يتم حجر كمية من الماء والعديد من الملوثات وتكون ذات مساحة سطحية كبيرة مقارنة بكتلتها.

٣- رواسب بلورية Crystalline Precipitate: تكون هذه الرواسب منتظمة الشكل وذات بلورات مميزة منفصلة سهلة الترشيح واكثر نقاوة من الرواسب الأخرى.

الحسابات في التحليل الكمي الوزني

في التحليل الكمي الوزني عادة يكون الوزن النهائي ليس للمادة المبحوث عنها مباشرة بل على الاغلب لمادة اخرى تحويها فمثلا عند ترسيب كبريتات الباريوم من محلول كلوريد الباريوم والامثلة على ذلك كثيرة CaO عند تقديرالكالسيوم.

وفي نهاية عملية التحليل يصبح من الضروري اجراء حسابات لمعرفة كمية المادة المبحوث عنها بعد معرفة المادة الموزونة.

كل هذه الحسابات تعتمد على استخدام المعامل الوزني

المعامل الوزني Gravimetric Factor or Chemical Factor :

$$\text{المعامل الوزني} = \frac{\text{وزن الجزيئي او وزن الصيغة للمادة س}}{\text{وزن الجزيئي او وزن الصيغة للمادة الموزونة الناتجة}}$$

المرسبات (عوامل الترسيب)

Precipitants (precipitation agents)

هي المادة التي تضاف الى المحلول لترسيب المادة المطلوبة

والمرسبات على نوعين :

١- مرسبات لاعضوية Inorganic Precpitant
٢ - مرسبات عضوية Organic Precpitant

١- المرسبات اللاعضوية : هي اما ان تكون املاحا لحوامض ضعيفة مثل الكبريتيدات والكاربونات والكرومات والكبريتات او هيدروكسيدات الفلزات وينشا عنها تكوين املاحا شحيحة الذوبان او اكاسيد مائية مع المجاميع المراد تحليلها اوتعيينها . ومن اهم المرسبات اللاعضوية محلول الامونيا الذي يستعمل لترسيب Al، Fe وكبريتيد الهيدروجين H_2S لترسيب Cu ، Zn ، Ge As، Sn،

وكبريتيد الامونيوم لترسيب ايونات Hg ، Co .

عيوبها :

تكون غير متخصصة أي يرسب اكثر من عنصر حيث يرسب المرسب اللاعضوي في ان واحد عدد من ايونات الفلزات مما يسبب تداخل عند تحليل احدهما بوجود الاخر.

- عامل الترسيب يعتمد على الجذر السالب الذي يستخدم للترسيب لذلك يمكن استبدال الجذر الموجب له .
- NH_3 هي غاز لكن في المختبر يكون على هيئة محلول NH_4OH .

-المرسبات العضوية : وهي مركبات عضوية تستعمل لترسيب بعض الايونات الفلزية حيث تكون بعض المركبات الحلقية معقدة تعاضدية ضئيلة الذوبان جدا مثل مركب ثنائي مثل كلايوكسيم الذي يستعمل لترسيب النيكل في وسط قاعدي

او بعضها تعطي رواسب ضئيلة الذوبان شبيهة بالاملاح مثل رباعي فنيل البورون الصوديوم $BNa(C_6H_5)_4$ الذي يكون ذو انتقائية عالية في ترسيب البوتاسيوم .

مميزات الكواشف العضوية :

١- الترسيب المشارك يكون اقل.

٢- المركبات المتكونة بفعل الكواشف العضوية غالبا ماتكون قليلة الذوبان جدا في الماء وبذلك لن يحصل فقدان لبعض الراسب خلال عملية الترسيب او الغسل.

٣- المركبات المتكونة معها تكون عادة ذات وزن جزيئي كبير جدا وبذلك يكون المعامل الوزني صغير جدا وكذلك النسبة المئوية للمادة المراد تحليلها تكون قليلة قياسا بالمرسبات اللاعضوية .

٤- الكواشف العضوية تعطي نواتج شديدة الالوان وهذا يسهل الكشف عنها بواسطة الطرق اللونية .

العوامل المؤثرة على ذوبانية الراسب

يجب معرفة العوامل المؤثرة على ذوباني الراسب لغرض تفاديها لانه يؤدي الى تقليل وزن الراسب والى احداث

خطا في الحسابات الوزنية وهذه العوامل هي :

١- الطبيعة الكيميائية والفيزيائية للراسب

تعتمد ذوبانية الراسب على طاقة الشبكة البلورية وطاقة التميؤ فالمواد الصلبة تختلف على هذا الاساس في ذوبانيتها فكلما كان الجذب بين ايونات المواد الصلبة وبين جزيئات الماء اكبر من محصلة الجذب بين ايونات الملح داخل البلورة كلما كان الملح اكثر ذوباناومثال ذلك يذوب بحدود عدة مولات لكل لتر بلورات $AgNO_3$ في حين ذوبانية AgI اقل من 10^{-8} مول لكل لتر والسبب يعود الى ان قوى الجذب في الشبكة البلورية لمادة AgI هي اقوى من تلك التي في $AgNO_3$.

٢- طبيعة المذيب تتاثر ذوبانية المركبات الايونية في المذيبات بعاملين يعودان للمذيب

- قطبية المذيب polarity
- ثابت العزل الكهربائي للمذيب Dielectric constant

اذ ان المذيب القطبي هو الذي يمتلك قطب ثنائي Dipole له ثابت عزل كهربائي كبير نسبيا فكلما كان المذيب اكثر قطبية كلما زاد الجذب بينه وبين ايونات الملح كما ان قوى تجاذب ايونات الملح لبعضها البعض على سطح البلورة تتناسب عكسيا مع ثابت العزل الكهربائي

٢- درجة الحرارة : ان ذوبان معظم المواد الصلبة في السوائل يزداد بزيادة درجة الحرارة ففي الشكل المجاور يلاحظ ان ذوبانية الاملاح في الماء تزداد بزيادة درجة الحرارة وذلك لانه تتوفركمية من الطاقة اللازمة لتكسير الاواصر الموجودة بين جزيئات المذاب وتكوين اواصر جديدة بين المذيب والمذاب .

-هضم الراسب : Digestion
بصورة عامة تكون ذوبانية الدقائق الصغيرة للراسب ، اكبر من ذوبانية الدقائق الكبيرة وهذه الدقائق الصغيرة الذائبة تعود وتترسب على الدقائق الكبيرة إذا أعطيت الوقت الكافي لذلك . وعميلة الهضم تساعد على نمو البلورات كما تساعد على تكتل الرواسب الغروية . والعميلة هي تسخين الراسب والمحلول إلام(عادة إلى ٩٠ او ٩٥م) وتركه لفترة زمنية ، حيث ان عملية التسخين تعجل بذوبانية الدقائق الصغيرة وترك الراسب مع المحلول إلام لفترة زمنية تتيح الفرصة لهذا الدقائق كي تترسب على الدقائق الكبيرة .

- الغرض من عملية الترشيح هو فصل الراسب عن المحلول إلام ، وعملية الترشيح تكون أسهل وأسرع إذا كانت بلورات الراسب كبيرة. وتزداد العملية صعوبة كلما كانت البلورات صغيرة ، لذا فان ترشيح الرواسب الغروية أصعب من ترشيح الرواسب البلورية عادة .

تلوث الراسب Contamination of precipitates

يمكن أن يحصل تلوث للراسب بطرق عديدة لذلك يجب أتخاذ خطوات وقائية أثناء التحليل وإلا ترسب مع الراسب المراد تقديره راسب أخر له ثابت حاصل الذوبان نفسه أو ماهو قريب منه .ومن لبتبوثات التي يمكن حصولها أيضا هي نتيجة وجود بعض الشوائب التي قد تترك مع الراسب المطلوب .

١- الترسيب المشارك : Co precipitation

تلوث الراسب المطلوب بمادة أخرى أثناء عملية الرتسيب وهذه المادة الملوثة لا تترسب عندما تكون لوحدها مع المحلول وتحت الظروف نفسها ويشمل :

١- الترسيب الحقيقي : True precipitation

٢- الآحتباس : Occlusion

٣- الآمدصاص : Adsorptions

٢- الترسيب اللاحق : Post precipitation

تلوث الراسب بعد تكوينه إذا يكون الراسب عبارة عن مادة صلبة نقية أثناء الترسيب ويتلوث بعدئذ بترسيب مادة أخرى . ويمكن التخلص من هذا النوع بالترشيح مباشرة بعد أكتمال الترسيب .

تجربة رقم - ١-

تعين نسبة ماء التبلور في الملح المائي

Determination of crystaline water ratio in hydrated salt

يمكن تقدير ماء التبلور بطريقة التغيير في وزن العيينة نتيجة لطرد ما تحتويه من ماء عن طريق تسخينها ولا يمكن أتباع هذه الطريقة إلا في الحالات التالية :

١- عندما يكون الماء هو الجزء الأساسي المراد تطايره فقط .

٢- عندما لا يتغير وزن الراسب نتيجة الأكسدة أو التحلل المائي .. الخ

يفقد الملح المائي جميع ماء تبلوره في درجة حرارة مقدارها C(120-100) لكن ليست كل الاملاح تفقد ماء التبلور بهذه الدرجة ويمكنك استخدام درجات حرارة عالية لهذا الغرض على اعتبار ان الملح لا يتحطم بدرجات الحرارة العالية تصل الى (800- 900)C.

$$MgCl_2.XH_2O \longrightarrow MgCl_2 + XH_2O$$

وتبدي بلورات الملح ميلا قليلا لامتصاص الماء في فراغات جزئيات المادة .أي التغيير في الوزن يمثل بدقة كبيرة ماء التبلور . ويمكن تقدير ماء التبلور لكل من الأملاح التالية :

$MgSO_4.7H_2O$, $Na_2B_4O_7.10H_2O$, $Na_2HPO_4.12H_2O$

<u>الأدوات والمواد المستعملة</u> :

١- بودقة خزفية مع الغطاء

٢- مثلث خزفي

٣- حامل ثلاثي ومصباح بنزن

٤- بلورات الملح المائي

طريقة العمل :

١- سخن البودقة والغطاء على لهب مصباح بنزن ومن ثم اتركها لمدة ربع ساعة لكي تبرد في مجفف لمدة (٢٠-٣٠) دقيقة وزنها بعد التبريد .

٢- ضع في البودقة (1 gm) من النموذج ثم زنها مرة ثانية .

٣- ضع البودقة المغطاة على لهب مصباح بنزن وبمسافة وسخن تدريجيا الى ان يصل قعر البودقة درجة الاحمرار المعتم .

٤- دع البودقة ومحتوياتها تبرد في مجفف تبريد ثم زنها . اعد العملية عدة مرات الى ان تحصل على وزن ثابت

٥- من فقدان الوزن بعد عمليات الحرق احسب النسبة المئوية للماء في الملح المائي من كمية الوزن المفقود من النموذج .

الحسابات :

يتم حساب كمية الماء المتبلر في النموذج كما يلي

يجب ان نجري العمليات الحسابية الاتية حتى نحصل على المطلوب المجهول

سجل وزن الجفنة الخزفية وهي فارغة = غم

سجل وزن الجفنة الخزفية مع كمية الملح المائي قبل التجفيف = غم

سجل وزن الجفنة الخزفية مع كمية الملح اللامائي بعد التجفيف = غم

نستخرج بعدها وزن الملح اللامائي بعد التجفيف مطروحا منه وزن الجفنة وهي فارغة بالغرام

ثم نعوض في القوانين التالية لكي نستخرج عدد جزئيات الماء المتبلر من خلال القانون الاول

والنسبة المئوية للملح المتبقي اللامائي من خلال القانون الثاني

وزن الماء في النموذج = وزن الجفنة مع المادة قبل التسخين -- وزن الجفنة مع المادة بعد التسخين

$$\% \text{ of water} = \frac{\text{Wt of water}}{\text{Wt of Sample}} \times 100$$

تجربة رقم – ٢-

تقدير الكالسيوم على هيئة أوكزالات الكالسيوم

Determination of calcium as Ca – Oxalate

يترسب الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن الذي يحتوي على حامض HCL مع اوكزالات الامونيوم او حامض الاوكزاليك ومعاملة المحلول الناتج مع هيدروكسيد الامونيوم :

$$Ca^{+2}+C_2O_4^{-2}+H_2O \longrightarrow CaC_2O_4.H_2O$$

يفضل أن يكون الترسيب في محلول حامضي (PH=4) فإذا أضيفت اوكزالات الامونيوم الى محيط متعادل او ضعيف القاعدية فان تلوث الراسب (اوكزالات الكالسيوم) يكون اكبر هذا من جهة ومن جهة أخرى فان دقائق الراسب تكون صغيرة الحجم واذا تمت عملية الترسيب في درجة حرارة المختبر فان دقائق الراسب تكون صغيرة الحجم وبذلك يصعب ترشيحه . تزداد قابلية ذوبان الملح بازدياد حموضة المحلول وبازدياد درجة الحرارة ولغرض الحصول على بلورات كبيرة وذلك لان ذوبانية اوكزالات الكالسيوم تزداد بوجود الحوامض المعدنية بسبب تكون حامض الاوكزاليك الضعيف التفكك وبالتالي زوال ايونات الاوكزالات من النظام بسبب تحولها الى ايونات HC_2O_4 ، والى $H_2C_2O_4$ عند حمضية أعلى :

$$CaC_2O_4 \longrightarrow Ca^{+2} + 2C_2O_4^{-2}$$

$$C_2O_4^{-2} + H^+ \longrightarrow HC_2O_4^-$$

$$HC_2O_4^- + H^+ \longrightarrow H_2C_2O_4$$

إما في المحاليل المتعادلة والحاوية على اوكزالات الامونيوم فتكون قابلية ذوبان اقل بكثير لذلك يستخدم محلول مخفف من هذا الملح لغسل الراسب . يعامل راسب اوكزالات الكالسيوم بالطرق التالية :

١- تجفيف راسب اوكزالات الكالسيوم CaC_2O_4 عند درجة حرارة (110C) إن هذه الطريقة غير مفضلة نسبة الخطأ في هذه الطريقة (0.5-1)%

٢- حرق اوكزالات الكالسيوم عند درجة حرارة C(25-500) بحيث تتحول كميا إلى كاربونات الكالسيوم وهي الطريقة المفضلة .

$$CaC_2O_4.H_2O \longrightarrow CaCO_2+CO+H_2O$$

٣- حرق الاوكزالات عند درجة حرارة C(900-1200) فتتحول كميا لغرض عدم عودة تكون الكاربونات مرة ثانية . وتعتبر هذه الطريقة الأكثر استعمالا .

المواد المستخدمة :

١- ملح الكالسيوم

٢- حامض الهيدروكلوريك (1:1)

٣- دليل المثيل الأحمر

٤- محلول اوكزالات الامونيوم 4 %

٥- محلول الامونيا (1:1)

٦- محلول اوكزالات الامونيوم 1%

٧- محلول نترات الفضة المخففة

طريقة العمل :

١- زن بدقة (0,5) gm من ملح الكالسيوم (مسحوق جيد ومجفف قي درجةC(130-110) ولمدة ساعة وانقله إلى دورق صغير وأضف إليه(10 ml) من الماء المقطر ثم اتبعها بإضافة (5 ml) من حامض الهيدروكلوريك (1:1) رج الخليط حتى يذوب الملح ثم سخن المحلول بلطف الى ان يغلي لمدة (٣-٥) دقائق لطرد CO_2 وانقل محتويات الدورق كميا الى بيكر حجمه (400 ml) مزود بقضيب زجاجي وكمل الحجم إلى (200 ml) ثم أضف قطرتين من دليل المثيل الأحمر.

٢- سخن المحلول حتى الغليان ثم أضف إليه بصورة بطيئة جدا محلولا ساخنا من اوكزالات الامونيوم (% 4) وأضف محلول الامونيا (1:1)على شكل قطرات حتى يصبح المحلول متعادلا أو قاعديا قليلا (يتغير المحلول من الأحمر إلى الأصفر)

٣- تدع الخليط يركد لمدة ساعة على الأقل فوق صفيحة دافئة أو لهب ضعيف دون إن يغلي وبعد إن يستقر الراسب تماما (افحص المحلول الرائق عن إكمال الترسيب بإضافة بضع قطرات من محلول الاوكزالات (4%)

٤- زن بدقة ورقة الترشيح وهي جهاز الترشيح ثم رشح الراسب ثم اغسله بمحلول بارد ومخفف جدا من محلول اوكزالات الامونيوم (0.1 %) لعدة مرات وينبغي زوال أيون الكلوريد (افحص راشح الغسيل بمحلول نترات الفضة المخففة) من الراسب

الحسابات :

١- الوزن على هيئة اوكزالات الكالسيوم $CaC_2O_4.H_2O$ جفف ورقة الترشيح مع الراسب في الفرن عند درجة (100-115)C مدة ساعة واحدة وبردها في مجفف ثم زنها بدقة واعد التسخين والوزن الى ان تحصل على وزن ثابت يجب عدم تعريض الجفنة الى الهواء اثناء الوزن نظرا لميل اوكزالات الكالسيوم الشديد الى امتصاص الرطوبة .

٢- الوزن على هيئة كاربونات الكالسيوم $CaCO_3$

ضع ورقة الترشيح مع الراسب في الجفنة الموزونة والمحروقة حتى الاحمرار مسبقا . فحم ورقة الترشيح واتركها على النار حتى تصبح رمادا . انقل الجفنة مع محتوياتها الى فرن درجة حرارته C (500-25) واتركها لمدة ساعتين ثم بردها في مجفف ثم زنها بدقة .

٣- الوزن على هيئة اوكسيد الكالسيوم CaO أنقل الجفنة الى فرن تبلغ درجة حرارته حوالي C(1200) واتركها لمدة ساعة ثم بردها في مجفف يحوي حامض الكبريتك المركز او قضبان هيدروكسيد الصوديوم لمدة دقيقة فقط ثم زنها بدقة .

نحسب اولا وزن الكالسيوم من خلال تعويض الوزن العملي لاوكزالات الكالسيوم الجافة وقد تم تجفيفها في الفرن باستخدام درجة حرارة التجفيف (100-110 C)

$G.F = Atc .Wt\ for\ Ca^{+2} / M.Wt\ for\ Ca\ C_2\ O_4$

$Wt\ for\ Ca^{+2} = G.F \times Wt\ of\ Ca\ C_2\ O_4$

$\%\ of\ Ca^{+2} = Wt\ for\ Ca^{+2} / Wt\ of\ sample \times 100$

نحسب ثانيا وزن الكالسيوم المطلوب بعد استخدام درجة حرارة عالية C 500 وهي الحرق البدائي لتحويل اوكزالات الكالسيوم الى كاربونات الكالسيوم ثم نجري الحسابات التالية :

$G.F = Atc .Wt\ for\ Ca^{+2} / M.Wt\ for\ Ca\ CO_3$

$Wt\ for\ Ca^{+2} = G.F \times Wt\ of\ Ca\ CO_3$

$\%\ of\ Ca^{+2} = Wt\ for\ Ca^{+2} / Wt\ of\ sample \times 100$

نحسب اخيرا وزن الكالسيوم بعد اجراء العملية الاخيرة وهي اخذ الملح الناتج من عملية الحرق البدائية وهو كاربوانات الكالسيوم ووضعه في جهاز المحراق بدرجة حرارة عالية للحرق حوالي (1200 C - 1100) ونحصل على ناتج اخير مستقر هو اوكسيد الكالسيوم

G.F = Atc .Wt for Ca^{+2}/ M.Wt for Ca O

Wt for Ca^{+2} = G.F × Wt of CaO

% of Ca^{+2} = Wt for Ca^{+2}/ Wt of sample × 100

تجربة رقم -٣ -

تقدير الحديد على هيئة اوكسيد الحديدك

Determination of Iron as ferric oxide (Fe_2O_3)

يترسب ايون الهيدروكسيد الثلاثي على شكل اوكسيد الحديد المائي $Fe_2O_3 .XH_2O$ باستخدام الامونيا كعامل مرسب :

$$Fe^{+3} + 3NH_4OH \longleftrightarrow Fe(OH)_3 + 3NH_4^+$$

ثم يحرق الهيدروكسيد الناتج ليتحول الى اوكسيد الحديدك اللامائي حيث تم وزنه

$$2Fe(OH)_3 \longrightarrow Fe(OH)_3 + 3\ NH_4^+$$

ان راسب هيدروكسيد الحديديك جلاتيني يتحول بسهولة إلى محلول غروي ولمنع ذلك يتم الترسيب في محاليل ساخنة قرب درجة الغليان .لا يتم ترسيب الحديد بهيئة اوكسيده المتميئ بصورة كاملة ما لم تكن ايونات الحديد جميعها قي المحلول على شكل حديديك . اما اذا كانت هناك كمية من ايونات الحديدوز فيجب أكسدتها إلى الحديديك بماء البروم او حامض النتريك أو بيروكسيد الهيدروجين ثم البدء بعد ذلك بالترسيب .

المواد المستخدمة :

١- نموذج يحتوي على الحديد

٢- حامض الهيدروكلوريك المخفف (1:1)

٣- حامض النتريك المركز

٤- محلول سيانيد البوتاسيوم الحديدكي

٥- محلول الامونيا المخفف

٦- مخلول نترات الامونيوم (1%)

طريقة العمل :

١- زن بدقة حوالي (0.4gm) من ملح الحديد وانقله في بيكر سعة (200ml) مجهز بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة .

٢- أذب الملح بإضافة (30ml) ماء مقطر ثم أضف للمزيج في بيكر(5ml) حامض الهيدروكلوريك المخفف (1:1)

٣- سخن حتى الغليان ثم أضف قطرة قطرة (1ml) من حامض النتريك المركز واغل المحلول بلطف حتى يصبح لونه اصفر رائقا الغليان لمدة (5) دقائق تكفي .يكشف في هذه المرحلة عن إكمال التأكسد قطرة من محلول تضاف الى قطرة من محلول سيانيد البوتاسيوم الحديدكي .

٤- خفف المحلول الى حوالي (100ml) وسخنه حتى الغليان ثم أضف إليه ببطئ محلول الامونيا المخفف (1:1) حوالي (20-25)ml بشكل بطئ مع التحريك المستمر حتى تحصل زيادة طفيفة يمكن معرفتها من رائحة الامونيا المنبعثة من السائل .

٥- سخن بلطف لمدة دقيقة تجنب الغليان واترك الراسب ليركد اذا يجب ان يكون السائل الرائق عديم اللون علما ان اللون الأصفر يشير إلى عدم إكمال الترسيب اي وجود ايونات الحديديك في المحلول .

٦- عندما يستقر الراسب اسكب ببطئ السائل الرائق عديم اللون خلال ورقة الترشيح عديمة الرماد (Ashless filter paper) محاولا مع ابقاء اكبر كمية ممكنة من الراسب في البيكر ثم اضف حوالي (50ml) من محلول نترات الامونيوم المخفف (1%) الساخن الى الراسب في البيكر ثم رج الخليط ودعه يستقر. اسكب اكثر ما يمكن من السائل الرائق خلال ورقة الترشيح واغسل الراسب بهذه الطريقة ٣-٤ مرات بكميات (10ml) من محلول نترات الامونيوم المخفف (1%) انقل الراسب إلى ورقة الترشيح مع جمع اية دقائق من الراسب بواسطة قضيب التنظيف Policeman إلى ورقة الترشيح ثم اغسل الراسب $Fe_2O_3.H_2O$ مرات عديدة بمحلول نترات الامونيوم المخفف الساخن حتى تزول اثأر الكلوريد اكشف عنه بواسطة نترات الفضة .

٧- زن الجفنة الخزفية المحروقة الى درجة الاحمرار لمدة ربع ساعة .

٨- انقل ورقة الترشيح مع الراسب الى الجفنة الموزونة ثم سخنها حتى التجفيف ثم واصل الحرق حتى التفحم Charing تجنب التهابها وذلك لمنع اختزال الحديد .

٩- زن بدقة واعد عملية الحرق لحين ثبوت الوزن

الحسابات

نحسب اولا من الوزن العملي الناتج هيدروكسيد الحديدك $Fe(OH)_3$ هو وزن الحديد الثلاثي التكافؤ

G.F = Atc .Wt for Fe^{+3} / M.Wt for $Fe(OH)_3$

Wt for Fe^{+3} = G.F × Wt of $Fe(OH)_3$

of Fe^{+3} = Wt for Fe^{+3} / Wt of sample × 100 %

بعدها نحسب وزن الحديد الثلاثي التكافؤ بصيغته النهائية المستقرة والناتج من عملية الحرق :

G.F = Atc .Wt for Fe^{+3} / M.Wt for Fe_2O_3

Wt for Fe^{+3} = G.F × Wt of Fe_2O_3

% of Fe^{+3} = Wt for Fe^{+3} / Wt of sample × 100

تجربة رقم -٤-

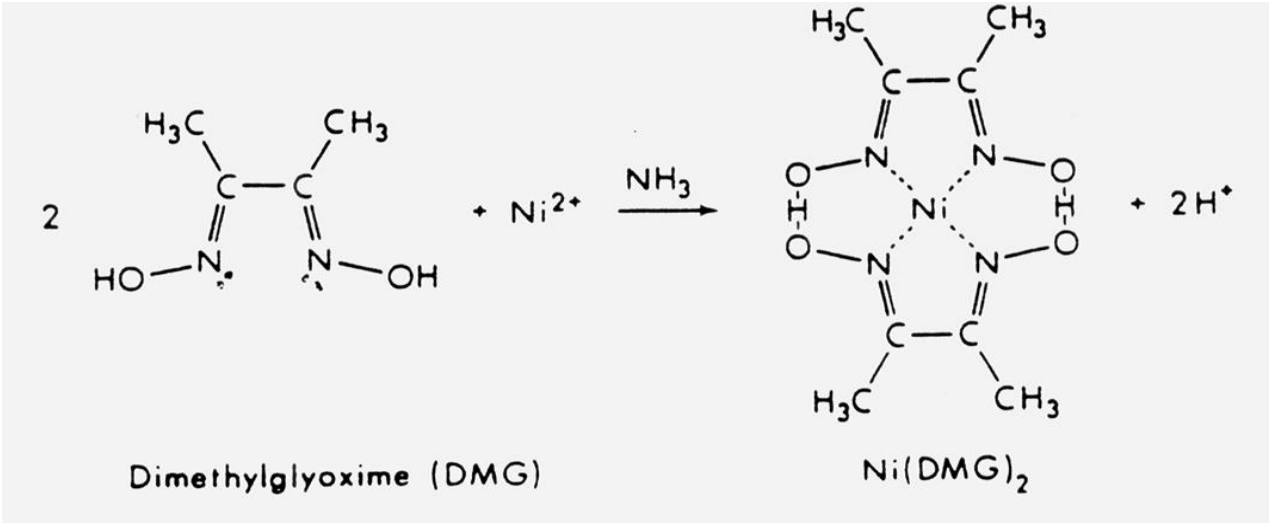
تقدير النيكل على هيئة داي مثيل كلايوكسيم

Determination of nickel as Dimethylglyoximate complex

بعتبر ثنائي مثيل كلاي اوكزيم من أقدم المرسبات العضوية المعروفة ومع ذلك فهو لا يزال من أحسنها إذ انه حامض ضعيف صيغته ($CH_3C{=}NOH$) ويذوب قليلا في الماء فيعطي ايونا واحدا من الهيدروجين عند تأينه يذوب هذا الكاشف في الكحول لذلك يستخدم محلوله الكحول بصورة خاصة لترسيب النيكل كميا فالنيكل الثنائي Ni^{+2} يترسب متحدا مع جزيئتين من الثنائي مثيل كلاي اوكزيم محررا ايونين من الهيدروجين يتعادلان بدورهما مع زيادة من هيدروكسيد الامونيوم حسب التفاعل الاتي :

$$Ni^{+2} + 2C_4H_8O_2N_2 + 2NH_3 \longrightarrow (C_4H_7O_2N_2)Ni + 2NH_4$$

يكون الراسب احمر اللون قليل الذوبان جدا في الماء ويمكن تجفيفه عند درجة حرارة (110- 120 م) ولكنه يذوب في الحوامض المعدنية المخففة (حتى الهيدروجين المتحرر عند اتحاد الكاشف مع النيكل بسبب زيادة في ذوبانية الراسب) .



<u>المواد المستخدمة :</u>

١- **نموذج يحتوي على (0.05gm) من النيكل**

٢- **محلول كحولي لكاشف من الثنائي مثيل كلاي اوكزيم(1%)**

٣- **محلول الامونيا المخفف (6 M)**

٤- **حامض الهيدروكلوريك المخفف (1:1)**

طريقة العمل :

١- زن بدقة (0.1gm) من نموذج النيكل وانقلها كميا الى بيكر سعة (200ml) مجهز بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة كغطاء .

٢- أذب النموذج بكمية قليلة من الماء المقطر ثم أضف إليه (2ml) من حامض HCL المخفف (1:1) ثم خفف بالماء المقطر إلى(75ml) .

٣- سخن المحلول إلى (75 ml) وأضف زيادة طفيفة من محلول DMG حوالي (10 ml) ثم أضف مباشرة محلول الامونيا المخففة قطرة قطرة مع التحريك المستمر الى ان يتم الترسيب وتبقى زيادة طفيفة من الامونيا يستدل عليها من رائحة الامونيا المنبعثة من المحلول .

٤- دع محتويات البيكر راكدة فوق حمام بخاري لمدة نصف ساعة ثم افحص المحلول عن طريق إكمال الترسيب بعد ان يطفوا الراسب الأحمر (خذ (1 ml) من المحلول المرسب بماصة وادخل نهايتها الى المحلول خلال الراسب واجعل قليلا من المحلول يخرج من الماصة فعند تكوين راسب جديد أضف (5 ml) منه) .

٥- اترك الراسب يستقر لمدة ساعة حيث سيبرد الخليط في الوقت نفسه ينبغي ان يكون المحلول الرائق عديم اللون وإلا وجب الفحص مرة تانية لإكمال الترسيب .

٦- زن ورقة الترشيح ثم هيئ جهاز الترشيح .

٧- رشح الراسب واغسله بالماء البارد الى ان تزول ايونات الكلوريد تماما (افحص الراشح بمحلول نترات الفضة)

٨- جفف ورقة الترشيح على زجاجة ساعة في فرن حرارته بين C(120-110) لمدة ٥٠ دفيقة ثم بردها في مجفف ثم زنها بدقة .

الحسابات

نستخرج وزن النيكل المجهول من خلال الوزن النهائي العملي للراسب معقد النيكل بعد تجفيفه

$$G.F = Atc.Wt \text{ for } Ni^{+2} / M.Wt \text{ for } Ni(DMG)_2$$

$$Wt \text{ for } Ni^{+2} = G.F \times Wt \text{ of } Ni(DMG)_2$$

$$\% \text{ of } Ni^{+2} = Wt \text{ for } Ni^{+2} / Wt \text{ of sample} \times 100$$

تجربة رقم -٥-

تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

Determination of Chloride as Silver chloride

يمكن تعين الكلوريد في نموذج يذوب في الماء بإضافة زيادة من محلول نترات الفضة إلى محلول الكلوريد المحمض بحامض النتريك المخفف ثم وزن الراسب AgCl المتكون بعد ترشيحه وغسله وتجفيفه .

$$Ag^{+} + Cl^{-} \longrightarrow AgCl$$

اما الغرض من تحميض المحلول بحامض النتريك فهو لمنع ترسب بعض أملاح الفضة كاكاربونات الفضة Ag_2CO_3 وفوسفات الفضة Ag_3PO_4 التي تترسب من المحلول المتعادل او القاعدي فيما اذا وجدت ايونات CO_3^{-2} وPO_4^{-3} في المحلول كذلك يساعد المحلول الحامضي في الحصول على راسب AgCl قابل للترشيح بسهولة . فتسخين وتحريك المحلول الذي يحتوي على راسب AgCl تتكتل الدقائق الغروية المتكونة مبدئيا وعندئذ يصبح المحلول رائقا بعد ان كان عكرا. ومن خواص الراسب انه ملح ابيض قليل الذوبان بالماء فقابلية ذوبانه نحو (0.0014 gm/L) عند درجة حرارة الغرفة ولكنها تزداد بزيادة درجة الحرارة وهذا الملح حساس للضوء وللعوامل المختزلة .

$$AgCl \longrightarrow A g + 1/2\ Cl_2$$

المواد المستخدمة :

١- ملح الكلوريد الذائب في الماء

٢- حامض النتريك المخفف (1:1)

٣- محلول نترات الفضة (0.1N)

٤- حامض النتريك المخفف (0.015N)

طريقة العمل :

١- زن نموذج الكلوريد المجهول في درجة حرارة ١١٠-١٢٠ لمدة ساعة او اكثر

٢- زن بدقة gm (0.1-0.15) من النموذج في بيكر صغير وجاف ونظيف

٣- انقل النموذج كميا الى بيكر سعته (250ml) مزود بمحرك بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة كغطاء اضف اليه حوالي 75) (ml من الماء المقطر الخالي من الكلوريد وذوب الملح بالتحريك ثم حمض المحلول باضافة (1 ml) من حامض النتريك المخفف

(1:1) . ملاحظة ينبغي فحص الماء المقطر وحامض النتريك بنترات الفضة للتاكد من خلوهما من ايون الكلوريد قبل استعمالهما من ملاحظة ظهور التعكر اثناء الاضافة او عدمها.

٤- في مكان خافت الاضاءة اجر العمليات التالية :

رسب الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة باضافة حوالي(20 ml) من محلول نترات الفضة (0.1 N) تجري الاضافة ببطئ مع التحريك المستمر الى المحلول البارد .

٥- بعد ان يستقر الراسب اضف بضعة قطرات الى المحلول الرائق فوق الراسب وذلك للتاكد من تمام الترسيب .

٦- سخن الخليط بسرعة الى قرب درجة الغليان لمدة دقيقة لكي يتكتل الراسب بعد ذلك توقف عن التسخين واترك الراسب ليستقر. تاكد مرة اخرى من تمام الترسيب باضافة بضعة قطرات من محلول $AgNO_3$ الى الرائق . عند عدم ظهور تعكر للرائق احفظ البيكر مع محتوياته في مكان مظلم لمدة ساعة على الاقل قبل اجراء عملية الترشيح .

٧- زن ورقة الترشيح وهيئ جهاز الترشيح .

٨- رشح الراسب انقل الراسب كميا الى ورقة الترشبح وانقل الدقائق الصغيرة من راسب AgCl الملتصقة بالبيكر بمساعدة قضيب التنظيف Policeman واغسله بحامض النتريك المخفف حوالي (0.015 N)البارد باضافة وجبات صغيرة منه ولمرات عديدة حتى تزول اثار نترات الفضة ويمكن التاكد من ذلك بجمع ٥ مل من راشح الغسيل في انبوبة اختبار وفحصه باضافة قطرتين من حامض (0.1 N) HCl فان لم يظهر راسب محسوس يكتفي بالغسل واخيرا اغسل الراسب بالماء المقطر لطرد معظم حامض النتريك HNO_3 الموجود .

٩- جفف الراسب الى درجة ١٣٠ لمدة ساعة واحدة ودعها تبرد ثم سجل وزن ورقة الترشيح مع الراسب حتى ثبوت الوزن ثم احسب وزن الراسب .

الحسابات

$$G.F = Atc.Wt\ for\ Cl\ /\ M.Wt\ for\ Ag\ Cl$$

$$Wt\ for\ Cl = G.F \times Wt\ of\ AgCl$$

$$\%\ of\ Cl = Wt\ for\ Cl\ /\ Wt\ of\ sample \times 100$$

تجربة رقم -٦-

تقدير الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم

Determination of sulphate as Barium Sulphate

تعتمد طريقة التقدير على الإضافة البطيئة لمحلول كلوريد الباريوم $BaCl_2$ المخفف الى محلول الكبريتات الساخن والمحمض لحامض HCl

$$Ba^{+2}+SO_4^{-2} \longrightarrow BaSO_4$$

يبلغ تركيز الحامض نحو (0,05 N) وذلك للأسباب التالية :

١- يمكن الحصول على دقائق كبيرة من الراسب

٢- تكون دقائق الراسب أكثر نقاوة

ففي محلول (0,1 N) من حامض HCl فان ذوبان كبريتات الباريوم يعادل (10 mg /L)

تقريبا في درجة (20 C) وفي محلول (1N) فان الذوبان يقارب (87 mg /L) ولكن تقل قابلية الذوبان بوجود زيادة من كلوريد الباريوم في المحلول .

ان اختيار الترسيب في محيط حامضي بحدود (0,05 N) وبوجود تركيز معتدل من كلوريد الباريوم من شأنه ان يقلل من ذوبان كبريتات الباريوم إلى درجة كبيرة بحيث يمكن تجاهلها ولأجل تجفيف راسب كبريتات الباريوم يجب حرق الراسب دائما لعدم إمكانية تجفيفه بدرجة حرارة واطئة 110 – 115 م لكون ماء التبلور مرتبطا بقوة بالشبكة البلورية للراسب ويمكن التخلص من هذا الماء عند درجة الحرارة العالية فقط ولهذا يجب ان تحرق كبريتات الباريوم بدرجة حرارة أكثر من 500 م للتخلص من الماء إذا يكون هذا الملح ثابتا حتى في درجات الحرارة العالية .

$$BaSO_4.XH_2O \longrightarrow BaSO_4.XH_2O \longrightarrow BaSO_4 + XH_2O$$

الراسب قد يختزل في درجات الحرارة العالية بواسطة ورقة الترشيح إضافة إلى احتمال تفكك الملح إلى اوكسيد الباريوم وثالث وكسيد الكبريت :

$$BaSO4 + 4C \longrightarrow BaS + 4CO$$

$$BaSO4 \longrightarrow BaO + SO3$$

ولكي يمكن الحصول على نتائج جيدة عند تفحيم ورقة الترشيح عند اقل درجة حرارة ممكنة دون ان تشتغل مع ترك الجفنة غير مغطاة إلى إن تزول ورقة الترشيح عمليا .

إما التفكك الطفيف الى كبريتيد الباريوم BaS فيمكن إرجاعه بتبريد الراسب ثم إضافة بضع قطرات من حامض H_2SO_4 المخفف ثم إعادة التسخين حتى يطرد الحامض غير المستعمل في التفاعل على شكل أبخرة :

$$BaS + H_2SO_4 \longrightarrow BaSO_4 + H_2S$$

المواد المستخدمة :

١- نموذج لملح الكبريتات (مثلا كبريتات الصوديوم او البوتاسيوم او ملح اخر)

٢- حامض الهيدروكلوريك المركز

٣- محلول الكلوريد الباريوم (10 %)

٤- محلول نترات الفضة المخففة

٥- حامض الكبريتيك المخفف 1 : 10.

طريقة العمل :

١- زن بدقة (0.3 gm) من ملح الكبريتات في بيكر سعته (200 ml) مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة .

٢- أضف (1 ml) من حامض HCl المركز ثم خفف المحلول الى حوالي (100 ml) كحجم نهائي.

٣- سخن المحلول حتى الغليان ثم أضف ببطئ للتقليل من ظاهرة الاحتباس مع التحريك المستمر للمحلول (10 ml) من محلول $BaCl_2$ تركيزه (10 %) ضع زجاجة ساعة فوق البيكر.

٤- سخن بهدوء لمدة نصف ساعة ودع الراسب جانبا ليركد ثم افحص السائل الرائق لمعرفة إكمال الترسيب بإضافة بضع قطرات من محلول $BaCl_2$ فعند تكوين راسب او ظهور تعكر في المحلول أضف عندئذ ويبطئ (3 ml) أخرى من المحلول المرسب $BaCl_2$ دع الراسب ليركد كالسابق ثم افحص مرة تانية واعد هذه العملية الى ان تصبح في المحلول كمية أضافية من كلوريد الباريوم واترك الراسب ليلة واحدة وذلك من اجل الحصول على راسب دقائقه كبيرة الحجم وسهلة الترشيح

٥- رشح الراسب ، اسكب المحلول الرائق اولا خلال ورقة الترشيح وافحص الراشح بإضافة بضع قطرات من محلول $BaCl_2$ للتأكد مرة أخرى من إكمال عملية الترسيب

٦- اغسل الراسب ثلاث مرات وهو في داخل البيكر بماء مقطر ساخن واسكب السائل الرائق ثم انقل الراسب إلى ورقة الترشيح بالطريقة التقليدية مستعملا قضيب تنظيف لإزاحة الراسب المتبقي واللاصق بجدران الوعاء

٧- اغسل ورقة الترشيح نحو ١٠ مرات بالماء المقطر الساخن الى إن يصبح الراشح حاليا من ايون الكلوريد فنحصل على محلول رائق عند اضافة نترات الفضة .

٨- اطو ورقة الترشيح باعتناء وامسح بها داخل القمع اذا كان هنالك راسب قد زحف على حافات الورقة خلال عملية الترشيح والغسل انقل الورقة التي تحتوي على الراسب الى جفنة خزفية بدقة سبق وان تم تسخينها الى درجة الاحمرار ومن ثم تبريدها في مجفف ثم فحم ورقة الترشيح اولا ببطئ فوق لهب مصباح واتخذ الاحتياطات كافة لضمان عدم التهاب ورقة الترشيح احرقها الى رماد ابيض ثم ضع الجفنة في فرن بدرجة C(1000 – 800) لمدة نصف ساعة تقريبا ثم انقل الجفنة الى مجفف

٩- زن الجفنة والراسب عندما تبرد بعد مرور ٢٠ – ٣٠ دقيقة اعد عملية التسخين والوزن الى ان تحصل على وزن ثابت .

الحسابات :

نجري الحسابات على الراسب النهائي الناتج بعد عملية التجفيف وهو راسب $BaSO_4$ لنحصل على وزن الكبريتات

$$G.F = Atc\ .Wt\ for\ SO_4^{--2} / M.Wt\ for\ BaSO_4$$

$$Wt\ for\ SO_4^{--2} = G.F \times Wt\ of\ BaSO_4$$

$$\%\ of\ SO_4^{--2} = Wt\ for\ SO_4^{--2} / Wt\ of\ sample \times 100$$

تجربة رقم -٧-

تعين الالمنيوم على هيئة أوكسينات الالمنيوم

Determination of Aluminum as Aluminum Oxinate

يعتبر الاوكسين (٨- هيدروكسي كينولين 8- hydroxyquinoline) عامل مرسب عضوي لمجموعة من ايونات الفلزات عند ظروف معينة ومن الممكن ترسيب الالمنيوم وفصله عن المغنيسيوم عبى شكل اوكسينات الالمنيوم $Al(C_9H_6NO)_3$ في PH =4-5 ، أما عند عدم وجود المغنيسيوم فيمكن ترسيب الالمنيوم بشكل تام بحدود PH = 4-9 ويمكن استخدام هذا الراسب لتقدير الالمنيوم كميا بطريقة وزنية .

أن هذا الكاشف يكون مركبات تناسقية شحيحة الذوبان تعتمد على نوع الايون الموجب (الفلز) إضافة إلى أنها تعتمد على ال PH ، حيث تزداد انتقائية الكاشف بدرجة معقولة عن طريق السيطرة على ال PH.

المواد المستخدمة :

- محلول الاوكسين : أذب (14.5 gm) من الاوكسين في (57 ml) من حامض الخليك الثلجي ثم أكمل الحجم بإضافة الماء حتى اللتر الواحد (او محلول (2%) من اوكسين مذاب في (2N) ان حامض الخليك .
- محلول (2%) من خلات الامونيوم
- كبريتات الالمنيوم الامفوتيرية

طريقة العمل :

١- أذب ملح الالمنيوم (0.4 gm) في (100 ml) من الماء المقطر وسخن الى ٧٠-٨٠ م

٢- أضف تدريجيا مع التحريك المستمر الحجم المناسب من محلول الاوكسين (محلول (2%) مذاب في (2N) من حامض الخليك) بحدود (1ml) لكل (3 mg) ألمنيوم (في حالة عدم ظهور راسب أضف ببطئ محلول (2%) من خلات الامونيوم إلى ان يظهر الراسب .

٣- سخن حتى الغليان ثم استمر باضافة (25 ml) اخرى من محلول خلات الامونيوم على شكل قطرات مع التحريك المستمر (لغرض تمام الترسيب يجب ان يستغرق التسخين والاضافة مدة (15) دقيقة .

٤- يكون الترسيب تاما عندما يكتسب الرائق في اعلى المحلول لونا اصفر بعد التبريد والتركيد واللون الاصفر دليل على وجود زيادة من الكاشف المرسب .

٥- رشح الراسب خلال ورقة الترشيح ثم اغسل الراسب جيدا بالماء المقطر البارد .

٦- جفف الورقة مع الراسب بدرجة ١٣٠-١٤٥-م في فرن التجفيف برد ثم زن بدقة .

الحسابات

$G.F = Atc.Wt\ for\ Al^{+3} / M.Wt\ for\ Al(C_9H_6ON)_3$

$Wt\ for\ Al^{+3} = G.F \times Wt\ of\ Al(C_9H_6ON)_3$

$\%\ of\ Al^{+3} = Wt\ for\ Al^{+3} / Wt\ of\ sample \times 100$

تجربة رقم -٨-

تعين المغنيسيوم على هيئة بايروفوسفات المغنيسوم

Determination of magnesium as Pyrophosphate

تترسب ايونات المغنيسيوم على شكل ($MgNH_4PO_4.6H_2O$) فوسفات المغنيسيوم الامونيو مية سداسية التميؤء عند معاملة المحلول البارد لملح المغنيسيوم مع فوسفات المغنيسيوم الحامضية $(NH_4)_2HPO_4$ واضافة الامونيا للمزيج :

$$Mg^{+2} + HPO4^{-2} + NH4^{+} + OH^{-} \longrightarrow MgNH_4HPO_4 + H_2O$$

تعد ذوبانية هذا الراسب عالية في الماء المقطر (65 mg /L) الا انها اقل من ذلك في محلول مخفف للامونيا وكذلك فللراسب القابلية على تكوين محاليل فوق مشبعة لذا يجب ترك الراسب البارد راكدا مع الراشح لفترة من الزمن قبل الترشيح يغسل الراسب بمحلول مخفف للامونيا (19:1 او 0.8M) ويجفف ويوزن على شكل ($MgNH_4PO_4.6H_2O$) وهذه طريقة تعد غير دقيقة والطريقة الاكثر دقة هي حرق الراسب بدرجة حرارة (1000-1100) C ووزنه على شكل بايروفوسفات ($Mg_2P_2O_7$).

المواد المستخدمة :

١- ملح المغنيسيوم
٢- فوسفات الامونيوم الحامضية
٣- محلول الامونيا المركزة
٤- حامض الهيدروكلوريك المركز
٥- صبغة المثيل الاحمر

طريقة العمل :

١- زن بالضبط حوالي (0,3 gm) من ملح المغنيسيوم واذبها في (50 ml) من الماء المقطر.
٢- اضف (2.5 ml) من حامض HCL المركز الى محلول ملح المغنيسيوم وخفف المحلول الى (75 ml) ثم اضف بضعة قطرات من صبغة المثيل الاحمر.
٣- اضف (5ml) من كاشف فوسفات الامونيوم المرسب بعد ذلك اضف محلول امونيا مركز على شكل قطرات مع التحريك المستمر استمر باضافة الامونيا حتى يتحول لون الدليل الى الاصفر تجنب احتكاك القضيب الزجاجي المستخدم في تحريك المحلول بجدران المحلول .استمر بالتحريك لمدة (5 دقائق) اخرى مع اضافة قطرات من الامونييا لكي يبقى لون المحلول اصفر واخيرا اضف زيادة من محلول الامونيا المركزة قدرها (5 ml) واترك المحلول الراسب ليركد مدة اربع ساعات والافضل ليلة كاملة ثم اتبع احدى الطريقيتين التاليتين لاتمام التحليل :

١ – وزن الراسب على شكل ($MgNH_4PO_4.6H_2O$)

- أ- زن ورقة الترشيح وهيئ جهاز الترشيح
- ب- رشح الراسب انقل الراسب كميا الى ورقة الترشيح واغسله بالامونيا المخففة (1 :19 او 0.8 M) عدة مرات وافحص ماء الغسيل النازل بقليل من نترات الفضة للتاكد من خلوه من ايونات الكلوريد بعد ذلك اغسل الراسب بثلاث دفعات من

الكحول الاثيلي (95%) كل دفعة (5 ml) ثم اغسل الراسب خمس مرات بالايثركل مرة (2ml) جفف الراسب بامرار تيار من الهواء على ورقة الترشيح او في فرن بدرجة (60 C) ثم زن الراسب بشكل ($MgNH_4PO_4.6H_2O$) .

- ٦- وزن الراسب على شكل بايروفوسفات ($Mg_2P_2O_7$)

قد تبدو الطريقة السابقة سهلة ولكن عملية تجفيف الراسب فيها شئ من الصعوبة اضافة الى انها ليست دقيقة لذا يفضل اتباع الطريقة التالية :

أ- رشح الراسب خلال ورقة الترشيح عديمة الرماد Ashless filter paper ثم انقل الراسب كميا الى ورقة الترشيح ثم اغسل بدفعات صغيرة من محلول الامونيا المخفف البارد (0.8 M) استمر بالغسل وافحص المحلول النازل بقليل من حامض النتريك المخفف ومحلول نترات الفضة لغرض التاكد من عدم وجود ايونات الكلوريد .

ب- فحم الورقة على لهب مصباح بنزن اولا ثم انقل الورقة الى جفنة خزفية واحرقها مع محتوياتها في فرن الحرق بدرجة (1000-1100)C

ت- زن على شكل $Mg_2P_2O_7$

الحسابات

نحسب اولا وزن المغنيسيوم المجهول بعد تجفيف الراسب بدرجة حرارة التجفيف الاعتيادية وهو راسب $MgNH_4PO_4$

$$G.F = Atc.Wt \text{ for } Mg^{+2} / M.Wt \text{ for } MgNH_4PO_4$$

$$Wt \text{ for } Mg^{+2} = G.F \times Wt \text{ of } MgNH_4PO_4$$

$$\% \text{ of } Mg^{+2} = Wt \text{ for } Mg^{+2} / Wt \text{ of sample} \times 100$$

ثم نحسب وزن المغنيسوم النهائي الناتج بعد حرق راسب $MgNH_4PO_4$ والحصول على راسب $Mg_2P_2O_7$

$$G.F = Atc.Wt \text{ for } Mg^{+2} / M.Wt \text{ for } \mathbf{Mg_2P_2O_7}$$

$$Wt \text{ for } Mg^{+2} = G.F \times Wt \text{ of } \mathbf{Mg_2P_2O_7}$$

$$\% \text{ of } Mg^{+2} = Wt \text{ for } Mg^{+2} / Wt \text{ of sample} \times 100$$

تجربة رقم -٩-

تعين الرصاص على هيئة كرومات الرصاص

Determination of lead as lead chromate

هناك عدة طرق وزنية لتعين نسبة الرصاص في نموذج منها ترسيبه بهيئة ($PbCrO_4$) أو ($PbSO_4$)او مولبيدات الرصاص ($PbMnO_4$) وغيرها .

ففي حالة ترسيب كرومات الرصاص يجب ان يحمض المحلول بحامض الخليك المجفف ان كان المحلول متعادلا او قاعديا اما اذا كان المحلول حامضيا بحامض النتريك فيجب اضافة كمية كافية من خلات الصوديوم لاستبدال حامض النتريك حامض الخليك بعدها تضاف كمية زائدة من كرومات البوتاسيوم :

$$Pb^{+2} + CrO_4^{-2} \longrightarrow PbCrO_4$$

المواد المستخدمة :

١- نموذج لملح الرصاص
٢- حامض الخليك المخفف (1:1)
٣- كرومات البوتاسيوم (4%)
٤- محلول خلات الصوديوم المخفف

طريقة العمل :

١- زن بدقة (o.15 gm) من احد املاح الرصاص وانقله الى بيكر حجمه (200 ml) ثم اذبه في (75 ml) من الماء المقطر .
٢- حمض المحلول بحامض الخليك المخفف (1:1) بمقدار (1ml) ثم سخن حتى الغليان اضف بواسطة ماصة محلول كرومات البوتاسيوم (4%) بزيادة طفيفة (5ml) تكفي عادة ثم اغل الخليط بلطف لمدة (5-10 mint) او حتى يستقر الراسب يجب ان يكون السائل الرائق ملونا قليلا باللون الاصفر لوجود زيادة من ايونات الكرومات CrO_4^{-2} كدليل على تمام الترسيب .
٣- زن ورقة الترشيح وهيئ جهاز الترشيح .
٤- رشح الراسب انقل الراسب كميا الى ورقة الترشيح واغسله جيدا بمحلول مخفف وساخن من خلات الصوديوم (10 ml) ثم بالماء المقطر الساخن .
٥- جفف الراسب في فرن درجة حرارته (120 C) حتى ثبوت الوزن
٦- سجل وزن ورقة الترشيح مع الراسب ثم احسب وزن الراسب .

الحسابات :

G.F = Atc .Wt for Pb^{+2} / M.Wt for $PbCrO_4$

Wt for Pb^{+2} = G.F × Wt of $PbCrO_4$

% of Pb^{+2} = Wt for Pb^{+2} / Wt of sample × 100

تجربة رقم -١٠-

تعين الزنك على هيئة فوسفات الزنك الامونيوية

Determination of Zinc as Zinc Ammonium phosphate

تحت ظروف معينة يمكن ترسيب الزنك كميا على هيئة فوسفات الزنك الامونيوية $ZnNH_4PO_4.6H_2O$ وذلك بالمعادلة Neutralization البطيئة بواسطة هيدروكسيد الامونيوم لمحلول حامضي يحتوي على ايونات الزنك وايونات الفوسفات الهيدروجينية ومن صفات الراسب انه يذوب في المحاليل الحامضية والقاعدية الا انه طفيف الذوبان في المحاليل ذات PH تتراوح بين (5.5 الى 7) فقط . اما العامل المرسب فهو فوسفات ثنائي الامونيوم الهيدروجينية$_4$ HPO (NH4) وليس فوسفات الامونيوم ثنائية الهيدروجين ($NH_4H_2PO_4$) وليس فوسفات الامونيوم ثنائية الهيدروجين ($NH_4H_2PO_4$) .

$$Zn^{+2} + NH_4^{+} + HPO_4 + 5H_20 + OH \longrightarrow ZnNH_4PO_4.6H_2O$$

وبعد ترشيح الراسب وغسله بمحلول مخفف من $(NH_4)_2HPO_4$ ثم بالماء البارد وبعدها بمحلول متعادل من (50 %) كحول اثيلي وذلك لازالة $(NH_4)_2HPO_4$. ولغرض الوزن اما ان يجفف الراسب عند درجة حرارة C (110-100) وعندئذ يبرد ويوزن بهيئة $ZnNH_4PO_4$ او ان يحرق في درجة حرارة C(1000-900) حيث يتفكك معطيا بايروفوسفات الزنك .

$$2ZnNH_4PO_4.6H_2O \longrightarrow Zn_2P_2O_2 + 13H_2O + 2NH_3$$

تحدث دائما خسارة في الوزن اثناء الغسل قد تعزى الى احد او كلا التفاعلين التاليين :

$$2ZnNH_4PO_4.6H_2O \longrightarrow Zn^{++} + NH_4^{+} + PO^{-} + 6H_2O$$

$$ZnNH_4PO_4.6H_2O + H_2O \longrightarrow Zn^{++} + NH_4OH + HPO_4^{-} + 6H_2O$$

فالتفاعل الاول يمثل ذوبانا بسيط بينما الثاني سببه تحلل مائي وبالامكان الاقلال من كمية المادة الذائبة بسبب التفاعلين اعلاه باضافه مقدار قليل من هيدروكسيد الامونيوم الى ماء الغسيل الذي يجب تبريده بحمام ثلجي واستعمال مقدار قليل منه حسب الحاجة .

<u>طريقة العمل :</u>

١- زن بدقة حوالي (0.4 gm) من كبريتات الزنك وانقله الى بيكر حجمه (400 ml) مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة .
٢- اذبه في (75 ml)من الماء ثم اضف اليه قطره او قطرتين من دليل المثيل الاحمر.
٣- عادل المحلول اذا كان حامضيا باضافة محلول الامونيا المخفف (1:1) ثم خففه بالماء الى حجم (150 ml) .
٤- سخن المحلول الى قرب الغليان واضف اليه ببطء (بواسطة ماصة او سحاحة) (25 ml) من محلول فوسفات ثنائي الامونيوم الهيدروجينية (10 %) سيكون في بادئ الامر راسب وبري من فوسفات الزنك .
٥- سخن في حمام مائي امدة (٣٠-٦٠) دقيقة حتى يتغير الراسب الوبري الى راسب متبلور من فوسفات الزنك الامونيية الذي يستقر بسهوله في قعر بيكر.
٦- دع يركد الى ان يصبح المحلول بدرجة حرارة الغرفة ومن ثم رشحه خلال بودقة موزونة سلفا (كوج او زجاج مسامي او خزف مسامي)

٧- اغسل الراسب اولا بمحلول 1% من فوسفات ثنائي الامونيوم الهيدروجينية ثم اغسله حوالي 10 مرات بالماء البارد (مستعملا حجما كليا قدره نحو 100 ml) وبعدها بمحلول 50 % كحول اثيلي .

٨- قس حجم ماء الغسيل واستعمل عامل التصحيح (0,0005 gm) من الزنك لكل (100 ml) مستعملة للتعويض عن الخسارة في الوزن الناتجة من الاذابة .

٩- جفف البودقة ومحتوياتها في درجة حرارة 100-110 م نحو ساعة واحدة بردها في مجفف ثم زنها بدقة .

١٠- اعد التسخين الى ان تحصل على وزن ثابت

١١- احسب النسبة المئوية للزنك في النموذج كما يلي :

$$G.F = Atc.Wt \text{ for } Zn^{+2} / M.Wt \text{ for } \mathbf{ZnNH_4PO_4}$$

$$Wt \text{ for } Zn^{+2} = G.F \times Wt \text{ of } \mathbf{ZnNH_4PO_4}$$

$$\% \text{ of } Zn^{+2} = Wt \text{ for } Zn^{+2} / Wt \text{ of sample} \times 100$$

١٢– اما اذا اريد تعين الزنك على هيئة $Zn_2P_2O_2$ فيجب ان يرشح الخليط (بعد الترسيب) ويجمع الراسب $ZnNH_4PO_4.6H_2O$ فوق ورقة الترشيح عديمة الرماد ثم يغسل كالسابق.

١٣- ينقل الراسب مع ورقة الترشيح الى بودقة خزفية سبق ان احرقت ووزنت ، تفحم ورقة الترشيح فوق مصباح بنزن وتحرق البودقة مع محتوياتها لمدة ساعة على درجة حرارة ٩٠٠ – ١٠٠٠ م ثم تبرد في مجفف وتوزن .

١٤- تحسب النسبة المئوية للزنك كما يلي :

$$G.F = Atc.Wt \text{ for } Zn^{+2} / M.Wt \text{ for } \mathbf{Zn_2P_2O_2}$$

$$Wt \text{ for } Zn^{+2} = G.F \times Wt \text{ of } \mathbf{Zn_2P_2O_2}$$

$$\% \text{ of } Zn^{+2} = Wt \text{ for } Zn^{+2} / Wt \text{ of sample} \times 100$$

تجربة رقم -١١-

فصل الحديد عن الالمنيوم بالترسيب

Iron separated from the aluminum by precipitation

يكون كل من ايون الالمنيوم والحديد الثلاثي اكاسيد مائية شحيحة الذوبان عند وجود ايون الهيدروكسيد كعامل مرسب وبسبب الخواص الامفوتيرية لاوكسيد الالمنيوم المائي فانه يكون معقد ذائبا بوجود زيادة من العامل المرسب (ايونات الهيدروكسيد):

$$AL(OH)_3 + OH^- \rightleftharpoons AL(OH)_4^-$$

ويستفاد من هذه الخاصية في فصل الحديديك عن الالمنيوم.

المحاليل :

١- محلول هيدروكسيد الصوديوم (5%)
٢- محلول الامونيا المخفف
٣- محلول نترات الامونيوم المتعادل (2%)
٤- العمل :

أ- تعين الحديد :

انقل بماصة (15 ml) من المحلول المزيج الذي يحوي على ايونات الالمنيوم والحديديك الى بيكر سعة (400 ml)(المحلول المزيج يحوي على حوالي (0.1gm) من كل من ايونات الالمنيوم والحديديك). خفف بالماء المقطر الى (100 ml) . سخن للغليان واضف محلول NaOH الى المحلول المغلي حتى ظهور الراسب . استمر باضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم حتى يصبح PH المحلول اعلى من 10 (يمكن اختبار ذلك بورقة) PH.

اضف زيادة من محلول القاعدة (2-3 ml) واغلي لمدة 5 دقائق اخرى .

رشح خلال ورقة ترشيح واطمان رقم ٤١. اغسل الراسب ثلاث مرات بمحلول نترات الامونيوم المخفف بعدها انقل الراسب الى بودقة محروقة بدرجة ٥٠٠ م ومبردة في مجفف وموزونة مسبقا . (احتفظ بالراشح ومحلول الغسيل). ابدا عملية الحرق اولا باستخدام لهيب مصباح بنزن الضعيف . زد قوة اللهب تدريجيا الى ان تتفحم الورقة بدون اان تلتهب .

اكمل عملية الحرق باستخدام فرن بدرجة ٥٠٠-٥٥٠ م

برد البودقة ومحتوياتها بمجفف تبريد ثم زنها باستخدام الميزان التخليلي الحساس .

ب- تقدير الالمنيوم

اغل الراشح وماء الغسيل الذي حصلت عليه من الفقره (أ) (ترسيب الحديد) واضف اليه وهو يغل(4 gm) كلوريد الامونيوم الصلب استمر بالتسخين حتى يتكون الراسب الابيض الجيلاتيني .

رشح كميا باستخدام ورقة ترشيح عديمة الرماد اغسل الراسب من ثلاثة الى اربع مرات بمحلول نترات الامونيوم الساخن .

فحم واحرق ورقة ترشيح والراسب لمدة(١٠-١٥ دقيقة) على لهب مصباح قوي واكمل الحرق باستخدام فرن بدرجة ٥٥٠ م

الحسابات :

تجرى على كل مكون مفصول حسابات المعامل الوزني وايجاد الوزن وايجاد نسبته المئوية :

G.F = Atc .Wt for Fe^{+3} / M.Wt for **$Fe(OH)_3$**
Wt for Fe^{+3} = G.F × Wt of **$Fe(OH)_3$**
% of Fe^{+3} = Wt for Fe^{+3} / Wt of sample × 100

بعد الحرق :

G.F = Atc .Wt for Fe^{+3} / M.Wt for **Fe_2O_3**
Wt for Fe^{+3} = G.F × Wt of **Fe_2O_3**
% of Fe^{+3} = Wt for Fe^{+3} / Wt of sample × 100

بعد التجفيف :

G.F = Atc .Wt for Al^{+3} / M.Wt for **$Al(OH)_3$**
Wt for Al^{+3} = G.F × Wt of **$Al(OH)_3$**
% of Al^{+3} = Wt for Al^{+3} / Wt of sample × 100

تجربة رقم – ١٢-

تحليل عينة من الاسمنت

هذه التجربة هي تمرين للطالب على الطرق الفردية في التحليل الكمي الوزني وطرق الفصل بالترسيب . ومادة الاسمنت هي عينة من السليكا الاصطناعية ، والتي يعد تحليلها اسهل من الصخور السيليكاتية لانها تذوب في الحوامض المعدنية ولا تحتاج الى عملية صهر Fusion لغرض الاذابة .

سنقوم بالتحليل الصناعي لعينات الاسمنت وسيتم تقدير الاتي :

١- مقدار الفقدان في الوزن بسبب الحرق Loss on ignition

٢- مقدار البقايا غير الذائبة Insoluble resid

٣- مقدار السليكا الكلي Total silica

٤- اكاسيد الحديديك + الالمنيوم R_2O_3

٥- الكاربونات Lime

٦- المغنيسيوم Magnesium

٧- اوكسيد الحديديك Fe_2O_3

٨- الكبريتات او الكبريتيك الغير المائي SO_3

ان السيطرة النوعية على الانتاج في معامل الاسمنت لم تعد تعتمد على الطرائق الوزنية فقط ، كما يحدث مسبقا . في الوقت الحاضر اصبحت مكننة الطرائق Automization من الامور المألوفة في مثل هذه المعامل .

طريقة العمل :

١- مقدار الفقدان في الوزن بسبب الحرق : Loss on ignition

- زن بالضبط حوالي (1 gm) من عينة الاسمنت النموذجية في بودقة بلا تين صغيرة موزونة مسبقا
- ثم احرق في الفرن حرق بدرجة (550-950) لمدة ربع ساعة
- برد البودقة في مجفف ثم زنها مع محتوياتها ..
- احسب النسبة المئوية للفقدان بالوزن .

٢- مقدار البقايا غير الذائبة Insoluble resid

- زن بالضبط حوالي (1 gm) من عينة السمنت في اناء خزفي Porcelain ثم اضف لها (10 ml) من الماء اتبعها بأضافة (5 ml) من حامض الهيدروكلوريك المركز.
- ضع زجاجة ساعة فوق الاناء الخزفي كغطاء ثم سخنها بلطف (تدفئة) حتى خروج الفقاعات .
- اضف(40 ml) من الماء المقطر واهضم على حمام مائي لمدة ربع ساعة
- رشح خلال ورقة الترشيح واغسل ست مرات بالماء المقطر الساخن .

- انقل ورقة الترشيح مع محتوياتها الى بيكر من البايركس ثم اضف اليه (100 ml) من محلول هيدروكسيد الصوديوم (10 gm/l) واهضم على حمام مائي بدرجة قريبة من الغليان .
- حمض المحلول بحامض الهيدروكلوريك مستخدما بضعة قطرات من صبغة المثيل الاحمر كدليل ، اضف 4-5 قطرة زيادة من الحامض .
- رشح خلال ورقة الترشيح واغسل المتبقي على الورقة (12-15) مرة بدفعات صغيرة من كلوريد الامونيوم الساخن (20 gm /L)
- انقل ورقة الترشيح مع محتوياتها الى بودقة خزفية واحرق بدرجة 900 - 1000 م
- برد البودقة بمجفف ثم زنها مع محتوياتها واحسب النسبة المئوية لبقايا النموذج غير الذائبة .

٣- مقدار السليكا الكلي Total silica

- زن بالضبط حوالي (1 gm) من النموذج و (1 gm) من ملح الكلوريد الامونيوم وامزجها جيدا في بيكر حجم 250 ml
- ضع زجاجة ساعة كغطاء على البيكر ثم انقل بواسطة ماصة (10 ml) من حامض الهيدروكلوريك المركز واضفها الى البيكر عن طريق فتحة جانبية بين البيكر والغطاء .
- اترك البيكر مغطى بزجاجة ساعة حتى ينتهي التفاعل بين الحامض والمحتويات ،
- بعد انتهاء التفاعل حرك محتويات البيكر بقضيب زجاجي محاولا كسر اي كتلة متكونة من الراسب .
- سخن البيكر المغطى على حمام مائي بدرجة الغليان لمدة نصف ساعة مع تحريك المحتويات بين الحين والاخر.
- ارفع البيكر من الحمام المائي وخفف باضافة (50 ml) من الماء المقطر
- رشح خلال ورقة ترشيح واطمان رقم 41 قطرها 11 Cm. اغسل الراسب مرتين بحامض الهيدروكلوريك الساخن (7:1) ومن ثم اغسله بالماء المقطر حتى يصبح ماء الغسيل النازل خال من ايونات الكلوريد .
(اختبر بضع قطرات منه مع محلول نترات الفضة).
- احتفظ بالراشح وماء الغسيل للفقرة (5)
- ضع ورقة الترشيح مع محتوياتها في بودقة بلاتينية
- سخن وفحم الورقة على لهب مصباح بنزن بدون ان تلتهب الورقة
- احرق في داخل فرن حرق بدرجة 1000 م لمدة 45 دقيقة
- انقل البودقة الى مجفف لكي تبرد ثم زنها مع محتوياتها
- احسب النسبة المئوية لمجموع السليكا في النموذج

النتيجة تقريبية بسبب تلوث السليكا ببعض الاكاسيد الاخرى

٤- اكاسيد الحديديك + الالمنيوم $Fe_2O_3 + Al_2O_3$

- اضف 5 ml من ماء البروبين للراشح الذي حصلت عليه من الفقرة السابقة (تقدير السليكا) ثم بخر المحلول حتى يصبح حجمه 150 ml اضف قطرتين او ثلاث من صبغة البروموثايمول الازرق كدليل .

- اضف محلو ل الامونيا (2:1) على شكل قطرات مع التحريك المستمر حتى يتلون المحلول بلون ازرق مخضر كدليل على ترسب الاكاسيد المائية للحديديك والالمنيوم .
- تجري عملية الترسيب هذه في بيكر استخدم زجاجة ساعة كغطاء واترك الراسب ليستقر (بضعة دقائق)
- رشح بطريقة الصفق Decantation على ورقة ترشيح مرطبة بمحلول % 2 نترات الامونيوم
- بعد نقل الراشح الى ورقة الترشيح يضاف الى الراسب الباقي في البيكر كمية قليلة من محلول 2% نترات الامونيوم الساخن . رشح الراسب على نفس الورقة .
- اغسل الراسب بالمحلول الساخن لنيترات الامونيوم
- احتفظ بالراشح ومحلول الغسيل للفقرة القادمة (فقرة تقدير الكالسيوم)

ملاحظة : لغرض الدقة يذاب الراسب السابق قبل الحرق بحامض الهيدروكلوريك المخفف (1 : 1) ثم يعاد الترسيب مرة اخرى الا انها خطوة غير ضرورية بالنسبة للطالب) .

٥- الكاربونات Lime

- بخر الراشح ومحاليل الغسيل من الفقرة الرابعة وهي ترسيب $Al_2O_3 + Fe_2O_3$ الى حجم 300 ml ثم حمض بحامض الهيدروكلوريك .
- اضف الى المحلول 2 gm من حامض الاوكزاليك البلوري الصلب سخن المحلول حتى الغليان ثم عادله باضافة امونيا مخففة (1 :2) تستمر اضافة الامونيا عند غليان المحلول حتى يكون باللون الازرق
- اترك الراسب ليستقر (15 mint)
- رشح وهو ساخن
- اغل الراسب بمحلول اوكزالات الامونيوم (1 gm / L)
- احتفظ بالراشح ومحاليل الغسيل للفقرة (تقدير المغنيسيوم)
- انقل الراسب الى جفنة خزفية واحرق بدرجة 1100 - 1200 م
- زن البودقة ومحتوياتها من CaO احسب وزن CaO ثم احسب نسبة $CaCO_3$ في النموذج
- احسب كذلك نسبة CaO في النموذج .

٥- المغنيسيوم Magnesium

- حمض مزيج الراشح ومحاليل الغسيل من الفقرة (تقدير الكالسيوم) بحامض الهيدروكلوريك ثم بخر المحلول الى حجم 400 ml تقريبا
- اضف الى المحلول الساخن 20 ml من محلول فوسفات الامونيوم الحامضية$(NH_4)_2HPO_4$. اتبعها باضافة 50 ml من محلول الامونيا المركزة . برد الى درجة حرارة المختبر مع التحريك المستمر واستخدام تيار من الماء البارد .
- استمر بالتحريك لمدة 20 - 30 mint .
- رشح واغسل الراسب بمحلول % 2,5 من الامونيا
- انقل الراسب مع ورقة الترشيح الى بودقة حرق (يفضل بلاتين) فحم الورقة واحرق الكاربون على مصباح بنزن ثم انقل البودقة مع المحتويات الى فرن الحرق بدرجة 1000 م ، احرق لمدة 20 mint . انقل البودقة مع محتوياتها الى مجفف ودعها تبرد وزنها .

- الراسب على شكل بايروفوسفات $Mg_2P_2O_7$ احسب نسبة MgO في النموذج .

٦- أوكسيد الحديديك Fe_2O_3

- زن بالضبط حوالي 1 gm من عينة السمنت انقلها الى بيكر واضف لها 40 ml من الماء المقطر البارد . حرك باستمرار واضف 10 ml من حامض الهيدروكلوريك المركز اذا لم يذب النموذج سخن المحلول وفتت اي كتلة متكونة من السمنت بالقضيب الزجاجي . عند ذوبان الراسب اضف محلول كلوريد القصديروز قطرة قطرة مع التحريك المستمر وغليان المحلول .
- اضف 10 ml من المحلول كلوريد الزئبقيك المشبع .
- حرك المزيج لمدة دقيقة واحدة ثم اضف 10 ml من حامض الفوسفوريك (1:1)
- اضف (2- 3) قطرة من المحلول المائي 0,3 % لصبغة Barium diphenylamine sulphonate كدليل سحح مع محلول دايكرومات البوتاسيوم القياسي احسب نسبة Fe_2O_3 في النموذج .

<u>ملاحظة (1) :</u>

يحضر محلول كلوريد القصديروز باذابة 5 gm من كلوريد القصديروز المائي $Sn\,Cl_2.2H_2O$ في 5 ml من حامض الهيدروكلوريك المركز يخفف المحلول بالماء المقطر الى حجم 100 ml ثم يضاف له بضعة قطع من فلز القصدير ويسخن حتى الغليان .

يحفظ المحلول في قنينة تحوي بضع قطع من فلز القصدير.

<u>ملاحظة (2) :</u>

- يستخدم للتسحيح محلول دايكرومات البوتاسيوم المائي الذي يحوي 2,457 gm من $K_2Cr_2O_7$ في كل ليتر.

٧- الكبريتات او الكبريتيك غير المائي SO_3

- زن بالضبط حوالي 1 gm من النموذج وانقلها الى بيكر. اضف الها 25 ml من الماء المقطر اتبعها باضافة 5 ml من حامض الهيدروكلوريك المركز . اذب النموذج كما في الفقرات السابقة .
- خفف المحلول بعد ذوبان السمنت الى 50 ml واهضم لمدة ربع ساعة في درجة حرارة قرب الغليان
- رشح البقايا غير الذائبة .
- خفف الراشح الى 250 ml سخن حتى الغليان ثم اضف 5 ml من محلول كلوريد الباريوم (100 gm) على شكل قطرات باستخدام سحاحة او ماصة .
- حرك باستمرار ثم اهضم مع الراسب بدرجة حرارة قرب الغليان لمدة ثلاث ساعات
- حجم المحلول يجب ان يكون دائما بين 250– 260 ml
- رشح على ورقة ترشيح والراسب انقله الى جفنة خزفية وفحم الورقة جيدا باستخدام مصباح بنزن
- احرق بدرجة 800 - 900 م في فرن الحرق
- انقل البودقة الى مجفف لكي تبرد ثم زن الراسب على شكل $BaSO_4$ ثم احسب نسبة الSO_3 في النموذج .

تجربة رقم -١٣-

فصل الباريوم عن الكالسيوم بالترسيب

Barium separated from Calcium by Precpatation

طريقة العمل:-

أ- ترسيب كرومات الباريوم

في بيكر سعة (400ml) يضاف الى محلول المزيج (باريوم +كالسيوم) المتعادل (1 ml) من (2M) حامض الخليك و (1 gm) من خلات الصوديوم لكي يصبح PH المحلول 5. (او يضاف للمحلول المتعادل (1 ml) من حامض الخليك المركز و (10 ml) من محلول مركز من خلات الامونيوم اذا كان المحلول يحتوي على كمية كبيرة من الصوديوم والبوتاسيوم وهذا هو الافضل).

العامل المرسب هو محلول كرومات الامونيوم ويحضر كما يلي:

تذاب (10 gm) من دايكرومات الامونيوم النقية (الخالية من الكبريتات) في (160 ml) من الماء المقطر ويضاف لها محلول امونيا مخفف حتى يصبح لون المحلول اصفر.

اضف كرومات الامونيوم الساخن قطرة فقطرة (مستخدما سحاحة) الى محلول المزيج المغلي.

يجب ان تجري عملية الترسيب في بيكر، يوضع البيكر على حمام مائي حتى يستقر الراسب. يترك الراسب ليبرد.

يرشح الراسب باستخدام بودقة ترشيح بورسلين مسامية موزونة بعد تبريده.

بغسل الراسب بالماء الساخن ويجفف في درجة 120 م او يحرق بدرجة (500-600) م ويوزن على شكلBaCrO410 (المعامل الوزني = 0,5421)

اذا كانت كمية الكالسيوم كبيرة فيفضل اذابة الراسب قبل الغسل والتجفيف بواسطة (10 ml) من(2M) حامض النتريك عن طريق سكبه على بودقة الترشيح عدة مرات (يستخدم دورق جديد لاستقبال الذائب).

بعد ذلك تغسل البودقة بحامض نتريك مخفف جدا. يخفف الراشح الجديد الى (100 ml) ويضاف (10 ml) من محلول مشبع من خلات الامونيوم ويغلي لبضعة دقائق حيث سيتكون الراسب مرة ثانية. للتأكد من تمام الترسيب تضاف زيادة (5 ml) من العامل المرسب.

ب- ترسيب الكالسيوم:

اجمع الراشح من كل عمليات الترشيح في الفقرة (أ) وبخره على حمام مائي حتى يصبح حجمه

(50-100 ml)

اتبع الخطوات في التجربة رقم (٣) لغرض ترسيب اوكزالات الكالسيوم

المعامل الوزني لغرض تحويل CaO الى Ca = 0,7174

تجربة رقم -١٤-

فصل الكالسيوم عن المغنيسيوم بالترسيب

Calcium separated from magnesium by prespation

طريقة العمل:-

أ- ترسيب الكالسيوم:

يخفف محلول النموذج الحاوي على ايونات الكالسيوم والمغنسيوم الى حوالي (200 ml) في بيكر (500ml)، ثم يحمض باضافة (3-4ml) من حامض HCl المركز.

يغلى المحلول لبضع دقائق لغرض طرد غاز ثاني اوكسيد الكربون الذائب ثم يبرد المحلول الى حدود 70 م وتضاف (3 gm) من اوكزالات الامونيوم الصلبة الى المحلول الساخن مع التحريك المستمر. عند ذوبان ملح اوكزالات الامونيوم يضاف بضعة قطرات من دليل المثيل الاحمر. بعد ذلك يضاف الى المحلول امونيا مخففة على شكل قطرات مع التحريك المستمر. تستمر اضافة محلول الامونيا المخففة حتى يتبدل لون الدليل الى الاصفر.يوضع الراسب على حمام مائي لمدة ساعة ثم يرشح المحلول وهو ساخن على بودقة ترشيح مسامية من الخزف او الزجاج او السليكا. يغسل الراسب بمحلول مخفف (0,5%) من اوكزالات الامونيوم اولا ثم بكمية قليلة من الكحول.

يجفف الراسب بدرجة (105-100) م ويوزن على شكل $CaC_2O_4.H_2O$. وفي هذه الحالة يمكن ان تستخدم بودقة ترشيح من السليكا. او يحرق الراسب بدرجة (1200-1100) م ويوزن على شكل CaO . وفي هذه الحالة يجب استخدام بودقة ترشيح خزفية او ربما ورقة ترشيح واطمان رقم ٤١ او ٥٤١.

٢- ترسيب وتقدير المغنسيوم :

يؤخذ الراشح بعد ترسيب الكالسيوم ويبخر حتى يصبح حجمه (100 ml) والافضل تبخير الراشح حتى الجفاف وطرد الاوكزالات المتبقية بتبخيرها مع حامض النتريك المركز. ثم يرسب المغنسيوم على شكل MgNH4PO4.

تجربة رقم -١٥-

فصل الالمنيوم عن المغنيسيوم باستخدام الاوكسيم كعامل مرسب

Separation of aluminum magnesium using Alaoxim as a precipitant

المواد المطلوبة:

١- محلول مزيج يحوي على ايونات الالمنيوم بحدود (25 gm) وايونات المغنيسيوم بحدود (20 mgm).

٢- محلو منظم : 1 حجم من (0,1M) حامض الخليك + (0,1M) خلات الصوديوم

٣- كاشف الاوكسين : 2% من الاوكسين (8-hydroxyquinoline) مذاب في (2N) حامض الخليك

((1,5-2) من الكاشف تذاب في 2N في 100 ml حامض الخليك)

طريقة العمل:-

٤- ترسيب الالمنيوم وفصله:

يجب ان يكون حجم محلول المزيج (الالمنيوم والمغنيسيوم) بحدود (150 ml) .

اتبع الخطوات التالية لغرض ترسيب وفصل الالمنيوم :

٥- اضف للمحلول قطرات من محلول هيدروكسيد الصوديوم المخفف حتى حصول تعكر (بداية ظهور راسب ($Al(OH_3$)).

٦- اضف ٥ مل من حامض HCl المخفف مع التحريك المستمر.

٧- اضف بالتدريج (30 ml) من الكاشف مع التحريك المستمر.

١- سخن المحلول المزيج (الراسب لم يتكون بعد) الى 80 م ، ثم اضف قطرات من الامونيا المخففة (2M تقريبا) الى المحلول الساخن ببطء مع التسخين حتى يبدأ ظهور الراسب.

٨- استمر باضافة الامونيا مع اختبار PH المحلول عند كل اضافة (استخدم ورقة PH بين ٤,٥-٥) حتى تمام الترسيب. وهذا يحتاج حجم كلي من الامونيا المضافة مقداره (15 ml)، والاضافة يجب ان تكون بطيئة (تستغرق حوالي 15 دقيقة) مع التحريك المستمر واختبار PH.

٩- ثم استمر بالتحريك لمدة نصف ساعة على ان يكون المحلول في هذه الفترة بدرجة 70م .

١٠- رشح المحلول الساخن باستخدام بودقة ترشيح زجاجية مسامية جافة وموزونة مسبقا.

١١- اغسل الراسب باستخدام (25 ml) من المحلول المنظم:

(1 حجم 0.1 M حامض الخليك + 1 حجم 0.1 M خلات الصوديوم).

بعد ذلك اغسل بمقدار (5 ml) من الماء المقطر الساخن.

١٢- جفف الراسب في درجة 120 م ثم زنه مع البودقة.

المعامل الوزني F_{Al} = 0,05872

١٣- ترسيب المغنيسيوم:

بؤخذ الراشح من الفقرة أ ويضاف له 20 ml (على فرض ان كمية ايونات المغنيسيوم 20 mg) من كاشف الاوكسين . يسخن المزيج الى 80 م وتضاف له قطرات من الامونيا المركزة مع التحريك . تستمر اضافة الامونيا حتى يصبح PH المحلول بين ٩-٩,٥ (اختبر بورقة PH عند كل اضافة للامونيا).

رشح والمحلول لايزال ساخن على بودقة ترشيح مسامية جافة وموزونة مسبقا.

اغسل الراسب بمحلول امونيا مخففة جدا.

جفف الراسب بفرن كهربائي بدرجة (105-100) م^{o} لمدة ٢-٣ ساعة.

المعامل الوزني عند هذه الدرجة من التجفيف = 0,06976

والراسب على شكل $Mg(C_9H_6ON)_2.2H_2O$

<u>ملاحظة مهمة:</u>

اذا استخدمت هذا المعامل الوزني فيجب ان لا تتجاوز درجة التجفيف 105 م^{o} حيث انه فوق هذه الدرجة يكون الراسب متغير وغير معروف حتى درجة (160-155) م^{o} حيث تكون الصيغة $Mg(C_9H_6ON)_2$ غير المائي والمعامل الوزني يجب ان يحسب على اساس هذه الصيغة.

تجربة رقم -١٦-

توزيع اليود بين مذيب عضوي ومحلول مائي

Iodine distribution between the organic solvent and aqueous solution

المواد المطلوبة:-

١- محلول مائي (1 M) لليوديد

اذب (166 gm)من يوديد البوتاسيوم KI في لتر من (0,0001 M) حامض الكبريتيك (يستخدم حامض الكبريتيك لغرض منع تميؤ hydrolysis I_2 الى HIO).

٢- محلول اليود

زن بدقة حوالي (0.15 gm)من بلورات اليود (I_2) واذبها في حجم (500 ml) بالضبط من رابع كلوريد الكربون (من الممكن استخدام الكلوروفورم او السايكلوهكسان كمذيب بدلا من رابع كلوريد الكربون).

٣- محلول (0.01 N) من ثايوسلفات الصوديوم

اذب (2,4819 gm)من ملح $Na_2S_2O_3.5H_2O$ في لتر واحد من الماء المقطر.

٤- (0.001 M) حامض الكبريتيك

يحضر من تخفيف (1 ml) من الحامض المركز الى حجم لتر بالماء المقطر.

٥- محلول النشا: حضر عجينه من (1 gm) من النشا مع قليل من الماء المقطر ثم اضف (او صب) هذه العجينه بالتدريج الى (100 ml) من الماء المغلي مع التحريك المستمر.

طريقة العمل:-

١- حضر سلسة من النماذج كما في الجدول التالي:

رقم النموذج	0.001 M H_2SO_4 (ml)	محلول يوديد البوتاسيوم 1M Iodide (ml)
1	0	25
2	10	15
3	15	10
4	20	5
5	22.5	2.5
6	23.5	1.5
7	24	1

٢- ضع كل نموذج من النماذج السابقة في قمع فصل واضف له (25 ml) من محلول اليود في رابع كلوريد الكربون. رج القمع مع محتوياته جيدا واتركه ليبرد.

٣- افصل الطور المائي (بعد التركيد) عن الطور العضوي وخذ (10 ml) من كل طور.

٤- عين كمية اليود في كل طور عن طريق تسحيح الحجم المأخوذ في الفقرة ٣ (10 ml) مع 10 ml من محلول 0,1 N ثايوسلفات الصوديوم.

استخدم النشا كدليل عند تسحيح الطور المائي.

اما تسحيح الطور العضوي فيتم بعد اضافة (10-20 ml) من الماء المقطر له، ثم تجرى عملية التسحيح باضافة دفعات صغيرة من محلول (0.01N) ثايوسلفات الصوديوم باستخدام سحاحة. نقطة النهاية عند زوال اللون الوردي من الطبقة العضوية.

٥٨- احسب قيمة D لكل من النماذج السابقة على اساس ان:

$$D = \frac{\text{تركيز اليود في الطور السائل}}{\text{تركيز اليود في الطور المائي}}$$

٦- ارسم log D ضد $\log I^-$ على ورقة خطوط بيانية. ستحصل من الرسم على خطين احدهما مستقيم له ميل = -١ (slop) والاخر افقي له ميل = صفر (الشكل ادناه).

٧- احسب قيمة K_d من الخط البياني بعد تمديد جزء المستقيم الذي له ميل slope يساوي -١ ، حيث ان تقاطعه مع الخط الافقي (ميل يساوي صفر) يمثل قيمة $\log K_d$.

تجربة -١٧-

استخلاص كلوريد الحديديك باستخدام المذيبات الاوكسجينية

Ferric chloride is extracted using solvents oxygenic

طريقة العمل:

زن بالضبط (gm 16,4068) من ملح كبريتات الحديديك الامونيوية المائية

(hydrated ferric ammonium sulphate) (A.R.)

اذب هذه الكمية في (ml 250) من 1M حامض الهيدروكلوريك في قنينة حجمية.

كل (ml 25) من هذا المحلول تحوي (mg 200) من Fe

٢- خذ (ml 25) من هذا المحلول وانقلها الى قمع فصل. استخلص نفس الكمية ثلاث مرات كل مرة مع 25) ml من الايثر النقي. رج قمع الفصل جيدا عند كل عملية استخلاص وافصل الطور العضوي واحفظه جانبا وكرر العملية على نفس المحلول.

٣- اجمع الايثر المستخدم في الاستخلاص سوية (ml 75 تقريبا).

٤- استرجع الحديد المستخلص بخلط كمية الايثر في (٣) مع (ml 25) من الماء ورجها جيدا في قمع فصل (stripping) بهذه الطريقة يكون الحديد المستخلص قد انتقل من طبقة الايثر الى الطبقة المائية (99.9%).

٥- افصل الطبقة المائية عن طبقة الايثر وانقلها الى قنينة ارلتماير. ثم اغسل الطبقة المائية على حمام مائي (احذر استخدام اي لهب بسبب خطر الحريق حيث لا يجوز استخدام المصباح او اي لهب اخر).

تأكد من طرد كل اثار الايثر من الطبقة المائية (احذر الايثر حيث انه سريع الالتهاب ولا يجوز استخدام مصباح او لهب).

٦- تقدير كمية الحديد :-

المواد المطلوبة:-

أ- محلول EDTA بحدود 0.05 M.

ب- دليل صبغة الفريامين الزرقاء (Variamine Blue B indicator (VBB)) ، حضر 1% محلول مائي من هذه الصبغة.

جـ - بيروكسيد الهيدروجين (20 volume)

طريقة العمل:-

اضف ٢-٣ مل من بيروكسيد الهيدروجين الى الطبقة المائية في الفقرة (٥) لغرض اكسدة الحديدوز (ان وجد) الى حديديك، ثم اغل المحلول لمدة (10-15) دقيقة لغرض تحطيم وطرد الزيادة من بروكسيد الهيدروجين. برد المحلول ثم خففه الى 100 ml.

٢- اضف للمحلول السابق محلول امونيا مخفف حتى يصبح PH المحلول بحدود ٢-٣ (استخدم ورقة دليل الكونغو الاحمر congo red paper للكشف عن PH المحلول).

٣- اقسم المحلول الى قسمين واضف لكل قسم ٥-٦ قطرات من دليل VBB ثم سحح ضد محلول الـ EDTA حتى يتبدل الدليل من الازرق الى الاصفر.

تجربة - ١٨-

ايجاد نسبة توزيع الكادميوم مع الاوكسين بين الماء والكلوروفورم

To find the distribution of cadmium with auxin ratio between water and chloroform

المواد المطلوبة :-

١- محلول(0.01 M) من بركلورات الكادميوم $Cd(ClO_4)_2$

٢- محلول (0.1 M) من الاوكسين في الكلوروفورم (14.515 gm) من الكاشف مذابة في لتر من الكلوروفورم).

٣- حامض البركلوريك المخفف وهيدروكسيد الصوديوم المخفف.

محلول EDTA (0.05 M) يحضر من اذابة (3.7225 gm) من ملح الصوديوم disodium ethylenediamine tetraacetic acid في لتر من الماء.

٥- مادة الهكسامين.

دليل صبغة الزايلينول البرتقالي xylenol orange.

تحضر من اذابة (0.5 gm)من الصبغة في (100 ml) من الماء.

طريقة العمل:-

١- خذ مل من محلول ملح الكادميوم واضبط الـ PH بين (٥-٦)
(استخدم ورقة PH يجب ان يكون اعلى من ٥) وذلك بالاستعانة باضافة حامض $HClO_4$ او هيدروكسيد الصوديوم NaOH المخففين.
٢- خفف المحلول السابق الى (25 ml) وانقله الى قمع فصل.
٣- اضف (25 ml) من محلول (0.1 M)اوكسين في الكلوروفورم.
٤- رج الخليط في قمع الفصل لمدة عشرة دقائق ثم اتركه ليركد.
٥- افصل الطبقة العضوية من الطبقة المائية (الماء هو الطبقة الخفيفة). انقل الطبقة المائية الى جهاز فرز centrifuge وافرز ثم خذ (15 ml) من الرائق من المحلول المائي.
٦- خفف المحلول المائي الى (25 ml) (اضافة ماء مقطر)، ثم اضف قطرة من دليل الزايلينول البرتقالي. اضف قطرة من حامض البركلوريك المخفف حتى يتحول لون المحلول الى الاصفر.
اضف مسحوق الهكسامين powder hexamine الى المحلول مع التحريك المستمر حتى يتحول لون المحلول الى الاحمر.
٧- سحح ضد EDTA (0.05M) حتى يتحول اللون الاحمر الى الاصفر.

حساب سعة مبادل كاتيوني

Calculate the capacity of cationic exchanger

المواد المطلوبة:-

١- عمود طوله (15 Cm) وقطره الداخلي 1Cm (1 Cm * 15 Cm).

٢- المحاليل:

أ- (0.25 M) كبريتات الصوديوم (التركيز تقريبي).

ب- (0.1 N) هيدروكسيد الصوديوم. يحضر المحلول وتضبط عياريته بالطرق الحجمية المألوفة.

جـ - صبغة الفينولفثالين كدليل.

طريقة العمل:-

١- زن بالضبط (2.5 gm) من راتنج مبادل كاتيوني قوي مجفف، (حيث توضع كمية من الراتنج في اناء زجاجي يغطى بزجاجة ساعة غطاء غير محكم ويجفف بدرجة ٢٥-٣٠ م لمدة يومين او ثلاثة ايام).

٢- املأ العمود بالماء المقطر.

٣- انقل الراتنج للعمود باستخدام قمع جاف.

ملاحظة : الراتنج مبادل كاتيوني بشكل هيدروجين (H-Form).

٤- املأ قمع فصل حجم (250 ml) بمحلول (0.25 N) كبريتات الصوديوم.

ثبت القمع فوق الفتحة العليا للعمود، ثم اترك المحلول ينزل الى داخل العمود مع فتح صنبور العمود بحيث تكون سرعة التدفق بحدود (2 ml) بالدقيقة.

٥- اجمع المتدفق النازل من العمود Effluent بدورق (500 ml).

٦- سحح المتدفق النازل من العمود او جزء منه (تكفي عادة 20 ml – 10) مع (0.1 N) محلول هيدروكسيد الصوديوم مستخدما الفينول فثالين كدليل.

ملاحظة:-

عند عدم تسحيح كل المتدفق النازل، خذ جزء منه فقط للتسحيح فيجب ضبط حجم المتدفق الكلي، اذ يجمع في قنينة حجمية ملائمة ويخفف الى العلامة بالماء المقطر.

تجربة رقم - ٢٠ -

تقدير الكاتيونات الكلية في الماء

Determination the total cations in water

طريقة العمل:-

١- يحضر عمود (6 mm * 30 Cm) ويملأ اى اكثر من نصفه بمبادل كاتيوني قوي (مثلا Dowex 50) بالطريقة الاعتيادية.

٢- بعد ملئ العمود بالمبادل الكاتيوني تمرر (250 ml) من(2N) حامض HCl بسرعة 8 ml/ mint (تحتاج الكمية الى مدة نصف ساعة) خلال العمود.

بعد ذلك يغسل العمود بالماء المقطر لعدة مرات، ومن ثم يفحص ماء الغسل النهائي بصبغة المثيل البرتقالي.

ان الغاية من الغسل هي للتخلص من الزيادة في الحامض لذا يجب الاستمرار بعملية الغسل حتى تصبح العشرة ملليليترات الاخيرة خالية من الحامض وهذا يتحقق عندما تحتاج هذه الكمية الى قطرة واحدة من محلول (0.02 N) هيدروكسيد الصوديوم لكي يتبدل لون الدليل.

٣- يغلق صنبور العمود مع وجود كمية قليلة من الماء المقطر فوق المستوى الاعلى للراتنج.

٤- العمود جاهز للعمل الان.

تمرر (50 ml) من ماء الحنفية النموذج (يقاس الحجم باستخدام اسطوانة مدرجة او الافضل سحاحة) بسرعة 2-4 ml / mint)

يجمع النازل في دورق تسحيح ثم تمرر (100 ml) اخرى ويجمع النازل في دورق اخر منفصل. ثم تمرر (100 ml) اخرى من ماء الحنفية وتجمع منفصلة ايضاً.

٥- يسحح كل جزء من الاجزاء الثلاثة السابقة بصورة مستقلة مع محلول (0.0 2 N) هيدروكسيد الصوديوم باستخدام المثيل البرتقالي كدليل.

تجربة رقم - ٢١ –

فصل وتقدير الزنك والمغنيسيوم باستخدام التبادل الايوني

Separation and determintion of Zinc and Magnessium by Ion Exchange

المواد المطلوبة:-

١- مبادل انيوني (15 gm مثلا Dowex 1) بشكل كلوريد Chloride form

٢- حامض HCl بتركيز 2M

٣- حامض النتريك بتركيز (0.25 M).

٤- محلول EDTA القياسي (0.1 M).

٥- دليل صبغة الايروكروم السوداء E.B.T

٦- محلول الزنك (2.5 mg /ml) يحضر من اذابة (625 mg (0.625 gm) من قطع الزنك النقية (A.R.) والنظيفة في 2 M حامض HCl وضبط حجم المحلول بقنينة حجمية سعة (250 ml) .

٧- محلول المغنيسيوم (1.5 mg / ml) .

٨- محلول منظم (PH=10): اضف (142 ml) من محلول الامونيا المركزة الى (17.5 gm) من كلوريد الامونيوم في قنينة حجمية سعة (250 ml) ثم خفف للعلامة بالماء المقطر.

طريقة العمل:-

١- يحضر عمود المبادل باستخدام حوالي (15 gm) من الراتنج (Dowex 1) على شكل كلوريد Cl^--form بالطريقة الاعتيادية. ولغرض التأكد من ان الراتنج هو بشكل كلوريد يفضل غسله بحامض 2M HCl (حوالي (50 ml) بسرعة (5 ml) بالدقيقة الواحدة).

المتدفق النازل من العمود يجب ان يكون حامض قوي عند فحصه بدليل المثيل البرتقالي واذا لم يمن كذلك فيجب امراركمية اضافية من الحامض.

٢- خذ باستخدام الماصة (10 ml) من محلول الزنك و (10 ml) من محلول المغنيسيوم وضع المزيج في قمع فصل مثبت على الفتحة العليا لقمة العمود.

٣- اسمح للمزيد بالنزول على العمود بسرعة (5 ml) بالدقيقة (التحكم بالسرعة يتم عن طريق التحكم بفتحة العمود الحاوي على الراتنج والتحكم بفتحة صنبور قمع الفصل الحاوي على المحلول المزيج).

لا تسمح لمستوى محلول المزيج ان ينخفض تحت قمة الراتنج.

٤- اغسل القمع والعمود بمحلول (50 ml) من (2 M) حامض الهيدروكلوريك محافظا على نفس السرعة السابقة (5 ml in mint) ومحاذرا من انخفاض مستوى الحامض عند قمة راتنج العمود.

اجمع المتدفق من عملية الغسل هذه في دورق مخروطي. ان هذا المحلول النازل من العمود يحوي على جميع ايونات المغنيسيوم.

٥- ابدل دورق الاستلام واغسل راتنج العمود باضافة (30 ml) من الماء المقطر ثم اتبعها باضافة (80 ml) من (0.25 M) حامض النتريك لغرض تحطيم معقد الزنك $ZnCl_4^{2-}$ وانزاله من العمود

٦- خذ كل دورق من الدورقين السابقين وعادل المحلول الذي يحويه باستخدام هيدروكسيد الصوديوم. اضف (2 ml) مل من المحلول المنظم (PH=10) و (3-4 drops) من محلول الدليل (الايركروم الاسود EBT) ثم سحح ضد المحلول القياسي من EDTA.

فصل الكوبلت والنيكل على مبادل انيوني

Separation of Coballt and Nickel by anion exchanger

المواد المطلوبة:-

١- مبادل انيوني Dowex 1 أو Dowex 2 (25 – 30 gm) .

٢- محلول ايونات الكوبلت المائي بحامض الهيدروكلوريك (9 M).

ثم اضف كمية من الحامض (9 M) حتى يصبح حجم المحلول (250 ml) .

٣- محلول ايونات النيكل : اذب (2.5 gm)كاربونات النيكل النقية بحامض HCl (9 M) واضف كمية من الحامض (9 M) ليصبح الحجم (250 ml).

٤- محلول منظم Buffer : (1 حجم) من (1 M) كلوريد الامونيوم + (1 حجم) من (1 M) محلول الامونيا.

٥- الهكسامين.

طريقة العمل:-

١- حضر العمود بالطريقة المعتادة.

٢- مرر (50 ml) من (9 M) حامض الهيدروكلوريك خلال العمود واتركها تنزل بحيث يبقى ارتفاع الحامض فوق الراتنج (1 Cm) او اقل.

٣- امزج (10 ml) من محلول الكوبلت مع (10 ml) من محلول ايونات النيكل في بيكر صغير.

٤- انقل (10 ml) من هذا المزيج بواسطة ماصة الى قمة الراتنج في داخل العمود. اتركها تنزل الى داخل العمود بمساعدة كمية قليلة من حامض الهيدروكلوريك (9 M).

مرر (100 ml) من (9 M) حامض الهيدروكلوريك. (صنبور العمود يكون مفتوحا في هذه الحالة في داخل العمود لغرض تدفق النيكل. اجمع المتدفق النازل من العمود في بيكر حجم (400 ml).

٦- سخن المحلول او المتدفق في الفقرة السابقة على سخان كهربائي لغرض طرد الزيادة من الحامض وتنقيص حجم المحلول (لا تسخن في مكان مكشوف. سخن داخل fume cupboard).

٧- عادل المحلول بإضافة هيدروكسيد البوتاسيوم وخففه بالماء المقطر الى حجم (100 ml).

٨- اضف له (10 ml) من المحلول المنظم و (15 drops) من دليل البروموبايروكالول الاحمر Bromopyrogallol Red وسحح ضد (0.02 M)من محلول EDTA.

٩- بعد تدفق النيكل من العمود، مرر (150 ml) من الماء المقطر خلال العمود بسرعة 4-5 drops)

(in mint بالدقيقة لغرض تحطيم معقد الكوبلت على الراتنج. (اجمع المتدفق النازل من العمود في بيكر صغير).

١٠- سخن المحلول المتدفق لغرض التبخير، حتى يصبح حجمه صغيراثم عادله باضافة هيدروكسيد الصوديوم.

١١- اضبط PHالمحلول الى حوالي (PH= 6) باضافة مسحوق الهكسامين.

١٢- اضف بضعة قطرات من دليل الزايلينول البرتقالي xylenol orange. سخن الى (60 C) ثم سحح مع (0.02 M) من محلول EDTA حتى يتبدل اللون من الاحمر الى الاصفر البرتقالي.

تجربة رقم -٢٣ -

فصل الكلوريد عن البروميد على مبادل انيوني

Separation of Chloride from Bromide By on Anione Exchanger

المواد المطلوبة:-

١- مزيج محلول النموذج:

يحضر من وزن حوالي (0.1 gm) من كلوريد الصوديوم و (0.2 gm) من بروميد البوتاسيوم بدقة. تمزج سوية وتذاب في (2 ml) من الماء المقطر وتضاف الى اعلى الراتنج في العمود.

٢- محلول نترات الصوديوم (0.3 M)

٣- محلول نترات الصوديوم (0.6 M).

٤- محلول قياسي من (0.0 2 N) نترات الفضة.

٥- محلول كرومات البوتاسيوم (0.2 – 0.1 M) كدليل.

طريقة العمل:-

تحضير العمود :-

يستخدم لهذا الغرض واحد من الاعمدة الشائعة طوله(16 Cm) وقطره الداخلي (12 mm) يملأ بحوالي (40 gm) من راتنج مبادل انيوني قوي (مثلا Dowex 1) بالطريقة الاعتيادية.

٢- يغسل الراتنج في داخل العمود بمحلول نترات الصوديوم (0.6 M) الى ان يصبح المحلول المسترد (المتدفق خارج العمود) خال من ايونات الكلوريد. ومن ثم يغسل الراتنج بمحلول (0.3 M) نترات الصوديوم. تجري عملية الغسل بصورة بطيئة والغاية منها هو تحويل الراتنج الى شكل نترات.

٣- يضاف محلول النموذج (2 ml) الى قمة عمود الراتنج.

٤- يغسل العمود بمحلول (0.3 M) نترات الصوديوم بسرعة (1 ml in mint). ثم يجمع الدافق (المسترد) بدفعات كل دفعة (10 ml) في اسطوانة مدرجة.

٥- انقل المتدفق الى قنينة مخروطية وخففه بقدر حجمه بالماء المقطر ثم اضف قطرتين من دليل كرومات البوتاسيوم (0.2 M) وسحح مع محلول قياسي (0.02 M) من نترات الفضة.

٦- استمر بغسل عمود الراتنج بمحلول (0.3 M) نترات الصوديوم كما في الفقرة ٤ حتى يصبح حجم نترات الفضة اللازم لمكافئة ايونات الكلوريد مساويا الى الصفر تقريبا.

٧- اعمل محلول صوري Blank من (10 ml) نترات الصوديوم وقطرتين من دليل كرومات البوتاسيوم وسححها مع نترات الفضة. اطرح حجم نترات الفضة المستخدم في هذه الفقرة من حجم نترات الفضة التي استخدمت لتسحيح (10 ml من المتدفق) كل جزء من اجزاء المسترد المتدفق.

٨- عندما يصبح حجم نترات الفضة اللازم لتسحيح (الدافق) المسترد بحدود الصفر (الفقرة ٦) وهذا يحصل بعد مرور حوالي (150 ml) من محلول (0.3 M) نترات الصوديوم، اغسل العمود بمحلول نترات الصوديوم (0.6 M) واجمع المتدفق باجزاء كل منها (10 ml) وسححها مع (0.02 M)نترات الفضة كما في الخطوات السابقة.

٩- ارسم خط بياني للمحلول المسترد الدافق ضد تركيز ايونات الكلوريد بالملي مول/ الليتر في كل جزء من (الدافق) المسترد عند استخدام محلول(0.3 M) نترات الصوديوم. وخط بياني اخر للبروميد عند استخدام محلول نترات الصوديوم (0.6 M) .

يحسب التركيز من العلاقة التالية:-

حجم نترات الفضة المستخدمة في التسحيح X عياريتها = $C_2 X V_2$ حيث V_2 هم حجم المسترد المتدفق (الجزء المسحح ضد نترات الفضة) اما C_2 فهو تركيز ايونات الكلوريد او البروميد.

تجربة رقم -٢٤-

فصل بعض الأحماض الامينية باستخدام كروماتوغرافيا الورق

Separation of some amino acids by paper Chromotography

الأدوات المستخدمة:

جرة (اسطوانة) كروماتوغرافيا.

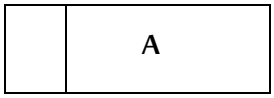
اشرطة اوراق ترشيح من نوع واطمان رقم (١) بطول (25-30 Cm) وعرض 1.5 Cm

يعلم كل شريط من هذه الشرائط – بقلم الرصاص – من احد اطرافه بخط يبعد عن نهاية ذلك الطرف بمقدار 2-5 Cm)

النموذج : خليط يحوي على (5-15 µq) من الحوامض الامينية التالية:

الكلايسين	glycine
الانين	Alanine
ليوسين	leucine
فالين	valine

يجلب جم مقداره (2 – 4 µL) من هذا النموذج بواسطة ماصة مايكروئية او شعرية Capillary pipette على شكل قطرة منتصف خط الابتداء المعلم بقلم الرصاص البقعة A كما في الشكل أدناه :



الطور المتحرك او المظَهر Developer

حجم فينول + 1 حجم ماء (يستخدم الطور المتحرك للتجربة رقم (٣٤)).

خذ حجوم متساوية من الفينول والماء وامزجها سوية عن طريق الرج لبضعة دقائق في قمع فصل.

اتركها لتركد حتى تنفصل الاطوار ، حيث الطور المائي في الاعلى والفينول المشبع بالماء في الاسفل.

افصل الاطوار عن بعضها .املاء اناء صغير مناسب (بيكر صغير مثلا) بالفينول المشبع بالماء وضعه في قعر اسطوانة الكروماتوغرافيا.علق الشريط الذي يحوي النموذج في داخل الاسطوانة بعد ان تكون قد عرضته مسبقا الى بخار الماء.اغلق الاسطوانة واترك الشريط وجو الاسطوانة ليتشبع بالبخار.(يكون اتجاه البقعة A على الشريط الى قعر الاسطوانة). بعد ذلك اغمر طرف الشريط في داخل الاناء الحاوي على الفينول المشبع بالماء والموجود في قعر الاسطوانة .حاذر من عدم انغمار بقعة النموذج في داخل المحلول.

تجربة رقم-٢٥-

فصل النيكل والنحاس والزنك والكوبلت

Separation of (Copper – Zinc – Cobalt)

المحاليل والكواشف المطلوبة:-

١.محلول من ايونات النيكل والنحاس والزنك والكوبلت:

يحضر محلول من الاملاح التالية بحيث يحوي كل ١ مل من المحلول على ١ ملغم من كل ايون من الايونات المذكورة :

Niso4(NH4)2.6H2O

Cuso4.5H2O

Co CL2 .6H2O

Zn so4. 7H2O

المذيب : يحضر خليط من : اسيتون : خلات الايثيل: حامض HCL مولاري بنسبة حجمية ٩ : ٩ : ٢

كاشف الرش Spraying reagent وهو عبارة عن محلول 0.1% من حامض الروبيانيك Rubeanic acid في الايثانول.

طريقة العمل :-

الواح تجارية جاهزة :-

١.يقطع شريط من لوح بلاستيكي مغطى سلفا بالسليلوز (جاهز) بابعاد (5 × 20) Cm .

٢. يرسم خطا بقلم الرصاص على بعد (2 Cm) من احدى نهايتي الشريط.

٣. يجلب النموذج بواسطة قطارة مايكروئية وتقطير حوالي (10 µ L) مايكروليتر على نقطة معينة في منتصف الخط الم١ذكور ثم يترك ليجف في الهواء .

٤. يفضل التمرين عدم استخدام مزيج من محلول الايونات السابقة وانما استخدام لوح واحد لكل محلول ايون ومن ثم مقارنة R f لكل منها.

٥. يوضع المذيب في قعر الحوض الكروماتوغرافي قبل ما لايقل عن 15 دقيقة من انزال اللوح داخل الحوض ، حيث يوضع اللوح بصورة عمودية في هذا الحوض بحيث يغمر الطرف القريب من خط النموذج الى ارتفاع (0.5 Cm) .

يجب الحذر من عدم غمر بقعة النموذج في داخل المذيب .

٦. يترك اللوح في داخل الحوض لغرض التظهير الى ان تتحرك جبهة المذيب مسافة (15 Cm) تقريبا ، ونهذا يستغرق وقتا بحدود النصف ساعة.

٧. يرفع اللوح وتؤشر جبهة المذيب ويترك لمدة عشرة دقائق ليجف.

يعاد الحامض الفائض (من مزيج المظهّر) بتعريض اللوح الى بخار الامونيا.

٨. يرش اللوح بمحلول حامض الروبيانيك في الايثانول حيث تظهر البقع ملونة.

تقاس قيمة Rf كما في كروماتوغرافيا الورق.

ملاحظة :-

يظهر النيكل بلون ازرق .

والكوبلت بلون اصفر برتقالي.

والنحاس بلون اخضر زيتوني.

اما الزنك فيجب تظهيره برش البقعة بكاشف الداي ثيازون في الكلوروفورم حيث يظهر بلون احمر.

تجربة رقم -٢٦ -

فصل الكربوهيدرات باستخدام الطبقة الرقيقة

Separation of Carbohydrates by Thin Layer Chromatography method

المواد المطلوبة :-

١- محلول مزيج يحوي كل (1 ml) منه على (1 mg) من الكربوهيدرات التالية:-

كلوكوز glucose، فركتوز fructose، سكروز sucrose.

٢- لوحة جاهزة مغطاة بطبقة رقيقة من جيلاتين السليكا.

٣- مذيب مكون من المزيج التالي:

9 حجوم بيوتانول (n-butanol) + 6 حجوم حامض الخليك + 3حجوم ايثر اثيلي + 1 حجم ماء.

٤- كاشف رش مكون من:-

18 حجم ايثانول + 1 حجم حامض الكبريتيك + 1 حجم من anisaldeyde

طريقة العمل:-

١- يجلب النموذج على شكل قطرة على نقطة مؤشرة على بعد (2 Cm) من احدى نهايتي اللوح كما في التجارب السابقة.

٢- يوضع المذيب في قعر الحوض الكروماتوغرافي وبعد ربع ساعة يوضع اللوح الجاهز في داخل الحوض بالطريقة المشروحة سابقا.

٣- يترك اللوح لمدة (50 – 40) دقيقة.

٤- يرفع اللوح من الحوض ويجفف بدرجة ١٠٠ م لمدة (10-5) دقائق.

يرش اللوح بكاشف الرش، حيث تظهر بقع ملونة كالاتي:-

المركب	لون البقعة	R_f
كلوكوز	ازرق خفيف	0.55
فركتوز	بنفسجي	0.45
سكروز	بنفسجي	0.21

تجربة رقم-٢٧-

فصل بعض الاحماض الشحمية باستخدام كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة

Separation of some Fatty acids by Thin layer Chromatogry method

المواد المطلوبة:-

١- مزيج من الحوامض الشحمية يحوي كل (1 ml) منه على (1 mg) من كل حامض شحمي ويحضر باذابة الحوامض الشحمية التالية:-

Capric acid, caprylic acid, caproic acid, palmitic acid, lauric acid, stearic acid.٢- المذيب:

البيوتانول الاعتيادي n-butanol مشبعاً بالماء ويحضر كما يلي:-

خذ حجوم متساوية من الكحول والماء وامزجها سوية عن طريق الرج لبضعة دقائق في قمع فصل. اتركها لتركد حتى تنفصل الاطوار وافصل الكحول المشبع واستخدمه كمذيب.

٣- كاشف رش مكون من حامض الكبريتيك المركز الساخن الحاوي على (1 %) من دايكرومات البوتاسيوم.

طريقة العمل:-

١- يجلب النموذج بالطريقة الاعتيادية على صفيحة جاهزة مطلية بجلاتين السليكا.

٢- توضع الصفيحة في حوض كروماتوغرافي يحوي على المذيب بدرجة 20 م .

٣- تترك الصفيحة في الحوض حتى ترتفع جهة المذيب مسافة (15 Cm) وهذا يتطلب اكثر من ١٢ ساعة.

٤- بعد ذلك توضع الصفيحة وتجفف وترش بكاشف الرش حيث تظهر بقع الحوامض المختلفة بشكل ملون.

٥- احسب قيمة R_f لكل حامض بالطريقة الاعتيادية.

واليك قيم R_f لبعض الحوامض الشحمية:-

	الحامض	R_f
١	caproic acid	1
٢	caprylic acid	0.85
٣	Capric acid	0.72
٤	lauric acid	0.59
٥	palmitic acid	0.33
٦	stearic acid	0.19

تجربة رقم -٢٨-

فصل الحديد والالمنيوم على عمود معبأ بالسليلوز

Iron and aluminum separating the packed cellulose column

المواد المطلوبة :-

محلول الحديديك الثلاثي:

تذاب كمية كافية موزونة بدقة من ملح كبريتات الحديديد الامونيومية في كمية من (8 M) حامض HCl بحيث ان 1 ml) (من المحلول الناتج يحوي على (25 mg) من ايونات الحديديك الثلاثي.

محلول ايونات الالمنيوم :

يحضر من ملح كبريتات الالمنيوم الامونيومين بنفس الكمية والطريقة السابقة (فقرة ١).

محلول قياسي من (0.02 M) من كاشف EDTA حيث يحضر من اذابة(3.722 gm) من ملح الكاشف الصوديومي في (500 ml) من الماء المقطر.

محلول الخارصين القياسي (حوالي 0.02 M): ويحضر من اذابة (0.326 gm) من فلز الخارصين النقي في حامض الهيدروكلوريك ويعادل الحامض مع ١مولاري هيدروكسيد الصوديوم ويخفف بالماء الى (250 ml).

من الممكن تحضيره من أي ملح مناسب للخارصين مثل $ZnSO_4.7H_2O$ او خلات الخارصين $Zn(CH_3COO)_2.2H_2O$.

دليل صبغة الأريوكروم الاسود Eriochrom Black T.

يحضر من اذابة (0.2 gm)من الصبغة في (15 ml) من triethanolamine و (5 ml) من الكحول الاثيلي المطلق.

دليل ازرق الفارياأمين Variamine blue-B indicator يحضر محلول(1%) منه في الماء المقطر.

المذيب المظهر (الطور المتحرك) : يضاف (6 ml) من حامض الهيدروكلوريك المركز الى (300 ml) من الاسيتون (A.R. يحتوي على 0.7 % ماء).

اقراص سليليوز واطمان عديمة الرماد.

طريقة العمل:-

تحضير عمود السليلوز:-

العمود المستخدم لهذا الغرض يمكن ان يكون سحاحة اعتيادية ولكن يفضل عمود من اعمدة التبادل الايوني بطول (30-40 Cm) وقطره الداخلي (16 mm).

اما لب السليلوز cellulose pulp فيحضر من اغلاء اقراص واطمان في (100 ml) من الماء المقطر الحاوي على (5 ml) من حامض النتريك المركز. يستمر اغلاء الاقراص لمدة (3-2) دقيقة ، بعدها يسحب الماء الزائد وتغسل زيادة الحامض بالماء المقطر ثم بالايثانول واخيرا بالايثر الاثيلي Di ethyl ether .

تجري عملية ملء العمود كما هو الحال في اعمدة التبادل الايوني مع بعض التحوير، حيث يملاء العمود بمذيب الاستخلاص (الطور المتحرك) لارتفاع (20-25 Cm).

ثم تضاف له مادة السليلوز مع الوخفق المستمر (تتم عملية الخفق باستخدام قضيب زجاجي او اي شيء مناسب) بحيث تتكون منه عجينة ناعمة .

يترك المذيب ليجري خارج العمود، ثم تضاف كمية اخرى من المذيب ومادة السليلوز وتعاد العملية السابقة.
يتم تكرار هذه العملية حتى يتم الحصول على عمود سليلوز طوله حوالي (12 Cm) .يضغط عمود السليلوز بلطف الى الاسفل ويحافظ على مستوى للمذيب فوق عمود السليلوز بعد غسل هذا الاخير بحوالي (50 ml) من المذيب المطور .
سرعة الجريان يجب ان تكون في حدود (2 ml / Sec)
طريقة نقل النموذج الى العمود:-
يمزج (5 ml) من محلول الحديديك الثلاثي مع (5 ml) من محلول الالمنيوم.
ينقل (2 ml) من هذا المحلول بواسطة الماصة الى بيكر حجم (100 ml).
تضاف كمية كافية من مادة السليلوز المحضرة والجافة الى محتويات البيكر وتمزج معها لتكون كتلة او حشوة تنقل الى قمة العمود . يغسل البيكر ب (5 ml) من المذيب المطور وينقل الى العمود ايضا. تخفق الحشوة السليلوزية بواسطة القضيب الزجاجي او الكباس الزجاجي ثم تحشر مع محتويات العمود لتكون جزءا متصلا مع مكونات العمود.
تجري هذه العملية وصنبور العمود يكون مسدودا وبعد اتمام هذه العملية يفتح الصنبور ويجمع المحلول المسترد eluate (المتدفق) في دورق مخروطي حجم (350 ml) وبسرعة (2 ml / Sec).
تضاف (150 ml) من المذيب المطور على شكل دفعات كل دفعة (5 ml) .
وطريقة الاضافة تتم بغسل البيكر الذي كان يحوي على النموذج بهذه الدفعات اولا ثم اضافتها الى العمود واستقبالها في الدورق المخروطي. يغسل العمود باضافة (50 ml) من الماء المقطر واستقبالها بنفس السرعة وبنفس الدورق على ان يبقى جزءا من الماء فوق قمة العمود. الدورق يحوي على ايونات الحديديك.
يبدل الدورق باخر نضيف مماثل له بالحجم ويستخدم (100 ml) من HCL(1.0 M) لاسترداد الالمنيوم.
تستخدم دفعات من الحامض كل دفعة (5 ml) وبنفس السرعة. يزال الاسيتون من المحاليل المستردة عن طريق تبخيره على حمام مائي.

تجربة رقم ٢٩ --

تقدير كميات الايونات المستردة

Determination the amount of ions recoverd

محلول ايونات لحديديك:

تضاف للمحلول من الدورق الاول عدة مليلترات من محلول بيروكسيد الهيدروجين (2 ml) لاكسدة اي حديد ثنائي الى حديد ثلاثي . ثم يغلى الهيدروجين لمدة (15 – 10) دقيقة لتفكيك وطرد الزيادة من بيروكسيد الهيدروجين.

يبرد المحلول ويؤخذ منه (2 ml) باستخدام الماصة . تخفف هذه الكمية بالماء المقطر الى (100 ml) ويضاف له محلول الامونيا المخففة حتى يصبح PH بحدود (P H = 2- 3) (استخدم ورقة الكونغو الاحمر وتوقف هن اضافة الامونيا حال تبدل الورقة).

اضف (5- 6 drops) من محلول دليل الفاريامين الازرق VBB وسحح ضد محلول EDTAالقياسي الى ان يتغير اللون من الازرق البنفسجي الى الاصفر. (اللون يكون رمادي قبل نقطة الانتهاء).

تقدير الالمنيوم :

(طريقة التسحيح العكسي)

انقل (2 ml) من محلول ايونات الالمنيوم (الدورق الثاني) بواسطة الماصة الى قنينة حجمية سعة

(100 ml) وخفف بالماء المقطر لحد العلامة . انقل (10 ml) من هذا المحلول المخفف بواسطة ماصة الى دورق مخروطي واضف لها بالضبط (25 ml) من محلول EDTA القياسي (استخدم ماصة او سحاحة) ثم اضف محلول (1 M) امونيا حتى يصبح PHالمحلول (PH= 7-8) (اختبر ذلك بورقة الفينول الاحمر). اضف بضعة قطرات من د ليل صبغة الايروكروم الاسود E.B.T وسحح الزيادة من EDTA ضد محلول كبريتات الخارصين القياسية حتى يتبدل اللون من الازرق الى الاحمر. من الضروري اضافة قطرة من الامونيا الى المحلول قرب نقطة النهاية لغرض بقاء PH المحلول بحدود (PH=7).

المصادر والمراجع

١-طرق الفصل في التحليل الكيميائي – البرتين حبوش- وزارة التعليم العالي والبحث العلمي – جامعة بغداد

٢-مبادئ الكيمياء العامة – محي الدين البكوش ، نوري سبيسو ،ياسر حورية ، نبيل شيخ قروش – طرابلس

٣-الكيمياء التحليلية العملي – صفاء رزوقي المرعب - وزارة التعليم العالي والبحث العلمي - جامعة بغداد

٤-الكيمياء التحليلية العملي - هادي كاظم عوض – وزارة التعليم العالي والبحث العلمي – المعاهد الفنية

٥- اسس الكيمياء التحليلية – دوغلاس .ا. سكوج – وزارة التعليم العالي والبحث العلمي – جامعة البصرة

٦- طرق الفصل الحديثة في التحليل الكيميائي – هادي كاظم عوض – وزارة التعليم العالي والبحث العلمي – جامعة بغداد – كلية التربية

٧- الكيمياء التحليلية – الجزء الاول التحليل الكيفي – عيسى مسوح – الاتحاد السوفيتي – موسكو