

## الفصل السادس

### تجارب عملية مختارة في الكيمياء التحليلية الوزنية

- تجربة رقم (١) - تعيين ماء الكلور في ملح كلوريد الباريوم المائي •
- تجربة رقم (٢) - تعيين درجة الاشباع وحاصل الانابة •
- تجربة رقم (٣) - تقدير الكالسيوم على هيئة اوكزلات الكالسيوم •
- تجربة رقم (٤) - تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة •
- تجربة رقم (٥) - تقدير الكبريتات على هيئة كبريتات الباريوم •
- تجربة رقم (٦) - تقدير الرصاص على هيئة كبريتات الرصاص •
- تجربة رقم (٧) - تقدير الرصاص على هيئة كرومات الرصاص •
- تجربة رقم (٨) - تقدير الرصاص على شكل كرومات الرصاص بطريقة الترسيب من المحاليل المتجانسة •
- تجربة رقم (٩) - تقدير المغنسيوم على هيئة بايروفسفات •
- تجربة رقم (١٠) - تقدير الحديد بتوسيعه على هيئة هيدروكسيد الحديديك •
- تجربة رقم (١١) - ترسيب الالمنيوم على شكل هيدروكسيد وتقديره على شكل اوكسيد •
- تجربة رقم (١٢) - تقدير الالمنيوم على شكل اوكسيد بتوسيعه من محلول متجانس •
- تجربة رقم (١٣) - تقدير الالمنيوم بتوسيعه على هيئة اوكسالات الالمنيوم •
- تجربة رقم (١٤) - تقدير النيكل على هيئة محقد الدايمثيل كازيوكسيم •

تجربة

ماترين

الطاقة

جرا

١٠٠

١٠٠

\*٤ دع البودقة ومحتوياتها جرد في مجلف صرید ثم زلها • أعد العملية عدة مرات الى ان تحصل على وزن ثابت \*

\*٥ من فقدان الوزن بعد عمليات الحرق • احسب النسبة الطوية للماء في كلوريد الباريوم الناتج كما يلي :

$$\frac{\text{الوزن قبل الصخين} - \text{الوزن بعد الصخين}}{\text{الوزن قبل الصخين} - \text{وزن البودقة فارغة}} \times 100$$

بعد استخراج النسبة الطوية لماء الغاز في النموذج • احسب عم  
جزئيات ماء التطور الداخلة في تركيبه • • كيف ؟

تجربة رقم ( ٧ ) :

تحديد درجة الإشباع وحاصل الاذابة :

المعادلة :

يحتوي كل بركلورات البوتاسيوم جيد الذوبان نسبيا في الماء ، في درجة حرارة المختبر ، لذا من السهولة إيجاد او حساب تركيز هذا الملح في محلول مشبع به ( درجة الاشباع ) بطريقة وزنية ، ومن معرفة التركيز عند حد الاشباع يمكن حساب حاصل الاذابة من المعادلة التالية :

$$K_{sp} = [K^+] [ClO_4^-]$$

لأن  $[K^+] = [ClO_4^-]$  وعما ان



لذا فان

$$K_{sp} = [K^+]^2 = [ClO_4^-]^2$$

حيث تشير الأقواس [ ] الى التراكيز المولارية فاذا كان التركيز المولاري

لكل ايون هو  $C$  فربما فان

$$K_{sp} = C^2$$

### الادوات والمحاليل :

١. ملح بوكتروليت البوتاسيوم مجفف بدرجة ١٢٠ م ٥٠
٢. محرار \*
٣. حمام مائي \*
٤. بودنة توشيح سامية Sintered glass \*

### طريقة العمل :

١. زن بالضبط حوالي ٥ غم من ملح بوكتروليت البوتاسيوم المجفف الى قنجر ( بيكر ) سعة ٢٥٠ مللي \* ثم اضف بالضبط ١٠٠ مللي الماء المقطر الى محتويات البيكر \*
٢. حرك محتويات البيكر باستمرار ثم سخن الى درجة ٥٠ م ٥ على حمام مع التحريك المستمر لمدة ١٥ دقيقة \* في حالة عدم توفر الحمام استخدم قنينة حجمية سعة ١٠٠ مل بدلا من البيكر وهي حمام مائي في الشكل رقم (١١) في هذه الحالة يجب ان يكون حجم الماء المقطر تحت العلامة ثم يكمل الى العلامة بعد ان يهتدئ الجبريت \*

نوش نشو" حالة اتزان بين المحلول والجزء الصلب من الملح ، يجب  
 ان البعدي ( او النسبة الحجمية ) من محتوياته راكدا لعدة ساعات .

عد ذلك رشح باستخدام بودقة زجاجية صافية G-4 حـاول  
 ان تنقل الجزء الصلب من الملح بكامله الى بودقة الترشيح باستخدام  
 ال حجم ممكن من الراشح ( لا يجوز استخدام الماء مطلقا ) .

ستخدم ورقة ترشيح - وبكل حذر - لامتصاص الراشح الزائد .  
 يصف البودقة ومحتوياتها بدرجة ١٢٠ م ٥ ثم زنها مع محتوياتها .

ع :

ع معرفة وزن الملح قبل الاذابة ووزنه بعد الاذابة يمكن انيجاد تركيزه  
 من الملح :

$$\begin{aligned} \text{اذ كان الوزن قبل الاذابة} &= M_E \text{ غم} \\ \text{الوزن بعد الاذابة} &= M_R \text{ غم} \\ \text{ان مقدار الملح الذائب} &= \frac{M_E - M_R}{\rightarrow} \end{aligned}$$

من معرفة الوزن الجزيئي للملح  $M_{wt}$  يمكن حساب التركيز المولاري ، حيث

$$[K^+] = [ClO_4^-] = C = \frac{M_E - M_R}{M_{wt} \cdot V} \cdot 1000$$

$M_{wt}$  هو الوزن الجزيئي للملح ويساوي ١٢٨.٦ غم / مول

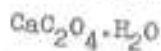
V الحجم ويساوي ١٠٠ طلي

فة التراكيز المولارية يمكن حساب قيمة حاصل الاذابة ( قانون الناتج مع ذلك  
 في الجدول ) .

تجربة رقم (٢) :

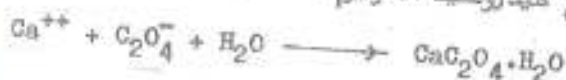
تقدير الكالسيوم على هيئة أوكزلات الكالسيوم :

Determination of Calcium as Calcium Oxalate



العناينة :

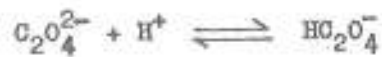
يوسب الكالسيوم على هيئة أوكزلات الكالسيوم بمعاملة محلوله الساخن الذي يحتوي على حامض HCl مع أوكزلات الامونيوم أو حامض الأوكزاليك ومعادلة المحلول الناتج مع هيدروكسيد الامونيوم :



يفضل ان يكون الترسيب في محلول حامض له ( pH = ٤ ) فإذا اضيفت أوكزلات الامونيوم الى محيط متعادل أو ضعيف القاعدية فإن طوئ الراسب ( أوكزلات الكالسيوم ) يكون أكبر ، هذا من جهة ومن الجهة الأخرى فإن دقائق الراسب تكون صغيرة الحجم ، وإذا صحت عملية الترسيب في درجة حرارة المخبر فإن دقائق الراسب الناتج تكون صغيرة الحجم بذلك يصعب ترشيحه ، ان قابلية ذوبان  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  هي ٦٧ ملغم / لتر عند ٢٥ م° ، وقابلية ذوبانه بوجود محلول أوكزلات الامونيوم ( ١٤ م° ) ١٠ ملغم / لتر في محلول ٥٠ مولار ، ولكن تزداد قابلية الذوبان هذه بازدياد حموضة المحلول بازدياد درجة الحرارة ، ففي ١٠٠ م° يذوب ١٥ ملغم من هذا الملح في اللتر من الماء ، ولغرض الحصول على بلورات كبيرة فيجب زيادة الذهانية ( لكي يبقى الكمية  $\frac{Q-S}{S}$  على أصغر ما يمكن ) وعلى هذا فينبغي ان يجرى الترسيب في محيط حامضي مع التسخين ، وذلك لأن ذهانية أوكزلات الكالسيوم تزداد بوجود الحوامض المعدنية بسبب كون حامض الأوكزاليك الضعيف التفكك :

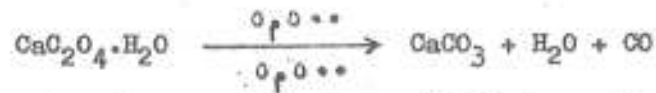


صلب

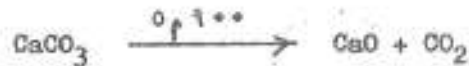


في التحليل الكمي الوزني يحامل راسب اوكزلات الكالسيوم بالطرق التالية :

- أ - تجفيف  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  في درجة  $220^\circ\text{C}$  موزن على شكل  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (اوكزلات الكالسيوم المائية) نسبة الخطأ في هذه الطريقة  $+0.5\% - 1\%$
- ب - حرق اوكزلات الكالسيوم عند درجة حرارة  $200 + 500^\circ\text{C}$  م حيث تتحول كليا الى كاربونات الكالسيوم \* وهي الطريقة المفضلة



- ج - اما عند حرق الاوكزلات بدرجة  $900 - 1000^\circ\text{C}$  م فتتحول كليا الى اوكسيد الكالسيوم :



- ويفضل الحرق بدرجة حرارة أعلى ( $1100 - 1200^\circ\text{C}$  م) لفرض عدم عودة تكوّن الكاربونات مرة ثانية \*

## المحاليل المطلوبة :

- ١- حامض HCl المخفف : - ٤ مل من حامض الهيدروكلوريك المخفف في ٣٠ مل من الماء المقطر \*
- ٢- محلول أوكزلات الامونيوم العرسب ٢ غم في ٥٠ مل من الماء المقطر \*
- ٣- محلول غسيل : (٠.٥ × أوكزلات الامونيوم \*
- ٤- محلول امونيا مخفف ( ١ : ٢ ) \*

## طريقة العمل - مل :

- ١- زن بالضببط حوالي ٥ ر\* ٥ غم من كاربونات الكالسيوم النقية والمجففة في درجة ١١٠ - ١٣٠ م ( ٥ م ) كاربونات الكالسيوم السحرة جيداً تجف في فرن كهربائي لمدة ساعة واحدة بدرجة ١١٠ - ١٣٠ م ( ٥ م ) \*
- ٢- انقل ملح الكاربونات الى قرح ( بيكرزجاجي ) سعة ٤٠٠ مل ثم اضف اليه ٣٠ مل من حامض الهيدروكلوريك المخفف \*
- ٣- حرك الخليط حتى يذوب ملح الكاربونات ، ثم سخن المحلول بلطف الى ان يغلي ، ثم استمر بالتسخين لمدة ٢ - ٥ دقائق لغرض طرد  $CO_2$
- ٤- اكمل الحجم الى ٢٠٠ مل ثم اضف قطرتين من دليل المثيل الاحمر \*
- ٥- سخن المحلول حتى الغليان ثم اضف اليه بصورة بطيئة مع التحريك محلول اوكزلات الامونيوم ( ٢ غم في ٥٠ مل من الماء المقطر ) \*
- ٦- اضف الى محتويات البيكر محلول امونيا مخفف على شكل قطرات الى لون الدليل الى الاصفر \*
- ٧- دع الخليط يبرد لمدة ساعة على الاقل فوق لهب ضعيف او حمام مائي يغلبي \*



٥٨ اترك المحلول والراسب ليبرد ثم رشح خلال ورقة ترشيح واطمان رقم ٤٠ •

٥٩ اغسل الراسب بمحلول ١% من اوكزلات الامونيوم البارد ، التي ان يصبح ماء الغسيل خاليا من ايونات الكلوريد • ويتم الكشف عن كلور الراسب من ايونات الكلوريد بأخذ ٣٠ مل من ماء الغسيل ، تحض بحامض النتريك المخفف ثم يضاف لها قطرات من نترات الفضة • ان سبب تحمض المحلول بحامض النتريك هو لمنع ترسب اوكزلات الفضة مع كلوريد الفضة •

٥١٠ انقل ورقة الترشيح مع الراسب الى بودقة خزفية نظيفة ثم حرقها ووزنها سبقا •

٥١١ فحم ورقة الترشيح مع الراسب على مصباح بنزين •

٥١٢ انقل البودقة - باستخدام الطقط الخاص - الى فرن الحرق Muffle Furnace ثم احرق بدرجة ١١٠٠-١٢٠٠ م لمدة نصف ساعة •

٥١٣ اترك البودقة ليعود داخل مجفف تبريد ثم زنها باستخدام الميزان التحليلي الحساس •

### الحسابات :

الراسب بعد الحرق هو اوكسيد الكالسيوم ووزن اوكسيد الكالسيوم يمكن ان يجاد عن طريق فرق الوزن للبودقة وهي فائقة والبودقة مع الراسب •

$$\text{النسبة المئوية للكالسيوم في النموذج} = \frac{\text{وزن اوكسيد الكالسيوم} \times 71.74}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

$$71.74 \text{ ر} = \text{المعامل الوزني} = \frac{\text{وزن الصيغة للكالسيوم}}{\text{وزن صيغة CaO}}$$

تجربة رقم ( ٥ ) :

تقدير الكبريتات على شكل كبريتات الباريوم :

المناقشة :

الطريقة تتغير بالإضافة البطيئة لمحلول كلوريد الباريوم المخفف إلى محلول ساخن من الكبريتات محمض قليلا بحامض الهيدروكلوريك .



بعد ذلك يوشح الراسب ويغسل بالماء المقطر ويحرق بدرجئة  
٨٠٠ - ١٠٠٠ م .

ذوبانية كبريتات الباريوم في الماء حوالي ٢ ملغم بالليتر بدرجئة حرارة المختبر . وهذه الذوبانية تزداد بوجود أحد الحوامض المعدنية بسبب تكون أيون كبريتات الهيدروجين الحامضية :



لذا فإن الذوبانية بزيادة (٠ ، ٥ ، ١٠ ، ٢٠ ، ٤٠ ، ٦٠ ، ٨٠ ، ١٠٠) ملغم بالليتر في درجة حرارة المختبر ( راجع موضوع العوامل المؤثرة على الذوبانية ) .

إلا أن من الممكن تقليل هذه الذوبانية بشكل كبير بوجود زيادة من أيونات الباريوم كأيون مشترك .

يفضل ترسيب كبريتات الباريوم من محيط حامض ضعيف لغرض منع ترسيب أملاح الباريوم مع الأيونات الأخرى التي قد تكون متواجدة في المحلول ، مثل الكبريتات والكاربونات والفسفات والتي هي أملاح غيوزائبة في المحاليل المتعادلة . إضافة إلى ذلك فالترسيب من محيط حامض ضعيف يؤدي إلى الحصول على راسب

ذوبلورات كهوية ( راجع شروط الترسيب الصحيح - معادلة فون فابرسن ) وتكون  
البلورات اكبر وأكثر استظاما اذا تم الترسيب من محيط حاضي خفيف مع  
التسخين حتى الخليان \*

هنالك خطر الطوث بالترسيب المساحب ، فمثلا هنالك احتمالية اكتساب  
كلوريد الباريوم ونيترات الباريوم \* والطوث بكلوريد الباريوم يتردى الى اخطاء  
كهوية نظرا لانه لا يتبدل أو يتغير بالحرق \* الا ان هذا الطوث يمكن تقليبه  
الى الحد الأدنى بالإضافة البطيقة لمحلول كلوريد الباريوم المنخفض الساخن  
لمحلول الكبريتات الساخن مع التحريك المستمر \* اما الطوث بالنيترات فلا  
يمكن تجنبه الا بطرده عن طريق التسخين حتى الجفاف مع حامض  
الهيدروكلوريك ، أو الترسيب عن طريق التسخين حتى الجفاف مع حامض  
الكبريتيك \*

كبريتات الباريوم النقية لا تنفك بالتسخين حتى درجة 1400 م° \* ولكن  
الراسب سهل الاختزال بتأثير كاربون ووقود الفرشنج ودرجة 600 م° :



هذا الاختزال يمكن تجنبه عن طريق التخمير الاولي لورقشة الفرشنج  
Charring بدون لهيب ، ومن ثم حرق الكاربون ببطء ودرجة  
حرارة واطنة بترك بودقة الحرق مفتوحة للهواء \*

طريقة العمل :

نن بدقة حوالي 2 ر\* غم من ملح كبريتات الصوديوم أو البوتاسيوم  
وانقلها كيميا الى بيكرسعة 400 مل مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساكنة  
كثيطة \* اضع 1 مل من حامض HCl المركز \* خفف المحلول الى 100  
كحجم نهائي \* سخن المحلول حتى الخليان ثم اضع ببطء مع التحريك  
المستمر 10 مليلتر من محلول كلوريد الباريوم تركيزه ( 1% ) وضع زجاجة ال  
فوق البيكر \* سخن بهندو لمدة نصف ساعة \* دع الراسب جانبها لهيركد \*

المائل الرائق لمعرفة اكتمالية الترسيب بإضافة بضع قطرات من محلول كلوريد  
الباريوم فإذا تكون راسب أو ظهر تعكر في المحلول فاضف عندئذ ببطء ٢ مليلترات  
أخرى من المحلول المترسب  $BaCl_2$  دع الراسب ليؤكد كالمسابق ثم افحص  
مرة ثانية واعد هذه العملية إلى أن تصبح في المحلول كمية إضافية من  
 $BaCl_2$  .

رصف صفة

اترك الراسب خلال ليلته واحدة وذلك من أجل الحصول على راسب  
دقائقه كبيرة وسهلة الترشيح . رشح الراسب خلال ورقة الترشيح رقم  
( ٤٢ ) صب المحلول الرائق أولاً Decant خلال ورقة الترشيح وافحص  
الراشح ببضعة قطرات من  $BaCl_2$  للتأكد مرة أخرى من اكتمال عملية  
الترسيب . اغسل الراسب ( ٢ ) ثلاث مرات وهو في داخل ( البيكرو ) بماء مقطر  
ساخن وصب المائل الرائق . ثم انقل الراسب إلى ورقة الترشيح بالطريقة  
المعادة مستعملاً قصب تنظيف لازاحة الراسب العتيق واللاصق بجدران الإناء .  
اغسل ورقة الترشيح عدة مرات بالماء المقطر الساخن وإلى أن يصبح الراشح  
خالياً من أيون الكلوريد ، أي إلى أن تحصل على محلول رائق عند إضافة بضع  
قطرات من نترات الفضة إلى حجم صغير من ماء الغسيل .

أطوّرقة الترشيح باعتبارها وانقلها ( مع الراسب ) إلى بودقة خزفية  
مزينة بدقة بعد أن تم تسخينها إلى درجة الاحمرار وتبريدها في مجفف . فحّم  
ورقة الترشيح ببطء فوراً لهيب صباح واتخذ كافة الاحتياطات لضمان عدم  
التباب ورقة الترشيح ، ثم احرقها إلى رماد أبيض . بعد ذلك انقل البودقة  
مع محتوياتها إلى فرن بدرجة ٨٠٠ - ١٠٠٠ م واطربها في داخل الفرن  
مدة نصف ساعة ثم انقلها إلى مجفف هويد . بعد أن هرد البودقة ومحتوياتها  
زنها بدقة باستخدام الميزان التحليلي الحساس .

كيف تذيب طرقة إضافية للتلل الراسب

الحسابات :

$$\text{نسبة الكبريتات المطوية في النموذج} = \frac{\text{وزن الراس} \times \text{العمامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

$$= \frac{\text{وزن الراسب} \times 41100}{\text{وزن الراسب}} \times 100$$

$$\text{العمامل الوزني} = 41100$$

تجربة رقم ( ٨ ) :

تقدير الرصاص على شكل كرومات الرصاص :

الترسيب من المحاليل المتجانسة :

العاثمة :

تعتمد الطريقة على التولد المتجانس ( انظر موضوع الترسيب من المحاليل المتجانسة ) لأيون الكرومات عند الأُسدة البطيئة للكروم الثلاثي باستخدام بيرومات البوتاسيوم كعامل مؤكسد في درجة حرارة ١٠ - ١٥ م ( ٥ ) :



ان راسب كرومات الرصاص المتكون بهذه الطريقة يكون ذوبلورات كبيرة  
سهلة الترسين قليلة الطوث .

طريقة العمل :

المحاليل المطلوبة :

• هيدروكسيد الصوديوم المخفف

• محلول متنام Buffer Solution من الخلات :

١ حجم ٦ مولاري حامض الخليك + ١ حجم ٦ ممولاري خلات الصوديوم

٢٠٢ • محلول نترات الكروم  $Cr(NO_3)_3$  :

٢ر٤ غم في ١٠٠ مل من الماء المقطر •

٢٠٤ • محلول بيرومات البوتاسيوم :

٢ غم في ١٠٠ مل من الماء المقطر •

٢٠٥ • حامض النتريك المخفف (٠.٠٢٪)

اتضح الخطوات التالية في العمل :-

٢٠١ • زن بودقة حوالي (٠.٠٢ - ٠.٠٣) غم من احد املاح الرصاص ( نترات الرصاص )  
انقل الملح الى ( بيكر ) زجاجي سعة ٢٥٠ مل وادبه بحوالي ١٥٠ مل  
الماء المقطر •

٢٠٢ • عادل المحلول باضافة قطرات من هيدروكسيد البيرديوم المخفف • توقف  
الاضافة عند بدء ظهور الراسب •

٢٠٣ • اضع ٢.٥ مل من محلول الخلايا المنظم Buffer Solution

٢٠٤ • اضع ١٠ مل من محلول نترات الكروم • اضعها باضافة ١ مل من  
بيرومات البوتاسيوم •

٢٠٥ • سخن المزيج الى ١٠ - ١٥ م • عند التسخين سهدا الكرومات بالنتر  
البيطي • حيث تتحد مع ايونات الرصاص مكونة راسب كرومات الرصاص •  
عملية الترسيب يتطلب حوالي ٤٥ دقيقة • ويمكن ملاحظة تمام الترسيب  
بوق المحلول فوق الراسب •

يرد المحلول ووشح في بودقة زجاجية او خزفية مسامية  
Sintered glass مجففة وموزونة مسبقا •

٢٠٦ • اغسل الراسب بكمية صغيرة من حامض النتريك المخفف ( ١٪ )

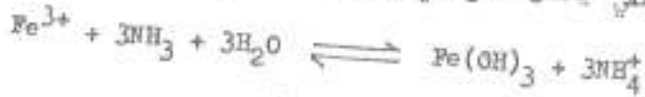
٢٠٧ • جفف البودقة المسامية مع الراسب بدرجة ١٢٠ م ٥ ثم زينها مع المحتويات

٢٠٨ • اتضح نفس الطريقة السابقة في الحسابات ( تجربة رقم ٧ ) •

تقدير الحديد بترسيبه على هيئة هيدروكسيد الحديدك :

المناقشة :

يتسبب ايون الحديد الثلاثي على شكل اوكسيد الحديد المائي  $Fe_2O_3 \cdot xH_2O$  باستخدام الامونيا كعامل ترسيب . ان حاصل اذابة هيدروكسيد الحديدك حوالي ١٠<sup>-١</sup> وعليه فان الترسيب الكمي يحصل حتى في المحيط الحافضي الضعيف :



( انظر مثال رقم ٧ ) ( الحسابات الكيميائية ) .

ان التركيب الكيمائي للراسب المتكون متغير وهو معروف بالضياء ، حيث يحوي عدد غير معروف من جزيئات الماء ، منها مرتبطة كيميائيا بالراسب ومنها متسرة لذا فالراسب يحرق حتى الاحمرار لتحرير تحويله الى اوكسيد الحديدك  $Fe_2O_3$  بوزن على هذا الشكل .

الكثير من ايونات الفلزات تترسب على شكل هيدروكسيدات مع الامونيا ، ومنها ما يترسب بمحيط حاس ( pH ) ضعيف ايضا مثل الكروم الثلاثي والالمنيوم والنيكوب والتيتانيوم والزركونيوم ، ( انظر ترسيب الهيدروكسيدات ) .

يتم تراسب هيدروكسيد الحديدك ( اوكسيد الحديدك المائي ) من الرواسب اللبوية المعروفة ، لذا يجب ان يجرى الترسيب من محاليل ساخنة قرب درجة الغليان

المواد المطلوبة :

- ١ . حاصر النتريك المركز .
- ٢ . حاصر HCl ( ١ : ١ ) .
- ٣ . محلول امونيا ( ١ : ١ ) .
- ٤ . نوات الامونيوم محلول ( ١ % ) .



٥٠ ملح كبريتات الحديدوز الامونومية  
 $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$

طريقة العمل :

- ٥١ وزن بالضبط حوالي ٨ ر\* غم من ملح كبريتات الحديدوز الامونومية وانقله الى بيكرسعة ٤٠٠ مل مجهز بعمود زجاجي وزجاجة ساعة \*
- ٥٢ اذب الملح باضافة ٦٠ مل ماء \* مظهره ابيض للمزيج في البيكر ١٠ مللي من حامض HCl ( ١ : ١ ) \*
- ٥٣ لخرم أكسدة الحديد الثاني الى ثلاثي اضعف ١ - ٢ مل من حامض النتريك المركز الى مزيج المحلول السابق وأقل بلطف الى ان يتكسب المحلول اللون الاصفر ( ٢ - ٥ دقائق ) \*
- ٥٤ خفف المحلول الى ٢٠٠ ملي ثم سخن للغلان \*
- ٥٥ اضعف بهبط \* مع التحريك المستمر زيادة من محلول الامونيا ١ : ١ ( تعرف الزيادة عن طريق رائحة الامونيا ) \*
- ٥٦ سخن بلطف لعدة دقيقة ( تجنب الغليان ) واترك الراسب ليؤكد \* يكون الترسيب تاما اذا كان المحلول العلوي فوق الراسب عديم اللون \*
- ٥٧ رشح خال برقة ترشيح بطريقة الصفق ( Decantation ) \* ثم اضعف للراسب في البيكر ١٠٠ مللي من محلول ١ % نترات الامونيوم الساخن لدرجة الغليان \* امزج الخليط جيدا واتركه ليؤكد \* ثم رشح بطريقة الصفق \*
- ٥٨ اعد عطية الغسل والترشيح من ثلاث الى أربع مرات \*
- ٥٨ انقل كل الراسب الى ورقة الترشيح واستمر بغسل الراسب بنترات الامونيوم الساخن \* تتوقف عملية الغسل عند خلو الراسب من أي اثار لايونات الكلوريد ( اضعف ماء الغسل لهذا الغرض ) \*

٥٩ • انقل روثه الترشين مع الراسب الى بودقة نظيفة محروقة وبودرة وموزونة  
صيفة •

٥١٠ • حصص الورقة والراسب في داخل البودقة الخزفية حتى الاحمرار مستخدما  
لنهب صلبان بفرن الازرق بدون ان تشهب الورقة •  
اكمل عمليات الحرق باستخدام فرن Muffle Furnace بدرجة  
٥٠٠ - ٥٥٠ م •

٥١١ • برد البودقة ومحتوياتها في مجفف غير مسدود ثم زنها بدقة باستخدام  
الميزان التحليلي المساس •

### الحسابات :

الصيغة الوزنية للراسب هي  $Fe_2O_3$  :

المعامل الوزني =  $\frac{\text{وزن الصيغة للحديد}}{\text{وزن الصيغة لاوكسيد الحديدك } Fe_2O_3}$

$$= 0.79944$$

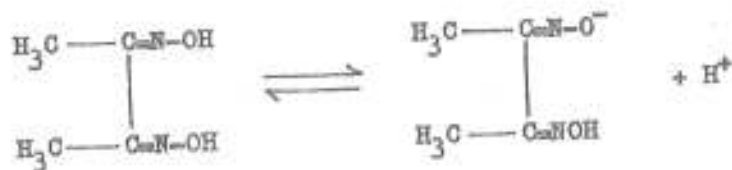
النسبة المئوية للحديد في النموذج =  $\frac{\text{وزن الراسب} \times \text{المعامل الوزني} \times 100}{\text{وزن النموذج}}$

تجربة رقم ( ١٤ ) :

تقدير النيكل على هيئة معقد الدايمثيل كلايوكسيم :

المناقشة :

يعد كاشف الدايمثيل كلايوكسيم من أقدم المركبات العضوية المعروفة ، وهو حامض ضعيف صيغته  $\text{CH}_3 \cdot \text{C}(\text{:NOH}) \cdot \text{C}(\text{:NOH}) \cdot \text{CH}_3$  ( يشار له بالصيغة  $\text{H}_2\text{DMG}$  ) ، يذوب قليلا في الماء معطيا أيونا واحدا من الهيدروجين عند تأييده :



يذوب هذا الكاشف في الكحول ، لذا يستخدم محلوله الكحولي بصورة خاصة لترسيب النيكل كيميائيا . فالنيكل الثنائي  $\text{Ni}^{2+}$  يترسب متحدا مع جزيئتين من الدايمثيل كلايوكسيم محررا أيونين من الهيدروجين .  
• •  
• يتعدا لهما مع زيادة من هيدروكسيد الامونيوم  
$$\text{Ni}^{2+} + 2\text{H}_2\text{DMG} = \text{Ni}(\text{HDMG})_2 + 2\text{H}^+$$

والراسب احمر اللون قليل الذوبان جدا في الماء ، لكنه يذوب في الحوامض المعدنية المخففة ( حتى الهيدروجين المتحد عند اتحاد الكاشف مع النيكل بسبب زيادة في ذوبانية الراسب ) .

المحاليل المطلوبة :

- ١) محلول كحولي لكاشف الدايمثيل كلايوكسيم ١ %
- ٢) حامض الهيدروكلوريك المخفف ١ : ١

- ٢ محلول امونيا مخفف
- ٤ محلول نيكل يحوى ٠.٥ ر. غم من النيكل

طريقة العمل :

١. زن بدقة حوالي ٢ ر. - ٤ ر. غم من كبريتات النيكل الامونومبيسة  $NiSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$  وانقلها كميًا الى بيكوسعة ٤٠٠ مل مجهز بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة كغطاء.
٢. اذب النموذج بكمية قليلة من الماء المقطر ثم أضف اليه ٥ مل من حامض الهيدروكلوريك المخفف ( ١ : ١ ) ثم خفف بالماء المقطر الى ٢٠٠ مل
٣. سخن المحلول الى ٧٠ - ٨٠ م ٥
٤. أضف زيادة قليلة من كاشف الدايمثيل كلابوكسيم / على الاقل ٥ مل لكل ١ مل من النيكل
٥. ثم أضف مباشرة محلول امونيا مخفف على شكل قطرات \* دع قطرات الامونيا تنزل الى وسط المحلول وحاذر من نزولها على جدران البيكوسعة \* استمر بإضافة الامونيا مع التحريك المستمر حتى يتم تكوّن الراسب ، ثم أضف زيادة طفيفة من محلول الامونيا
٦. سخن الراسب والمحلول على حمام مائي لمدة ٢٠ - ٣٠ دقيقة
٧. عندما يغطو الراسب الاحمر فوق المحلول اخبر تمام الترسيب باذخال من كاشف الدايمثيل كلابوكسيم الى المحلول بواسطة ماصة ، فاذا تكوّن راسب جديد أضف ٥ مل من الكاشف
٨. اترك الراسب يستقر لمدة ساعة واحدة
٩. رشح المحلول البارد خلال بودقة زجاجية مسامية رقم ٣ أو ٤ مسطحة سلفا في درجة ١١٠ - ١٢٠ م ٥ لمدة ١٥ دقيقة وجرده في حوض وموزونة بدقة

١٠ • بعد نقل الراسب كما الى بودقة الترشيح ، اغسل بالماء البارد الى ان تتول ايونات الكلوريد تماما .

١١ • جفف البودقة مع الراسب في فرن تجفيف بدرجة ١١٠ - ١٢٠ م لمدة ٤٥ - ٦٠ دقيقة ثم بردما في مجفف وزنها مع محتوياتها بدقة .

### الحسابات :

$$\frac{\text{وزن الصيغة للنيكـل}}{\text{وزن صيغة } Ni(C_4H_7O_2N_2)_2} = \text{المعامل الوزني}$$

$$= ٢٠٢١٩ \text{ ر}$$

أي ان الراسب يحوى ٢١٩ ر ٢٠٪ من النيكـل

$$\frac{\text{وزن الراسب} \times \text{المعامل الوزني}}{\text{وزن النموذج}} = \text{النسبة المئوية للنيكـل في النموذج} \times ١٠٠$$

أما الطريقة الثانية (طرائق الفصل) فتضع المحلل الكيميائي أمام مهمة تحويل النظام ذو الطور الواحد ، الى نظام ذي عدة أطوار ، حيث يكون الكون  $A_1$  متواجداً - جهد الامكان - بصورة كاملة في احد هذه الاطوار ، والمكونات المتداخلة تكون متواجدة في طور آخر . وفي طرائق الفصل التي تعتمد بالدرجة الاولى على توازن الترموديناميك فيمكن تحقيق هذه المهمة اما :

• ا طرائق مباشرة :

حيث ينشأ طور جديد نتيجة لتفاعل كيميائي مثلاً كما هو الحال في عمليات الترسيب ( نشو طور صلب هو الراسب ) أو نتيجة لطاقة خارجية كما هو الحال مع طرق التقطير .

• ب طرائق غير مباشرة :

وتعتمد على اضافة طور مساعد ، من قبل المحلل الكيميائي ، يكون على تماس مع الطور الاول الاصل ، بحيث يكون قليل الامتزاج والتأثر والتأثير مع هذا الطور ، ولكنه يؤدي - عند حصول حالة الاتزان - الى انتقال احدى المكونات من الكون  $A_1$  الى الطور رقم II وثقاة المكونات الاخرى  $A_2$  ،  $A_3$  ، .....  $A_n$  في الطور رقم 1 .

وكمثال على هذه الطرائق هو :

- طرائق الاستخلاص السائل .
- التبادل الايوني .
- طرائق الكروماتوغرافيا الاخرى .

# كَيْفِيَّةٌ فِي

## الفصل بالتوسيب

عمليات الفصل بالتوسيب تستند بالدرجة الأولى على الاختلاف في الذوبانية، حيث أن الأيونات التي تشترك بعامل ترسب واحد لتكوّن مركبات متقاربة بشحّة ذوبانيتها تصنف في مجموعة واحدة يمكن فصلها عن مجاميع أخرى من الأيونات التي لا تتوسب بذلك العامل الترسب تحت نفس الشروط. وهذا هو الأساس في التحليل الوصفي (أو النوعي) الاصفاقي Systematic qualitative analysis كما أنه من الممكن - ضمن نفس المجموعة الواحدة - الاستفادة من تأثير بعض العوامل على الذوبانية لفصل أحد الأيونات عن الأيونات الأخرى. ومن أهم العوامل التي تؤثر على الذوبانية والتي يمكن الاستفادة منها في عمليات الفصل في التحليل النوعي والكمي هي :-

١) تكوين الأيونات المعقدة الذاتية :

كمثال على ذلك فصل أيونات الفضة عن أيونات الزنك في ترسيب الطائفة الأولى على شكل كلوريدات، حيث أن كلوريد الفضة يذوب بالأمونيام المخففة مكوناً أيونا معدني من نوع  $Ag(NH_3)_2^+$

كذلك فصل الحديد من الألمنيوم بالتوسيب على شكل هيدروكسيدات، حيث أن هيدروكسيد الألمنيوم يتكوّن معقداً ذائباً مع زيادة من أيون الهيدروكسيد العام - الترسب) بسبب خواصه الأضوئية، بينما يبقى الحديد على شكل راسب.

٢) الأكسدة والاختزال :

من الممكن فصل أيون الزنك على شكل راسب كبريتيد الزنك عن كل من أيونات النحاس والرصاص والقصدير والكاديوم، حيث أن كبريتيدات هذه الفلزات تذوب في حامض الفتيك المحتدل التركيز / عامل مؤسد) بينما لا يذوب كبريتيد الزنك إلا باستخدام عامل مؤسد قوي مثل الماء الملكي.

٣) تأثير الحامضية ( pH المحلول )

ترسيب الكبريتيدات والهيدروكسيدات والكرومات - بصورة خاصة - يعتمد على pH المحلول. فترسيب كبريتيد الفلزات الثنائية مثلاً يعتمد على حاصل إذابة الكبريتيد على pH

المحلول وفقاً للمعادلة التالية :

$$pH = \frac{\log K_{sp} + 27}{2}$$

وهي هذا فمن طريق السيطرة على pH المحلول يمكن مثلا ، فصل الكبريتيدات التي حاصل اذابتها  $10^{-16}$  فما دون عن تلك التي حاصل اذابتها أكبر من  $10^{-18}$  .

كما يمكن فصل الرصاص عن الفضة بترسيب الرصاص على شكل كرومات في محيط حامضي (  $pH = 1 - 2$  ) بينما لا ترسب كرومات الفضة الا في pH 6 فما فوق .

كذلك الحال مع الهيدروكسيدات والأكاسيد المائية . فالقصدير مثلا يترسب على شكل اوكسيد مائي  $SnO_2 \cdot nH_2O$  من محيط حامضي قوي نسبيا وهذا يمكن فصل ايونات القصدير عن الكبريتات من ايونات الفلزات الاخرى كالرصاص والالمنيوم والمغنيسيوم .

كذلك يمكن فصل الحديد عن المغنيسيوم عن طريق السيطرة على pH المحلول . حيث ان المغنيسيوم يبدأ بالترسب على شكل هيدروكسيد ( اوكسيد مائي ) في pH 9 تقريباً بينما يترسب ايون الحديد على شكل هيدروكسيد ( اوكسيد مائي ) ترسباً تاماً في محيط pH أقل من 6 .

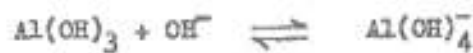


تجربة رقم ( ١٥ ) :

فصل الحديد من الألمنيوم بالترييب :

مناقشة :

يكون كل من ايون الالمنيوم والحديد الثلاثي أكاسيد مائية شحيحة الذوبان عند وجود ايون الهيدروكسيد كعامل مرسب \* ويسبب الخواص الاضوئية لأكسيد الالمنيوم الناتج فانه يكون معقدا ذاتها بوجود زيادة من العامل المرسب ( ايونات الهيدروكسيد ) :



ويستغل من هذه الخاصية في فصل الحديد عن الالمنيوم \*

الطريقة :

المحاليل :

- ١) محلول هيدروكسيد الصوديوم ٥ %
- ٢) محلول امونيا مخفف .
- ٣) محلول نترات الامونيوم المتعادل ٢ %

العمل :

١ • تعيين الحديد :

انقل بعصاة ٢٥ مل من المحلول المزيج الذي يحوى على ايونات الالمنيوم والحديد الى بيكرسعة ٤٠٠ مل ( المحلول المزيج يحوى على حوالي ٠٠٠ غم من كل من ايونات الالمنيوم والحديد ) \* خفف بالماء المقطر الى ٢٠٠ مل \* سخن للخليان واذف محلول  $\text{NaOH}$  الى المحلول المخفف حتى ظهور الراسب \* استمر باضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم

- حتى يصبح pH المحلول أعلى من 10 ( يمكن اختبار ذلك بورقة pH )
- أضف زيادة من محلول القاعدة ( 2-3 مل ) واظن لمدة خمس دقائق أخرى
- رشح خلال ورقة ترشيح واطمان رقم 41 • اغسل الراسب ثلاث مرات بمحلول تتسوات الامونيوم المخفف ( انظر تجربة رقم 10 ) أنقل الراسب الى بودقة
- محرقة بدرجة 500 م 50 ووردة في مجفف وموزونة سيقا • ( احفظ بالراشح ومحلول الغسيل )
- ابدأ عملية الحرق اولا باستخدام لهيب صياح بدون الضعيف
- زد قوة اللهب تدريجيا الى ان تكتم الورقة بدون ان تلتهب

أكمل عملية الحرق باستخدام فرن Muffle Furnace بدرجة

500 - 500 م

برّد البودقة ومحتوياتها بمجفف تبريد ثم زنها باستخدام الميزان

التحليلي الحساس

ب • تقدير الالمنيوم

- اقل الراشح وماه الخسيل الذي حصلت عليه من الفقرة ( 1 ) ( ترسيب الحديد ) ، وأضف اليه وهريغلي 4 ثم من كلوريد الامونيوم الصلب
- استمر بالتسخين حتى يتكون الراسب الابيض الجيلاتيني  $Al(OH)_3$
- رشح كعاب باستخدام ورقة ترشيح عديمة الرماد • اغسل الراسب مسن ثلاث الى أربع مرات بمحلول تتسوات الامونيوم الساخن
- فحم واحرق ورقة الترشيح والراسب لمدة 10 - 15 دقيقة على لهيب صياح قوى • اكمل الحرق باستخدام فرن بدرجة 500 م 50

الحسابات : ( 1 ) - الحديد :

المعامل الوزني لتحويل  $Fe$  الى  $Fe_2O_3$  = 0.79944

$$\text{عدد غرامات الحديد في ليتر من المحلول} = \frac{\text{وزن الراسب} \times \text{المعامل الوزني}}{25} \times 1000$$

(ب) - الالمنيوم :

$$\text{المعامل الوزني لتحويل } Al_2O_3 \text{ إلى } Al = 0.52913$$

$$\text{عدد غرامات الالمنيوم في ليتر من المحلول} = \frac{\text{وزن الراسب} \times \text{المعامل الوزني}}{25} \times 1000$$

تجربة رقم (٢٢) :

توزيع اليود بين الماء ومذيب عضوي مناسب :

الماتمة :

الجزيئات البسيطة غير القطبية مثل اليود - والتي تنطق أو اصر صاهمية - تكون ذوبانيتها رديئة عادة في المذيبات القطبية مثل الماء ، لكنها أكثر ذوبانا في المذيبات العضوية غير القطبية مثل رابع كلوريد الكربون (تسمى المشتتات Dispersion ) .

والخبر من هذه التجربة هو دراسة توزيع اليود بين طورين أو مذيبين أحدهما قطبي مثل الماء والاخر مذيب عضوي غير قطبي مثل رابع كلوريد الكربون (أو الكلوروفورم أو السايكلو هكسان ) ، وإيجاد نسبة التوزيع D .

من المفيد في هذا المجال الإشارة الى ان اليود في هذه الحالة سيكون على نفس الحالة الجزيئية  $I_2$  في الطورين المائي والعضوي وعلى ذلك فان نسبة التوزيع D ستكون متساوية لمعامل التوزيع  $K_D$  .

المحاليل المطلوبة :

١\* خمسة نماذج منفصلة لليود بوزن (٠.١) غم الى (٠.٥) غم ، حيث يذاب كل نموذج في ٥٠ مل من رابع كلوريد الكربون .

٢\* محلول (٠.١) ع من ثايوسلفات الصوديوم  
اذب ١١٦ و ٢٤ غم من ملح  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  في لتر واحد من الماء المقطر .

٢\* محلول النشا :  
خذ ١ غم من النشا القابل للذوبان وحضره بمزجته مع قليل من الماء المقطر .

أضف بالتدرج هذه العجينة إلى ١٠٠ مل من الماء المقطر المغلي  
مع التحريك \*

طريقة العمل :

- ٠١ ضع كل نموذج من نماذج البود الخمسة في قمع فصل وأضف لكل منها ٢٠٠ مل من الماء المقطر \*
- ٠٢ رج القمع مع محتوياته جيدا ثم اتركه ليبرد وافصل الطور العضوي عن الطور المائي \*
- ٠٣ خذ ( ٢٠٠ مل ) الطور المائي وسحبه مع ثايوسلفات الصوديوم مستخدما النشا كدليل \*
- ٠٤ خذ الطور العضوي وأضف له ١٠ - ٢٠ مل من الماء المقطر ثم سحبه مع محلول ١ ر \* مع ثايوسلفات الصوديوم \* نقطة النهاية عند زوال اللون الوردى من الطبقة العضوية \*
- ٠٥ احسب قيمة D على أساس أن :

$$D = \frac{\text{تركيز البود في الطور الخفيف ( الماء )}}{\text{تركيز البود في الطور الثقيل ( رابع كلوريد الكارون )}}$$

ثم احسب قيمة D ( نسبة التوزيع ) بين الطور العضوي والمائي على أساس أن :

$$D = \frac{\text{التركيز في الطور العضوي}}{\text{التركيز في الطور المائي}}$$

تحسب نسبة التوزيع D على أساس:  
تركيز اليود في الطور الخفيف (المائي)

$$D = \frac{\text{تركيز اليود في الطور الخفيف (المائي)}}{\text{تركيز اليود في الطور الثقيل (العضوي)}}$$

والمثال التالي يوضح كيفية الحساب  
مثال:- افرض ان حجم  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  النازل من السحاحة عند معايرة ٢٠٠ مل من  
الطبقة المائية = ١٠ مل

وعلى هذا فان عدد مليولات  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  التي كفت اليود في ٢٠٠ مل من الطبقة  
المائية =  $١٠ \times ٠.١ = ١$  مللي

وافرض كذلك ان حجم محلول  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  الذي كفا ٥ مللتر من المذيب العضوي = ٢٥  
مللي

اذن عدد ملي مولات  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  التي كفت اليود في ٥ مل من الطبقة العضوية =  
 $٢٥ \times ٠.١ = ٢.٥$  مللي

$$D = \frac{١}{٢.٥} = ٠.٣٣$$

ملاحظة مهمة:- الارقام في هذا المثال غير واقعية وهي لغرض تعليمي فقط.  
احسب نسبة التوزيع D على انها

$$D = \frac{\text{تركيز اليود في الطور الخفيف (المائي)}}{\text{تركيز اليود في الطور الثقيل (العضوي)}}$$

تجارب عملية مختارة في الصادل الأيوني

- تجربة رقم (٢٦) : حساب سعة مبادل كاتيونى \*
- تجربة رقم (٢٧) : تقدير الكاتيونات الكلية في الماء \*
- تجربة رقم (٢٨) : فصل وتقدير الزنك والمغنيسيوم باستخدام الصادل الأيوني \*
- تجربة رقم (٢٩) : فصل الكهلت والتيكل على مبادل أيوني \*
- تجربة رقم (٣٠) فصل الكلوريد عن البروميد على مبادل أيوني \*

درجة رقم ( ٢٦ ) :

حساب سعة معادل كاتيونية :

عائدية :

عند امرار محلول كبريتات الصوديوم على معادل كاتيونية بشكل هيدروجين (H-Form) سيحصل معادل بين ايونات الصوديوم وايونات الهيدروجين كما يلي :



أي ان المتدفق من العمود هو حامض الكبريتيك • وبمعايرة حامض الكبريتيك مع هيدروكسيد الصوديوم يمكن معرفة عدد ملي مكافئات الحامض الهيدروجيني • ونسبة عدد الملي مكافئات هذه على وزن الراتنج المستخدم في عملية المعادل نحصل على السعة الوزنية للمعادل محسوبة على أساس ملي مكافئ لكل غرام راتنج •

الطريقة :

١) العمود ١٥ سم × ١ سم  
عمود طوله ١٥ سم وقطره الداخلي ١ سم •

٢) المحاليل

- أ • ٢٥ مولاري كبريتات الصوديوم ( التركيز تقريبي ) •
- ب • ١٥ ع • هيدروكسيد الصوديوم •
- ج • يحضر المحلول وتضبط عيارته بالطرق الحجمية العائدية •
- د • صبغة الفينول فتالئين كدليل •



العمل :

- ١ وزن بالضبط ٢٥غم من راتنج مبادل كاتيونى قوى مجفف ، ( حيث توضع كمية من الراتنج في اناء زجاجي يغطى بزجاجة ساعة قطاس فيد محكم ويحفظ بدرجة ٢٥ - ٣٠م ٥ لمدة يومين أو ثلاثة أيام
- ٢ املأ العمود بالماء المقطر .
- ٣ انقل الراتنج للعمود باستخدام قمع جاف .  
ملاحظة : الراتنج مبادل كاتيونى بشكل هيدروجين (H-Form).
- ٤ املأ قمع فصل حجم ٢٥٠ مل بمحلول ٢٥% ع كبريتات الصوديوم ثبت القمع فوق الفتحة العليا للعمود ، ثم اترك المحلول ينزل الى داخل العمود مع فتح صنبور العمود بحيث تكون سرعة التدفق بحدود ٢ مل بالدقيقة .
- ٥ اجمع المتدفق النازل من العمود Effluent بتدريج ٥٠٠
- ٦ صحح التدفق النازل من العمود ( أوجز منه ) ( تكفي عادة ٥ مل ) مع ١٠% ع محلول هيدروكسيد الصوديوم مستخدماً الا فتالين كدليل .

ملاحظة :

عند عدم تصحيح كل المتدفق النازل ، أخذ جزء منه فقط لا فيجب ضبط حجم المتدفق الكلي ، إذ يجمع في قنينة حجمية ملامسة وبخا العلامة بالماء المقطر

الحسابات :

$$a.v. = \frac{a}{w} \text{ ( ملي مكافئ / غم )}$$

حيث a : هي عبارة هيدروكسيد الصوديوم

تجربة رقم ( ٢٧ ) :

تقدير الكاتيونات الكلية في الماء :

عندما يعرّ الماء ( ماء الحنفية مثلا ) على بهادل كاتوني بشكل هيدروجين (H-Form) فالكاتيونات الذاتية في الماء ستبادل مع هيدروجين البهادل . وعلى هذا فالمحلول المتكوّن من العمود سيكون عبارة عن حوامض للكاتيونات التي كانت ذاتية في الماء .

ويمكن حساب كمية الهيدروجين البهادل ( وبالتالي كمية الكاتيونات البهائلة معه ) بتصحيح هذه الحوامض مع محلول قياسي ( ٠.٢ ن ع مثلا ) من هيدروكسيد الصوديوم باستخدام صبغة العنبر البرقالي كدليل .

طريقة العمل :

- ١- يحضر عمود ٢٠ سم  $6 \times$  ملم ويملاّ الى أكثر من نصفه بهادل كاتوني قوي ( مثلا Dowex 50 ) بالطريقة الاعتيادية .
- ٢- بعد ملء العمود البهادل الكاتوني تمرّر ٢٥٠ مل من ٢ ع حامض HCl بصيغة ٨ مل / الدقيقة ( تحتاج الكمية الى مدة نصف ساعة ) خلال العمود .
- بعد ذلك يغسل العمود بالماء القطر لعدة مرات . ومن ثم يغسّس ماء الغسل النهائي بصبغة العنبر البرقالي .
- الغاية من الغسل هي للتخلص من زيادة الحامض لذا يجب الاستمرار بحملة الغسل حتى تصبح العشرة طليخات الاخيرة خالية من الحامض . وهذا يتحقق عندما تحتاج هذه الكمية الى قطرة واحدة من محلول ٠.٢ ن ع هيدروكسيد الصوديوم لكي يهدل لون الدليل .

v : حجم هيدروكسيد الصوديوم \*

w : وزن الراتنج بالفراغات \*

مثال :

افترض ان حجم المتدفق النازل من العمود هو 120 مل واخذت فيها  
10 مل وسحقها مع 1ر\* ع هيدروكسيد الصوديوم ، وكان حجم هيدروكسيد  
الصوديوم اللازم للتبادل هو 1ر\* مل فالحسابات تكون كما يلي :

$$\text{صحة التبادل ( ملي مكافئ / غم )} = \frac{120}{10} \times \frac{1 \times 17}{20} =$$

٢- يخلق صنوبر العمود مع وجود كمية قليلة من الماء المقطر فوق المستوى  
الاطس للرائح \*

٤- العمود جاهز للعمل الان \*  
تعد ٥٠ مل من ماء الحنفية النموذج / يقاس الحجم باستخدام اسطوانة  
مدرجة او الافضل سحاحة بسرعة ٢-٤ مل / الدقيقة \*  
يجمع النازل في دوريق تصحيح ثم تعد ١٠٠ مل اخرى ويجمع النازل  
في دوريق اخر منفصل \*  
ثم تعد ١٠٠ مل اخرى من ماء الحنفية وتجمع منفصلة ايضا \*

٥- يصحح كل جزء من الاجزاء الثلاثة السابقة بصورة مستقلة مع محلول  
٠.٢ ر \* ع هيدروكسيد الصوديوم باستخدام المثيل البرتقالي كدليل \*

### الحسابات :

تصحب كمية الكاتيونات الكلية بدلالة عدد ملغم  $CaCO_3$  في اللتر الواحد  
من الماء (ppm) كما يلي :



هذا يعني ان من الممكن حساب عدد ملغرامات  $CaCO_3$  من معرفة حجم  $NaOH$   
المستخدم في التصحيح \*

لنفس ان حجم محلول ٠.٢ ر \* ع هيدروكسيد الصوديوم الذي عادل ال ٥٠  
الاولى = ١٠ مل \*

∴ عدد ملي مولات  $NaOH$  التي كانت  $H_2CO_3$  =  $٠.٢ \times ١٠ = ٠.٢$  ر \*

بما أن عدد مولات أولي مولات  $H_2CO_3 = X$  عدد مولات أولي مولات NaOH

$$0.01 = \frac{0.02}{2} = H_2CO_3 \text{ مولات}$$

كما أن عدد مولات أولي مولات  $CaCO_3 \equiv$  عدد مولات  $H_2CO_3 = 0.01$

أي أن كل 50 مل من ماء الحنفية يحوي على 0.01 مولي مول  $CaCO_3$

وزن  $CaCO_3 =$  عدد مولات  $CaCO_3 \times$  الوزن الجزيئي له

$$= 0.01 \times 100 = 1.0 \text{ ملغم في } 50 \text{ مل}$$

$$\text{أو } 200 = \frac{1.0 \times 100}{0.5} \text{ ملغم / اللتر}$$

$= 200$  ppm كربونات الكالسيوم

اعد التصحيح مع الدفعة الثانية والدفعة الثالثة كل على انفراد / حجم

كل منها 100 مل / واجري نفس الحسابات وقارن النتائج

$$11 \times 7 = 77$$

تجربة رقم ( ٢١ ) :

كروماتوغرافيا الورق :

فصل مزيج من صبغ بعض الدلائل الكيميائية :

المواد : الصبغ المركز وهو الحامض المعتمد (مذيب الماء)

١. محلول المذيب العطر Eluting solvent

ويحضر باسباع الكحول البيوتيلي الاعتيادي n-Butanol  
بمحلول الامونيا المركز \*

ب. محاليل الدلائل ( الكواشف ) التالية :

|                  |                                |
|------------------|--------------------------------|
| Bromothymol B    | ١. صبغة البروموثيمول الزرقاء * |
| Congo Red        | ٢. صبغة الكونجو الحمراء *      |
| Methyl orange    | ٣. صبغة الميثيل البرتقالي *    |
| Phenol red       | ٤. صبغة الفينول الحمراء *      |
| Phenol phthalein | ٥. صبغة الفينول فتالين *       |

ج. شرائح ورق ترشيم واطمان رقم ١  
( واطمان رقم ١ - ١ )  
(Whatman No. 1)  
بطول ٢٥ - ٣٠ سم وعرض ١٥ - ٢ سم

الاجهزة :

١. ابيوة اختبار واحدة اعتمادية الحجم ، واخرى صغيرة عدد ( ٥ ) \*
٢. نظارة شعرة \*
٣. ثلاث دوائر مخروطية ( دوائر ارتمايد ) \*
٤. ورقة عادية نظيفة \*
٥. مسطرة \*

طريقة العمل :

- ١ حضر ٦ شرائح ورق ترشيح في كأس جاف ، واحصل كذلك على النموذج في انبوبة اختبار نظيفة • اصك الشريحة من نهايتها فقط خوفاً من الطوث •
- ٢ ضع خطاً بواسطة قلم الرصاص على بعد حوالي ٢ سم من احدى نهايتي الشريحة بعد وضعها على ورقة نظيفة •
- ٣ ضع قطرتين أو ثلاث من محاليل الكواشف التالية كل في انبوبة اختبار صغيرة ونظيفة :

- (١) صبغة البروميثامول الزرقاء •
- (٢) صبغة الكونغو الحمراء •
- (٣) صبغة الميثيل البرتقالي •
- (٤) صبغة الفينول الحمراء •
- (٥) صبغة الفينول فثالئين •

•٤ حضر قطارة شعرية ثم اغسبها في محلول الدلائل المذكور اعلاه ثم ضع بقعة منها لا يتجاوز قطرها ( ١ سم ) على منتصف خط قلم الرصاص الموضوح على احدى نهايتي شريحة ورق الترشيح كما هو مبين في الشكل الجانبي ( النقطة A ) •

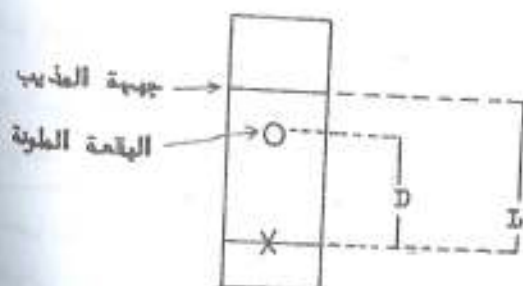


أشرك الشريحة باسم ذلك المحلول •

•٥ بعد الخطوة السابقة (٤) - بعد تنظيف القطارة - لكل من محاليل الكواشف المذكورة اعلاه ثم دع البقع على الشرائح تجف تماماً •

اسحب حوالي ( ٥٠ سم ٣ ) من المحلول المزيج ( المذيب ) الى كل دورق مخروطي ثم سدّها جيداً بواسطة سدادة فلين خوفاً من تخر الامونيا •

- ٧ ضع شريحتين متقابلتين ، كل شريحة على أحد جانبي السدادة ثم  
انقص نهاية الشريحة دون غمس بقعة النموذج ، في المحلول العزج -  
الذهيب - الموجود في القنبينة كما في الشكل .  
بالطريقة نفسها ضع شريحتين أخرتين في كل من القنبينة (٢) و(٢) .
- ٨ دع الذهب يورفع في الشرائح إلى حوالي ٨ مم فوق خط الابتداء ،  
وهذا يتطلب وقتاً قدره ٤٥ - ٦٥ دقيقة .
- ٩ ارفع الشرائح من القناني وأشربقلم الرصاص النهائية العليا للجهة  
الذهيب ، وهي تمثل الصافة التي قطعها الذهب على كل شريحة  
من الشرائح (I) .  
دع الشرائح تجف بضعة دقائق .
- ١٠ اسك كل شريحة من الطرف الأسفل وقربها من غومة زجاجية مفتوحة  
تحتوي على محلول الامونيا المركزة ( اوحامض HCl المركز ) .  
لاحظ ثم سجل بقعة اللون التي ستظهر على الشريحة نتيجة تعرضها  
للخار القاعدي أو الحامضي .
- ١١ قس الصافة D من وسط البقعة الطوية على كل شريحة إلى نقط  
البداية التي سبق وأن وضعت قطرة النموذج عليها ، كذلك قس الصافة  
التي قطعها جهة الذهب (I) وهي ابتداءً من نقطة البداية وحد  
إشارة قلم الرصاص للنهية العليا لصار جهة الذهب ( خطوة ٩ ) كما في  
الشكل رقم ٢١ .



شكل رقم ( ٢١ )



١٢ احسب قيمة  $R_f$  لكل دليل من الدلائل المذكورة في الخطوة (٣) فسي  
 وسط حاض وفي وسط قاعدي ، حيث :

$$R_f = \frac{D}{L}$$

النتائج والحسابات :

| اللون في<br>بخار<br>حاض $HCl$<br>المركز | اللون في<br>الاصويك<br>المركز | $R_f$ | المسافة التي<br>سارها<br>المذاب $D$ | المسافة التي<br>سارها<br>المذيب $L$ | المسافة                          |
|---|-------------------------------|-------|-------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|
|   |                               |       |                                     |                                     | ١٠ صبغة البروموثانول<br>الزرقاء  |
|   |                               |       |                                     |                                     | ١١ صبغة الكونفسو<br>الحمراء      |
|   |                               |       |                                     |                                     | ١٢ صبغة الميثيل<br>البرتقالي     |
|   |                               |       |                                     |                                     | ١٣ صبغة الفينيل<br>الحمراء       |
|   |                               |       |                                     |                                     | ١٤ صبغة الفينولفثالين<br>الحمراء |