Mathematics and Science Teacher
Education Reform in Yemen

**February 22, 2011**

# تحليل آلي (3)

## دليل التجارب العملية

المجموعة الهندسية للأبحاث البيئية
Exclusive
Environmental Engineering

إعداد

الدكتور/ محفوظ الحمادي

# تجربة رقم ( 1 ):استخلاص الحديد من المحلول المائي بواسطة ثنائي ايثيل إيثر باستخدام قمع الفصل وتقدير تركيزه في المجهول المعطى.

## ▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

١ - ما هي الصيغة الكيميائية للمعقد المتكون ؟

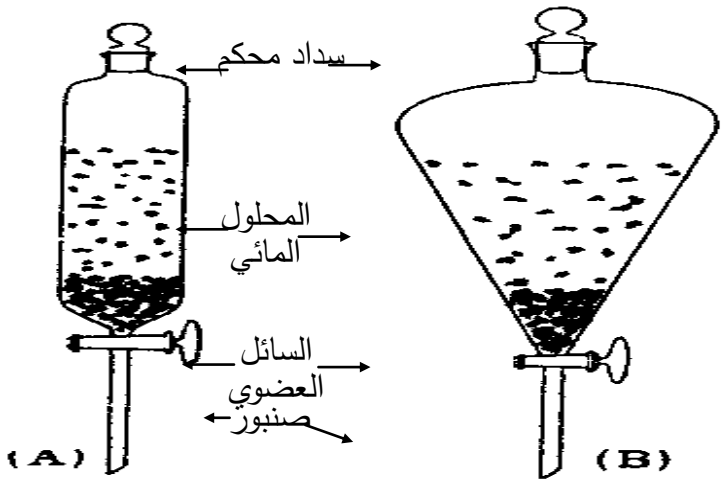
٢ - كيف تسمي مثل هذا النوع من المعقدات؟

٣ - ما هي انظمة الاستخلاص المختلفة؟

## الأساس النظري:

استخدم الإنسان الاستخلاص بالمذيب منذ القدم فقام باستخلاص كثير من الأصباغ من أوراق الأشجار وأزهارها وثمارها، كما قام باستخلاص العصائر المتنوعة ومنها الشاي والقهوة كمثالين على استخلاصها بالماء المغلي.

وقد واجهت المحللين الكيميائيين مشاكل أثناء التحليل منها وجود المتداخلات إضافة إلى الحاجة إلى الكثير من النواتج التطبيقية في الثمار والبذور وسيقان وأوراق وجذور النباتات. كما أن الكثير من المواد يمكن أن توجد بتراكيز واطئة في المحاليل المائية ، لذا وجدت طريقة الاستخلاص بالمذيب للتخلص من كثير من التداخلات ولتحضير كثير من النواتج الطبيعية ولتحضير محاليل مركزة في مذيب عضوي كانت موجودة بتراكيز منخفضة في المحلول المائي.




شكلان مختلفان لقمع الفصل المستعمل في عملية الاستخلاص بالمذيب.

تتضمن هذه التجربة استخلاصاً بسيطاً للحديد بشكل $Fe^{3+}$ بعد معاملته بـ HCl بتركيز لا يقل عن (6 M) حتى يتكون المعقد

$$Fe^{3+} + 4\ HCl \rightarrow [FeCl_4]^- + 3\ H^+$$

يذوب هذا المعقد في الايثر لذا يمكن استخلاصه باستخدام الايثر نظرا لتكون المتراكب التالي:

$[(C_2H_5)_2O: H^+, Fe :O(C_2H_5)_2Cl_4^-]$

ولكن تتداخل في هذا الاستخلاص أيونات $Sb^{5+}$ ، $As^{3+}$ ، $Ga^{3+}$ ، $Ge^{4+}$ ، $Tl^{3+}$ ، $Hg^{2+}$ ، $Mo^{6+}$ ، $pt^{2+}$، $Au^{3+}$. أما أيونات $Sb^{3+}$، $As^{5+}$ ، $V^{5+}$ ، $Co^{2+}$ ، $Sn^{2+}$ ، $Sn^{4+}$ ، فتتداخل جزئياً في عملية استخلاص الحديد. كما يمكن استعمال مذيبات إيثر أخرى أو أسترات في عملية الاستخلاص مثل ثنائي آيزوبروبيل إيثر ، β،β- ثنائي كلورو ثنائي أثيل إيثر ، خلات الأثيل ، خلات البيوتيل ، خلات الأميل إلا أن أفضلها خلات آيزوبيوتيل بسبب انخفاض تطايرها وعدم انبعاث حرارة أثناء رجها مع محلول الحديديك المائي.

تتم العملية بنقل محلول $Fe^{3+}$ المعامل بحامض (4-6 M HCl) إلى قمع الفصل وإضافة 25 ml من الإيثر ورج المحلول مدة (3-5) دقائق ، ثم يترك المحلول ليركد فيلاحظ انفصال طبقة الإيثر إلى أعلى (لأنه أقل كثافة من الماء) تفصل الطبقة المائية وتجمع الطبقة العضوية في دورق مخروطي. تضاف ( 25 ml) أخرى إلى نفس المحلول المائي ويرج وتفصل الطبقتان (يجرى الاستخلاص مرتين أو ثلاث مرات كل مرة بـ ( 25 ml) يختزل الحديد $Fe^{3+}$ ويعاير محلول $Fe^{2+}$ الناتج مع محلول $K_2Cr_2O_7$ القياسي بوجود دليل ثنائي فينيل أمين حيث يظهر لون الدليل عند نقطة التكافؤ أزرق - أرجواني بسبب أكسدته إلى ثنائي فينيل بنزيدين. ويمثل تفاعل $Fe^{2+}$ مع $K_2Cr_2O_7$ بالمعادلة التالية:

$$6\ Fe^{++} + Cr_2O_7^{--} + 14\ H^+ \rightarrow Fe^{3+} + 2Cr^{3+} + 7\ H_2O$$

## ▪ مخـــرجات التعلـــــــــــــــــم

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك ان تكون قادرا على أن:

١ - أن تكون قادرا على التفريق بين المذيبات العضوية والمائية

٢ - أن تكون قادرا على التمييز بين المذيبات العضوية ذات الكثافة الأعلى أو الأقل من الماء

٣ - أن تكون قادرا على التمييز بين المذيبات العضوية القطبية والغير قطبية من خلال الصيغة الكيميائية

٤ - أن تكون قادرا على إجراء تجارب مشابهه لاستخلاص بعض العناصر الأخرى من خاماتها أو أي محاليل أخرى

## الأدوات المستخدمة:

- ✓ قمع فصل
- ✓ دورق مخروطي حجم (250 ml)
- ✓ دورق زجاجي (50 ml)
- ✓ سحاحة (25 ml)
- ✓ ماصة (10 m)
- ✓ حامل مزود بحلقة لاحتواء قمع الفصل
- ✓ دورق غسيل
- ✓ دورق حجمي حجم (100 ml).

## الكواشف المطلوبة:

- ✓ محلول $Fe^{3+}$ المجهول المحضر في 4-6 M HCl
- ✓ ثنائي ايثيل ايثر

- ✓ محلول $SnCl_2$
- ✓ محلول $K_2Cr_2O_7$ القياسي
- ✓ دليل ثنائي فينيل أمين
- ✓ ماء مقطر.

## المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- الايثر المستخدم في عملية الاستخلاص مادة سامة (تجنب استنشاقها وكذلك مادة سريعة الاشتعال تجنب تعريضها للهب مباشرة )
- لا ترمي بقايا الايثر في الحوض لأنها ملوثة للبيئة ولكن تجمع في عبوات زجاجية ذات لون قاتم

( لماذا) اشرح طريقة مناسبة لتنقيته ؟ وطريقة ملائمة للتخلص منه؟

- هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعليه يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين
- يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة

## خطوات العمل:

١. ينقل 25 مل من مجهول الحديديك المحضر في 4-6 M HCl إلى قمع فصل نظيف ويضاف إليه 25 مل من الإيثر ويرج مدة (2- 5) دقائق ويترك ليستقر.

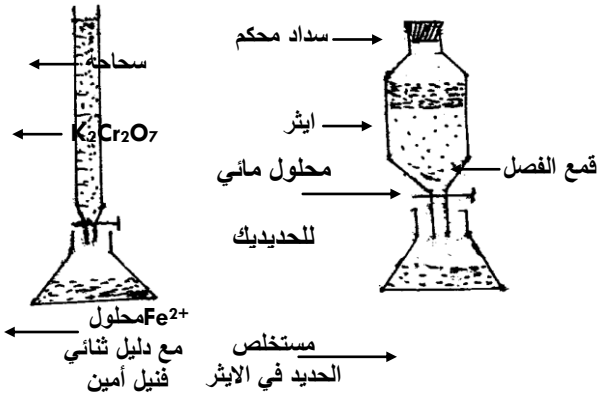
٢. تفصل الطبقة العضوية الكائنة في الأعلى عن الطبقة المائية وتجمع في دورق مخروطي.

٣. تضاف 25 ml أخرى من الإيثر إلى نفس محلول $Fe^{3+}$ المائي المفصول ويرج في قمع الفصل كما في الخطوة (1) وتفصل الطبقة العضوية وتجمع مع الطبقة العضوية المفصولة في خطوة 2 وتكرر العملية مرة ثالثة إذا تطلب ذلك.

٤. تجمع الطبقات العضوية المفصولة سوية ويضاف إليها ( 25 ml) ماء مقطر لاسترجاع $Fe^{3+}$ من طبقة الإيثر، وإعادة الإيثر إلى زجاجة خاصة للاستفادة منه

٥. يسخن المحلول المسترجع في حمام مائي ومن ثم يضاف إليه $SnCl_2$ مع الرج الشديد حتى يزول اللون الأصفر حيث يختزل $Fe^{3+}$ إلى $Fe^{2+}$. (تأكد من تمام الاختزال ؟؟)

٦. يضاف للمحلول بضع قطرات من دليل ثنائي فينيل أمين ويعاير مع محلول $K_2Cr_2O_7$ حتى ظهور اللون الأزرق الأرجواني.




أدوات استخلاص الحديد على شكل $FeCl_4^-$ وتقديره بتسحيحه مع محلول $K_2Cr_2O_7$ في وسط حامضي بوجود دليل ثنائي فنيل أمين.

| المعايرة / الحجم | المعايرة الاولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن الحديد بالجرام |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

## الحسـابـات:

يحسب وزن $Fe^{3+}$ في المجهول كما يأتي:

$$wt\ Fe^{3+}\ (mg) = eq.\ wt.\ Fe^{3+} \times N\ K_2Cr_2O_7 \times V\ K_2Cr_2O_7$$

$$eq.\ wt.\ Fe^{3+} \text{ الوزن المكافئ} (Fe^{3+} = (\ 55.85.$$

## ملاحظـــة:

1- في هذه الحسابات قد تم تسحيح كل حجم $Fe^{3+}$ المستخلص والمحول إلى $Fe^{2+}$.

2- يمكن تقدير تركيز الحديد بعد استرجاعه من طبقة الايثر بطريقة طيفية بفاعلته مع الكاشف الطيفي ( 1,10) phenanthrolene بعد اختزال الحديد الثلاثي بواسطة هيدروكسيل امين هيدروكلوريد وعند طول موجي 510 nm .

## أسئلة للتقويم:-

١ - لماذا تم إضافة $SnCl_2$ إلي محلول الحديد قبل إجراء المعايرة؟

٢ - وضح كيف تم الحصول على المعادلة المستخدمة في الحسابات لإيجاد وزن الحديد؟

٣ - فسر الالية المقترحة لعملية الاستخلاص؟

٤ - هل يمكن استخدام البنزين بدلا من ثنائي ايثيل ايثر في عملية الاستخلاص؟ علل اجابتك؟

٥ - ماهي المذيبات الأخرى الممكن استخدامها في هذه التجربة؟

**العنوان : استخلاص الحديد من المحلول المائي بواسطة ثنائي ايثيل إيثر باستخدام قمع الفصل وتقدير تركيزه في المجهول المعطى.**

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائج:

- حجم الطبقة المائية.....
- حجم الطبقة العضوية:- .....
- زمن الرج:-..... معامل التوزيع:-..... القانون المستخدم:- .....

التركيز الابتدائي للحديد:-.....

التركيز النهائي للحديد:-.....

كفأة الاستخلاص:-.....

طريقة القياس:-.....

المجموعة الهندسية للأبحاث البيئية
Exclusive
Environmental Engineering Group

## تجربة رقم (2) :تقدير النسبة المئوية لاستخلاص اليود بواسطة مذيب عضوي

### ▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

١ - كيف يمكن تحضير محلول مائي من اليود؟

٢ - ما هي الصيغة الكيميائية للمعقد المتكون ؟

٣ - ما هي أنظمة الاستخلاص المختلفة؟

### الخلفية النظرية:

تعتبر طرق الاستخلاص بالمذيب من أقدم الطرق المستخدمة لتنقية وفصل بعض المركبات الكيميائية حيث تعتمد على توزيع المادة نفسها بين طورين عديمي الامتزاج بنسب مختلفة. وتنقسم أنظمة الاستخلاص بالمذيب إلى:

١ - استخلاص المركبات التساهمية

٢ - استخلاص ايونات الفلزات بعد مفاعلاتها مع كاشف تعقيد (ليجند) وتحويلها إلى مركبات مخلبية متعادلة( Neutral (Metal Chelate

٣ - استخلاص المركبات العنقودية الضخمة

يعتبر استخلاص اليود بواسطة مذيب عضوي مثال لنظام استخلاص الجزئيات المتعادلة التساهمية و التي لا تحتاج إلى وسط لاستخلاص اليود لأنه متعادل وينتقل بسهولة إلى الوسط العضوي عند إضافة مذيب عضوي مثل (الكلوروفورم) إلى محلول اليود المائي وبعد الرج يترك المحلول ليستقر حيث نجد أن معظم اليود انتقل إلى الوسط العضوي. وبالتالي يمكن حساب معامل التوزيع باستخدام القانون التالي

$$K_d = [c]_o / [c]_a$$

حيث $K_d$ = يمثل معامل التوزيع لليود بين الطبقة المائية والطبق العضوية

$[c]_o$ = يمثل تركيز اليود في الطبقة العضوية

$[c]_a$ = يمثل تركيز اليود في الطبقة المائية

يمكننا إجراء الاستخلاص إما على دفعة واحدة أو على عدة دفع باستخدام أحجامًا مختلفة من المذيب العضوي الكلورفورم و من ثم نحسب النسبة المئوية للاستخلاص E % (Extraction) بمعايرة الطبقة المائية في كل حالة بالمعايرة مع ثيوكبريتات الصوديوم، حسب المعادلة:

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

### <u>الهدف من التجربة:</u> يتوقع من الطالب بعد إجراء التجربة:

١ أن يكن قادرا على التفريق بين انظمة الاستخلاص بالمذيب المختلفة

٢ أن يكن قادرا على التمييز بين المذيبات العضوية ذات الكثافة الأعلى أو الأقل من الماء

٣ أن يكن قادرا على التمييز بين المذيبات العضوية القطبية والغير قطبية من خلال الصيغة الكيميائية

٤ أن يكن قادرا على إجراء تجارب مشابهه لاستخلاص بعض العناصر الأخرى من خاماتها أو أي محاليل أخرى

٥ أن يكن قادرا على إجراء بعض الحسابات الأولية المتعلقة بأنظمة الاستخلاص.

### المواد المطلوبة-:

١ - ثيوكبريتات الصوديوم تركيزه 0.1 M

٢ - دليل النشا.

٣ - محلول اليود يحضر بإذابة 0.1 ml من اليود في 100 ml ماء مقطر
( يستخدم لاذابة اليود 3 جم من يوديد البوتاسيوم)

٤ - مذيب عضوي كلورفورم $CHCl_3$

**الأدوات المطلوبة:**

١ -قمع فصل سعة 100 ml

٢ حامل مزود بحلقة لاحتواء قمع الفصل

٣ -سحاحة سعة 25 ml

٤ -ماصة مدرجة سعة 10 ml

٥ -دورق مخروطي سعة 250 ml

٦ -دورق سعة 100 ml

٧ -دورق غسيل

**المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:**

- الكلوروفورم المستخدم في عملية الاستخلاص مادة سامة (تجنب استنشاقها وكذلك مادة سريعة الاشتعال تجنب تعريضها للهب مباشرة )
- لا ترمي بقايا الكلوروفورم في الحوض لأنها ملوثة للبيئة ولكن تجمع في عبوات زجاجية ذات لون قاتم ( لماذا) اشرح طريقة مناسبة لتنقيته ؟ وطريقة ملائمة للتخلص منه؟
- هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعليه يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين
- يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة

**خطوات التجربة:**

١ – انقل بالماصة 100 ml من المحلول المائي لليود وضعه في قمع فصل

٢ - قم بإجراء التجارب التالية مع رج المحلول لمدة 5 دقائق في كل مرة-:

أ - عملية استخلاص واحدة باستخدام 6 ml من المذيب

ب -عملية استخلاص واحدة باستخدام 18 ml من المذيب

ج - ثلاث عمليات استخلاص متتالية باستخدام 6 ml من المذيب العضوي كل مرة ليصبح حجم المذيب العضوي 18 ml

٣ -عاير كمية اليود المتبقي في الطبقة المائية لكل عملية استخلاص وذلك بأخذ بالماصة 5 ml من المحلول المائي ثم اضف 1ml من محلول النشاء ،عاير المحلول مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم القياس

٤ - كرر الخطوة 3 ثلاث مرات واحسب متوسط الحجم المستهلك

**النتائج والحسابات:**

١ - سجل حجم المعايرة لكل استخلاص.

٢ - احسب متوسط حجم المعايرة.

٣ - أحسب النسبة المئوية للاستخلاص.

٤ - أستنتج أفضل الطرق للفصل بمقارنة النتائج.

**القوانين المستخدمة للحسابات:**

(عدد مليمولات الثيوكبريتات = التركيز x الحجم بالملي (من المعايرة)

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

من المعادلة نجد أن نسبة التفاعل هي1:2

وعليه فان:

عدد مليمولات اليود =1

عدد مليمولات الثيوكبريتات = 2

عدد مليمولات اليود= 1 = التركيزx الحجم لليثوكبريتات

عدد مليمولات اليود في 100 ml من الطبقة المائية =

عدد مليمولات اليود في 5 ml x 5ml /100 5ml

(100 ml حجم المحلول الأصلي و 5 ml الحجم المعاير)

عدد مليمولات اليود الكلية = الوزن بالملي جرام / الوزن الجزيئي

عدد مليمولات اليود في الطبقة العضوية = عدد مليمولات اليود الكلية – عدد مليمولات اليود في الطبقة المائية.

النسبة المئوية لاستخلاص اليود عند حجم مل من الكلورفوم

= عدد مليمولات اليود في الطبقة العضوية / عدد مليمولات اليود الكلية × 100

**مثال:** عند استخلاص اليود في محلولة المائي باستخدام 20 ml من المذيب العضوي ومعايرة المتبقي من اليود في الطبقة المائية بواسطة ثيوكبريتات الصوديوم 0.01M كان حجم الثيوكبريتات اللازم هو3.5 ml احسب النسبة المئوية للاستخلاص

الحل:

عدد مليمولات اليود في 100 ml من الطبقة المائية = 3.5× 0.01 = 0.035 *mmol*

عدد مليمولات اليود في الطبقة المائية = 0.035/2 = 0.0175 mmol

عدد مليمولات اليود في 100 ml من الطبقة المائية = 20× 0.0175 = 0.35*mmol*

عدد مولات اليود الكلية = الوزن / الوزن الجزيئي = 0.3937 =0.01 x 1000/ 2x127

عدد مليمولات اليود في الطبقة العضوية = عدد مليمولات اليود الكلية – عدد مليمولات اليود في الطبقة المائية

0.3937 - 0.35 = 0.0437 *mmole*

اليود في الطبقة المائية 0.3937 – 0.35 = 0.0437 *mmol*

النسبة المئوية للاستخلاص = 0,0437/0,3937 x 100 = 11.1 %

**القويـــــــــم:**

س1- 1 g 100 ml إذا كان لديك 1 g من اليود في محلول مائي حجمه 100 ml ويراد استخلاصه بواسطة 100 ml من الكلوروفورم فاذا كان معامل التوزيع لهذه المادة ⅓ عند 25 $C^o$ فما النسبة المؤية لليود المستخلص إذا استخدمنا

ا- 100 ml من الكلوروفورم دفعة واحدة

ب- 100 ml من الكلوروفورم على ثلاث دفعات

أيهما أفضل ؟ ولماذا؟

ج- احسب حجم الكلوروفورم اللازم لاستخلاص 99.99 % من اليود دفعة واحدة

س 2 – ماهو الفرق بين معامل التوزيع distribution coefficient ونسبة التوزيع distribution ratio.

## العنوان : تقدير النسبة المئوية لاستخلاص اليود بواسطة مذيب عضوي

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائج:

- حجم الطبقة المائية.....

- حجم الطبقة العضوية:- ..... المذيب المستخدم:-.....

- زمن الرج:-..... عدد مرات الاستخلاص:-.....

معامل التوزيع:-..... القانون المستخدم:- .....

التركيز الابتدائي لليود:-.....

حجم ثيوكبريتات الصوديوم المستهلكة :-..... تركيز ثيوكبريتات الصوديوم:- .....

كفأة الاستخلاص:-.....

# تجربة رقم (3)

## الاستخلاص بالمذيبات العضوية

## استخلاص النحاس بالدايثيزون المذاب في رابع كلوريد الكربون

- **أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:**

1– ما هي الصيغة الكيميائية للمعقد المتكون؟

٢ - كيف تسمي مثل هذا النوع من المعقدات ؟

٣ - الى اي نوع من انظمة الاستخلاص ينتمي مثل هذا النوع من التجارب ؟

٤ - كيف تحضر محلول قياسي لايون النحاس تركيزه 100 ppm في دورق قياسي سعة 250 ml

أ - من ملح كلوريد النحاس؟

ب - من فلز النحاس النقي؟

### الأساس النظري:

تعتبر طرق الفصل مهمة جدا في الكيمياء التحليلية حيث يمكن بواسطتها حل الكثير من المشاكل التي تعترض المحلل الكيميائي. تعتمد طرق الفصل على وجود اختلاف في خاصية واحدة أو أكثر من الخواص الفيزيائية أو الكيميائية للمواد المراد فصلها مثل الذوبان و الذوبان التجزيئي و الامتزاز على سطح نشط و درجة الغليان و الانصهار و التبادل الأيوني و حجم الجزيئات و كلما زاد الاختلاف بين هذه الخواص أصبح الفصل أسهل.

### مبادئ الاستخلاص بالمذيبات:

عندما نضيف مذيبين لا يمتزجان أبدا مثل محلول مائي يحوي على مادتين و مذيب عضوي و بعد الرج لفترة زمنية معينة ( لحدوث الاتزان) و ترك المحلول ليستقر نلاحظ انه إذا كانت إحدى المادتين تذوب في المذيب العضوي أكثر من الماء فإن معظم أو كل كمية هذه المادة سوف تنتقل إلى الطبقة العضوية عندها نقول أن المادة استخلصت. يمكن القول أن المادة المذابة تفضل المذيب الذي تكون فيه أكثر ثباتا و هناك قاعدة تقول أن المذيبات تذيب المواد المشابهة لها بالتركيب.

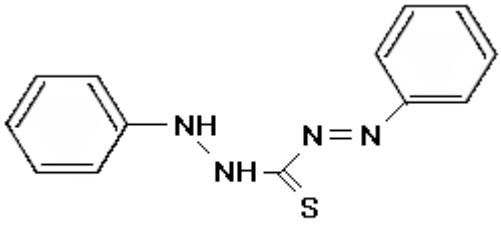
### استخلاص المعقدات الفلزية المخلبية Metal Chelates :

أكثرها استخداما تلك الطرق التي تعتمد على تكوين جزيء مخلبي (Chelate Molecule) عن طريق مفاعلة أيون الفلز مع عامل التعقيد العضوي المخلبي ( Organic Chelating Agent) الحاوي على مجموعة وظيفية أو أكثر قادرة على منح الإلكترونات. و هذه المركبات الناتجة لها طبيعة عضوية أكثر منها لاعضوية و بالتالي تذوب في المذيبات العضوية أكثر من الماء.

معظم عوامل التعقيد هي أحماض ضعيفة و عند تفاعلها مع ايون الفلز فان هذا الايون يحل محل أيون الهيدروجين فيتكون لدينا معقد مخلبي متعادل الشحنة.

نأخذ مثال على ذلك عامل التعقيد المسمى بالدايثيزون(Dithizone) يمكن كتابة معادلة تفاعله مع ايون فلز ثنائي الشحنة كالتالي:

**$M^{2+}$ + 2 Dithizone → Metal Chelate Molecule**




Dithizone

نسبة التوزيع لهذا النوع من المعقدات عادة تكون عالية و بالتالي يتم الاستخلاص في المرحلة الأولى أو الثانية على الأكثر.

من شروط صحة عملية الاستخلاص:

١ – المذيبين المستخدمين لا يمتزجان و لا يتفاعلان مع المادة المذابة فيهما.

٢ – ثابت ذوبان المادة في أحد الوسطين اكبر من ثابت ذوبانها في الوسط الثاني

**الهدف من التجربة: يتوقع من الطالب بعد إجراء التجربة:**

١ - فصل ايون النحاس من محاليله المائية و تقدير تركيزه طيفيا

٢ - أن يكن قادرا على إجراء تجارب مشابهه لاستخلاص بعض العناصر الأخرى من خاماتها أو أي محاليل أخرى

٣ - أن يكن قادرا على إجراء بعض الحسابات الأولية المتعلقة بأنظمة الاستخلاص.

٤ - ان يربط بين طرق الاستخلاص والطرق الطيفية للقياس

**الأدوات المستخدمة:**

- ✓ قمع فصل
- ✓ جهاز الطيف المرئي
- ✓ ميزان حساس.
- ✓ كاس زجاجي سعة 5 ml (لوزن العينة)
- ✓ سحاحة (25 ml)
- ✓ ماصة مدرجة (1 ml)
- ✓ حامل مزود بحلقة لاحتواء قمع الفصل
- ✓ انابيب اختبار عدد 10
- ✓ حامل انابيب
- ✓ دورق غسيل
- ✓ دورق حجمي سعة (25 ml) عدد خمسة، ( 100 ml ) ، ( 50 ml ).

## الكواشف المطلوبة:

- ✓ محلول قياسي من $Cu^{2+}$ تركيزه 50 ppm
- ✓ محلول دايثيزون مذاب في رابع كلوريد الكربون
- ✓ محلول HCl مركز
- ✓ ماء مقطر.
- ✓ رابع كلوريد الكربون

## المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- رابع كلوريد الكربون المستخدم في عملية الاستخلاص مادة سامة ( تجنب استنشاقها وكذلك مادة سريعة الاشتعال تجنب تعريضها للهب مباشرة )
- مادة الدايثيزون مادة ملونة تجنب ملامستها للجلد او الملابس.
- حمض الهيدروكلوريك لها تأثير حارق على الجسم وعليه يجب الحذر من ملامسته للجسم أو العينين
- يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة
- لا ترمي بقايا المذيب العضوي في الحوض لأنها ملوثة للبيئة ولكن تجمع في عبوات زجاجية ذات لون قاتم ( لماذا) اشرح طريقة مناسبة لتنقيته ؟ وطريقة ملائمة للتخلص منه؟

## خطوات العمل:

١ - حضر محلول قياسي من ايون النحاس بتركيز 50 ppm في دورق حجمي سعة 50 ml

٢ - حضر سلسلة من المحاليل القياسية بتراكيز

(0.25 ppm, 0.5 ppm, 1 ppm ) في دورق قياسي سعة 25 مل

٣ - اضف الى كل دورق 1 ml من حمض الهيدروكلوريك المركز.

٤ - اكمل بالماء حتى العلامة

٥ - انقل محتويات الدورق رقم 1 الى قمع فصل سعة 100 ml

٦ - اضف اليه 5 ml من محلول الدايثيزون المذاب في رابع كلوريد الكربون.

٧ - رج المحلول لمدة خمس دقائق.

٨ - افصل الطبقة العضوية الى انبوبة اختبار

٩ - كرر عملية الفصل مرة أخرى (الخطوات 6- 7)

١٠ - افصل الطبقة العضوية ثم اجمعها مع الطبقة العضوية المفصولة (خطوة رقم8).

١١ - كرر نفس خطوات الفصل السابقة مع بقية المحاليل

12– قس تراكيز النحاس مستخدما جهاز الطيف المرئي عند طول موجي ($\lambda_{max}$= 510 nm)

مستخدما المحلول الخالي (blank) لضبط الجهاز

13– ارسم المنحنى القياسي بين تراكيز النحاس والامتصاصية (قانون بير- لامبرت)

14– قم باستخلاص العينة المجهولة ومن ثم قياس امتصاصيتها كما سبق.

15- من منحنى الامتصاص احسب تركيز النحاس في العينة المجهولة.

**النتائـــــج والحسابات:**

دون نتائجك في جدول كالاتي

| | St1 | St2 | St3 | العينة | تركيز العينة |
|---|---|---|---|---|---|
| Conc. ppm | 0.25 | 0.5 | 1.0 | X ? | |
| Abs. | | | | | |
| Slope m | | | | | |

من المنحنى نحسب الميل ثم نعوض بقانون المربع الاصغر

$$y = mx + b$$

حيث y = الامتصاصية M = التركيز X = الميل b = الجزء المقطوع من محور y

ثم نعوض عن امتصاصية العينة المجهولة ومن ثم نحسب التركيز

**التقويـــــم:**

**س 1 - ما هي مميزات عملية الاستخلاص بالمذيب؟**

**س2- ما هي عيوب الاستخلاص بالمذيب؟**

**س3- كيف يمكنك تحديد أفضل طول موجي للقياس $\lambda_{max}$ ؟**

**س4- ما هو محلول البلانك blank solution ؟ و ما هي أهميته في طرق القياس الطيفي؟**

**العنوان :** الاستخلاص بالمذيبات العضوية (استخلاص النحاس بالدايثيزون المذاب في رابع كلوريد الكربون)

## التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائج:

- حجم الطبقة المائية.....
- حجم الطبقة العضوية:- ..... المذيب المستخدم:-.....
- زمن الرج:-..... عدد مرات الاستخلاص:-.....

معامل التوزيع:-..... القانون المستخدم:- .....

| | St1 | St2 | St3 | العينة | تركيز العينة |
|---|---|---|---|---|---|
| Conc. Ppm | 0.25 | 0.5 | 1.0 | X ? | |
| Abs. | | | | | |
| Slope m | | | | | |

# تجربة رقم( 4 )

# تعيين سعة المبادلات الأيونية

## ▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

١ - ما هي الانواع المختلفة للمبادلات؟

٢ - كيف يمكن تحضير مبادل كاتيوني قوي و اخر ضعيف؟

٣ –اشرح باختصار مبداء عمل المبادلات الايونية؟

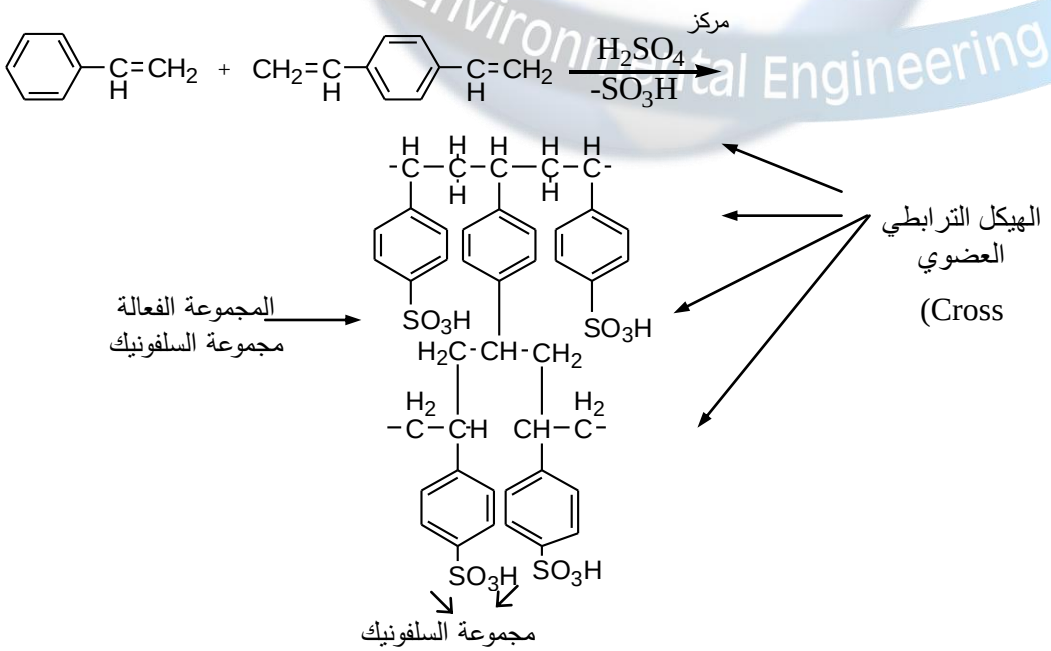
٤ –ما المقصود بسعة المبادل الايوني؟

## الخلفية النظرية:

يقصد بالتبادل الأيوني (Ion-Exchange) تبادل الأيونات متشابهة الشحنة بين محلول ومادة صلبة غير ذائبة في ذلك المحلول.

ويطلق على المادة الصلبة اسم المبادل الأيوني (Ion-Exchanger) أو تسمى الراتنج (Resin). ويحمل المبادل الأيوني أيونات خاصة به ، كما أنه ذو تركيب جزيئي تنافذي حيث يمكن للأيونات وجزيئات المذيب أن تمر خلاله بسهولة وحرية.

توجد كثير من المواد الصلبة منها طبيعية مثل المعادن الطينية وصناعية ذات خصائص التبادل الأيوني ولكن من الناحية التحليلية العملية فإن تلك المبادلات الأيونية العضوية المصنعة ذات أهمية كبيرة .




تعتمد سعة المبادل الأيوني على العدد الكلي للمجاميع الأيونية الفعالة في وحدة الوزن لمادة الراتنج (المبادل الأيوني) ، وكلما زاد عدد أيونات المبادل تزداد سعة المبادل الأيوني.

ويعبّر عن سعة المبادل الأيوني الكلية بعدد الملي مكافئات لكل غرام واحد من المبادل الأيوني. يمكن قياس سعة المبادل الكاتيوني الحامضي القوي بتقدير عدد المليجرامات المكافئة لأيونات الصوديوم الممتصة أو المتبادلة مع 1غم من المبادل الأيوني الجاف الحامل لأيون الهيدروجين (في دورة الهيدروجين):

$$Res\text{-}SO_3^-H^+ + Na^+ \longrightarrow Res\text{-}SO_3Na + H^+$$

فإذا أخذنا موقع استبدال واحد من الراتنج مثلا :

وزنه الجزيئي يساوي 184 جم /مول

$$Res\text{-}SO_3^-H^+ + NaOH \longrightarrow Res\text{-}SO_3Na + H^+$$

184 gm → 1 eq $Na^+$

184 gm → 1000 meq $Na^+$

1 gm → x meq

سعة المبادل الكلية = 1 X 1000/ 184 = 5.4 meq/g

وهذا يعني انه عندما يحتل كل مواقع الاستبدال للراتنج بواسطة الصوديوم نجد ان 1 جم من الراتنج ياخذ 5.4 ملي مكافئ صوديوم.

## الهدف من التجربة: يتوقع من الطالب بعد إجراء التجربة:

١ - أن يكن قادرا على تعيين سعة المبادلات الكاتيونية ( أي عدد المجاميع الفعالة القابلة للاستبدال على هيكل المبادلات الكاتيونية الصلبة)

٢ - ان يكون قادرا على التعبئة الجيدة للاعمدة

٣ - ان يلم بالحسابات الاولية المتعلقة بالتجربة

### الادوات المطلوبة:-

١ - دورق مخروطي سعة 250 مل عدد 1

٢ - كاس زجاجي سعة 250 مل عدد 2

٣ - سحاحة سعة 25 مل أو سعة 50 مل

٤ - ماصة سعة 10 مل عدد 1

٥ - دورق قياسي سعة 100 مل

### المواد المطلوبة:

١ - مبادل كاتيوني قوي في الشكل الهيدروجيني

٢ - محاول منNaOH تركيزه 0.01 N

٣ - محاول من NaCl تركيزه 0.25 N

٤ - دليل فينولفثالين

### المخاطر المتوقعة:

١ – هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعليه يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين

٢ –يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة

## خطوات العمل:

1 - زن لأقرب ثلاثة أرقام عشرية ما يقارب 0.5 جم من المبادل الكاتيوني القوي(الراتنج) الجاف من النوع ( Amberlite - IR 120) أو أي نوع أخر.

٢ - انقل الوزنة إلى كاس زجاجي سعة 250 مل

٣ - أضف 50 مل من محلول Sodium Chloride تركيزه 2 N على 5 دفعات كل دفعة 10 مل مع التقليب المستمر لمدة دقيقة في كل حالة

٤ - اترك المحلول مع المبادل لمدة 10 دقائق

٥ - انقل المحلول كميا إلى كأس آخر دون السماح لأي من حبيبات المبادل بالانتقال

٦ - اغسل المبادل بكمية مناسبة من الماء المقطر

٧ - انقل محلول الغسيل إلى المحلول السابق

٨ - انقل المحلول إلى دورق قياسي سعة 100 مل ثم أكمل المحلول بالماء المقطر حتى العلامة

٩ - انقل بالماصة 10 مل من المحلول إلى دورق مخروطي

١٠ - عاير مع هيدروكسيد الصوديوم الموجود بالسحاحة في وجود دليل الفينولفثالين ph.ph

١١ - كرر الخطوات السابقة ( 9 - 10 ) ثلاث مرات ثم احسب المتوسط

## النتائــج و الحسابات:

سجل أحجام المعايرات في الجدول التالي:

| المعايرة / الحجم | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | سعة المبادل الكلية |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم الابتدائي | | | | | |
| الحجم النهائي | | | | | |
| الحجم المستهلك | | | | | |

احسب السعة الاستبدالية الكلية (ملي مكافئ / جم ) كالأتي:

$$\text{سعة المبادل الكلية} = \frac{N \times V \times 10}{W}$$

حيث : N عيارية هيدروكسيد الصوديوم ، V حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك

W وزن المبادل الأيوني المستخدم بالجرام ، 10 معامل التخفيف

## التقويم:-

١ - عرف المبادل الايونية ؟ وما الفرق بين المبادل الأنيوني والمبادل الكاتيوني من حيث التركيب والاستخدام؟

٢ - ما الفرق بين المبادلات الكاتيونية القوية و المبادلات الكاتيونية الضعيفة ؟ اذكر مثال لكل نوع؟

٣ - مبادل كاتيوني بالشكل الهيدروجيني وزنه جافا 250 جرام إذا علمت أن موقع استبداله الوحيد تم استبداله كليا باستخدام 2 جرام مكافئ من كلوريد الصوديوم ، احسب سعة المبادل الكلية؟

٤ - علل سبب إضافة ثنائي فينيل بنزين إلى عديد الاستيرين عند تحضير الراتنج؟

٥ - ما هي العوامل التي تتحكم بعملية الاستبدال الايوني؟

## العنوان : تعيين سعة المبادلات الأيونية

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائج:

- كمية الراتنج المستخدم:- .....

- حجم كبريتات الصوديوم المستخدم ..... تركيزها :-.....

- حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك في المعايرة:-..... تركيزها :-.....

الدليل المستخدم.....

سعة المبادل الكاتيوني:.....

المجموعة الهندسية للأبحاث البيئية
Exclusive
Environmental Engineering Group

# تجربة رقم ( 5 )

## تقدير المجموع الكلي للكاتيونات(عسر الماء) في ماء الحنفية

**▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:**

١ - ما المقصود بالعسر؟

٢ - ما المقصود بـ : -

أ - العسر الكلي

ب - العسر المؤقت

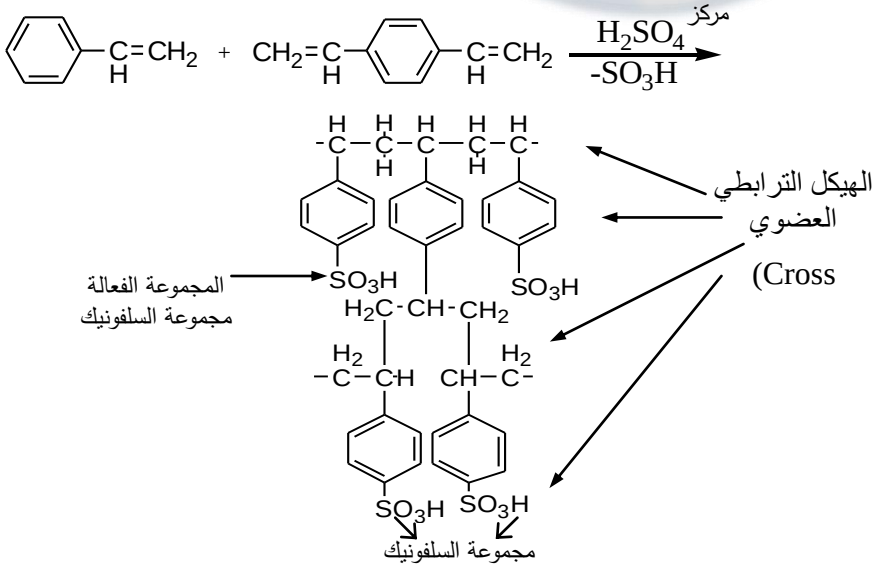
جـ - العسر الدائم

٣ - كيف يمكن تقدير تركيز كل من الكالسيوم والماغنسيوم في الماء؟

٤ - علل يعبر عن العسر الكلي بوحدات ppm في صورة $CaCO_3$ ؟

## الخلفية النظرية:

تحضر المبادلات الكايتونية من بلمرة الستايرين مع قليل من ثنائي فينايل بنزين وإدخال مجموعة السلفونيك في الموضع بارا بمعاملة البوليمر بحامض الكبريتيك المركز، فيتألف المبادل الأيوني من نسيج (هيكل) ترابطي عضوي ميال للماء فإذا نقع المبادل في المساء انتفخ وانتشرت المجاميع الفعالة وسهل للأيونات والمحاليل الانسياب من خلاله.



والنسيج العضوي الترابطي ضروري لزيادة كثافة المبادل وزيادة وزنه واستقراره في العمود أي أنه لا يطفو بل يستقر لكثافته العالية على المحاليل المائية.

أما الجزء الثاني من البوليمر فهي المجاميع الفعالة التي يحصل عليها التبادل الأيوني والمجموعة مؤلفة من جزئين: جزء مرتبط بجسم المبادل والآخر معادل له لكنه حر الحركة وهو الذي يحصل معه التبادل الأيوني مع الأيونات المماثلة في المحلول الكائن بين دقائق المبادل الأيوني.

ويعبر عن المبادل الكايتوني غالباً Res- $SO_3H$ حيث يمثل Res الراتنج وهو جسم المبادل العضوي أما $-SO_3H$ فهي المجموعة الفعالة في دورة الهيدروجين. وقد يحل $Na^+$ أو $K^+$, $NH_4^+$ محل ايونات الهيدروجين فيكون المبادل عندئذ في دورة البوتاسيوم أو الصوديوم أو الأمونيوم .. وهكذا حتى يحصل التبادل بين أيونات المحلول والمبادل الأيوني ، فتحل أيونات الفلزات محل ايونات الهيدروجين وتتحرر الحوامض المقابلة التي تنساب إلى خارج عمود المبادل الأيوني وهذا هو الأساس الذي تستند عليه عملية الفصل. وقد تستخدم السحاحة كعمود للمبادل الأيوني سواء كانت بحجم ( 50 ml) أو (25 ml) ويوضع في قعرها صوف زجاجي لمنع انسياب حبات المبادل إلى السداده الذي قد يؤدي غلق مسار الأنبوب.

☒ ينقع أولاً المبادل الأيوني في الماء أو في حامض مناسب بتركيز معين على الأقل مدة يوم أو يومين قبل نقله إلى عمود الفصل ، وذلك لإعطائه الفرصة المناسبة للتشرب بالماء والانتفاخ وازدياد حجمه. وإذا نقل مباشرة دون نقع إلى العمود فإنه قد يؤدي إلى كسر العمود عند انتفاخه وتشربه بالماء. لا يسمح بنزول محلول التبادل تحت سطح المبادل (علل؟) لذا يجب الانتباه إلى ذلك وإذا حصل مثل هذا فيدخل قضيب زجاجي طويل من أعلى المبادل ويرج المبادل مع المحلول لإخراج الفقاعات الهوائية أو يربط من الأسفل بخزان ماء مقطر ويضخ الماء إلى الأعلى حيث يزيل فقاعات الهواء من العمود.

☒ لتحفيز عمود التبادل ينقل المبادل مع محلوله إلى العمود ويفتح السداد لكي يستقر المبادل مع انسياب المحلول إلى الخارج ويستمر في الإضافة مع انسياب المحلول إلى الخارج حتى نحصل على عمود المبادل الأيوني بارتفاع (10-15cm).

## الهدف من التجربة:

تقدير المجموع الكلي للكاتيونات( عسر الماء) في ماء الحنفية باستخدام بمبادل كايتوني في دورة الهيدروجين

## المواد المطلوبة:

١ - مبادل كاتيوني قوي في الشكل الهيدروجيني Amberlite - IR 120 أو أي نوع أخر
٢ - عمود فصل على شكل سحاحة بحجم 25 ml
٣ - سحاحة سعة 25 مل أو سعة 50 مل
٤ - كاس زجاجي سعة 250 مل عدد 2
٥ - دورق قياسي سعة 100 مل
٦ - دورق مخروطي سعة 250 ml
٧ - محلول NaOH تركيزه 0.05 N
٨ - ماء من حنفية المعمل او المنزل او غيره
٩ - دليل الميثيل البرتقالي M.O.
١٠ - ورقة قياس الأس الهيدروجيني pH .

## المخاطر المتوقعة:

☒ هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعلية يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين

- ☒ يجب الحذر من استخدام الادوات الزجاجية المكسرة لانها قد تؤذيك.
- ☒ يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة

**خطوات العمل:**

١) بعد تحفيز عمود التبادل الأيوني يغسل بحامض ( HCl 3M) للتأكد من كون العمود في دورة الهيدروجين .Res–$SO_3H$

٢) ينظم انسياب المحلول إلى الخارج بسرعة ( 3-4ml) في الدقيقة حتى يكون المتدفق من العمود حامضياً ويتأكد من ذلك باستعمال ورق pH.

٣) ينظف العمود من الحامض وذلك بإضافة الماء المقطر إلى العمود ويسمح له بالانسياب حتى يكون المحلول المتدفق متعادلاً (pH 7) ولمعرفة ذلك يستخدم ورق pH عندئذ يكون العمود قد نظف تماماً من أيونات الهيدروجين.

٤) يمرر 200 ml من ماء الحنفية خلال العمود ويسمح له بالمرور خلال المبادل بنفس السرعة السابقة أعلاه 3-4 ml

٥) تهمل 50 ml الأولى وتجمع 100 ml من المحلول المتدفق في دورق و 100 ml أخرى في دورق آخر.

٦) تعاير المحاليل المتدفقة المجمعة في الدورقين مع محلول NaOH 0.005 M باستعمال دليل الميثيل الأحمر (M.R.) أو الميثيل البرتقالي (M.O.). علل عدم استخدام دليل ph.ph

**النتائـــــــــج و الحسابات:**

سجل أحجام المعايرات في الجدول التالي:

| المعايرة / الحجم | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | متوسط الحجم المستهلك مل |
|---|---|---|---|
| الحجم الابتدائي | | | |
| الحجم النهائي | | | |
| الحجم المستهلك | | | |

يحسب المحتوى الكلي للكايتونات على شكل جزء من المليون (ppm) بدلالة $CaCO_3$ كما يلي:

$$C_{ppm\ as\ CaCO_3} = V \times N \times 50 \times 1000/V^-$$

الوزن المكافئ لـ $CaCO_3$ = 50 جم / مكافئ

V = حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك

N = عيارية هيدروكسيد الصوديوم المستخدمة

1000 = معامل التحويل من جم / لتر الى مجم / لتر

$V^-$ = حجم ماء الحنفية المراد تقدير تركيز الكايتونات الكلي فيه.

**التقويـــــــــم:**

١ –ماهي الكواشف الكيميائية المحملة على ورقة قياس الأس الهيدروجيني pH

٢ – اذكر بعض اسم الطالب:اء التجارية للأنواع المختلفة من المبادلات الايونية؟

٣ – ماذا نعني بكلمة Amberlite - IR 120 ؟

٤ – ما المقصود بالماء الخالي من الايونات (deionized water)؟ ما هو الفرق بينه وبين الماء المقطر ( distilled water)؟

المجموعة الهندسية للأبحاث البيئية
Exclusive
Environmental Engineering Group

## العنوان: تقدير المجموع الكلي للكاتيونات (عسر الماء) في ماء الحنفية

### التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائج:

- حجم ماء الحنفية المستخدم:- .....
- الحجم النازل من العمود:-.....
- الحجم المستهلك للمعايرة:- .....
- معامل التخفيف:- .....
- حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك في المعايرة:-..... تركيزها :-.....

الدليل المستخدم .....

القانون المستخدم:- .....

العسر الكلي للماء:.....

المجموعة الهندسية للأبحاث البيئية Exclusive Environmental Engineering Group

# تجربة رقم (6)

## على مبادل أنيوني-Br و -Clمن فصل خليط

**▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:**

١ - اعطي مثال لمبادل انيوني؟

٢ - ما الانواع المختلفة للمعايرات الفضية؟

٣ - لماذا يجب ان يكون المبادل الانيوني في دورة النترات وليس في دورة الكلوريد؟

## الخلفية النظرية:

**تعتبر المبادلات الأنيونية القوية في دورة الهيدروكسيل مناسبة جدا لفصل الانيونات حيث يعبر عن معامل توزيع أو معامل انتشار المذاب أو المادة المراد فصلها بين المحلول والمبادل الأيوني (الراتنج) بالعلاقة الآتية:**

$$K_d = \frac{\text{كمية المذاب في المبادل الأيوني}}{\text{وزن المبادل الأيوني (غم)}} \Big/ \frac{\text{كمية المذاب في المحلول الكائن بين دقائق المبادل الأيوني}}{\text{حجم المحلول (مللتر).}} \quad \ldots\ldots\ldots (1)$$

حيث $K_d$ تمثل معامل توزيع المذاب بين المبادل الأيوني والمحلول.

أما عامل الفصل Separation factor (α) فيعتبر مقياساً لعملية الفصل لمادتين ويعبر عنه بالعلاقة الآتية:

$$\alpha = \frac{K_{d1}}{K_{d2}} \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (2)$$

حيث $K_{d1}$ ، $K_{d2}$ هما معاملا التوزيع الوزنية للمادتين أو المذابين ( 1) ، (2) . وكلما كانت قيمة عامل الفصل عالية كلما كان الفصل سهلاً وعملياً ومناسباً.

فإذا كان $\alpha = 1$ فلا يقع فصل حيث تخرج المادتان من المبادل الأيوني دون أن تنفصلا أي تخرجان سوية.

وإذا كانت $\alpha < 1$ أو $\alpha > 1$ فإنه سيقع فصل مناسب للمادتين ( 1) و (2) وستخرجان الواحدة بعد الأخرى. ويمكن الحصول على فصل كمي إذا كانت $\alpha > 1.2$ أو $\alpha < 0.8$

توجد علاقة مهمة بين معامل التوزيع الوزني وحجم المحلول اللازم لإزاحة المادة المفصولة من العمود ويعبر عنها بـ $V_{max}$ وهو أقصى حجم يلزم لإزاحة المادة المراد فصلها بصورة تامة من العمود ويعبر عنه كما يأتي:

$$V_{max} = K_d V_o + V_o \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (3)$$

حيث يعبر $V_o$ عن حجم المحلول أو السائل بين دقائق المبادل الأيوني في عمود المبادل الأيوني.

وإذا كانت حبّات الراتنج كروية وذات حجم منتظم ومعبأة بصورة جيدة ومتقاربة في العمود فإن $V_o$ تساوي تقريباً 0.4 من الحجم الكلي لعمود المبادل الأيوني $V_b$ .

$$\frac{V_o}{V_b} = \beta \quad \text{.....(4)}$$

حيث $\beta$ = نسبة حجم المحلول بين دقائق المبادل الأيوني إلى الحجم الكلي للعمود $V_b$.

يعبّر عن معامل التوزيع الحجمي للأيون بالعلاقة الآتية:

$$D_V = \frac{\text{كمية الأيون في مللتر واحد من الراتنج}}{\text{كمية الأيون في مللتر واحد من الحجم الكلي } V_o} \quad \text{..... (5)}$$

لذا فإنه يمكن ربط $D_V$ بمعامل التوزيع الحجمي كما يأتي:

$$V_{max} = K_d \ \beta \quad \text{.....(6)}$$

حيث $\frac{V_o}{V_b} = \beta$

وبالتعويض في العلاقة (3) يحصل على:

$$V_{max} = V_b (D_V + \beta) \quad \text{..... (7)}$$

تكون هذه العلاقة صحيحة فقط عندما تكون تعبئة العمود أقل من 5% من سعته.

**مثـــــال:** مزيج من 0.05 مليمول من كل من $Cl^-$ و $Br^-$ أريد فصله على مبادل أنيوني في عمود طوله 10 سم ومساحة مقطعه 1 سم$^2$ باستعمال 0.035M من محلول $KNO_3$. كانت معاملات التوزيع $K_d$ لكل من $Cl^-$ ، $Br^-$ ، 29 ، 65 على التوالي. بين فيما إذا كان يمكن فصل هذين الأيونين بواسطة محلول $KNO_3$ على هذا العمود .

**الحـــــل:** معامل الفصل $\alpha = \frac{Kd_1}{Kd_2} = \frac{65}{29} = 2.24$

تبيّن هذه القيمة لعامل الفصل قدرة العمود على فصل هذين الأيونين و يمكن تأكيد ذلك بحساب $V_{max}$ لظهور بيكات (قمم) كل من الكلوريد والبروميد:

$V_b = 10 \times 1 = 10\ cm^3 = 10\ ml$ حجم عمود المبادل الأيوني

$(V_o) = 10 \times 0.4 = 4\ ml$ حجم المحلول بين دقائق المبادل الأيوني

$$V_{max} = K_d V_o + V_o = 29 \times 4 + 4 = 120\ ml$$

∴ حجم المحلول اللازم لفصل الكلوريد = 120 مللتراً .

$$V_{max} = 65 \times 4 + 4 = 264\ ml$$

∴ حجم المحلول اللازم لفصل البروميد = 264 مللتراً .

إن هذا الحجم الكبير اللازم لفصل الكلوريد عن البروميد يستغرق وقتاً طويلاً كما أنه يؤدي إلى حصول بيك عريضة خاصة بالنسبة لأيون البروميد. لذا فإن استعمال تركيز أعلى لمحلول الاستخلاص (محلول $KNO_3$) يقلل من قيم $V_{max}$ ويجعل القمم الناتجة حادة وتظهر في وقت أقصر وذلك بمضاعفة التركيز عشر مرات أي يساوي 0.35M $KNO_3$

لذلك تصبح معاملات التوزيع لمحلول 0.35M $KNO_3$ مساوية إلى 2.9، 6.5 لايون الكلوريد والبروميد على التوالي:

$V_{max}$ for $Cl^- = 2.9 \times 4 + 4 = 15.6\ ml$

$V_{max}$ for $Br^- = 6.5 \times 4 + 4 = 30\ ml$

## الأدوات المستخدمة:

- ✓ دورق مخروطي سعة (250 ml)
- ✓ دورق زجاجي سعة (50 ml)
- ✓ سحاحة سعة (25 ml)
- ✓ ماصة سعة (10 m)
- ✓ حامل مزود بحلقة لاحتواء قمع الفصل
- ✓ دورق غسيل
- ✓ دورق حجمي سعة (100 ml).
- ✓ عدد 12 انبوبة اختبار
- ✓ ورق قياس الاس الهيدروجيني pH

## الكواشف المطلوبة:

- ✓ مبادل انيوني بدورة النترات Nitrate Cycle
- ✓ خليط من $Cl^-$ و $Br^-$
- ✓ محلول حمض نيتريك $0.3\ M\ HNO_3$ واخر $0.6\ M\ HNO_3$
- ✓ محلول قياسي من $AgNO_3$
- ✓ دليل $K_2CrO_4$
- ✓ ماء مقطر.

## الهدف من التجربة:

فصل وتقدير $Cl^-$ عن $Br^-$ في خليط منهما على مبادل أنيوني في دورة النترات

## المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- لا ترمي بقايا المبادل في الحوض لأنها ملوثة للبيئة ولكن تجمع في سلة القمامة.
- حمض النيتريك مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعلية يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين
- يجب عدم تعريض نترات الفضة للضوء لفترة طويلة لأنها تتأثر بالضوء
- يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة

## خطوات العمل:

١ - يحضر المبادل الأنيوني بدورة النترات Nitrate Cycle ثم انقل المبادل الأنيوني إلى العمود

٢ - يمرر فيه محلول $0.6\ M$ من النترات للتأكد من أن المبادل بدورة النترات وأنه خالٍ من الأنيونات الأخرى.

٣ - يضاف بعد ذلك خليط $Br^-$ و $Cl^-$ المراد فصله إلى قمة العمود ويسمح للمحلول بالدخول إلى داخل العمود حيث يتحول العمود من شكل النترات إلى شكل الكلوريد او البروميد

$$Res\text{-}CH_2N^+Me_3NO_3^- + Cl^-, Br^- \longrightarrow Res\text{-}CH_2N^+Me_3Cl^-$$

$$Res\text{-}CH_2N^+Me_3Br^-$$

يزاح الكلوريد من العمود بإضافة محلول النترات بتركيز $0.3M\ NO_3^-$ حيث يبدأ الكلوريد بالتدفق من العمود.

٤ - يجمع كل عشر مللترات منفصلة عن الأخرى وتسحح مع محلول $0.01M\ AgNO_3$ بوجود كرومات البوتاسيوم كدليل

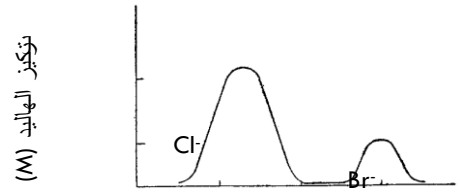
٥ - يستمر بالجمع حتى أن المستهلك من نترات الفضة يساوي صفراً. وعندها يكون الكلوريد قد تحرر من العمود وانفصل عن البروميد

$$Res\text{-}CH_2N^+Me_3Cl^- \xrightarrow{0.3MNO_3^-} Res\text{-}CH_2N^+Me_3NO_3 + Cl^-$$

٦ - ثم يبدأ بعد ذلك بإضافة $0.6\ M\ NO_3^-$ إلى العمود لتحرير $Br^-$ ويجمع ويسحح مثل طريقة إزاحة $Cl^-$ ، وتسحيحه مع محلول $0.01M\ AgNO_3$

$$Res\text{-}CH_2N^+Me_3Br^- \xrightarrow{0.6MNO_3^-} Res\text{-}CH_2N^+Me_3NO_3^- + Br^-$$

٧ - و برسم تركيز كل أيون مقابل الحجم المضاف من نترات الفضة نحصل على منحنى الفصل المبين بالشكل التالي.




رسم تخطيطي يعبّر عن فصل $Cl^-$ عن $Br^-$ بالتبادل الأيوني على مبادل أنأيوني في دورة النيترات.

## النتائـــــــــج و الحسابات:

| المعايرة / حجم $AgNO_3$ 0.3M | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن الكلوريد المتحرر |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

| المعايرة / حجم $AgNO_3$ 0.6M | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن البروميد المتحرر |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

وزن $Cl^-$ المتحرر = حجم $AgNO_3$ × $N_{AgNO_3}$ × 35.5 = ملغم

وزن $Br^-$ المتحرر = حجم $AgNO_3$ × $N_{AgNO_3}$ × 80 = ملغم

**التقويم:**

س1 _ كيف يمكن تحديد إمكانية فصل البروميد عن الأيوديد بهذه الطريقة؟

س2 – عند تحرير الكلوريد تم استخدام $0.3\ M\ AgNO_3$ بينما عند تحرير البروميد تم استخدام $0.6M\ AgNO_3$. اذكر السبب؟

س3 – علل تحفظ نترات الفضة في أواني قاتمة اللون؟

س4- بعد استخدامك لكلا المبادلين الكاتيوني والانيوني هل ممكن من خلال الخصائص الفيزيائية التمييز بينهما؟

## العنوان: فصل خليط من $Cl^-$ و $Br^-$ على مبادل أنيوني

### التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائج والحسابات:

١ - حسابات خاصة بالكلوريد

| المعايرة / حجم $AgNO_3$ 0.3M | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن الكلوريد المتحرر |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

وزن $Cl^-$ المتحرر = حجم $AgNO_3$ × $N_{AgNO_3}$ × 35.5 = ملغم

٢ - حسابات خاصة بالبروميد

| المعايرة / حجم $AgNO_3$ 0.6M | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن البروميد المتحرر |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

وزن $Br^-$ المتحرر = حجم $AgNO_3$ × $N_{AgNO_3}$ × 80 = ملغم

# تجربة رقم ( 7 )

# باستخدام مبادل أنيوني+Mg2 عن +Zn2فصل

## ▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

١ - لماذا لا يتم فصل ايونات الزنك و ايونات الماغنسيوم باستخدام مبادل كاتيوني؟

٢ - كيف يمكن تقدير تركيز كل من ايونات الزنك و ايونات الماغنسيوم في وسط مائي:-

أ - في محلولين منفصلين؟

ب -في نفس المحلول؟

## الخلفية النظرية:

عرف الإنسان منذ قديم الأزل عملية استخلاص المعادن من المحاليل المائية لغرض تنقية المياه من بعض المعادن السامة حيث استخدم المعادن الطينية [ أعطي مثال للمعادن الطينية؟ ما هو تركيبها الكيميائي (الصيغة الكيميائية)].

في الفترة من 1936 -1938م بدء تصنيع أول راتنج صناعي (مبادل ايوني)

حيث تم إدخال بعض المجموعات الوظيفية سواء مجموعات كاتيونية او انيونية عليه.

ومن المعروف أن الكاتيونات يتم فصلها باستخدام المبادلات الكاتيونية من خلال تمرير محلول من الكاتيونات على عمود فصل معباء بمبادل كاتيوني وتفصل هذه الكاتيونات حسب شحنة الايون، ونصف قطر الايون المماه. كما يمكن استخدام المبادلات الانيونية لفصل الانيونات عن بعض.

في هذه التجربة يمكن فصل بعض الكاتيونات باستخدام مبادل انيوني وذلك من خلال مفاعلة هذه الكاتيونات مع بعض الأحماض المعدنية أو بعض عوامل التعقيد حيث بعض هذه الكاتيونات تكون معقدات انيونية ثابتة والبعض الآخر لا يكون أي معقدات. وبتمرير هذا الخليط على عمود فصل معبأ بمبادل انيوني نجد أن الكاتيونات التي كونت معقدات انيونية تحجز داخل العمود بينما الأخرى تمر دون أي استبدال.

**الهـــدف من التجربـــة:** يتوقع من الطالب بعد إنهاء التجربة:

١ - أن يكن قادرا على التفريق بين المبادلات الكاتيونية والانيونية

٢ - قادرا على التعرف على العناصر التي ممكن ان تكون معقدات ثابتة مع ليجند معين من غيرها.

٣ - أن يلم بكل ظروف التجربة وإجراء الحسابات اللازمة.

٤ - أن يكن قادرا على إجراء تجارب مماثلة لفصل عناصر أخري.

٥ - أن يكن قادرا على الاستفادة من التجربة في إجراء التركيز المسبق لعنصر معين لملائمة طريقة قياس معينة

## الأدوات المستخدمة:

- ✓ دورق مخروطي سعة (250 ml)
- ✓ دورق زجاجي سعة (50 ml)

- ✓ سحاحة سعة (25 ml)
- ✓ ماصة سعة (10 ml)
- ✓ دورق غسيل
- ✓ دورق حجمي سعة (100 ml).

## الكواشف المطلوبة:

- ✓ مبادل انيوني في دورة الكلوريد
- ✓ محلول من $Zn^{2+}$ و $Mg^{2+}$
- ✓ محلول قياسي من EDTA
- ✓ محلول منظم من $NH_4OH + NH_4Cl$
- ✓ محلول هيدوكسيد الصوديوم
- ✓ محلول حامض 2 M HCl
- ✓ دليل الاريوكروم الاسود
- ✓ 0.25M $HNO_3$
- ✓ ماء مقطر.

## المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- لا ترمي بقايا المبادل (الراتنج) في الحوض لأنها ملوثة للبيئة ولكن تجمع وتوضع في سلة القمامة
- إن هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعلية يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين
- حامض الهيدروكلوريك مادة حارقة للجلد فيجب الحذر عند التعامل معها.
- لا توجد اضرار مباشرة لاستخدام EDTA الا انها مادة كيميائية يجب التعامل معها بحذر؟
- يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة.

## خطوات العمل:

يختار مبادل أنأيوني في دورة الكلوريد ويحضر العمود بحيث يكون مشبعاً بالكلوريد

$Res\text{-}CH_2N^+Me_3Cl^-$

1- يحضر خليط من $Zn^{2+}$ و $Mg^{2+}$ في 2M HCl حيث يتكون المعقد $ZnCl_4^{2-}$ ولا يتكون المعقد مع $Mg^{2+}$ ويمرر المزيج خلال العمود:

$$Zn^{2+} \xrightarrow{2M\ HCl} ZnCl_4^{2-} \xrightarrow{Res\text{-}CH_2N^+Me_3Cl^-} Res\text{-}CH_2\text{-}N^+Me_3ZnCl_4^{2-}$$

$Mg^{2+}$ $Mg^{2+}$ $Mg^{2+}$

2- يمرر محلول 2M HCl في العمود لإزالة $Mg^{2+}$ بينما يمسك $ZnCl_4^{2-}$ على المبادل

( يستخدم50 ملتراً من الحامض 2M HCl).

3- يجمع $Mg^{2+}$ في دورق مخروطي

4- يخر المحلول قرب الجفاف ثم يبرد ويضاف له (25 مللتر ماء مقطر) ويعادل المحلول بـ 1M NaOH

٥ - اضف 10 مل محلول منظم من $NH_4OH + NH_4Cl$ قيمة الاس الهيدروجيني له pH = 10 ودليل إيريوكروم T الأسود

٦ - عاير المحلول مع محلول EDTA القياسي تركيز 0.05 M حتى يتغير لون الدليل من الأحمر الشرابي إلى الأزرق الواضح.

٧ - اضف 50 مللتراً من الماء المقطر إلى العمود لتحطيم المعقد $ZnCl_4^{2-}$ وتحرير $Zn^{2+}$ الذي يزاح من العمود إلى الخارج بـ 80 مللتراً من $0.25M\ HNO_3$ ويجمع $Zn^{2+}$ في دورق.

8 - كرر الخطوات السابقة من (4 الى 7)

## الحسابـــات:

- يستخرج وزن $Zn^{2+}$ و $Mg^{2+}$ كما يأتي:

وزن $Mg^{2+}$ = حجم EDTA × $M_{EDTA}$ × 24 = ملغم Mg

وزن $Zn^{2+}$ = حجم EDTA × $M_{EDTA}$ × 65.37 = ملغم Zn

**التقويم :-**

س1 – كيف تحضر محلول منظم قيمة الأس الهيدروجيني له pH= 10؟

س2 – من المعروف ان EDTA تتفاعل مع العديد من عناصر الجدول الدوري ، كيف يمكن رفع (زيادة) انتقائية EDTA لعنصر معين؟

س3 - علل استخدام المحلول المنظم عند معايرة كل من $Zn^{2+}$ و $Mg^{2+}$ مع محلول EDTA

س4 - اذكر طريقة أخرى لتقدير كل من $Zn^{2+}$ و $Mg^{2+}$؟

س 5- هل هناك استخدامات أخرى لـ EDTA ؟ اذكرها؟

س 6- ما المقصود بتشبع العمود؟

## العنوان: فصل خليط من $Cl^-$ و $Br^-$ على مبادل أنيوني

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائج والحسابات:

١ - حسابات خاصة بالكلوريد

| المعايرة / حجم $AgNO_3$ 0.3M | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن الكلوريد المتحرر |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

وزن $Cl^-$ المتحرر = حجم $AgNO_3$ × $N_{AgNO_3}$ × 35.5 = ملغم

٢ - حسابات خاصة بالبروميد

| المعايرة / حجم $AgNO_3$ 0.6M | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن البروميد المتحرر |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

وزن $Br^-$ المتحرر = حجم $AgNO_3$ × $N_{AgNO_3}$ × 80 = ملغم

## تجربة رقم ( 8 ) :

## فصل ثنائي كرومات البوتاسيوم عن برمنجنات البوتاسيوم بواسطة كروماتوغرافيا العمود

### ▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

١ - ما المقصود بالوسط الساكن؟ اعطي مثال؟

٢ - ما المقصود بالوسط المتحرك؟ اعطي مثال؟

٣ - كيف يمكن تقدير تركيز كل من الكالسيوم و الماغنسيوم في عينة واحدة؟

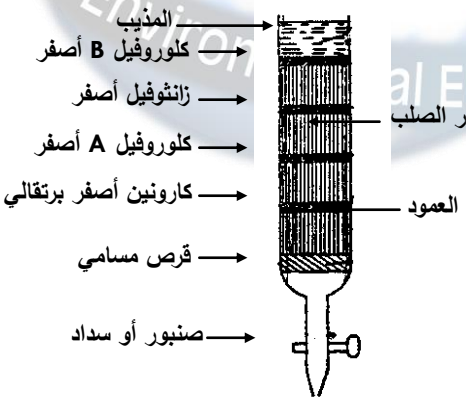
٤ - اشرح باختصار الأساس النظري للتجربة؟

### الأســـاس النظـــري:

تعتبر كروماتوغرافيا العمود من أقدم أنواع الكروماتوغرافيا التي استخدمت في فصل المركبات العضوية وغير العضوية والحياتية (الحيوية).

ويعتبر عالم النبات الروسي زويت ( T. Sweet) أول من استخدم هذه التقنية في فصل مكونات الكلوروفيل على عمود كروماتوغرافيا معبئاً بكربونات الكالسيوم.

وفيها يستعمل أنبوب زجاجي يعبأ فيه الطور الثابت الذي قد يكون صلباً أو مائعاً مسنوداً على مادة صلبة ويمرر فيه الطور المتحرك كما في الشكل التالي:




تحليل الصبغة النباتية على مسحوق الطباشير.

تستند عملية الفصل في هذه التقنية على ظاهرة الامتزاز Adsorption والتي تعرف بأنها مسك مادة على سطح مادة أخرى دون أن تنفذ إلى داخلها. ولتحقيق ظاهرة الإمتزاز هذه يجب أن يكون سطح دقائق المادة الممتزة فعالة ولها القدرة على المسك المؤقت للمواد المراد فصلها. ونتيجة لاختلاف المذيب أو المادة المزيحة المستعملة ( Eluting agent) وتتبعها المواد الأكثر إمتزازاً التي تزاح بمذيبات أخرى. وتصنف المواد الصلبة الممتزة المستعملة من العمود إلى:

- ممتزات ضعيفة مثل السكروز والابينولين والنشأ و.... الخ.

- ممتزات متوسطة مثل الألومنيا $Al_2O_3$(أكسيد الألومنيوم) ، السليكا $SiO_2$، الفحم، السليلوز.

أما المذيبات المستعملة فيه يمثل إيثر البترول، $CCl_4$، الهكسان الحلقي، إيثر ، اسيتول ، بنزين ، أسترات عضوية ، كحولات ، ماء ، بيريدين ، حامض الخليك ، مزيج من الحوامض ، مزيج من القواعد أو مزيج من أثنين أو أكثر من المذيبات أعلاه. وتعتبر الألومنيا مادة ممتزة قوية معدة خصيصاً لغرض الفصل الكروماتوغرافيي وتتميز بسطح دقائقها الفعال والقادرة على امتزاز المركبات على سطحها بدرجات متفاوتة، وقد وجد عملياً أن لهذه المادة القدرة على فصل $K_2Cr_2O_7$ عن $KMnO_4$. حيث أن للألومنيا القدرة على امتزاز $K_2Cr_2O_7$ أكثر من $KMnO_4$ وتزاح $KMnO_4$ بإمرار محلول ( 0.5M) $HNO_3$ بمعدل 2 ml في الدقيقة. حيث تنساب $KMnO_4$ إلى خارج العمود وتجمع في دورق مخروطي في الوقت الذي لا زالت $K_2Cr_2O_7$ باقية داخل العمود وبعد إكمال إزاحة $KMnO_4$ يستبدل المذيب بـ ($H_2SO_4$) حيث تزاح $K_2Cr_2O_7$ وتجمع في دورق مخروطي آخر.

يقدر كل من $K_2Cr_2O_7$ و $KMnO_4$ بمعايرة كل منهما مع محلول قياسي لأيون الحديدوز $Fe^{+2}$

ويحضر محلول الحديدوز القياسي إما من كبريتات الحديدوز أو كبريتات الحديدوز النشادرية.

**الهدف من التجربة:** يتوقع من الطالب بعد إنهاء التجربة:

١ - أن يتعرف على الأنواع المختلفة من الأوساط الساكنة

٢ - التعرف على الأنواع المختلفة من الطرق الكروماتوجرافية

٣ - القدرة على تعبئة الأعمدة الكروماتوجرافية بالأوساط الساكنة المختلفة

٤ - إمكانية فصل مركبات أخرى اعتمادا على نفس ميكانيكية الفصل

**الأدوات المستخدمة:**

- ✓ عمود الكروماتوغرافيا، أو سحاحة سعة (25 ml)
- ✓ ماصة سعة ( 10 ml)
- ✓ دورق زجاجي سعة ( 50 ml)
- ✓ دورق مخروطي لجمع المحاليل المفصولة
- ✓ دورق قياسي سعة ( 100 ml)
- ✓ دورق غسيل
- ✓ قضيب زجاجي.

**الكواشف المطلوبة :**

- ✓ الألومنيا **$Al_2O_3$** خاص بكروماتوغرافيا العمود
- ✓ حمض **$HNO_3$** بتركيز (0.5N)
- ✓ حامض الكبريتيك (1M)
- ✓ محلول قياسي للحديد الثنائي 0.1 M $Fe^{2+}$
- ✓ دليل ثنائي فينيل أمين.

**المخاطر المتوقعة:**

- ☒ حامضي الكبريتك و النيتريك لهما تأثير حارق على الجلد فتعامل معهما بحذر
- ☒ عند تخفيف الأحماض يجب مراعاة إضافة الحمض إلى الماء وليس العكس (علل)
- ☒ عدم رمي بقايا المخلفات في الأحواض

☒ عدم صب الأحماض المركزة مباشرة في الحوض ولكن يجب تخفيفها قبل التخلص منها بكمية وفيرة من الماء ( يفضل الاحتفاظ بها للاستفادة منها في وقت لاحق)

## خطوات العمل:

١) يهيأ عمود الفصل الكروماتوغرافي بتعليق الألومنيا في محلول $0.5M\ HNO_3$ (يتكون معلق لان الالومينا لا تذوب في الماء) في دورق زجاجي نظيف

٢) تنقل إلى العمود الكروماتوغرافي حتى تستقر الالومينا على ارتفاع لا يزيد عن ( 15 cm) على أن يبقى محلول الحامض دائماً فوق العمود بما لا يقل عن 1 cm.

٣) يغسل العمود بحوالي (30 ml) من ($0.5\ M\ HNO_3$) بمعدل انسياب 2 ml في الدقيقة.

٤) ينقل (5 ml) من خليط $KMnO_4$ & $K_2Cr_2O_7$ إلى العمود ويفتح السداد ليسمح للخليط بالمرور خلال الألومنيا.

٥) يزاح محلول $KMnO_4$ بـ ($HNO_3$ 0.5 M) بنفس معدل الانسياب أعلاه في الوقت الذي يبقى $K_2Cr_2O_7$ في العمود.

٦) يجمع محلول $KMnO_4$ في دورق مخروطي حتى ينظف العمود منه ويظهر ذلك جلياً من انسياب اللون البنفسجي أو الأرجواني إلى خارج العمود.

٧) ينقل المحلول الى دورق قياسي سعة 100 مل او حسب الاحتياج ويكمل حتى العلامة بالماء المقطر

٨) يستبدل حامض النتريك بحامض الكبريتيك (1M) حيث يزاح محلول $K_2Cr_2O_7$ إلى خارج العمود ويجمع في دورق آخر.

٩) ينقل المحلول الى دورق قياسي سعة 100 مل او حسب الاحتياج ويكمل حتى العلامة بالماء المقطر

١٠) لتقدير $KMnO_4$:-

انقل بالماصة الى دورق المعايرة 10 مل من محلول البرمنجنات اضف اليه 10 ml حمض كبريتيك تركيز 2N، عاير مع محلول $Fe^{2+}$ القياسي 0.1 M حتى يصبح عديم اللون.( ما هو الدليل المستخدم)؟ كرر الخطوة السابقة ثلاث مرات ثم احسب المتوسط دون نتائجك في جدول.

١١) لتقدير $K_2Cr_2O_7$:-

انقل بالماصة الى دورق المعايرة 10 مل من محلول ثاني كرومات البوتاسيوم اضف اليه 10 ml حمض كبريتيك تركيز 2 N، عاير مع محلول $Fe^{2+}$ القياسي 0.1 M في وجود دليل ثنائي فينيل أمين الذي يظهر في محلول $K_2Cr_2O_7$ لون أزرق أرجواني و عند نقطة التكافؤ يصبح عديم اللون. كرر الخطوة السابقة ثلاث مرات ثم احسب المتوسط، دون نتائجك في جدول.

### النتائـــــــج والحسابات:

### ١ -حسابات برمنجنات البوتاسيوم

| المعايرة / حجم محلول $Fe^{2+}$ | المعايرة الاولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن $KMnO_4$ بالمليجرام |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك | | | | | |

يقدر وزن $KMnO_4$ في الحجم المعطى كما يأتي:

$Wt\ KMnO_4\ mg = eq.wt\ KMnO_4 \times N_{Fe2+} \times V_{Fe2+} \times 10$

## ٢ حسابات ثاني كرومات البوتاسيوم:

| المعايرة / حجم محلول $Fe^{2+}$ | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن $K_2Cr_2O_7$ بالمليجرام |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك ml | | | | | |

يقدر وزن $K_2Cr_2O_7$ في الحجم المعطى كما يأتي:

$Wt\ K_2Cr_2O_7\ mg = eq.\ wt\ K_2Cr_2O_7 \times N_{Fe2+} \times V_{Fe2+} \times 10$

حيث:

N = عيارية محلول الحديدوز المستخدم

V = حجم محلول الحديدوز المستهلك

$eq.\ wt\ K_2Cr_2O_7$ = الوزن المكافئ لثاني كرومات البوتاسيوم

$eq.wt\ KMnO_4$ = الوزن المكافئ لبرمنجنات البوتاسيوم

10 معامل التخفيف

التقويـــم:-

س1 - ما هي العوامل المؤثرة على عملية الامتزاز؟

س2 – اذكر الأنواع المختلفة لطرق التحليل الكروماتوجرافي اعتمادا على ميكانيكية الفصل؟

س3 - علل سبب إضافة حمض كبريتيك تركيز 2 N أثناء المعايرة مع محلول الحديدوز.

## العنوان :فصل ثنائي كرومات البوتاسيوم عن برمنجنات البوتاسيوم بواسطة كروماتوغرافيا العمود

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائـــــــج والحسابات:

حسابات برمنجنات البوتاسيوم

| المعايرة / حجم محلول $Fe^{2+}$ | المعايرة الاولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن $KMnO_4$ بالمليجرام |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك ml | | | | | |

$$Wt\ KMnO_4\ mg = eq.wt\ KMnO_4 \times N_{Fe2+} \times V_{Fe2+} \times d.f.$$

حسابات ثاني كرومات البوتاسيوم:

| المعايرة / حجم محلول $Fe^{2+}$ | المعايرة الأولى | المعايرة الثانية | المعايرة الثالثة | متوسط الحجم المستهلك مل | وزن $K_2Cr_2O_7$ بالمليجرام |
|---|---|---|---|---|---|
| الحجم المستهلك ml | | | | | |

$$Wt\ K_2Cr_2O_7\ mg = eq.\ wt\ K_2Cr_2O_7 \times N_{Fe2+} \times V_{Fe2+} \times d.f$$

## تجربة رقم ( 9 ):

## فصل مزيج من الأيونات الفلزية بواسطة الكروماتوغرافيا الورقية.

- **أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:**

١ - اكتب الصيغة الكيميائية للسيليلوز؟

٢ - حدد الطور الساكن والطور المتحرك في هذه التجربة؟

٣ - علل سبب استخدام حمض الهيدروكلوريك في هذه التجربة؟

٤ - هل عملية الفصل تتبع ميكانيكية التوزيع او الامتزاز او التبادل الايوني ؟ علل اجابتك؟

### الأساس النظري :

تعتبر الكروماتوغرافيا الورقية الطريقة المعدلة لكروماتوغرافيا التوزيع فيمكن فصل مكونات مزيج من الكايتونات على ورق ترشيح (بطول وعرض متناسبان مع الوعاء المستخدم ) حيث يعمل خط بقلم رصاص على بعد على الأقل 2 سنتمتر من نهاية الورقة وتنقل إليه محاليل الكايتونات على شكل بقع مركزة أصغر ما يمكن كي لا تنتشر أثناء عملية الفصل. تترك الورقة لتجف البقع ومن ثم تعلق في الوعاء الحاوي للمذيب المستعمل في الفصل حيث تتشبع الورقة ببخار المذيب ليكون سريانه خلالها متجانساً وليكون الفصل أكثر كفاءة. وقد تستخدم الطريقة الصاعدة في عملية الفصل كالتي تستخدم في هذه التجربة. حيث تغمس نهاية الورقة في المذيب وتعلق في الوعاء وتترك ليصعد المذيب خلال الورقة بعملية مماثلة للخاصية الشعرية حيث تنتقل الأيونات الأكثر ذوبان في المذيب وقليلة الامتزاز على سطح ورقة السيليلوز بسهولة بينما قليلة الذوبان وشديدة الإمتزاز تتأخر في انتقالها وعلى ضوء ذلك تحدث عملية الفصل.

أما الطريقة النازلة فتتضمن غمس نهاية الورقة في أخدود حاو للمذيب في أعلى الوعاء ويسمح له بالانسياب خلال الورقة. ينساب المذيب صعوداً أو نزولاً حسب التقنية المستعملة حاملاً معه الايونات حسب قابليتها على الذوبان في المذيب وامتزازها على سطح ورقة السيليلوز. ولذا ستجد تبايناً في حركتها وعندئذ تحصل عملية الفصل.

نخرج الورقة من الوعاء ويؤشر على مقدمة المذيب وعلى مناطق المواد المفصولة الملونة وتترك لتجف وإذا لم تكن ملونة فنعاملها بمادة تساعد على إظهار ألوانها وتحديد مواقعها على الورقة. تقاس المسافة التي تحركها الأيون.

### الهدف من التجربة:

فصل خليط من بعض كاتيونات العناصر الانتقالية والتعرف عليها باستخدام الكروماتوغرافيا الورقية ( تقدير وصفي)

### الأدوات المستعملة:

- خزان الكروماتوغرافيا مع غطاء.
- ورق كروماتوغرافيا خاص بالفصل،
- دوارق حجمية سعة (100 ml) لتحضير محاليل الأيونات الفلزية.
- أنابيب شعرية لنقل المحاليل

- ❖ قلم رصاص
- ❖ دورق غسيل.
- ❖ مقص
- ❖ ماصة مدرجة (10 ml).

**الكواشف المستخدمة:**

- ❖ محاليل أيونات النحاس والحديد والكوبلت والمنجنيز والنيكل، وتحضر بتراكيز معلومة
- ❖ محلول المجهول
- ❖ الاسيتون
- ❖ حامض HCl Conc.
- ❖ محلول $NH_4OH$ في اسطوانة مغلقة.

**المخاطر المتوقعة:-**

- ☒ حمض الهيدروكلوريك له تأثير حارق على الجلد تجنب ملامسته للجلد أو العينين
- ☒ هيدروكسيد الامونيوم مادة مهيجة للأغشية المخاطية يجب عدم استنشاقها
- ☒ الأسيتون مذيب عضوي سريع التطاير والاشتعال (يجب إبعاده عن مصادر الحرارة)

**خطوات العمل :**

١ - حضر شريط من ورق الترشيح بأبعاد 50 cm x 30 cm.

٢ - ضع خط بالقلم الرصاص على بعد 2 cm من نهاية الورقة وقسم هذا الخط إلى خمس مسافات متساوية.

٣ - ضع قطرة من كل من $Co^{2+}$ , $Cu^{2+}$ , $Ni^{2+}$ , $Mn^{2+}$ والمخلوط المجهول كل على حده واترك الورقة تجف ومن ثم كرر عملية وضع قطرات من المحاليل السابقة الذكر مع مراعاة أن يكون حجم القطرة اقل ما يمكن لتجنب الانتشار واختلاط البقع ببعضها.

٤ - أدخل الورقة داخل الإناء المحتوى على المذيب أسيتون: HCl بالأحجام التالية (4:46 ml) مع العلم أنه يجب تثبيت الورقة بالماسك وعدم ملامستها لسطح المذيب وتركها لمدة 10-15 دقيقة

٥ - انزل الورقة داخل الإناء المحتوى على المذيب مع ملامستها لسطح المذيب بحيث مستوى المذيب لا يصل إلى نقطة البداية ثم اتركها لمدة 30 دقيقة.

٦ - أخرج الورقة ثم ضع خطٌ بالقلم الرصاص لتحديد المقدمة التي وصل إليها المذيب

٧ - ضع الورقة في إناء آخر يحتوي على كاشف التظهير ( $NH_4OH$) وأتركها لمدة (5 دقائق) تقريباً، ستلاحظ تكون بقع ملونة دليل على تكون معقدات للأمونيا مع الكاتيونات الموجودة.

أخرج الورقة ، ومن خلال الألوان الظاهرة حدد نوع الكاتيونات المكونة للمخلوط المجهول ومن ثم قس المسافة التي قطعتها هذه الكاتيونات وأحسب معامل الإعاقة Retardation factor $R_f$

$$R_f = \frac{\text{المسافة التي قطعها الأيون سم}}{\text{المسافة التي قطعها المذيب سم}}$$

| م المذيب | م نحاس | $R_f$ Cu | م نيكل | $R_f$ Ni | م كوبلت | $R_f$ Co | م منجنيز | $R_f$ Mn |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | | |

م المذيب : المسافة التي قطعها المذيب

م الفلز: المسافة التي قطعها الفلز

**ملحوظـــــــة-:**

**للتأكد من مدى كفاءة Efficiency الفصل نستعمل المعادلة التالية:-**

$$n = 16 \left( t_R / w \right)^2$$

**$t_R$ = المسافة التي تحركها المركب سم**

**w = قطر البقعة سم**

**تكون الكفاءة عالية عندما تكون قيمة n ≥ 1500**

**التقويـــــــم:**

س1- ما هي المعقدات المتكونة مع كاشف التظهير $NH_4OH$؟

س2- قارن بين تقنية الفصل باستخدام الكروماتوجرافيا الورقية الصاعدة و الكروماتوجرافيا الورقية الهابطة؟

س3- ما هي خصائص ورقة الترشيح المستخدمة؟

س4- علل سبب ترك مسافة 2سم من اسفل الورقة؟

س5- هل هناك مذيب اخر ممكن استخدامة؟ اذا الاجابة نعم اذكره؟

## العنوان : فصل مزيج من الأيونات الفلزية بواسطة الكروماتوغرافيا الورقية.

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائـــــــج والحسابات:

| المادة / المتغير | المذيب | النحاس | النيكل | الكوبلت | المنجنيز |
|---|---|---|---|---|---|
| المسافة المقطوعة سم $t_R$ | | | | | |
| $R_f$ | – | | | | |
| قطر البقعة سم W | – | | | | |
| N | – | | | | |

# تجربة رقم ( 10 )

## تقدير مادة الاسبرين باستخدام الكروماتوغرافيا السائلة ذات الكفاءة العالية (HPLC)

### ▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

١ - اكتب الصيغة الكيميائية للاسبرين؟

٢ - وضح بالمعادلات الكيميائة فقط طريقة تحضير الاسبرين؟

٣ - ما هي المواد المتوقع وجودها مع الاسبرين؟

٤ - ما المقصود بزمن المكوث او الاستبقاء $t_R$؟ كيف يمكن حسابه؟

### الأساس النظري:

تستخدم هذه التقنية من طرق الفصل الكروماتوجرافي لفصل المركبات العضوية المتطايرة والغير ثابتة حراريا ويتضمن ذلك فصل الهرمونات والأدوية والفيتامينات و الاحماض النووية والمبيدات الحشرية والمركبات العضوية المحضرة وتنقيتها من الشوائب، ولذا فإن هذه التقنية مهمة في عمليات البحث العلمي في تحضير المركبات العضوية ومتابعة تحضيرها وتفاعلاتها ودراسة فعاليتها الحيوية، إضافة إلى تحليل الملوثات الجوية المختلفة.

حيث يستعمل في مثل هذه التقنية من الكروماتوغرافيا ضغط عالٍ على السائل المستعمل كطور متحرك. ولذا تربط بالجهاز أو تقع ضمن مكونات الجهاز الاساسية مضخة خاصة تؤدي هذا الغرض وتعمل على دفع السائل خلال العمود بسرعة عالية ولهذا يتم الحصول على طور متحرك ذي سرعة عالية يتناسب مع التعبئة الشديدة للعمود المستعمل في عملية الفصل.

فيكون الطور المتحرك عندئذٍ سائلاً تحت ضغط عالٍ أما الطور الثابت فإما أن يكون مادة صلبة لها القابلية على الامتزاز (Adsorption) حيث يعبأ العمود بحجوم صغيرة من السليكا المسامية أو الألومينا أو الراتنج أو مبادل أيوني عضوي (في حالة كروماتوغرافيا سائل صلب LSC) أو مادة سائلة (مائعة fluid) مسنودة أو مكسوة (Coated) على حبيبات المادة الصلبة والتي يطلق عليها المادة الساندة (Solid Support) ( في حالة كروماتوغرافيا سائل سائل LLC )

يمكن استخدام العديد من المكشافات (المقدرات) مثل مقدر الأشعة فوق البنفسجية UV (UV detector) حيث يستخدم مقدر ذي طول موجي 254nm أو 280nm او مقدر معامل الانكسار Refractive index detector (RID) او مقدر الفلورة Fluorescence detector حيث تستعمل هذه المقدرات بصورة خاصة للكشف عن المركبات التي تعاني أو تبدي فلورة هي أو مشتقاتها وتتميز مقدرات الفلورة بانتقائيتها العالية حيث لها تطبيقات واسعة في فصل وتحليل الفيتامينات والأغذية والأدوية.

### بعض خصائص الكروماتوغرافيا السائلة ذات الكفاءة العالية:

**1**- تكون عملية الفصل فيها أسرع بكثير من طرق الكروماتوغرافيا السائلة الاعتيادية كنتيجة لاستعمال ضغط عالٍ على العمود المعبأ بالطور الثابت والذي يعمل على فصل مكونات المزيج عن بعضها.

2- تكون أكثر كفاءة بسبب استعمال مادة ساندة ذات دقائق صغيرة الحجم وذات كفاءة عالية في عملية فصل مكونات النموذج أو المزيج.

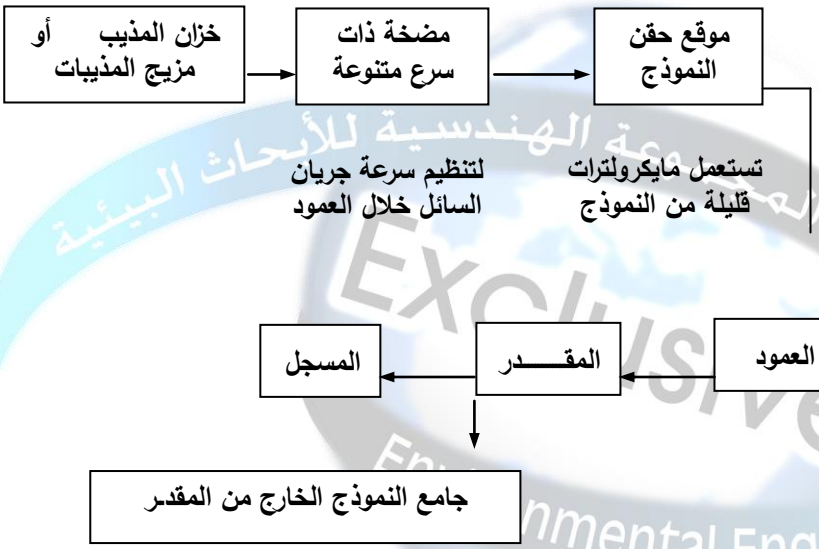
3- تستعمل حجوم صغيرة جداً من النموذج مؤدية إلى حصول قمم حادة جداً مفصولة عن بعضها بصورة جيدة وواضحة وناجحة من الناحية العملية.

4- إمكانية استعمال المقدرات الأوتوماتيكية في HPLC والتي يمكنها متابعة مكونات النموذج بسرعة وبدقة عالية نتيجة السرعة الشديدة التي تحصل في الطور المتحرك السائل.

5- تستعمل هذه التقنية في فصل وتشخيص مواد ذات أهمية كبيرة في حياة الإنسان مثل الاحماض الأمينية و البروتينات و الاحماض النووية و الهايدروكربونات و الكربوهيدرات والأدوية و المبيدات و المضادات الحيوية و الاستيرويدات و المواد العضوية الفلزية، وكثير من أصناف المركبات غير العضوية، بما يستدل من ذلك على أهمية هذه التقنية في عمليات فصل واستخلاص المواد في الجوانب الصيدلانية والطبية والحيوية والغذائية ..الخ.

## مكونات جهاز HPLC:

**يمثل المخطط الآتي المكونات الأساسية لجهاز HPLC:**




**الهدف من التجربة:** يتوقع منك بعد انهاء هذه التجربة ان:

١ – تكون ملما بالاساس النظري للتجربة

٢ – قادرا على تقدير عينة من الاستيل سالسيليك او أي مركبات عضوية أخرى باستخدام الكروماتوجرافيا السائلة.

٣ – تكون قادرا تحضير المحاليل القياسية.

**تقدير مادة الاسيتيل سالسيليك في عينة دوائية ( الاسبرين ) باستخدام الكروماتوغرافيا السائلة ذات الكفاءة العالية (HPLC)**

**الأدوات المستخدمة:**

- ✓ جهاز HPLC
- ✓ مدق (هاون)
- ✓ دورق زجاجي (50 ml)
- ✓ ماصة (10 ml)
- ✓ دورق غسيل

- ✓ دورق حجمي سعة (100 ml).

**الكواشف المطلوبة:**

- ✓ كبريتات الهبتان احادية الصوديوم (1-Sodium heptanesulfonate)
- ✓ اسيتونيتريل
- ✓ حمض الخليك الثلجي
- ✓ الفورميك
- ✓ اسيتيل حمض السلسليك
- ✓ اقراص الاسبرين

**المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:**

- الاسيتونيتريل وحمض الفورميك من المواد ذات التأثير الضار بالجسم والجهاز التنفسي (تجنب استنشاقها)
- لا ترمي الاسيتونيتريل وحمض الفورميك في الحوض لأنها مواد ملوثة للبيئة ولكن تجمع في عبوات زجاجية ذات لون قاتم ( لماذا) اشرح طريقة مناسبة لتنقية هذه المواد؟ وطريقة ملائمة للتخلص منها؟
- يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة

**ظروف التجربة:**

الوسط الناقل: محلول يحتوي على (1-Sodium heptanesulfonate) في الماء و الاسيتونيتريل قيمة الأس الهيدروجيني pH = 3.4

المذيب: الاسيتونيتريل وحمض الفورميك بنسبة (1:99 ) على التوالي

الوسط الساكن (العمود): 4 مم × 150 سم يحتوي على L1

المقدر: مقدر الاشعة فوق البنفسجية والمرئية UV - Visible detector

معدل الانسياب : 2 ml في الدقيقة

الطول الموجي : 280 nm

**خطوات العمل:**

تحضير الوسط الناقل: اذب 2 جرام من كبريتات الهبتان احادية الصوديوم (1-Sodium heptanesulfonate) في خليط يحتوي على 850 مل من الماء + 150 مل اسيتونيتريل ثم يضبط الاس الهيدروجيني pH = 3.4 باستخدام حمض الخليك الثلجي

**تحضير المحلول القياسي :**

- اذب كمية معلومة بدقة من اسيتيل حمض السلسليك يكون التركيز النهائي حوالى 5 مج لكل ملي في (خليط من الاسيتونيتريل وحمض الفورميك بنسبة (1:99) على التوالي)
- حضر محاليل قياسية من اسيتيل حمض السلسليك

**تحضير العينة :**

- ✓ اطحن عدد من أقراص الأسبرين باستخدام الهاون (المدق) انقل كميا من مسحوق العينة الى دورق قياسي سعة 100 مل ما يكافئ 100مجم من الاسبرين
- ✓ أضف إليه 100 مل من المذيب
- ✓ رج العينة جيدا لمدة 10 دقائق
- ✓ رشح العينة باستخدام جهاز الطرد المركزي
- ✓ خفف العينة بحجم مناسب من المذيب للحصول على تركيز ما يقارب 5 مجم/مل
- ✓ اتبع خطوات تشغيل الجهاز كما هو مدون في كتيب التشغيل الخاص بالجهاز

## النتائـــــــــج و الحســابـات:-

- ❖ سجل قيم زمن المكوث (الاستبقاء) $t_R$ لكل سن
- ❖ سجل مساحة كل سن (او ارتفاع السن)
- ❖ يرسم منحنى قياسي بين مساحة السن والتركيز للمحاليل القياسية
- ❖ تحدد مساحة السن للعينة المجهولة وتعوض بعلاقة الخط المستقيم، ثم يحسب التركيز مع الأخذ في الاعتبار كمية المادة المجهولة التي ذوبت
- ❖ قارن نتائجك بالنتيجة من المتحصل عليها من جهاز الكمبيوتر الملحق بالجهاز

| | المادة القياسية | العينة | تركيز العينة |
|---|---|---|---|
| زمن الاستبقاء | | | |
| مساحة السن | | | |

## التقويـــــم:-

س1 - اشرح مبدء عمل أجهزة HPLC

س2 - عرف الطول الموجي؟

# تقدير مادة الأسبرين باستخدام الكروماتوغرافيا السائلة ذات الكفاءة العالية (HPLC)

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائـــــــج والحسابات:

زمن المكوث (الاستبقاء) $t_R$ للمحلول القياسي .....

زمن المكوث (الاستبقاء) $t_R$ للمحلول المجهول .....

مساحة او ارتفاع سن المحلول القياسي:.....

مساحة او ارتفاع سن المحلول القياسي:.....

يرسم منحنى قياسي بين مساحة السن والتركيز للمحاليل القياسية

تحدد مساحة السن للعينة المجهولة وتعوض بعلاقة الخط المستقيم، ثم يحسب التركيز مع الأخذ في الاعتبار كمية المادة المجهولة التي ذوبت

قارن نتائجك بالنتيجة من المتحصل عليها من جهاز الكمبيوتر الملحق بالجهاز

| | المادة القياسية | العينة | تركيز العينة |
|---|---|---|---|
| زمن الاستبقاء | | | |
| مساحة السن | | | |

# تجربة رقم ( 11 )

## الكروماتوغرافيا الغازيةGas Chromatography:

### ▪ أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

١ - ما الانواع المختلفة للاعمدة ؟ اعطي مثال لكل نوع؟

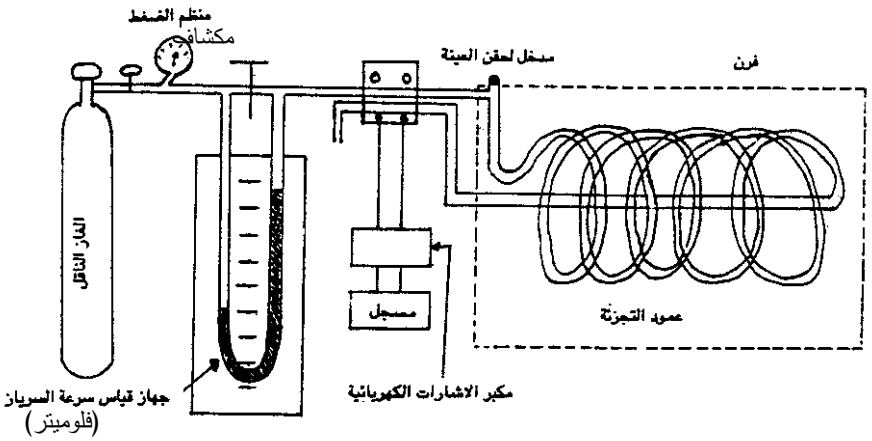
٢ - ما المقصود بزمن الاستبقاء $t_R$؟

٣ - اشرح باختصار الأساس النظري للتجربة؟

### الاساس النظري:

يكون الطور المتحرك هنا غازاً أما الطور الثابت فيكون إما مادة صلبة قادرة على امتزاز العينة وعندئذٍ تسمى كروماتوغرافيا غاز- صلب (GSC) أو ترتكز على مبدأ التوزيع بين الغاز كطور متحرك وصلب مغلَّف بسائل غير متطاير وتسمى كروماتوغرافيا غاز- سائل

**الجهاز المستعمل**: تتكون أجهزة كروماتوغرافيا الغاز من الأجزاء المبينة في الشكل الآتي:




مخطط لأجزاء جهاز الكروماتوغرافيا الغازية.

### 1- الغاز الناقل: Carrier gas

وهو الطور المتحرك الذي يزود من اسطوانات مضغوطة بالغاز مزودة بمنظم للتحكم في ضغط الغاز كما يزود بجهاز لقياس سرعة جريان الغاز. ويشترط في الغاز أن يكون خاملاً بالنسبة للمادة المراد فصلها. ومن أهم الغازات المستعملة $He, Ar , N_2 , H_2$

### 2- حقن النموذج: Sample injection

يحقن النموذج بمحقنة خاصة ويفضل أن يكون حجم العينة صغيراً وتحقن دفعة واحدة وبسرعة وتبخر بتسخين غرفة الحقن إلى درجة حرارة عالية أعلى من درجة حرارة العمود.

### 3- عمود الفصل: Separation Column

ويعتبر العمود قلب الجهازحيث يمكن تقسيمه الى:

### ا- الأعمدة المعبأة: Packed Columns

وهي الأعمدة التي تعبأ بالطور الثابت وتكون بأطوال مختلفة تصل 4-10 أمتار وبأقطار مختلفة. ويكون الطور الثابت إما مادة صلبة فعالة بحيث يتم الفصل على أساس اختلاف المواد المفصولة بقابليتها على الإمتزاز ، فالتي تمتز بشدة تحجز داخل العمود بينما التي يكون امتزازها ضعيفاً تنطلق خارج العمود وبهذا يتم تسلسل الخروج على أساس الفروق في قابلية الإمتزاز.

### ب- الأعمدة الشعرية: Capillary Columns

ويطلق على العمود الشعري أيضاً الأنبوب المفتوح Open tubular columns ويكون على شكل أنبوب طويل قد يصل 150 متراً ولا يتجاوز قطره بضع ملمترات. ولا يحتوي على المادة الحاملة أو الساندة (Support) وإنما تطلى جدرانه الداخلية بالطور الثابت السائل. حيث يذاب الطور الثابت بمذيب متطاير. ويستعمل هذا العمود لفصل المكونات المستعصية على الفصل في الأعمدة المعبأة.

## 4- المقدرات (الكشافات): Detectors

وهي الأجزاء الحساسة للمكونات المفصولة الخارجة من العمود ومن هذه المقدرات:

### أ- مكشاف التوصيل الحراري: Thermal Conductivity Detector (TCD)

ويرتكز في عمله على أساس اختلاف المقاومة باختلاف درجة الحرارة التي تعتمد على التوصيل الحراري للغاز المحيط بها ويستجيب للمحاليل اللامائية (المركبات العضوية). وتصل حساسيته إلى $10^{-6}$ – $10^{-9}$ غم.

### ب- مكشاف التأين باللهب: Flame Ionizaton Detector (FID)

وهنا تتصل نهاية عمود الفصل والغاز الناقل وما يحمله من نموذج بلهب هيدروجين-هواء يقع بين قطبين أحدهما القطب الجامع الموجب والآخر القطب السالب.

ويمتاز هذا المكشاف بحساسية عالية إذ يستجيب لعينات وزنها يهبط إلى $10^{-12}$غم من المادة العضوية

### ج- مكشاف قنص الإلكترون: Electron Capture Detector (ECD)

هذا المكشاف حساس جداً لبعض المركبات مثل هاليدات الألكيل والكربونيلات والنتريلات والنترات والمركبات العضوية المعدنية ، لكنه غير حساس للهيدروكربونات والكحولات والكيتونات ... وغيرها. وحساسيته للمركبات الهالوجينية تجعل هذا المكشاف ذا فائدة كبيرة لتحليل مبيدات الحشرات حيث أمكن الكشف عن تراكيز لهذه المبيدات تصل $10^{-12}$ جم

## طرق التحليل الكمي في الكروماتوغرافيا الغازية:

### 1- طريقة المعايرة: Calibration method

وتتم بحقن الجهاز بسلسلة من التراكيز المعلومة للمادة المراد تقديرها فنحصل على سلسلة من البيكات (القمم) التي تزداد إحداهما عن الأخرى بالارتفاع والمساحة. وتقاس الارتفاعات أو المساحات لهذه البيكات وترسم مقابل التراكيز للحصول على منحنى المعايرة. ومن ثم يحقن المجهول ويستخرج ارتفاع بيكه أو مساحتها ويستخرج التركيز من منحنى المعايرة وتستعمل الطريقة لتقدير مزيج الغازات والسوائل والمواد الصلبة المذابة المتطايرة:

### 2- طريقة القياسي الداخلي: Internal standard method

يجب اختيار المركب القياسي Standard بحيث يعطي سنا تقريباً عند منتصف كروماتوغرام مكونات النموذج ويجب أن يضاف إلى مزيج المعايرة ومزيج النموذج بنفس النسبة.

تحضر منحنيات المعايرة من الكروموتوغرامات مبينة علاقة النسبة المئوية لكل مكون في مزيج منحنى المعايرة إلى نسب مساحة البيك للمكون والقياسي الداخلي.

وتحسب نسب مساحة البيك المماثلة من كروماتوغرام مزيج النموذج ، وعندئذٍ يمكن الاستعانة بهذه الطريقة للحصول على النسبة المئوية للمكونات مباشرة من منحنى المعايرة.

### 3- طرق قياس مساحة السن:

ا- الطريقة الأولى وهي تقريبية وتتضمن تحويل السن إلى مثلث ويقاس ارتفاعه ومن ثم تقاس سعة السن عند منتصف الارتفاع ويضرب الارتفاع في سعة السن عند منتصف الارتفاع نحصل على مساحة السن ولو بصورة تقريبية ويشترط في السن أن تكون حادة (sharp) ومتماثلة (symmetrical).

ب- يمكن تسجيل الكروماتوغرام على ورقة مربعات ويستحصل على مساحة السن بجمع مساحات هذه المربعات. أو تقطع المربعات داخل السن وتوزن وتستعمل هذه الطريقة للسنون المتماثلة وغير المتماثلة.

والطريقة الأدق استعمال مقياس المساحة planimeter والذي يمكن زيادة دقته بعمل بضع دوائر حول كل سن.

جـ- استعمال المكامل الكهربائي Electrical Integrator ويشترط أن يكون خط القاعدة المستقيم ثابتاً تماماً.

Exclusive Environmental Engineering Group

# تجربة ( ١ )

## تحليل عينة من المورفين الخام بواسطة الكروماتوجرافيا الغازية

يعتبر المورفين احد مكونات الأفيون الذي يتم الحصول عليه من نبات الخشخاش Papaver sominferum بنسبة حوالي 2.5 % ويعد الأفيون من النواتج الطبيعية يستخرج بعمل خدوش سطحية لثمرة الخشخاش الغير ناضجة حيث يسيل منها سائل ابيض إلي لبني اللون يجفف للحصول على ما يسمى الأفيون والذي يحتوي على عدد من المواد المخدرة بما فيها المورفين بنسبة بسيطة يتم استخدامها كمادة مخدرة تعمل على تثبيط الجهاز العصبي. كما يحتوي الافيون على مادة الكودائين المستخدم بنسب معينة لعلاج الكحة. تقنية الكروماتوجرافيا الغازية بالعمود الشعري تمكنا من كشف وتقدير المكونات الأساسية والثانوية التي توجد في الأفيون بدون الحاجة إلي خطوات الاستخلاص المتعددة التي تسبق عملية الحقن بسبب كفاءة الفصل و الثباتية العالية لهذا النوع من الاعمدة.

### الهدف من التجربة

التعرف على المورفين باستخدام الكروماتوجرافيا الغازية ذات العمود الشعري وتحديد نسبته في عينة مجهولة.

### الأدوات المطلوبة

- جهاز كروماتوجراف GC
- ماصات
- ميزان حساس

### المواد المطلوبة:

- مورفين
- تتراكسون
- ميثيل سيلايل رباعي فلورو اسيتاميد
- كلوروفورم
- بيريدين

### المخاطر والعقبات المتوقعة:-

هناك صعوبة في الحصول على المحاليل القياسية للمورفين الا انه تجدر الإشارة الي ان نبات الخشخاش يوجد في البيئة اليمنية بشكل محدود ويمكن الحصول على الافيون الخام بإحداث خدوش في الثمرة الغير ناضجة وهذا الافيون بعد تجفيفه يحتوي على حوالي 2.5% من المورفين الذي يحتاج الي استخلاص وتركيز لعمل محلول قياسي منه.

### خطوات التجربة:

- زن بدقة 5 مجم من المورفين مع ا مجم من تتراكوسان tetracosane كمادة قياسية داخلية
- اضف الي الخليط ميكروليتر من ميثيل سيليل رباعي فلورو استاميد
- Methylsilyl N- METHYL –N-trifluoroacetamide (MSTFA) في 1.2 ml من كلوروفورم- بيريدين (1:5 حجم/حجم) واترك الخليط لمدة عشر دقائق عند درجة حرارة 70 درجة مئوية.
- دع الخليط يستقر عند درجة حرارة الغرفة لمدة ساعة.
- خذ بماصة دقيقة 1 ميكروليتر من المحلول الرائق واحقنه في عمود جهاز الكروماتوجرافي.

## ظروف التشغيل:

| العنصر | الخواص |
|---|---|
| المقدر | مقدر التأين اللهبي FID |
| العمود | سيليكا نقي مرتبط كيميائيا بميثيل سيليكون او ميثيل فينيل سيليكون مثل OV-1 |
| سمك طبقة العمود | 0.15 ميكروميتير |
| طول العمود | 25 متر و قطره الداخلي 0.27 مليميتير |
| الغاز الحامل | هيدروجين |
| نظام الحقن | تجزئة (split mode) بنسبة (1/60 ) |
| معدل التدفق | 110 سم لكل ثانية عند درجة حرارة فرن 150 درجة مئوية |
| غاز | ارجون 18 مل للدقيقة |
| درجة الحرارة | المقدر 280 درجة مئوية الحاقن 250 درجة مئوية |
| برنامج الحرارة | البداية عند 150 درجة مئوية<br>ترتفع درجة الحرارة بمقدار9 درجة لكل دقيقة حتى 280 درجة مئوية<br>يتم تثبيت درجة الحرارة لمدة نصف<br>انها برنامج الحرارة |

**النتائـج و الحسابات:**

| | المادة القياسية | المادة المجهولة | تركيز المورفين |
|---|---|---|---|
| زمن الاستبقاء | | | |

التقويـــم:-

س1 – هل يمكن تحليل المورفين وصفيا عن طريق كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة ، قدم وصفا مختصرا ؟

س2- قارن بين الكروماتوجرافيا الغازية والكروماتوجرافيا السائلة ذو الكفأه العالية؟

# العنوان: تحليل عينة من المورفين الخام بواسطة الكروماتوجرافيا الغازية

## التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائـــــــج والحسابات:

| العنصر | الخواص |
|---|---|
| المقدر | |
| العمود | |
| سمك طبقة العمود | |
| طول العمود | |
| الغاز الحامل | |
| نظام الحقن | |
| معدل التدفق | |
| غاز | |
| درجة الحرارة | |
| برنامج الحرارة | |

| | المادة القياسية | العينة | تركيز العينة |
|---|---|---|---|
| زمن الاستبقاء | | | |
| مساحة السن | | | |

## تجربة(ب)

## تحليل عينة من الامفيتامين المنشط الخام بواسطة الكروماتوجرافيا الغازية – العمود الشعري الدقيق Capillary Columns

يتم انتاج الامفيتامين بطرق صناعية محظورة ويتم انتاجه على هيئة املاح كبريتات او فوسفات ويتم تسويقه في بلدان مختلفة على شكل اقراص او كبسولات او شراب.

### الأجهزة الأدوات المطلوبة:

- جهاز كروماتوجرافي مع مقدر التاين اللهبي
- دوارق قياسية
- انبوبة حقن
- ماصة
- قمع فصل و أوراق ترشيح
- ميزان حساس

### الكواشف المطلوبة:

- محلول من المادة المجهولة (الامفيتامين )
- محاليل قياسية
- محلول هيدروكسيد الصوديوم 1 عياري
- اسيتات الايثيل
- كبريتات المغنيسيوم

### خطوات التجربة:

- قم بتحضير محاليل قياسية والعينة المجهولة
- يتم اضافة عدة قطرات من ا عياري من هيدروكسيد الصوديوم
- قم برج الخليط مع 1 مل من ايثيل اسيتات
- يتم ترشيح المحلول عبر كبريتات الماغنيسيوم
- احقن 1 ميكرو ليتر من الرشيح الي عمود الكروماتوجراف الشعري (11 m SE-54)
- زمن الاستبقاء عند ظروف التجربة المحددة أدناه للامفيتامين سيكون 1.6 دقيقة.

**ظروف التشغيل:**

| العنصر | الخواص |
|---|---|
| المقدر | مقدر التأين اللهبي FID |
| العمود | سيليكا نقي مرتبط كيميائيا بميثيل سيليكون او ميثيل فينيل سيليكون مثل SE-54 او DB-5 |
| سمك طبقة العمود | 0.25 ميكروميتير |
| طول العمود | 10-30متر و قطره الداخلي 0.25 ملليميتير |
| الغاز الحامل | هيليوم 40 سم/ثانية |
| نظام الحقن | تجزئة (split mode) بنسبة (1/40 ) |
| درجة حرارة العمود | 2 دقيقة عند 75 درجة مئوية ترتفع الي 280 درجة بمعدل 10 درجات مئوية لكل دقيقة |
| المعايير الداخلي | عادي رباعي ديكان |

**النتائج و الحسابات:**

| | المادة القياسية | المادة المجهولة | تركيز المورفين |
|---|---|---|---|
| زمن الاستبقاء | | | |

التقويـــم:-

س – هل يمكن تحليل الامفيتامين وصفيا عن طريق كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة ، قدم وصفا مختصرا ؟

# العنوان: تحليل عينة من المورفين الخام بواسطة الكروماتوجرافيا الغازية

## التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائـــــــج والحسابات:

| العنصر | الخواص |
|---|---|
| المقدر | |
| العمود | |
| سمك طبقة العمود | |
| طول العمود | |
| الغاز الحامل | |
| نظام الحقن | |
| معدل التدفق | |
| غاز | |
| درجة الحرارة | |
| برنامج الحرارة | |

| | المادة القياسية | العينة | تركيز العينة |
|---|---|---|---|
| زمن الاستبقاء | | | |
| مساحة السن | | | |

## تجربة رقم (12):

## تحليل آثار الأحبار بواسطة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة

▪ **أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:**

١ - اكتب الصيغة الكيميائية للالومينا؟

٢ - حدد الطور الساكن والطور المتحرك في هذه التجربة؟

٣ - علل سبب استخدام حمض الهيدروكلوريك في هذه التجربة؟

٤ - هل عملية الفصل تتبع ميكانيكية التوزيع او الامتزاز او التبادل الايوني ؟ علل اجابتك؟

### الأساس النظري :

كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة تعتبر التقنية المفضلة لتحليل الأحبار، ويمكن بهذه التقنية على سبيل المثال تحديد ما إذا كان الحبر المستخدم في مستند ما والموجود في جزيئن من المستند هل كان بواسطة نفس القلم أم لا حيث أن الأحبار تختلف في تركيبها حسب الشركة المنتجة، مثلا الأحبار السائلة المستخدمة في الأقلام ذات الرأس الكروي تحتوي على خليط من صبغات ومثبتات ومذيبات وراتنجات للتماسك وعدد من الشركات المصنعة أيضا تقوم بإضافة مواد متفلوره وعناصر ثقيلة تساعد على معرفة الحبر الخاص بها وتميزه عن بقية الأحبار.

### الهدف من التجربة:

تحديد ما إذا كان الحبر الموجود في جزئين من المستند قد تم عمله بنفس القلم أم لا.

### الأدوات المستعملة:

- خزان الكروماتوغرافيا مع غطاء.
- شريحة كروماتوغرافيا سيليكاجل خاصة بالفصل.
- دوارق حجمية سعة (100 ml) لتحضير محاليل الأيونات الفلزية.
- أنابيب شعرية لنقل المحاليل.
- قلم رصاص.
- دورق غسيل.
- مقص.
- ماصة مدرجة.
- مثقاب لأخذ عينات من الحبر الذي على الورق
- لمبة الأشعة فوق البنفسجية.

### الكواشف المستخدمة:

- بيريدين
- اسيتات الايثيل

- ❖ بيوتانول
- ❖ ايثانول
- ❖ ميثانول

## المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- المذيبات العضوية المستخدمة في هذه التجربة مواد سامة ( تجنب استنشاقها وكذلك مواد سريعة الاشتعال تجنب تعريضها للهب مباشرة )
- لا ترمي بقايا هذه المذيبات في الحوض لأنها ملوثة للبيئة ولكن تجمع في عبوات زجاجية ذات لون قاتم.
- يجب لبس البالطو الأبيض قبل الشروع بتنفيذ التجربة

## خطوات العمل :

١ - حضر اثنين من مخاليط المذيبات الأول يحتوي على 14 مل ايثيل اسيتات : 7 مل ايثانول : 6 مل ماء والثاني يحتوي على 10 مل بيوتانول : 2 مل ايثانول: 3 مل ماء

٢ - ضع كل مخلوط في إناء فصل منفصل في دولاب الغازات وغطيه بزجاج ساعة

٣ - خذ بالمثقاب 10 بقع من السطر الذي عليه الكتابة

٤ - على ورقة أخرى قم بعمل كتابات بالقلم المشتبه وقم بأخذ 10 بقع بالمثقاب

٥ - ضع كل مجموعة من البقع في أنبوبة في دولاب الغازات وأضف اليها 1-2 قطرة من البيريدين و اترك هذه الأنابيب لمدة 10 – 15 دقيقة

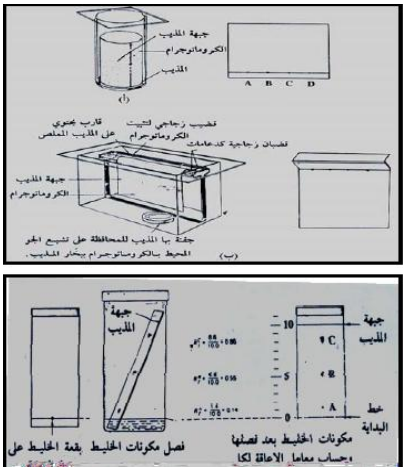
٦ - ضع خط بالقلم الرصاص على بعد 2 cm من نهاية الشرائح وقسم هذا الخط إلي قسمين متساويين

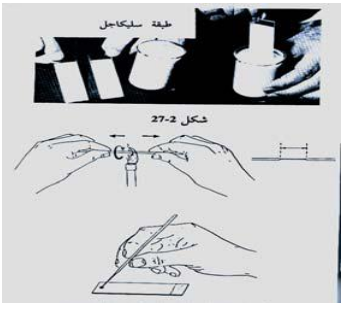
٧ - أدخل كل شريحة في إناء واترك المذيبات تتحرك عبر الشريحة حتى تصل إلى مسافة محددة قبل ان تصل الى نهاية الشريحة

٨ - أخرج الشرائح ثم ضع خطٌ بالقلم الرصاص لتحديد المقدمة التي وصل اليها المذيب ودعها تجف في دولاب الغازات.

٩ - خذ الشرائح الجافة وافحصها بالأشعة فوق البنفسجية وحدد بالقلم الرصاص مكان البقع

١٠ - قم بحساب معامل الإعاقة $R_f$ retardation factor والتي تمثل المسافة التي تحركها المذيب إلي المسافة التي تحركتها العينة ومنه يمكن معرفة نوع القلم الذي استخدم للكتابة.



**الحسابات:**

| المسافة التي تحركها المذيب (م المذيب) | المسافة التي تحركها المجهول (م المجهول) | $R_f$ = م المجهول / م المذيب |
|---|---|---|
| | | |

التقويـــــم:

س1- هل ممكن ان تكون قيم $R_f$ اعلى من واحد صحيح ؟ علل اجابتك؟

س2- هل التحليل المتبع في هذه الطريقة تحليل وصفي ام كمي؟

س3- أعطي طريقة للتحليل الوصفي وأخرى للتحليل الكمي باستخدام TLC ؟

س4- اذكر الطرق المختلفة للتعرف على البقع (المناطق) المفصولة ؟

المجموعة الهندسية للأبحاث البيئية
Exclusive
Environmental Engineering Group

# العنوان: تحليل آثار الأحبار بواسطة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة

التقرير المطلوب تسليمه

اسم الطالب:: .....

أسماء الطلاب المشاركين في التجربة:-

1- ..... 2- ..... 3- .....

.....

اليوم:.....

التاريخ: .....

المجموعة: .....الوقت:- من ..... الى.....

النتائـــــــج والحسابات:

| المادة / المتغير | المذيب | النحاس | النيكل | الكوبلت | المنجنيز |
|---|---|---|---|---|---|
| المسافة المقطوعة سم $t_R$ | | | | | |
| $R_f$ | – | | | | |
| قطر البقعة سم W | – | | | | |
| N | – | | | | |

## Books & Refrences

1) Gary D. Christian, *Analytical Chemistry*, fifth edition, John Willy & sons, Inc, 1986.

2) A.I. Vogel, *Textbook of Quantitative chemical Analysis*, fifth edition, Longman, London 1975.

3) J.S. Fritz & G.H. Schenk, *Quantitative Chemistry*, Fourth edition, Allyn Bacon, Boston, 1979.

4) D.A. Skoog & D.M. West, *Principles of Instrumental Methods of Analysis*, sixth edition, Holf Rinehart & Wiston, New York, 1991.

5) Stock & Rice chromatographic methods, third edition, by John Willy & Sons, Inc 1994

المراجع العربية:

١ - عبدالغني حمزة ، محمد احمد اشي، عبدالفتاح بسطاوي، عبدالعزيز السباعي، توفيق عميرة، الكيمياء التحليلية، بعض الاسس النظرية لطرق التحليل الالي، الطبعة الاولى ، جامعة الملك عبدالعزيز 1986م

٢ - ابراهيم الزامل، الكيمياء التحليلية - التحليل الآلي، الطبعة الثالثة، دار الخريجي للنشر1998م

٣ - اسماعيل الهيتي، ايمان شديوه، وديع العريقي، محفوظ الحمادي، التحاليل الكهربية وطرق الفصل الطبعة الاولى، 2005م