

الحسابات والنتائج

• نستخرج العيارية لمحلول البرمنكنات باستخدام القانون التالي

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$



التجربة الرابعة : تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

جزء النظري:

يمكن تقدير الكلوريد في نموذج بالطريقة الوزنية الترسيبية وذلك بإذابة الأنموذج في الماء و تحميضه بحامض النتريك المخفف ثم إضافة زيادة من محلول نترات الفضة .عندها يوزن الراسب (كلوريد الفضة) بعد ترشيحه وغسله وتجفيفه



راسب ابيض

إن فائدة إضافة حامض النتريك المخفف للمحلول المائي للملح الحاوي على الكلورايد هي لمنع ترسب بعض أملاح الفضة مثل كاربونات الفضة Ag_2CO_3 وفوسفات الفضة Ag_3PO_4 والتي تترسب في المحلول المتعادل والقاعدي في حالة وجودها في المحلول كذلك فإن راسب كلوريد الفضة في بداية تكوينه يسلك بهيئة راسب غروي ولكن بمجرد تسخينه يبدأ بالتكتل وذلك لوجود المحيط الحامضي وعندها يصبح المحلول رائقا بعد أن كان عكرا.

إن الراسب يغسل بقليل من حامض النتريك المخفف وذلك لمنع تفككه وان الحامض المخفف يزال بتأثير التسخين. إن كلوريد الفضة حساس للضوء حيث يتحلل بتأثيره وعندها يكتسب الراسب لون بنفسجي بسبب تراكم الفضة الناتجة من التحلل الضوئي



الأدوات والمواد المستعملة

1. جفنة زجاجية
2. مجفف كهربائي (oven)
3. مسخن كهربائي (heater)
4. ماسك حديدي
5. مجفف زجاجي
6. وحدة ترشيح
7. ملح الكلوريد الذائب في الماء
8. حامض النتريك المركز
9. نترات الفضة 0.1M
10. حامض النتريك 0.1M
11. محرك زجاجي
12. قذح زجاجي
13. زجاجة ساعة

طريقة العمل :

جفف عند درجة حرارة (م[°] 110 - 100) كلوريد الصوديوم او كلوريد البوتاسيوم اللذان يكونان ملائمين لهذه التجربة زن بدقة 0.200 - 0.300 غم من الملح أو ما يحتوي على 0.100 غم تقريبا من الكلورايد في قنينة وزنية منظفة ومجففة وموزونة بدقة . انقل النموذج الى قذح زجاجي سعته 250 مل وزجاجة ساعة كغطاء. أضف 150 مل من الماء المقطر الخالي من الكلورايد وذوب الملح بالتحريك ثم حمض المحلول بإضافة 0.5 مل حامض النتريك المركز. أضف محلول نترات الفضة 0.1 مولاري ببطء مع التحريك المستمر الى المحلول البارد مع إضافة زيادة تتراوح بمقدار 10 - 15 مل تقريبا ويمكن التأكد من ذلك بعد تكوين الراسب أضف زيادة من محلول نترات الفضة ولاحظ هل يتكون راسب أم لا. سخن المحلول قريبا من درجة الغليان ولمدة دقيقتين لكي يتكتل الراسب ابعده القذح الزجاجي عند التسخين واترك الراسب

يستقر ثم أضف بضع قطرات من نترات الفضة وذلك لإكمال الترسيب فإذا لم يتعكر المحلول الرائق فهذا يعني أن عملية الترسيب قد تمت ضع القدر الزجاجي في مكان مظلم لمدة ساعة أو ساعتين وذلك لإتمام عملية الهضم. الآن خذ جفنة ترشيح نظيفة وجفنها لمدة 15 دقيقة في المجفف الكهربائي ثم بردها لمدة 15 دقيقة في مجفف زجاجي ثم زنها بدقة (كرر العملية لحين ثبوت الوزن) رشح واجمع الراسب في الجفنة ثم اغسل الراسب بحامض النتريك المخفف البارد 3 - 5 مل ولعدة مرات لحين التأكد من أن الراشح خالي من آثار نترات الفضة وللتأكد من ذلك تؤخذ كمية من الراشح ويضاف إليها قطرتين من حامض الهيدروكلوريك المخفف M 0.1 فان لم يظهر هذا الراسب فهذا يدل على اكمال عملية الغسل (للتأكد من عدم وجود Ag^+ . جفف الراسب في مجفف كهربائي درجة حرارته مئوية 130 – 150 لمدة ساعة ثم برد في مجفف زجاجي ثم زن بدقة . كرر العملية عدة مرات (التسخين والتبريد) لحين ثبوت الوزن

الحسابات :

$$1- \text{وزن الكلورايد عمليا} = \text{وزن } AgCl \times \frac{\text{الوزن الذري لـ } Cl}{\text{الوزن الجزيئي لـ } AgCl}$$

$$2- \text{النسبة المئوية العملية للكلوريد} = \frac{\text{وزن الكلورايد العملي}}{\text{وزن الأنموذج}} \times 100$$

$$3- \text{وزن الكلورايد نظريا} = \text{وزن } KCl \times \frac{\text{الوزن الذري لـ } Cl}{\text{الوزن الجزيئي لـ } KCl}$$

$$4- \text{النسبة المئوية النظرية للكلوريد} = \frac{\text{وزن الكلورايد العملي}}{\text{وزن الأنموذج}} \times 100$$

2- إيجاد النسبة المئوية لحامض خليك في الخل

التجربة الثالثة : تحضير ومعايرة محلول برمنكنات البوتاسيوم تركيزه نحو 0.1 N

• الجزء النظري

- تعتبر برمنكنات البوتاسيوم من المواد المؤكسدة القوية بفعل ايون البرمنكنات (MnO_4^-) . الا انها ليست مادة قياسية اولية بحيث يمكن تحضير محلول منها ذي تركيز معين بمجرد اذابة وزن معين في حجم معين من المحلول المائي . لذلك فان الحصول على عيارية مضبوطة لمحلول برمنكنات البوتاسيوم يتطلب معايرتها مع محلول مادة قياسية مختزلة او مع محلول قياسي لمادة مختزلة . ان برمنكنات البوتاسيوم كمادة مؤكسدة يمكن ان تختزل في المحلول الحامضي وكذلك في المحلول القلوي . ففي المحلول الحامضي تختزل MnO_4^- الى Mn^{+2} في حين يكون الاختزال الى MnO_2 في المحيط القاعدي .
- في المحيط القاعدي يتلون راسب بني غامق وهو MnO_2 ونقطة انتهاء التفاعل تكون غير مضبوطة تماما وغير واضحة اثناء عملية التسحيح . لهذا السبب يتم اكسدة البرمنكنات في المحيط الحامضي وهي غالبا ماتستخدم في طرق التحليل الحجمي .

• طريقة العمل

- تحضير محلول 0.1 N تقريبا من برمنكنات البوتاسيوم
- ادب 3.2 غم من برمنكنات البوتاسيوم النقية كيميائيا في لتر من الماء المقطر .
- سخن المحلول لمدة 30-60 دقيقة الى درجة الغليان ثم برد المحلول .
- رشح المحلول خلال الاسبستوس النقي (الخالي من المواد العضوية) او خلال صوف زجاجي او زجاج مسامي.
- انقل الراشح الى قنينة عادية ملونه (معتمه) ذات سدادة زجاجية . احتفظ بالمحلول بعيدا عن البخار والضوء لمنع تحللها الى MnO_2 .



- اما اذا ترسب بعد فترة من الزمن فيجب ترشيح المحلول واعادة معايرته قبل الاستعمال. لذلك المحلول العياري لبرمنكنات البوتاسيوم يحضر انيا ليكون محلول مضبوط ويمكن ان يحضر ويحفظ من (7-10) ايام بعد التحضير وبذلك يكون المحلول مستقر وجاهز للتسحيح .

• تحضير محلول (0.1N) من حامض الاوكزاليك

- خذ (1.6 g) من حامض الاوكزاليك ثم ذوب في كمية قليلة من الماء المقطر في بيكر سعة 100 مل
- ثم اكمل او انقل المحلول الى قنينة حجمية سعة (250) مل واكمل الى حد العلامة بالماء المقطر

• معايرة محلول برمنكنات البوتاسيوم مع (0.1N) حامض الاوكزاليك

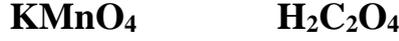
• طريقة العمل

- املا السحاحة بواسطة محلول برمنكنات البوتاسيوم الى حد العلامة
- ثم اسحب بواسطة الماصة 10 مل من محلول حامض الاوكزاليك في ورق مخروطي يحتوي 100 مل من الماء المقطر. اضف 20 قطرة من حامض الكبريتيك المركز ثم سخن المحلول الى (55-60) م لا تجعل المحلول يصل الى درجة الغليان لان حامض الاوكزاليك سوف يتحلل بدرجة حرارة عالية
- سحح المحلول ضد محلول برمنكات الموجودة في السحاحة بإضافة محلول البرمنكنات اليه قطرة قطرة الى ان يختفي لون المحلول , القطرات تضاف بشكل بطيء جدا . وللوصول الى نقطة نهاية التفاعل بعد اضافة التي تحوي لون المحلول الارجواني بعد (1-2) دقيقة من الاضافة
- كرر العملية ثلاث مرات ثم خذ المعدل الحسابي بيتهما بحيث يكون الاختلاف لا يتجاوز (0.1) مل

الحسابات والنتائج

- نستخرج العيارية لمحلول البرمنكنات باستخدام القانون التالي

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$



التجربة الرابعة : تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

جزء النظري:

يمكن تقدير الكلوريد في نموذج بالطريقة الوزنية الترسيبية وذلك بإذابة الأنموذج في الماء و تحميضه بحامض النتريك المخفف ثم إضافة زيادة من محلول نترات الفضة .عندها يوزن الراسب (كلوريد الفضة) بعد ترشيحه وغسله وتجفيفه



راسب ابيض

إن فائدة إضافة حامض النتريك المخفف للمحلول المائي للملح الحاوي على الكلورايد هي لمنع ترسب بعض أملاح الفضة مثل كاربونات الفضة Ag_2CO_3 وفوسفات الفضة Ag_3PO_4 والتي تترسب في المحلول المتعادل والقاعدي في حالة وجودها في المحلول كذلك فإن راسب كلوريد الفضة في بداية تكوينه يسلك بهيئة راسب غروي ولكن بمجرد تسخينه يبدأ بالتكتل وذلك لوجود المحيط الحامضي وعندها يصبح المحلول رائقا بعد أن كان عكرا.

إن الراسب يغسل بقليل من حامض النتريك المخفف وذلك لمنع تفككه وان الحامض المخفف يزال بتأثير التسخين. إن كلوريد الفضة حساس للضوء حيث يتحلل بتأثيره وعندها يكتسب الراسب لون بنفسجي بسبب تراكم الفضة الناتجة من التحلل الضوئي



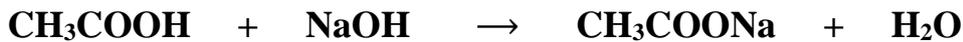
التجربة الثانية : تعين حامض الخليك في الخل

حامض الخل (Acetic acid): المعروف أيضا باسم حمض الإيثانويك، وصيغته CH_3COOH ، وهو مركب كيميائي عضوي وهو الذي يعطي الخل طعمه الحامض ورائحته النفاذة.

- **الخل (vinegar) :** هو مزيج من مواد عضوية مثل حامض الخليك والاسترات وغيرها ويكون على نوعين:
- **الاول : الخل الطبيعي (الملون)** وهو ناتج عن تخمر الفواكه مثل التمر والعنب ونسبة حامض الخليك تقريبا 10-6%
- **الثاني : الخل الصناعي (عديم اللون)** وهو ناتج من تفاعلات كيميائية ويتم انتاجه معمليا ويستخدم للاغراض الطبية والصناعية وتركيز حامض الخليك به تقريبا 5%

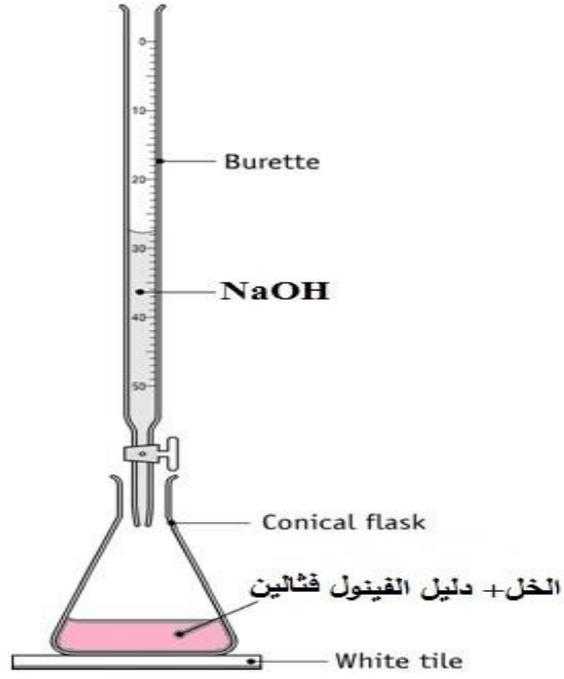


- عند تعين نسبة حامض الخليك بالخل نستخدم الخل الصناعي لانه عديم اللون وبالتالي يتم الكشف عنه بسهولة عن نقطة نهاية التفاعل عند تغير لون الدليل .
- في تجربة تعين نسبة حامض الخليك في الخل الصناعي يتم اضافة دليل الفينول فثالين (ph. ph) الى الخل المخفف بالماء وتحول المحلول عند تسحيحه مع هيدروكسيد الصوديوم من عديم اللون الى وردي فاتح دلالة على الوصول لنقطة نهاية التفاعل وكما في المعادلة التالية :



Colorless

pink



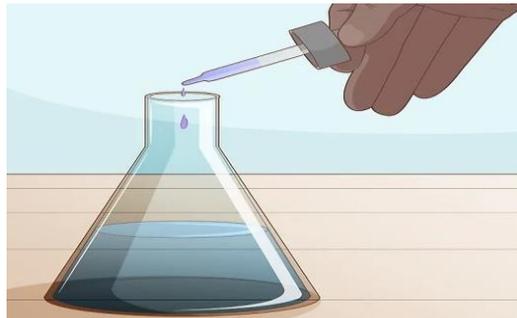
طريقة العمل :

- وزن 5 mL من الخل (هذا يعتبر وزن الخل يستخدم في حسابات النسبة المئوية لاحقا)

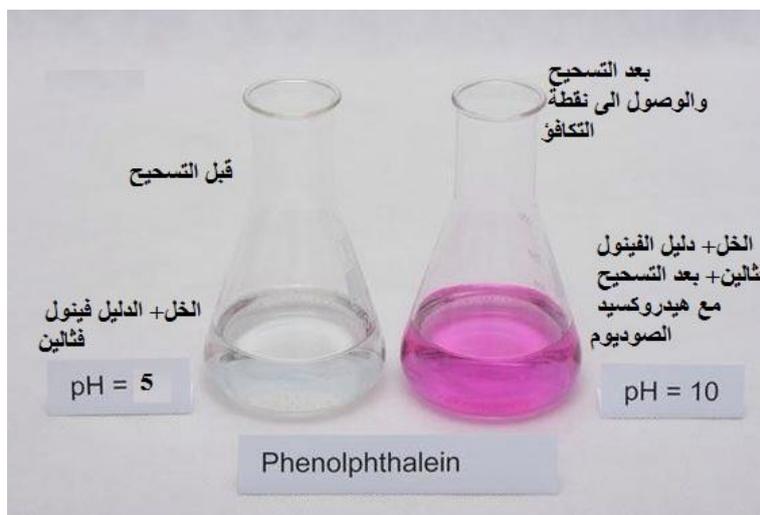
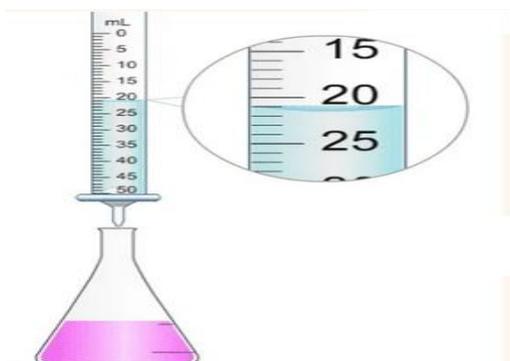


- نقل المحلول اعلاه الى دورق مخروطي واطف 50 mL من ماء مقطر

- اطف قطرتين من دليل الفينول فتالين



- ضع في السحاحة (0.05 N) من NaOH وسحج مع المحلول الى ان يتحول المحلول من عديم اللون الى وردي فاتح
- احسب الحجم النازل من السحاحة



• الحسابات :

1- إيجاد وزن حامض خليك في الخل

الحسابات والنتائج

• نستخرج العيارية لمحلول البرمنكنات باستخدام القانون التالي

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$



التجربة الرابعة : تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

جزء النظري:

يمكن تقدير الكلوريد في نموذج بالطريقة الوزنية الترسيبية وذلك بإذابة الأنموذج في الماء و تحميضه بحامض النتريك المخفف ثم إضافة زيادة من محلول نترات الفضة .عندها يوزن الراسب (كلوريد الفضة) بعد ترشيحه وغسله وتجفيفه



راسب ابيض

إن فائدة إضافة حامض النتريك المخفف للمحلول المائي للملح الحاوي على الكلورايد هي لمنع ترسب بعض أملاح الفضة مثل كاربونات الفضة Ag_2CO_3 وفوسفات الفضة Ag_3PO_4 والتي تترسب في المحلول المتعادل والقاعدي في حالة وجودها في المحلول كذلك فإن راسب كلوريد الفضة في بداية تكوينه يسلك بهيئة راسب غروي ولكن بمجرد تسخينه يبدأ بالتكتل وذلك لوجود المحيط الحامضي وعندها يصبح المحلول رائقا بعد أن كان عكرا.

إن الراسب يغسل بقليل من حامض النتريك المخفف وذلك لمنع تفككه وان الحامض المخفف يزال بتأثير التسخين. إن كلوريد الفضة حساس للضوء حيث يتحلل بتأثيره وعندها يكتسب الراسب لون بنفسجي بسبب تراكم الفضة الناتجة من التحلل الضوئي



الأدوات والمواد المستعملة

1. جفنة زجاجية
2. مجفف كهربائي (oven)
3. مسخن كهربائي (heater)
4. ماسك حديدي
5. مجفف زجاجي
6. وحدة ترشيح
7. ملح الكلوريد الذائب في الماء
8. حامض النتريك المركز
9. نترات الفضة 0.1M
10. حامض النتريك 0.1M
11. محرك زجاجي
12. قذح زجاجي
13. زجاجة ساعة

طريقة العمل :

جفف عند درجة حرارة (م° 110 - 100) كلوريد الصوديوم او كلوريد البوتاسيوم اللذان يكونان ملائمين لهذه التجربة زن بدقة 0.200 - 0.300 غم من الملح أو ما يحتوي على 0.100 غم تقريبا من الكلورايد في قنينة وزنية منظفة ومجففة وموزونة بدقة . انقل النموذج الى قذح زجاجي سعته 250 مل وزجاجة ساعة كغطاء. أضف 150 مل من الماء المقطر الخالي من الكلورايد وذوب الملح بالتحريك ثم حمض المحلول بإضافة 0.5 مل حامض النتريك المركز. أضف محلول نترات الفضة 0.1 مولاري ببطء مع التحريك المستمر الى المحلول البارد مع إضافة زيادة تتراوح بمقدار 10 - 15 مل تقريبا ويمكن التأكد من ذلك بعد تكوين الراسب أضف زيادة من محلول نترات الفضة ولاحظ هل يتكون راسب أم لا. سخن المحلول قريبا من درجة الغليان ولمدة دقيقتين لكي يتكتل الراسب ابعث القذح الزجاجي عند التسخين واترك الراسب

يستقر ثم أضف بضع قطرات من نترات الفضة وذلك لإكمال الترسيب فإذا لم يتعكر المحلول الرائق فهذا يعني أن عملية الترسيب قد تمت ضع القدر الزجاجي في مكان مظلم لمدة ساعة أو ساعتين وذلك لإتمام عملية الهضم. الآن خذ جفنة ترشيح نظيفة وجفنها لمدة 15 دقيقة في المجفف الكهربائي ثم بردها لمدة 15 دقيقة في مجفف زجاجي ثم زنها بدقة (كرر العملية لحين ثبوت الوزن) رشح واجمع الراسب في الجفنة ثم اغسل الراسب بحامض النتريك المخفف البارد 3 - 5 مل ولعدة مرات لحين التأكد من أن الراشح خالي من آثار نترات الفضة وللتأكد من ذلك تؤخذ كمية من الراشح ويضاف إليها قطرتين من حامض الهيدروكلوريك المخفف M 0.1 فان لم يظهر هذا الراسب فهذا يدل على اكمال عملية الغسل (للتأكد من عدم وجود Ag^+ . جفف الراسب في مجفف كهربائي درجة حرارته مئوية 130 – 150 لمدة ساعة ثم برد في مجفف زجاجي ثم زن بدقة . كرر العملية عدة مرات (التسخين والتبريد) لحين ثبوت الوزن

الحسابات :

$$1- \text{وزن الكلورايد عمليا} = \text{وزن } AgCl \times \frac{\text{الوزن الذري لـ } Cl}{\text{الوزن الجزيئي لـ } AgCl}$$

$$2- \text{النسبة المئوية العملية للكلوريد} = \frac{\text{وزن الكلورايد العملي}}{\text{وزن الأنموذج}} \times 100$$

$$3- \text{وزن الكلورايد نظريا} = \text{وزن } KCl \times \frac{\text{الوزن الذري لـ } Cl}{\text{الوزن الجزيئي لـ } KCl}$$

$$4- \text{النسبة المئوية النظرية للكلوريد} = \frac{\text{وزن الكلورايد العملي}}{\text{وزن الأنموذج}} \times 100$$

جامعة تكريت
كلية التربية طوز خورماتو
قسم علوم الحياة

الكيمياء العامة – العملي
م.م. حيدر مهدي احمد

الكيمياء التحليلية

الكيمياء التحليلية:

تطورت الكيمياء التحليلية على يد الكيميائيين التحليلين، وتعرف الكيمياء التحليلية على أنها إحدى فروع الكيمياء التي تبحث في كشف وتشخيص العناصر والمواد وتنقسم الكيمياء التحليلية إلى قسمين الأول يعرف باسم التحليل الوصفي (أو النوعي) والثاني يعرف بالتحليل الكمي وبالإضافة إلى نوع آخر يعتمد على الأجهزة المخبرية الدقيقة ويعرف باسم تقنيات الفصل .

وفيما يلي سيتم توضيح كل نوع من أنواع التحليل :

- **التحليل نوعي** : يبحث في إثبات وجود عناصر كيميائية في مركب ما أو وجود مركب عضوي أو لاعضوي في عينة ما.
- **التحليل الكمي** : يبحث في تحديد المقادير الدقيقة لعنصر ما أو مركب ما في عينة مأخوذة.
- تصنف طرق التحليل إلى طرق كيميائية وطرق آلية.
- تتضمن **الطرق الكيميائية** عمليات كيميائية تستخدم فيها أجهزة وزجاجيات بسيطة، كما يكون الجزء الضروري فيها هو قياس حجم أو كتلة.
- وتتضمن **الطرق الآلية** استخدام آلات معقدة تعتمد على الكهرباء والبصريات والحرارة .

التحليل النوعي أو الوصفي Qualitative Analysis

هو مجموعة من العمليات التي يتم فيها الكشف عن تركيب المواد أو المركبات أو العناصر الداخلة في تركيب مادة معينة أو خليط من المواد سواء أكان في الحالة الصلبة أو محلول في مذيب معين ولا يتعرض هذا التحليل إطلاقاً إلى كميات هذه المكونات. وهو الذي يهتم بالمظهر الخارجي للمركب مثل اللون والرائحة والطعم , ويستخدم في هذا النوع عمليات كالأذابة والترسيب والترشيح والاختبارات التي تعتمد اللون أو الراسب, ولا يتطرق هذا التحليل إلى كميات المكونات .

التحليل الكمي Quantitative Analysis

ويبحث في تقدير كميات المكونات أو العناصر الداخلة في تركيب المركب الكيميائي أو الخليط، ويتبين من هذا أن التحليل النوعي لمادة مجهولة التركيب يسبق عادة التحليل الكمي لها، لأنه لا يجوز تقدير مادة معينة تقديرًا كميًا ما لم يتأكد من وجودها وصفيًا. ويشمل التحليل الكمي على:

1- التحليل الوزني Gravimetric Analysis

ويتم التحليل الكمي الوزني بترسيب المادة وتقديرها كميًا في هيئة عنصر منفرد أو مشتق معين معروف التركيب يفصل عن المحلول بالترسيب أو الطرد المركزي ثم غسله وتجفيفه ووزنه، فيحسب وزن المادة المراد تقديرها من معرفتنا لوزن الراسب وتركيبه بدقة. ويضم التحليل الوزني الطرق التي يتم فيها تقدير أوزان المواد أو بعض مكوناتها بطريقتين هما:

- الطريقة المباشرة: وفيها يتم تحديد قياسات الأوزان لنواتج العملية التحليلية المعروفة التركيب.
- الطريقة غير المباشرة: إذ تحدد بواسطتها قياسات الأوزان المفقودة أو الناقصة في الوزن بوصفها نتيجة لخاصية التطاير بالعينة.

2- التحليل الحجمي Volumetric Analysis

تستعمل في هذه الحالة طرق مباشرة وغير مباشرة لتعيين أوزان المواد أو بعض مكوناتها وتشمل هذه الطرق ما يلي:

• طريقة المعايرة الحجمية Titration:

وتتضمن استعمال محاليل ذات تراكيز معلومة وقياس حجوم مثل هذه المحاليل التي تتفاعل كميًا مع محلول المادة المراد تقديرها لحد نقطة معينة تسمى نقطة التكافؤ أو نقطة انتهاء التفاعل التي يمكن الكشف عنها بواسطة الدلائل الكيميائية التي تتضمن تغيرًا حادًا في خواص المحلول كاللون أو التعكير الذي تلاحظهما بالعين المجردة أو تقاس بالطرق الكيميائية الفيزيائية كقياس فرق الجهد أو التوصيل الكهربائي. ويسمى المحلول المعلوم التركيز بالمحلول القياسي (وهو المحلول الذي يحتوي حجم معين منه على وزن معلوم من المادة المذابة). أما عملية إضافة المحلول القياسي من السحاحة إلى حجم معين من محلول المادة المجهولة التركيز في الدورق المخروطي أو العكس حتى يتم التفاعل فتسمى بعملية المعايرة. ومن قوانين التكافؤ الكيميائي وتحديد حجم المحلول القياسي المستعمل في المعايرة نستطيع أن نعين وزن المادة المجهولة أو النسب الوزنية لما فيها من مكونات سواء أكان بطرق مباشرة أو غير مباشرة.

3 - التحليل الغازي Gas Analysis:

وتقاس بهذه الطريقة كمية الغازات المستهلكة وفيه تقدر المادة بتقدير حجم الغاز الذي قد يكون هو المادة المراد تقديرها أو ناتجًا عن تفاعل تلك المادة مع مواد أخرى بحيث تعطي غازًا يمكن تقديره.

4- طرق التحليل الآلي Instrumental method analysis

تقدر المادة بقياس بعض من خواصها الفيزيائية أو الكيميائية مثل الكثافة واللون ومعامل الانكسار والتوصيلة الكهربائية والتغيرات الحرارية والكهربائية....الخ

طرائق التعبير عن تراكيز المحاليل :

1- العيارية Normality

وتعرف بانها عدد الاوزان المكافئة الغرامية من المذاب في لتر من المحلول. اي ان المحلول العياري هو ذلك المحلول الذي يحتوي اللتر الواحد منه على وزن مكافئ غرامي gram equivalent weight من المادة المذابة او يحتوي المليلتر الواحد منه على وزن ملي مكافئ غرامي من المادة المذابة، أي أن :