

ملزمة التحليل الكمائي الآلي



مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (1)

اسم التجربة: المحاليل القياسية

الغرض من إجراء التجربة: تحضير محاليل قياسية لمواد صلبة وسائلة

الجزء النظري:

المحلول القياسي: standard solution

هو المحلول الذي يحوي حجم معين منه على وزن معلوم من المادة المذابة (سواء كانت صلبة أو سائلة). أي هو المحلول المعلوم التركيز وبأي صيغة من صيغ التركيز. وتستخدم المحاليل القياسية في تهيئة منحني المعايرة أو المنحني القياسي.

شروط المادة القياسية:

1. أن تكون ذات تركيب معروف ويسهل الحصول عليها بدرجة عالية من النقاوة.
2. أن تكون غير متميعة وغير قابلة لأي تغير قد يحصل فيها خلال عملية الوزن .
3. أن يكون وزنها المكافئ كبير نسبياً حتى تصبح اخطاء الوزن في حدود الإهمال.
4. أن تكون المادة سهلة الذوبان في الماء تحت الظروف التي تستعمل فيها.
5. أن يكون التفاعل مع المادة القياسية في التفاعلات التي تظهر تماماً عند نقطة التكافؤ وأن تتم بسرعة.
6. يجب أن لا تتأثر بالضوء ودرجات الحرارة والغبار والمواد العضوية.
7. في حالة التسحيحات يجب أن لا يكون محلول المادة القياسية الأولية ملوناً قبل أو بعد الانتهاء من عملية المعايرة منعاً لتداخل لونها مع لون الدليل المستعمل لإيجاد نقطة انتهاء التفاعل.

المحلول الخزين: stock solution

هو عبارة عن محلول قياسي عالي التركيز، يستخدم في تحضير محاليل قياسية لنفس المادة لكن أقل تركيزاً وبواسطة التخفيف.

الجزء العملي:

1-تحضير محلول قياسي لمادة صلبة

يوزن بدقة (wt) من المادة المراد تحضير محلولها في بيكر جاف ونظيف.
تذاب المادة بأقل كمية ممكنة من المذيب (الماء المقطر أو الاعتيادي في أغلب الأحيان).
ينقل المحلول نقلا كيميا إلى قنينة حجميه (vol.flask) نظيفة وذات حجم مطابق للحسابات التي
تم على أساسها حساب الوزن.
يكمل الحجم بإضافة الماء المقطر لحد العلامة .

2- تحضير محلول قياسي لمادة سائلة

يحسب تركيز المادة السائلة الأصلية من المعلومات المثبتة على القنينة (الوزن النوعي أو
الكثافة النسبية ، النسبة المئوية ، الوزن الجزيئي) .
بعد تثبيت التركيز والحجم المطلوب تحضيره يحسب حجم المادة السائلة اللازم أخذه
للتحضير.
يضاف هذا الحجم بواسطة ماصة مدرجة إلى قنينة حجميه نظيفة وجافة ويكمل لحد العلامة
بالماء ويرج جيدا.

الحسابات:

حساب الوزن للمادة الصلبة

$$M = (wt / M.wt) \times (1000 / V \text{ ml})$$

يتم من خلال القانون التالي
مثال

حضر محلول قياسي لمادة هيدروكسيد البوتاسيوم KOH بتركيز 0.01M وبحجم 100ml
علما أن الوزن الجزيئي 56 g/mol .

$$M = wt / M.wt \times 1000 / V \text{ ml}$$

$$0.01 = wt / 56 \times 1000 / 100$$

$$Wt = 0.056 \text{ gm}$$

توزن هذه الكمية من المادة في بيكر نظيف وجاف وتذاب بأقل كمية ممكنة من المذيب ثم تنقل
نقلا كيميا إلى Vol.flask سعة 100 ml ونكمل الحجم لحد العلامة بواسطة المذيب.

إذا أردنا تحضير المحلول القياسي بالتركيز النورمالي N فنستخدم القانون التالي :

$$N = wt / eq. wt \times 1000 / Vml$$

Eq. wt تمثل الوزن المكافئ

حساب الحجم للمادة السائلة

مثال:

حضر محلول قياسي لحامض الفسفوريك H_3PO_4 بتركيز 1N في قنينة حجمه سعة 250 ml علما أن الوزن النوعي للحامض 1.2 والنسبة المئوية للنقاوة 95% والوزن الجزيئي 98 gm/ mol ؟

يتم حساب الوزن المكافئ للحامض من خلال العلاقة التالية
الوزن المكافئ للحامض = الوزن الجزيئي / عدد ذرات الهيدروجين القابلة للتأين

وبالنسبة للقاعدة :

الوزن المكافئ للقاعدة = الوزن الجزيئي / عدد OH القابلة للتأين

بما أن حامض الفسفوريك ثلاثي البروتون لذلك:

$$\text{Eq. wt} = 98 / 3 \\ = 32.6$$

ولحساب التركيز الأصلي للحامض نستخدم القانون التالي:

$$N = (\text{Sp. gr} \times \% \times 1000) / \text{eq. wt}$$

Sp. gr الوزن النوعي

$$N = (1.2 \times 0.95 \times 1000) / 32.6 \\ = 34.9 \text{ N}$$

لتحضير المحلول المطلوب نستخدم قانون التخفيف

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

حيث أن N_1 نورمالية (تركيز) المحلول الأول (الأصلي)

V_1 حجم المحلول الأول

N_2 نورمالية (تركيز) المحلول الثاني (المخفف)

V_2 حجم المحلول الثاني

$$34.9 \times V_1 = 1 \times 250$$

$$V_1 = 7.16 \text{ ml}$$

يتم سحب 7.16 ml من المحلول الأصلي بواسطة ماصة مدرجة نظيفة وجافة وتوضع في قنينة حجمه سعة 250 ml ويكمل الحجم لحد العلامة .

وإذا أردنا تحضير المحلول بالتركيز المولاري نستخدم القانون التالي

$$M = (\text{Sp. gr} \times \% \times 1000) / M. \text{ wt}$$

المناقشة :

كيف يتم حساب الوزن المكافئ لكل من الأصناف الكيميائية التالية :

الملح

العامل المؤكسد

العامل المختزل

مصطلحات ومفاهيم تتعلق بالتحليل الآلي

التحليل الكيميائي الآلي: يقصد به طرائق تحليل المواد عن طريق توظيف جهاز أو آلة مصنعة لهذا الغرض استنادا إلى صفة فيزيائية يتصف بها العنصر أو المركب لكي تكون أساسا للطريقة المستخدمة في التحليل.

س / ما الفرق بين التحليل الكيميائي الآلي والتحليل بالطرائق التقليدية ؟

منحنى المعايرة: calibration curve

هو رسم العلاقة بين أي صفة فيزيائية (مثل الامتصاص ، النفاذية ، زاوية الدوران ، معامل الانكسار ، ..) كدالة للتركيز. ويستفاد منه في إيجاد تركيز مادة مجهولة (تحليل كمي)



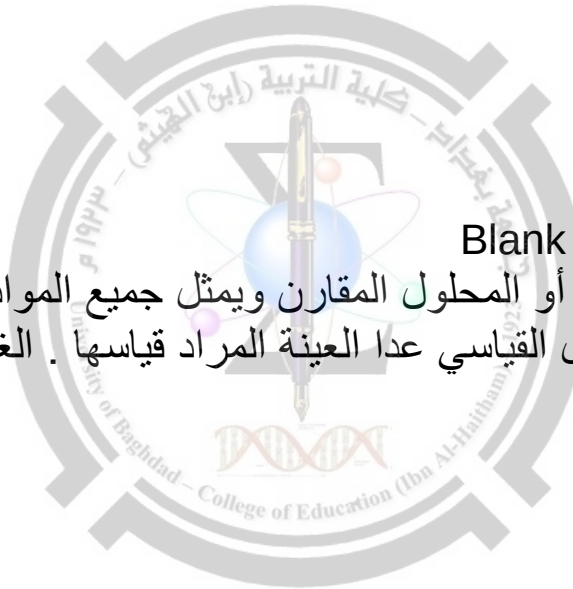
طيف المادة : spectrum

هو رسم العلاقة بين الأمتصاص (قياس النقصان في طاقة الشعاع المار) أو النفاذية مع الطول الموجي أو التردد أو عدد الموجة . يستفاد منه في تشخيص المادة نوعيا (تحليل نوعي) .



محلول البلانك : Blank solution

ويدعى أيضا بمحلول الخلب أو المحلول المقارن ويمثل جميع المواد والكواشف المستخدمة والداخلية في تحضير المحلول القياسي عدا العينة المراد قياسها . الغرض من استخدامه هو لتصفير الجهاز.



مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (2)

اسم التجربة : إيضاح قانون بيير - لامبرت

الغرض من إجراء التجربة: تطبيق القانون باستخدام برمنكنات البوتاسيوم KMnO_4

الجهاز المستخدم: Spectrophotometer

الجزء النظري:

يعتبر قانون بيير - لامبرت من أهم القوانين الرياضية التي تتضمن المعالجة الكمية لامتصاص الطاقة الإشعاعية من قبل المادة فعندما نوجه شعاع أحادي اللون Monochromatic شدته (I_0) بصورة عمودية على خلية من الزجاج أو الكوارتز وبعد مروره مسافة (b) خلال العينة التي تحتوي على (N) من الدقائق الماصة للإشعاع تقل شدة الإشعاع النافذ من الجهة الأخرى إلى (I) حيث إن النقصان في شدة الشعاع المار يتناسب طردياً مع عدد الدقائق الممتصة الموجودة في المحلول والتي تعترض طريق الشعاع.

ينص قانون بيير-لامبرت على :

" إن الزيادة المتتالية في عدد الجزيئات المتماثلة الماصة للإشعاع والواقعة في طريق حزمة من إشعاع أحادي اللون تمتص أجزاء متساوية من الطاقة الإشعاعية التي تمر بها" ويعرف أيضاً بالقانون العام للامتصاص.

$$\log I_0 / I = A = \epsilon b c \quad \text{or} \quad A = a b c$$

حيث إن:

I_0 شدة الضوء الساقط على المحلول

I شدة الضوء النافذ

ϵ ثابت التناسب ويسمى بالامتصاصية المولية Molar Absorptivity

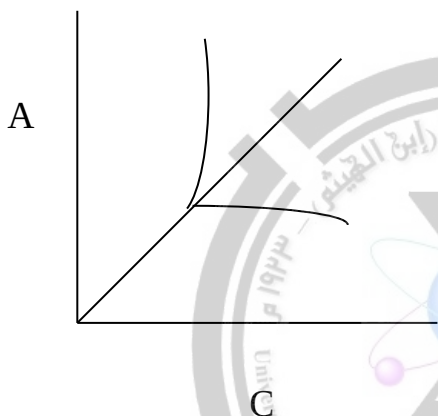
a ثابت التناسب ويسمى بالامتصاصية النوعية Specific Absorptivity

b طول مسار الضوء خلال المحلول

c تركيز المحلول

النسبة I_0 / I تعرف بالنفاذية Transmittance ويرمز لها بـ T . أما $\log I_0 / I$ تعرف بالامتصاص Absorbance أو الكثافة البصرية ويرمز له بـ A .

نظريا فان رسم العلاقة بين A و b أو A و c يجب أن تكون علاقة خطية تمر بنقطة الأصل وعمليا وجد أن العلاقة بين الامتصاص وطول مسار الإشعاع عند تركيز ثابت هي علاقة خطية دائما ودونما استثناء أو انحراف. إلا انه يمكن حصول انحراف عن التناسب المباشر بين الامتصاص المقاس والتركيز مع ثبات مسار الإشعاع بما يعني عدم مطاوعة قانون بيير أو الانحراف عنه وحينئذ تتحرف القيمة الحقيقية انحرافا موجبا (+) أو انحرافا سالبا (-) .



طريقة العمل:

1. يتم تحضير عدة محاليل قياسية من مادة برمنجنات البوتاسيوم والتي تركيزها 0.002 M وذلك بسحب 1 ، 2 ، 3 ، 5 ، ... مل بواسطة ماصة مدرجة ووضعها في قنينة حجمه سعة 25 مل ونكمل الحجم إلى حد العلامة بواسطة الماء.
2. نشغل الجهاز ونثبت الطول الموجي عند 520 nm .
3. نملأ إحدى خليتي الجهاز بالماء ونضعها في المكان المخصص ونصفر الجهاز أي نجعل قراءة الامتصاص A مساوية إلى الصفر.
4. نملأ الخلية الثانية بالمحلول الأول المحضر في الخطوة 1 ونضعها في الجهاز ونسجل قيمة A .
5. نعيد الخطوة السابقة على المحاليل المحضرة الأخرى.
6. نأخذ المجهول ونكمل الحجم إلى حد العلامة بواسطة الماء ويتم قياس الامتصاص له عند نفس الطول الموجي ونسجل القراءة.
7. نرسم البياني بين قيم الامتصاص A للمحاليل مقابل تركيزها.
8. نستخرج تركيز المجهول من الرسم البياني.

الحسابات:

يتم حساب تركيز المحاليل المحضرة من خلال العلاقة

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

حيث أن

C_1 تركيز المحلول الأصلي

V_1 الحجم المأخوذ من المحلول الأصلي

C_2 تركيز المحلول المحضر

V_2 حجم المحلول المحضر

بعد حساب التركيز لجميع المحاليل نسجلها في جدول كالتالي

V ml	C (M)	A
1		
2		
3		
5		
unk		

unk يمثل المجهول (اختصار لكلمة unknown)

ولإيجاد تركيز unk نرسم العلاقة بين A و C (M)

المناقشة

1. ما المقصود بالامتصاص A ؟ وعلى ماذا يعتمد؟
2. ما المقصود بكل من a , ϵ ؟ وعلى ماذا يعتمد كل منهما؟
3. ما أنواع الانحراف عن قانون بيير-لامبرت؟
4. ماهي العوامل المسببة للانحراف عن قانون بيير-لامبرت؟ وضحها؟
5. ماهي أجزاء المطياف ؟ وضحها بشكل مخطط



تجربة رقم (3)

مختبر التحليل الآلي

اسم التجربة: قياس معامل الانكسار

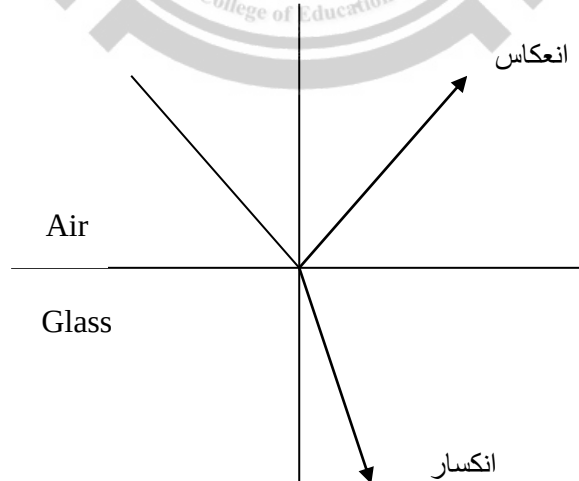
الغرض من إجراء التجربة: - دراسة العلاقة بين التركيز ومعامل الانكسار ومن ثم إيجاد تركيز مادة مجهولة (تحليل كمي)
- دراسة ثابت فيزيائي مهم للمواد العضوية (تحليل نوعي)

Refractometer

الجهاز المستخدم:

الجزء النظري:

من الظواهر المهمة لتداخل الأشعاع مع المادة والتي تكمن أهميتها في الدراسة التركيبية والتشخيصية للمواد هما ظاهرتا الانكسار Refraction والتشتت Dispersion. فلو مر شعاع من وسط لآخر لأرتد أو انعكس بعض منه ولنفاذ القسم الآخر من الوسط الثاني. عند مرور حزمة ضوئية من وسط مادي لآخر فإنها تعاني تغيراً في اتجاهها عند السطح الفاصل بين الوسطين وتدعى هذه الظاهرة بالانكسار، وسبب الانكسار هو تداخل المجال الكهربائي للأشعاع مع الكترونات الوسط. إذا كان الوسط المادي الآخر أكثر كثافة من الوسط الأول فإن الشعاع سوف ينحرف اقرب الى العمود النازل الذي يفصل الوسطين كما مبين في الشكل الآتي:



تسمى الزاوية المحصورة بين مسار الشعاع في الوسط الأول (Air) والعمود النازل على السطح الفاصل بين الوسطين بزاوية السقوط θ_1 . أما الزاوية التي تتناظرها في

الوسط الثاني تسمى بزاوية الانحراف θ_2 . وتسمى النسبة بين جيبى الزاويتين بمعامل الانكسار Refractive index ويرمز له η

$$\eta = \frac{\sin \theta_1}{\sin \theta_2}$$

إذا كانت زاوية السقوط تقع في وسط أكثر كثافة فانها ستكون اقل من زاوية الانحراف وسوف تكون قيمة معامل الانكسار اقل من الواحد الصحيح وإذا كان العكس سوف تكون قيمة معامل الانكسار اكبر من الواحد الصحيح. والشائع هو ان قيمة معامل الانكسار هي اكبر من الواحد الصحيح، لأن الحزمة الضوئية تسير من الهواء الى وسط أكثر كثافة. تعتمد قيمة معامل الانكسار على معاملات الانكسار للوسطين وبهذا يعرف معامل الانكسار η بأنه النسبة بين سرعة الضوء في الفراغ الى سرعته في وسط آخر.

$$\eta = \frac{V_{vac}}{V_{med.}}$$

وتسمى المعادلة التالية بمعادلة سنيل وهي العلاقة بين معاملي الانكسار في الوسطين

$$\frac{\sin \theta_1}{\sin \theta_2} = \frac{\eta_2}{\eta_1} = \frac{V_1}{V_2}$$

طريقة العمل

- يتم تحضير محاليل قياسية مذابة في الماء المقطر من محلول قياسي اصلي وهو كحول (100% Ethanol) وفي قناني حجمية سعة 5ml. ويتم حساب تركيز هذه المحاليل باستخدام قانون التخفيف العام المذكور سابقا
- ينظف موشور الجهاز بقطعة قطنية ناعمة منعا لتخديشه
- يتم قياس معامل الانكسار للمحاليل التي تم تحضيرها سابقا ونسجلها في جدول كالتالي

V ml	C%	η
0.2		
0.4		
0.6		
0.8		
unk		

- ثم خذ محلول مجهول التركيز وسجل معامل الانكسار له
- نرسم بيانيا العلاقة بين معامل الانكسار والتركيز للمحاليل المحضرة من اجل ايجاد تركيز المحلول المجهول
- يتم قياس معامل الانكسار للمحلول القياسي الأصلي بشكل مباشر وبدون تخفيف وذلك لأجل حساب كل من الانكسار النوعي r_D والانكسار المولي Mr_D حسب القوانين التالية:

$$r_D = \frac{\eta^2 - 1}{\eta^2 + 2} \times \frac{1}{\rho}$$

حيث ان ρ يمثل الكثافة

$$Mr_D = r_D \times M.wt$$

هذه تمثل القيم العملية ولحساب القيمة النظرية للانكسار المولي نستعين بالقيم المذكورة في الجدول التالي:

Group	Mr_D
H	1.100
C	2.418
OH	1.525

المناقشة

1. ماهو معامل الانكسار؟ على ماذا يعتمد؟
2. لماذا تكون قيمة معامل الانكسار غالبا اكبر من واحد؟
3. مااهمية دراسة معامل الانكسار؟
4. المالمقصود بكل من الانكسار النوعي والانكسار المولي ومافائدة دراستهما؟
5. ماهي علاقة التركيز بمعامل الانكسار؟
6. اكتب معادلة لورنتز- لورنز؟ وضح مفرداتها؟



مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (4)

اسم التجربة : التسحيح الجهدى

الغرض من إجراء التجربة : تعيين تركيز حامضى HCl , H_3PO_4 في مزيج لهما

الجهاز المستخدم : pH – meter

الجزء النظري : تعتبر القياسات الجهدية Potentiometry احدى طرائق التحليل الكهربائية أو ما يدعى بالطرائق الكهروتحليلية، حيث تستند هذه التقنيات التحليلية على الخواص الكهربائية للعناصر (الفلزية منها بشكل خاص) ومحاليلها المائية. وبالتالي فان الحسابات التي تعتمد على طرائق التحليل الكمي تستند الى المدلولات الكهربائية كالفولتية أو التيار أو المقاومة المتولدة في الخلية الكهروكيميائية تحت ظروف معينة وأيضا على تركيز العنصر أو المركب المعنى بالتحليل والذي تتوقف عليه قيم هذه المدلولات.

يعتبر التسحيح الجهدى Potentiometric titration أحد الاستخدامات التحليلية الشائعة للقياسات الجهدية. تستعمل الدلائل العضوية عادة في التنبؤ عن نقطة التعادل في حالة تسحيح حامض مقابل قاعدة ويتم ذلك من خلال تغير لون المحلول الا انه في بعض الحالات لا يمكن ذلك خاصة في التسحيحات التي تتضمن محاليل ملونة والتي يصعب ايجاد دليل مناسب لها ، أو في حالة تسحيح مزيجات الحوامض أو القواعد في المحاليل المائية واللامائية، لذلك يتم اللجوء الى التسحيح الجهدى. في هذا النوع من التسحيحات يمكن معرفة نقطة التكافؤ للفاعل من خلال التغير المفاجئ في الجهد عند قياسه أثناء التسحيح بعد كل اضافة وبذا يمكن الاستغناء عن استخدام الدلائل .

تتم متابعة التفاعل في التسحيح الجهدى من خلال قياس تركيز واحد أو أكثر من الفصائل الموجودة في المحلول اعتمادا على التغير في جهد الخلية والمكونة من قطبي الزجاج والكالوميل المشبع SCE .

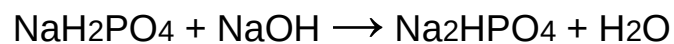
في هذا النوع من التسحيحات يمكن استخدام مزيج من حامضين مختلفين أو أن يكون المزيج مثلا لحامض ثنائي القاعدة والرسم البياني الذي نحصل عليه من خلال التسحيح الجهدى سوف يعتمد بشكل كبير على نوع وقوة الحامض أو مزيج الحوامض المستخدمة (ويمكن اجراء نفس العملية لمزيج من القواعد مقابل حامض معين)، كما توضحه الرسوم البيانية التالية



عند تسحيح مزيج لحامضي H_3PO_4 , HCl ضد NaOH وباستخدام جهاز $\text{pH} - \text{meter}$ فان القاعدة المضافة الى المزيج تتفاعل مع الحامض الأقوى اولا لغاية اكتمال التفاعل ثم تبدأ التفاعل مع الحامض الذي يليه قوة كما توضحه المعادلات الكيميائية التالية:



أما الزيادة من القاعدة فنتفاعل مع NaH_2PO_4 :



طريقة العمل:

1. شغل جهاز pH – meter
2. تتم معايرة الجهاز باستخدام محلول منظم (محلول بفر) ذي pH 4 أو pH 9
3. اغسل القطب بالماء المقطر وجففه ثم ضعه في المحلول المعطى اليك والحاوي على مزيج مجهول التركيز للحامضين . سجل القراءة الاولى لل pH
4. ابدأ باضافة القاعدة (0.1 NaOH) حسب التدرج الموضح في الجدول وسجل قراءة pH مقابل كل اضافة
5. ارسم العلاقة بين pH و V NaOH ومنها استخراج تركيز الحامضين
6. احسب ΔpH و ΔV و $V_{average}$ وسجلها في الجدول
7. ارسم العلاقة بين $\Delta pH / \Delta V$ مقابل $V_{average}$ ومنها استخراج تركيز الحامضين

V NaOH	pH	V Total	ΔpH	ΔV	$\Delta pH / \Delta V$	V average
0.0						
1.0						
1.0						
0.5						
0.5						
0.5						
0.5						
0.5						

الحسابات

عند رسم pH مقابل V NaOH نحصل على الرسم البياني التالي:



V_1 تمثل حجم القاعدة المكافئ للمزيج
 $V_2 - V_1$ تمثل حجم القاعدة المكافئ للحمض الضعيف H_3PO_4
 $V_1 - (V_2 - V_1)$ تمثل حجم القاعدة المكافئ للحمض القوي HCl

لحساب تركيز H_3PO_4

$$0.1 \times (V_2 - V_1) = \text{m.mole of } H_3PO_4$$

لحساب تركيز HCl

$$0.1 \times \{V_1 - (V_2 - V_1)\} = \text{m.mole of HCl}$$

وعند رسم $\Delta pH / \Delta V$ مقابل V average نحصل على الرسم البياني التالي



تعاد نفس الحسابات السابقة وحسب قيم V_1 و V_2 الجديدة

المناقشة:

- ماهي أنواع التسحيح الجهدي؟
- ما الفرق بين التسحيح الجهدي والتسحيح الأعتيادي؟
- ناقش الفرق في النتائج للرسمين البيانيين
- وضح تخطيطيا شكل المنحنى البياني في حالة تسحيح قاعدة متعددة مقابل حامض



مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (5)

اسم التجربة: تقدير الحديد طيفيا

الغرض من إجراء التجربة: ايجاد تركيز محلول مجهول لأيون الحديدك

الجهاز المستخدم: Spectrophotometer

الجزء النظري:

هناك الكثير من الفصائل غير الماصة لأشعاع مافوق البنفسجية المرئية والتي يتعذر تقدير تركيزها بشكل مباشر لذلك نلجأ الى مفاعلتها مع كواشف ملائمة وتحويلها الى نواتج لها قابلية امتصاص قوية في هذه المنطقة. مثال ذلك تقدير تركيز ايون الحديدك حيث تتم مفاعله مع ايون الثايسيانيد ليتكون معقد أحمر اللون صيغته التركيبية العامة $[\text{Fe}(\text{SCN})_n]^{3-n}$ ان نوع المعقد المتكون يعتمد على تركيز ايون الثايسيانيد في المحلول، ففي تراكيز واطئة يكون المعقد $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{+2}$ هو السائد بينما في تركيز 0.1M يتكون المعقد $[\text{Fe}(\text{SCN})_3]$ وفي تركيز عالي جدا يتكون $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{-3}$. في القياسات الضوئية اللونية يضاف عادة زيادة من الثايسيانيد حيث تزداد شدة اللون وثباتية المعقد المتكون. يضاف حامض قوي كحامض النتريك وذلك لايقاف التميؤ الذي قد يحدث لأيون الحديدك:



طريقة العمل:

1. نشغل الجهاز ونثبت الطول الموجي عند 480 nm .
2. من محلول قياسي لكبريتات الحديدك تركيزه 2.5 mg/ml اسحب 2.5 ml وضعها في قنينة حجمية سعة 25 ml. اصف اليها 3ml من HNO_3 (1:1) وبعدها اصف 5ml من (0.01M) KSCN ثم أكمل المحلول لحد العلامة
3. نعيد الخطوة السابقة على الحجم الأخرى (5، 7.5، 10، 12.5 مل)
4. نملأ إحدى خليتي الجهاز بمحلول البلانك ونضعها في المكان المخصص ونصفر الجهاز أي نجعل قراءة الامتصاص A مساوية إلى الصفر.
5. نسجل قراءات الأمتصاص للمحاليل المحضرة.

6. نأخذ المجهول ونعامله مثل المحاليل السابقة ويتم قياس الامتصاص له عند نفس الطول الموجي ونسجل القراءة.
7. نرسم البياني بين قيم الامتصاص A للمحاليل مقابل تركيزها.
8. نستخرج تركيز المجهول من الرسم البياني.

الحسابات:

يتم حساب تركيز المحاليل المحضرة من خلال العلاقة

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

حيث أن

C₁ تركيز المحلول الأصلي

V₁ الحجم المأخوذ من المحلول الأصلي

C₂ تركيز المحلول المحضر

V₂ حجم المحلول المحضر

بعد حساب التركيز لجميع المحاليل نسجلها في جدول كالتالي

V ml	C (mg/ml)	A
2.5		
5		
7.5		
10		
12,5		
unk		

ولإيجاد تركيز unk نرسم العلاقة بين A و C (mg/ml)

المناقشة

1. لماذا يتم استعمال أيون الحديدك وليس الحديدوز؟
2. ما الغرض من استعمال حامض النتريك , وهل يمكن استعمال حامض اخر ؟
3. ما هي العوامل المؤثرة على ثباتية المعقد المتكون ؟
4. هل هناك انحراف عن قانون بيير-لامبرت؟ ماسببه؟



مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (6)

اسم التجربة: التحليل بقياس زواوية الدوران

الغرض من إجراء التجربة: إيجاد تركيز محلول سكري مجهول

الجهاز المستخدم: Polarimeter

الجزء النظري:

إذا كان بالإمكان جعل انتشار موجات الشعاع الكهرومغناطيسي في مستوى واحد بدلا من انتشارها في جميع الاتجاهات قيل لمثل هذا الشعاع أنه مستقطب. وإذا أسقطنا شعاع على مادة لها القدرة على إنتاج الضوء المستقطب (أو موشور نيكول مثلا) فإن جزء منه يمتص وجزء يستقطب بحيث يكون مستوى الاستقطاب عمودي على محور الموشور وهذا يسمى المستقطب Polarizer وإذا وضعنا موشور آخر محوره عمودي على محور الموشور الأول فإن الأشعاع المستقطب في الموشور الأول لا يمر في الموشور الثاني لأن محور الموشور الثاني موجود في مستوى الشعاع المستقطب الساقط على هذا الموشور والذي يدعى بالمحلل Analyzer.

أن التحليل بقياس الاستقطاب يختص بدراسة المواد والمحاليل التي بإمكانها تدوير مستوى الضوء المستقطب الذي يمر فيها أما نحو اليمين (بأتجاه عقارب الساعة) ويدعى Dextro ويرمز له (D أو +) أو نحو اليسار (عكس عقارب الساعة) ويدعى Levo ويرمز له (L أو -) وتعرف هذه الظاهرة بالفعالية البصرية والمواد التي تمتلك هذه الخاصية تسمى بالمواد الفعالة بصريا. عند وضع محلول مثل محلول السكر أو محلول حامض الستريك (مواد فعالة بصريا) بين الموشورين ذوي المحاور المتعامدة أن هناك ضوءا يخرج من الموشور الثاني ومعنى هذا أن مستوى الاستقطاب قد دار بزاوية معينة أو بمعنى اصح أن المحلول ادلر مستوى الاستقطاب بزاوية معينة وتدعى زاوية الدوران θ .

وجد أن زاوية الدوران تتناسب مع تركيز المادة الفعالة بصريا في المحلول كما أنها تتناسب مع طول خلية القياس (L):

$$\theta \propto LC$$

وأن

$$[\theta]_t^\lambda = 100 \theta / LC$$

حيث :

$[\theta]_t^\lambda$ قيمة الدوران النوعي للمادة عند درجة حرارة t باستخدام شعاع مستقطب بطول موجي مقداره λ
 θ زاوية الدوران
 L طول مسار الشعاع خلال العينة مقدرا بالديسمترات
 C تركيز العينة في المحلول مقدرة بالغرامات لكل 100 سم³

طريقة العمل

1. زن العينة المعطاة وسجل وزنها
2. اذب العينة في كمية قليلة من الماء وانقل المحلول نقلا كيميا الى قنينة حجمية سعة 100 مل ثم اكمل الحجم الى حد العلامة
3. من المحلول السابق حضر خمسة محاليل ذات تراكيز مختلفة
4. املا الأنبوبة (خلية القياس) الموجودة في الجهاز بالماء وصفر الجهاز
5. املا الأنبوبة بالمحلول المحضر الأول وسجل قيمة θ
6. كرر الخطوة السابقة لبقية المحاليل
7. سجل النتائج في جدول كالتالي بعد حساب التركيز باستخدام قانون التخفيف العام كما مر علينا سابقا

V ml	C gm/100 ml	θ
3		
6		
9		
12		
unk		

ارسم العلاقة البيانية بين θ و C ومنها جد تركيز المجهول .
من الرسم البياني احسب قيمة ثابت الدوران النوعي للمحلول السكري.

المناقشة

1. وضح تخطيطيا اجزاء جهاز المقطاب
2. ما المقصود بزاوية الدوران وعلى ماذا تعتمد
3. وضح تطبيقات قياس الأستقطاب كميا ونوعيا
4. ما هو الدوران النوعي وما هي العوامل المؤثرة عليه
5. اكتب معادلة الدوران الجزيئي



مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (7)

اسم التجربة: التحليل الكمي والنوعي باستخدام مطيافية UV- Vis

الغرض من إجراء التجربة: * كيفية الحصول على طيف الأمتصاص لمادة في المنطقة المرئية ما فوق البنفسجية
* تعيين تركيز مجهول من المادة بالاستعانة بطيف الأمتصاص لها

الجهاز المستخدم: Spectrophotometer

الجزء النظري:

تستخدم مطيافية UV- Vis في التحليل الكمي والنوعي لكثير من المركبات العضوية واللاعضوية وتكمن أهمية هذه الطريقة في ان معظم الأطياف التي يتم الحصول عليها ضمن المنطقتين تكون بسيطة وتظهر ذروتين أو ذروة واحدة (peak) مقارنة بطيف تحت الحمراء IR والذي يظهر بحدود (20) أو أكثر من الذرى أو قمم الأمتصاص .
عند امتصاص الجزيئات شعاع UV- Vis تثار الإلكترونات التكافؤ الى مستويات الطاقة العليا مع حصول اثاره في المستويات التذبذبية والدورانية للجزيئة وبسبب عوامل كثيرة أهمها :
تداخل جزيئات المادة مع المذيب وتقارب طاقة المستويات الدورانية والتذبذبية ، فان طيف الأمتصاص يظهر بشكل حزم عريضة وليست حادة.

تعتمد معظم تطبيقات الأمتصاص للمركبات العضوية في مطيافية uv- vis على الأثرية التي تسببها الانتقالات الطاقية $\pi-\pi^*$ و $n-\pi^*$ وذلك بسبب احتياج هذه الانتقالات لطاقة قليلة مقارنة بما تحتاجه الانتقالات الأخرى (مثل $\sigma-\sigma^*$ و $n-\sigma^*$) . ويمكن استخدام اطياف uv- vis في التشخيص النوعي للمركبات العضوية ذات الأنظمة المتبادلة والتي تحتوي على أوامر عدم التشبع .

يعطي رسم العلاقة بين مقدار الأمتصاص (النقص في طاقة الأشعاع المار) كدالة لتردد الأشعاع أو الطول الموجي أو عدد موجته شكلا يعرف بطيف الأمتصاص Absorption Spectrum وتعتمد أطياف الأمتصاص على جملة من العوامل أهمها : الحالة الفيزيائية للمادة والوسط الي توجد فيه وتتأثر مواقع الأمتصاص بطبيعة المذيب والصيغة التركيبية للمركب.

طريقة العمل

1. من محلول تركيزه 0.1 M حضر ثلاثة محاليل في قناني حجمية سعد 100 مل بتركيز 0.3×10^{-3} M , 0.6×10^{-3} M , 0.9×10^{-3} M وذلك باستخدام قانون التخفيف العام.
2. شغل الجهاز وأملأ احدى الخلايا بالمحلول الأول وأملأ الأخرى بالماء الأعتيادي ، سجل قراءة الأمتصاص A للأطوال الموجية (480 – 580 nm) وبزيادة 10 nm لكل قراءة
3. نقوم بنفس العملية للمحاليل الأخرى وسجل القراءات في جدول كالتالي

λ	A1	A2	A3
480			
490			
500			
510			
520			
530			
540			
550			
560			
570			
580			

4. نرسم العلاقة البيانية بين A و λ للمحاليل الثلاثة مع بعضها في رسم بياني واحد ومنه نستخرج λ_{max} وهو يمثل الطول الموجي الذي يحدث عنده اعظم أمتصاص

A

λ

5. نسجل قيم الأمتصاص العظمى لكل من التراكيز الثلاث عند $\lambda_{\max}$ في جدول كالتالي :

C (M)	A
0.3×10^{-3}	
0.6×10^{-3}	
0.9×10^{-3}	
unk	

6. ارسم علاقة التركيز مع الأمتصاص للنتائج السابقة ومنها استخراج تركيز المجهول

المناقشة

1. ما المقصود بكل من المصطلحات التالية

Spectrophotometry \ Colormetry \ Absorptiometry

2. لماذا تدرس منطقتي uv-vis سوية

3. لماذا تعتبر مطيافية uv-vis قليلة الأهمية في التشخيص النوعي

مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (8)

اسم التجربة : سعة البفر

الغرض من إجراء التجربة : ايجاد سعة محلول البفر

الجهاز المستخدم: pH – meter

الجزء النظري :

سعة البفر Buffer capacity يرمز لها (B) ويقصد بها كمية الحامض القوي او القاعدة القوية اللازمة لتغيير الأس الهيدروجيني (pH) للمحلول المظم (محلول البفر) وحدة واحدة. ويتم حسابها بالمعادلة التالية:

$$B = \Delta V / \Delta pH$$

وتعرف سعة البفر ايضا على انها عدد الأوزان المكافئة للحامض القوي او القاعدة القوية اللازمة لتغيير pH لترواحد من المحلول المنظم وحدة واحدة. واستنادا لهذا فإن سعة البفر تعتمد على التركيز الكلي لمكونات المحلول المنظم (مثلا حامض ضعيف وملحه) وكذلك على نسبة التراكيز لمكونات هذا المحلول.

طريقة العمل:

1. حضر محلول البفر pH=4.2 كالآتي: أضف 24.8ml من محلول (Na₂HPO₄) 0.2M الى 35.2ml من محلول (citric acid) 0.1M ثم خذ منه 50ml وضعها في بيكر نظيف وجاف.
2. شغل جهاز pH – meter
3. تتم معايرة الجهاز باستخدام محلول منظم قياسي (محلول بفر) ذي pH 4 أو pH 9
4. اغسل القطب بالماء المقطر وجففه ثم ضعه في المحلول المعطى اليك والحاوي على محلول البفر المحضر. سجل القراءة الاولى لل pH .
5. ابدأ باضافة القاعدة (0.1 NaOH) حسب توجيهات المشرف في المختبر وسجل قراءة pH مقابل كل اضافة .

6. سجل النتائج في جدول كالآتي وارسم العلاقة بين pH و V_{HCl} ومنها استخراج سعة البفر.

V_{HCl}	pH
0.0	
1.0	
1.0	
0.5	
0.5	
0.5	
0.5	

المناقشة:

- ما المقصود بالمحلول المنظم (محلول البفر)؟ وما هي انواعه؟
- ما الغرض من استعمال محلول منظم قياسي في التجربة؟
- ما فائدة معرفة سعة البفر؟
- وضح تخطيطيا شكل الرسم البياني الناتج من استعمال قاعدة (مثل $NaOH$) بدلا عن الحامض

مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (9)

أسم التجربة: التسحيح التوصيلي

الجهاز المستخدم: Conductivity Bridge

الغرض من إجراء التجربة: أيجاد تركيز حامضي HCl و CH_3COOH في مزيج لهما

الجزء النظري:

تعتمد قياسات التوصيل الكهربائي على دراسة الصفات الكهربائية للمحاليل الألكتروليتية والتي لا تعتمد على حدوث تفاعلات عند الأقطاب وإنما انتقال أو هجرة الفصائل موجبة الشحنة نحو الكاثود وهجرة الفصائل سالبة الشحنة نحو الأنود. يمكن استخدام قياسات التوصيل الكهربائي في الاستدلال على نقاط انتهاء التفاعل في عمليات المعايرة والتي تعرف بالتسحيحات التوصيلية.

ان التوصيل الألكتروليتي هو قياس لقابلية المحلول الألكتروليتي على حمل التيار الكهربائي. وتجري قياسات التوصيل غالبا في المحاليل المائية ويمكن استخدام أوساط لامائية ايضا (كالكحول مثلا) عند تعذر ذوبان المادة في الماء. ان التوصيل (L) او يرمز له (C) هو مقلوب المقاومة (أي $1/R$) ووحداته متنوعة اذ يمكن التعبير عنه بدلالة مقلوب الأوم (ohm^{-1}) او بدلالة (mho) او بالسيمنس (S) وهي الوحدة المتفق عليها عالميا مؤخرا.

أما التوصيل النوعي للمحلول specific conductance (يرمز له بالحرف الأغريقي Ω) فهو يمثل مقلوب المقاومة النوعية ويطلق عليه احيانا مصطلح التوصيلية conductivity ووحدته هي S.cm^{-1} او قد تكون mho.cm^{-1} او $\text{ohm}^{-1}.\text{cm}^{-1}$

ان لقياسات التوصيل الكهربائي تطبيقات كثيرة منها معايرات التوصيل (التسحيح التوصيلي conductometric titration) حيث يتم فيها تعيين نقطة نهاية التفاعل من خلال الفرق الواضح في قيمة التوصيل النوعي بين المحلول الأصلي والكاشف المعايير المضاف او نواتج التفاعل.

طريقة العمل:

1. افتح مصدر التيار الكهربائي للجهاز
2. ارفع قطبي الخلية من محلول الخزن واغمرها في محلول HCl المجهول التركيز (سجل حجم الحامض المعطى لك) . سجل قراءة التوصيلية للمحلول
3. ابدأ باضافة القاعدة (0.1 N NaOH) وبمعدل 1ml لأضافتين متتاليتين ثم استمر بالأضافة بمعدل 0.5ml لكل اضافة ومع التحريك المستمر . سجل قراءة الجهاز عند كل اضافة وادرجها في جدول كالآتي:

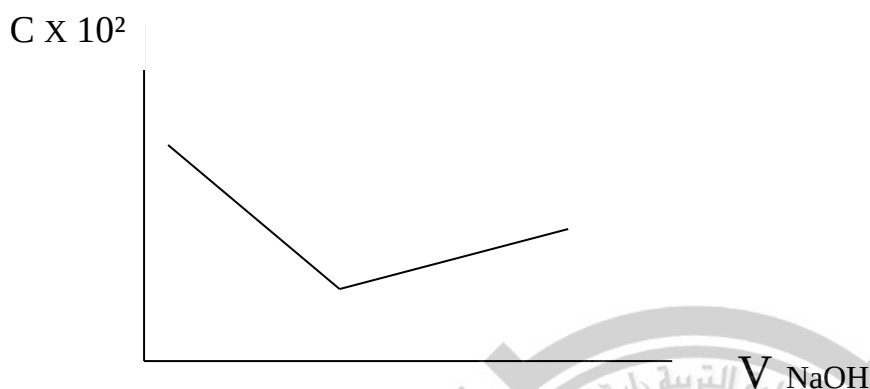
V NaOH	C X 10 ²
--------	---------------------



4. نقوم بنفس الخطوات للمحلول الثاني والذي يحتوي على مزيج HCl و CH₃COOH مجهولي التركيز (سجل حجم الحامضين في المحلول المعطى لك). ادرج القراءات في جدول كما في الخطوة السابقة.
5. ارسم العلاقة البيانية لكل محلول على حدة ومنها أوجد حجم القاعدة المكافئ للحامض وذلك من اجل إيجاد التركيز للحامضين

الحسابات:

عند رسم العلاقة البيانية الأولى وهي تسحيح HCl ضد NaOH نحصل على الرسم البياني التالي

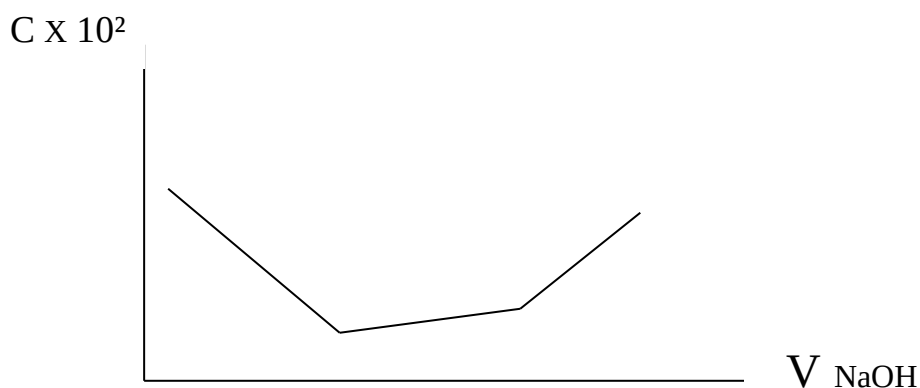


V تمثل حجم NaOH المكافئ للحمض

وعند تطبيق قانون التخفيف العام $N_1V_1 = N_2V_2$

N_1V_1 تخص الحمض (N_1 مجهول ، V_1 معلوم معطى لك في المختبر)
 N_2V_2 تخص القاعدة ($0.1N = N_2$ ، V_2 من الرسم وتمثلها v)
ومنها يحسب تركيز الحمض المجهول

الرسم البياني الثاني هو للمزيج وفيه



لأيجاد تركيز HCl :- $N_1V_1 = N_2V_2$
 N_1 مجهول V_1 معلوم معطى لك في المختبر
 $N_2 = 0.1 N$ V_2 من الرسم البياني $(V_2 - V_1) - V_1$

لأيجاد تركيز CH_3COOH :- $N_1V_1 = N_2V_2$
 N_1 مجهول V_1 معلوم معطى لك في المختبر
 $N_2 = 0.1 N$ V_2 من الرسم البياني $(V_2 - V_1)$

المناقشة:

1. على ماذا يعتمد التوصيل الكهربائي
2. ما المقصود بالتوصيل النوعي؟ ماهي وحداته؟
3. ماذا نعني بالتوصيل المكافئ؟ وماهي العلاقة الرياضية التي توضحه؟ ماهي وحداته؟
4. لماذا يزداد التوصيل عند تخفيف المحلول؟
5. عدد أجهزة قياس التوصيل الكهربائي؟
6. لماذا يطلى القطبان في خلية التوصيل بأسود البلاتين؟
7. عدد تطبيقات قياس التوصيل؟

مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (10)

اسم التجربة: تقدير تركيز الكوبلت والكروم في مزيج لهما طيفيا

الغرض من إجراء التجربة: ايجاد تركيز العنصرين في مزيجهما دون فصلهما

الجهاز المستخدم: Spectrophotometer

الجزء النظري:

ان من الممكن تطبيق قانون بير-لامبرت على الأنظمة ذوات المكونات المتعددة فإذا كان لدينا محلول يحتوي على أكثر من مادة ماصة للأشعاع امكن قياس تركيز كل مكون من مكونات المحلول على شرط ان لا يوجد تأثير متبادل بين المكونات. وهذا يتم استنادا الى حقيقة ان الدقائق الماصة للأشعاع تتصرف بصورة مستقلة فيما بينها وان ما يمتصه المزيج هو نتاج مجموع امتصاص المواد كل على حدة عند طول موجي محدد، وان طيف امتصاص المزيج هو ببساطة مجموع المنحنيين المنفردين لأمتصاص المكونين.

طريقة العمل:

1. شغل جهاز المطياف
2. من محلول نترات الكوبلت وبتركيز 0.2 M حضر مجموعة من المحاليل القياسية وذلك بسحب الحجوم التالية (1, 2, 3, 4, 5 ml) في قنينة حجمية سعة 25 ml
3. من محلول نترات الكروم وبتركيز 0.05 M حضر مجموعة من المحاليل القياسية وذلك بسحب الحجوم التالية (5, 10, 15, 20, 25 ml) في قنينة حجمية سعة 25 ml
4. سجل قراءات الأمتصاص لكل من المحاليل المحضرة سابقا عند الطول الموجي 510 nm وايضا عند الطول الموجي 575 nm (مع الانتباه لتصفير الجهاز عند كل طول موجي بأستعمال محلول البلانك)
5. سجل قراءة الأمتصاص للمحلول المجهول عند الطولين الموجيين المذكورين آنفا

الحسابات:

يتم حساب تركيز المحاليل المحضرة من خلال العلاقة

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

حيث أن

C_1 تركيز المحلول الأصلي

V_1 الحجم المأخوذ من المحلول الأصلي

C_2 تركيز المحلول المحضر

V_2 حجم المحلول المحضر

بعد حساب التركيز لجميع المحاليل نسجلها في جدول كالتالي

V co	C (M)	A ⁵¹⁰	A ⁵⁷⁵	V cr	C (M)	A ⁵¹⁰	A ⁵⁷⁵
1				5			
2				10			
3				15			
4				20			
5				25			

أرسم العلاقة البيانية بين C و A لكل من الكوبلت والكروم عند الأطوال الموجية المذكورة (اربعة رسومات بيانية). اوجد الميل (slop) لكل رسم بياني على حدة وهو يمثل ثابت الأمتصاصية المولية (ε) (اربعة قيم).
 سجل قراءة الأمتصاص للمحلول المجهول (يحتوي على الكوبلت والكروم سوية) عند 510 nm و 575 nm .

عوض قيم (ε) في المعادلات الآتية

$$A^{510}_{unk} = A^{510}_{Co} + A^{510}_{Cr}$$

$$= \epsilon^{510}_{Co} \cdot b \cdot C_{Co} + \epsilon^{510}_{Cr} \cdot b \cdot C_{Cr} \quad \dots\dots (1)$$

$$A^{575}_{unk} = A^{575}_{Co} + A^{575}_{Cr}$$

$$= \epsilon^{575}_{Co} \cdot b \cdot C_{Co} + \epsilon^{575}_{Cr} \cdot b \cdot C_{Cr} \quad \dots\dots (2)$$

ولأيجاد تركيز الكوبلت والكروم في المزيج نقوم بحل المعادلتين (1، 2) آنيا.



مختبر التحليل الآلي تجربة رقم (11)

اسم التجربة: التعكيرية

الغرض من إجراء التجربة: ايجاد تركيز محلول مجهول للكبريتات SO_4

الجهاز المستخدم: Spectrophotometer

الجزء النظري: يعتمد قياس التعكيرية على ظاهرة مرور الضوء خلال وسط يحتوي على دقائق عالقة تختلف في معامل انكسارها عن معامل انكسار الوسط المنتشرة فيه. تتضمن هذه الطريقة قياس شدة الضوء النافذ خلال وسط عالق وهي مشابهة للطرق اللونية لكون كليهما يتضمن نفس الأسس النظرية ويكون شدة الضوء النافذ دالة للتعكيرية ومنها يمكن ايجاد تركيز المادة العالقة باستخدام جهاز المطياف Spectrophotometer .
تشمل طريقة التعكيرية دراسة المحاليل شبه الغروية للجسيمات الصلبة (العوالق Suspensoid) والمحاليل شبه الغروية السائلة (المستحلبة Emulsoid) .
ان التعكيرية طريقة ذات حساسية جيدة في التحليل اذ انه بقياس شدة الضوء النافذ نستطيع تقدير كمية المادة العالقة في المحلول وذلك باستخدام معادلة رايلي للتعكيرية :

$$S = \log \frac{I_0}{I}$$

$$= K b c$$

حيث ان :

S	التعكيرية
I	شدة الضوء الساقط
I	شدة الضوء النافذ
b	سمك الخلية
c	تركيز المحلول
K	التعكيرية المولية Molar turbidanc

طريقة العمل

- حضر 250 ml من المحلول القياسي $0.01N \text{ K}_2\text{SO}_4$
- من المحلول القياسي اسحب الحجوم التالية : 4, 8 , 12 , 16 , 20 , 24 ml
ضعها في قناني حجمية سعة 50ml وخففها بالماء المقطر لحد العلامة . احسب تراكيزها بالاستعانة بقانون التخفيف العام: $N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$
- خذ 10ml من المحلول المخفف الأول وضعه في بيكر صغير ثم اضع اليه 10ml من المحلول المكيف (المحلول المعدل) بعدها أضف 0.3gm من BaCl_2
- حرك لمدة دقيقة واحدة واتركها لمدة أربع دقائق . حرك لمدة 15 ثانية قبل القياس.
- سجل النسبة المئوية للنفاذية %T من الجهاز عند الطول الموجي 420nm وكذلك سجل قيم A عند نفس الطول الموجي (A تمثل S) .
- كرر الخطوات السابقة بالنسبة للمحاليل المخففة الأخرى .
- نجري نفس الخطوات للمحلول المجهول.
- نسجل النتائج في جدول كالتالي

V ml	C / N	S	T%
4			
8			
12			
16			
20			
24			
unk			

- نرسم بيانيا العلاقة بين %T وتراكيز المحاليل المخففة ونرسم ايضا العلاقة بين S والتراكيز ومنهما نستخرج تركيز المحلول المجهول

المناقشة

1. ماهي معادلة رايلي؟ وضح مفرداتها
2. ما المقصود بالمحلل المكيف وما فائدة استخدامه؟
3. ما الفرق بين الأستطارة والتعكيرية؟
4. ماهي النواحي العملية الواجب اتخاذها لأتمام التجربة بنجاح؟

