الباب الأول

علم الكيمياء التحليلية

الباب الأول

" علم الكيمياء التحليلية "

أن علم الكيمياء التحليلية هو أحد فروع علم الكيمياء وبواسطته يتم الكشف عن العناصر والمواد ، كما يبين طرق فصل العناصر والمواد ومعرفة مكوناتها . سواء منفردة أو في خليط منها ، إضافة الي تقدير هذه المكونات تقديراً كمياً . وتشمل الكيمياء التحليلية علي التحليل النوعي والتحليل الكمي ، ويختص الأول بمعرفة نوع العناصر الموجودة في المركب ، أما الثاني فيختص بإيجاد كمية كل عنصر من العناصر .

وهناك علاقة وثيقة بين الكيمياء التحليلية والعديد من فروع العلم الأخري كما تلعب الكيمياء التحليلية دوراً هاماً في التقدم العلمي والتكنولوجي .وهي ضرورية في كل مكان ، إذ يقوم الآلاف من الكيميائيين يومياً بإجراء الملايين من التحاليل علي عينات لمواد أولية ومنتجات وسطية ومنتجات جاهزة وأسمدة معدنية والمياه والهواء ، بالإضافة الي التحاليل الطبية .

وتقوم الكيمياء التحليلية في كثير من العلوم بدور مهم ، وكذلك فهي لا غني عنها أساساً في علم الحياة ، إذ يستفاد من التقنية التحليلية في دراسة المواد الحية وعمليات التمثيل الغذائي وغيرها ، ولا يستطيع الأطباء تشخيص الأمراض دون الاستناد الي نتائج التحليلات اللازمة لذلك . كما نجد أن تقسيم المعادن جاء بعد معرفة تامة بالمكونات الكيميائية لها . ولا يستطيع الفيزيائيون تشخيص نواتج تصادم الدقائق ذات الطاقة العالية بدون استخدام التقنية التحليلية في الصناعة الحديثة . أن قيمة المواد الخام ومدي نقاوة منتج صناعي وملاءمته للاستعمال ما والسيطرة علي العمليات الصناعية في مرحلة أو أكثر نحتاج الي معرفة الكيمياء التحليلية للتأكد من جودة الإنتاج الصناعي .

وتظهر بوضوح أهمية الكيمياء التحليلية في المجال الزراعي في تحسين وزيادة الإنتاج الزراعي ، وأنه لم تتح للإنسان معرفة معلومات صحيحة عن خصوبة التربة بالأسمدة ونمو النبات وتغنية الأغذية والألبان إلا في وقت حديث نسبياً حيث بدأ التوسع والتطور في علم الكيمياء وازدادت الدراسات النظرية والعملية فيه وباتجاهات مهمة ومتباينة ، وظهرت الأجهزة والتقنيات الحديثة التي أسهمت إسهاماً واضحاً في حل كثير من المشكلات التي كانت تعوق تطوير المحصول الزراعي وتحسينه كماً ونوعاً .

تصنيف الكيمياء التحليلية :

يمكن تصنيف الكيمياء التحليلية حسب الغرض من التحليل الي :

أولاً : التحليل النوعي أو الوصفي : Qualitative Analysis

هو مجموعة 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 الصلبه أو في محلول في مذيب معين ولا يتعرض هذا التحليل إطلاقاً الي كميات هذة المكونات .

ثانياً : 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 تقديراً كمياً ما لم يتأكد من وجودها وصفياً . ويشمل التحليل الكمي علي :

1- التحليل الوزني :- Gravimetric Analysis

ويتم التحليل الكمي بالوزن بترسيب المادة تقديرها كمياً 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 . فمثلاً يمكن تعين نسبة الكلور في ملح الطعام مثلاً بإذابة وزن معين من الملح في الماء ثم إضافة زيادة من محلول نترات الفضة اليه فيترسب علي شكل كلوريد الفضة ، ثم يرشح الراسب ويغسل ويجفف ثم يوزن لمعرفة كمية الكلور ونسبته في الملح . ويضم التحليل الوزني الطرق التي يتم فيها تقدير أوزان المواد أو بعض مكوناتها بطريقتين هما :-

أ- الطريقة المباشرة Direct method :-

وفيها يتم تحديد قياسات الأوزان لنواتج العملية التحليلية المعروفة التركيب .

ب- الطريقة غير المباشرة Indirect method :-

إذ تحدد بواسطتها قياسات الأوزان المفقودة أو الناقصة في الوزن بوصفها نتيجة لخاصية التطاير بالعينة **Volatilization species** .

2- طرق التحليل الحجمي : Volumetric Analysis

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

أ- طريقة المعايرة Titration :-

وتتضمن استعمال محاليل ذات تراكيز معلومة وقياس حجوم مثل هذه المحاليل التي تتفاعل كمياً مع محلول المادة المراد تقديرها لحد نقطة معينة تسمي نقطة التكافؤ **Equivalent point** أو نقطة انتهاء التفاعل التي يمكن الكشف عنها بواسطة الأدلة **Indicators** التي تتضمن تغيراً حاداً في خواص المحلول كاللون أو التعكير الذي نلحظهما بالعين المجردة أو تقاس بالطرق الكيميائية الفيزيائية كقياس فرق الجهد أو التوصيل الكهربائي . ويسمي المحلول المعلوم التركيز بالمحلول القياسي **Standard solution** وهو المحلول الذي يحتوي حجم معين منه علي وزن معلوم من المادة المذابة . أما عملية إضافة المحلول القياسي من السحاحة **Burette** الي حجم معين من محلول المادة المجهولة التركيز في الدورق المخروطي أو العكس حتى يتم التفاعل

فتسمي بعملية المعايرة **Titration** . 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

ب- التحليل الغازي Gas Analysis :-

وتقاس بهذه الطريقة كمية الغازات المستهلكة وفيه تقدر المادة بتقدير حجم الغاز الذي قد يكون هو المادة المراد تقديرها أو ناتجاً عن تفاعل تلك المادة مع مواد أخري بحث تعطي غازاً يمكن تقديره . ويجب أن لا يفهم بأن عمليات التحليل الكمي والنوعي لا يمكن أن تتم إلا عن طريق التفاعلات الكيميائية . وعمليات الفصل بالطرق الطبيعية لها أثرها الواضح في بناء أكثر مراحل التحليل الكروماتوغرافي لمكونات الخليط ثم يلي ذلك التميز بطرق كيميائية . ومع أن طرق التحليل الحجمي تتطلب توفر شروط وخبرة لتجاوز الأخطاء أو العيوب فأنها تفضل في التطبيق العملي والاستعمال علي طرق التحليل الوزني ؛ لأن الأخيرة – علي الرغم من دقة النتائج التي يمكن الحصول عليها عند استعمالها بطيئة وتستغرق وقتاً طويلاً لإتمام التحليل ، قد يتجاوز الانتظار للحصول علي نتائجها عدة ساعات أو أيام ، وهو ما لا يتفق والحاجة العملية خاصة في السيطرة الكيميائية علي العمليات الصناعية لتوجيه التفاعلات الوجهة الصحيحة للحصول علي نتائج ذات مواصفات عالية الجودة .

ثالثاً :طرق التحليل الالي :-

Instrumental Methods of Analysis or Physicochemical Methods of Analysis :

تقدر المادة بقياس بعض خواصها الفيزيائية أو الكيميائية مثل الكثافة واللون ومعامل الانكسار والتوصيلة الكهربائية والتغيرات الحرارية والكهربائية ..... الخ .وتعتمد هذه الطرق أساساً علي القياسات الآتية :

1- انبعاث الطاقة الضوئية : Emission of photoenergy

يتضمن هذا القياس إثارة المادة الي مستويات عالية من الطاقة بالطاقة الضوئية أو الكهربائية ثم رجوعها الي مستوي طاقة منخفض فينبعث منها من الطاقة الممتصة وتكون مقياساً لكمية المادة وذلك بواسطة الطرق الآتية :

أ- طرق تسجيل الطيف الإنبعاثي:- Emission spectrography

- حيث تثار المادة باستخدام القوس الكهربائي .

ب- المطياف الفوتومتري باللهب:- Flame photometry

- حيث تثار المادة باستخدام أنواع مختلفة من اللهب وبعد رجوع المادة الي حافة طاقة منخفضة تقاس كمية الضوء المنبعثة .

ج- وميض الأشعة السينية :- X – Ray fluorecene

- حيث تثار المادة بأشعة سينية ذات طول موجي معين وبعد رجوعها الي حالة طاقة منخفضة تقاس الأشعة المنبعثة وهي التي تقوم بتمييز العنصر .

2- امتصاص الطاقة الضوئية : Absorption of photo energy

- ويتضمن قياس كمية الطاقة الضوئية عند طول موجة معينه تمتصها المادة المراد تحليلها ، ولهذا الغرض يمكن استخدام ما يلي:

أ- الطرق الطيفية اللونية **Colorimetric methods**

ب- الطرق الطيفية في المنطقة فوق البنفسجية

Ultra – violet spectroscopic methods .

ج - الطرق الطيفية في المنطقة تحت الحمراء

Infra–red spectroscopic methods .

د – طريقة الأشعة السينية **X – Ray methods**

هـ - الرنين النووي المغناطيسي

Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

تتضمن هذه الطريقة التفاعل بين موجات الراديو ونوي الذرات التي تكون في مجال مغناطيسي .

3- الطرق الكهربائية : Electro chemical methods

أ- التحليل بطريقة التوصيل الكهربائي:- Conductimetry

حيث يقاس التغير في معامل التوصيل الكهربائي لمحلول النموذج .

ب- التحليل بقياس فرق الجهد :- Potentiomertry

حيث يقاس الجهد الكهربائي المتغير في أثناء التفاعل عند وضع القطب في المحلول ويمكن معرفة انتهاء التفاعل ومن ثم يمكن حساب تركيز المواد المتفاعلة .

ج- التحليل بقياس كمية الكهربائية :- Coulometric methods

تقاس كمية الكهربائية بالكولوم اللازمة لإكمال التفاعل الكهروكيميائي .

د- البولاروجرافيا :- Polarograply

تقاس قيمة التيار الكهربائي حيث تتناسب مع تركيز المادة التي تختزل أو تتأكسد في تفاعل كهروكيميائي عند القطب المايكروئي .

4- التحليل الكروماتوجرافي : Chromatogaphic Analysis

يعتمد هذا النوع من التحليل علي اختلاف المواد بعضها عن بعض في ميلها للأمتزاز **adsorption** أو التجزئة **Partition** أو التبادل **exchange** خلال سطح مغلف بمذيب مناسب أو خلال مادة كيميائية ومن ثم يمكن أن تنفصل تلك المواد ، وتنقسم طرق التحليل الكروماتوجرافي الي :

أ- كروماتوجرافيا الأدمصاص :- Adsorption Chromatography

ويقصد به التحليل الكروماتوجرافي عن طريق الأدمصاص علي السطح .

ب- كروماتوجرافيا التبادل الأيوني :- Ionexchange Chromatography

ويقصد به التحليل الكروماتوجرافي عن طريق تبادل الأيونات بين مادة التقدير وبين أيونات السطح الذي يحدث علية التبادل وهي مادة كيميائية راتنجية .

ج- كروماتوجرافيا التجزئة :- Partition Chromatography

ويقصد به التحليل الكروماتوجرافي عن طريق الفصل التجزيئي لمخلوط من عدة مواد وتنقسم هذه الطريقة الي كروماتوجرافيا العمود بالتجزئة Column prtition ويتم فيها التحليل علي عمود معبأ بمادة معينة .

د- كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة :- Thin layer Chromatography

وفيه يتم التحليل الكروماتوجرافي بالأدمصاص أو التوزيع علي ألواح زجاجية تنثر عليها مادة مسامية يجري عليها الفصل والتحليل .

هـ- كروماتوجرافيا الغاز :- Gas Chromatography

يتضمن هذا التحليل الكروماتوجرافي باستخدام غاز ناقل يقوم بحمل أبخرة المواد المحللة فيتم اتصال أبخرة هذه المواد تبعاً لدرجات غليانها أي تظهر أولاً المواد ذات درجات الغليان المنخفضة يتبعها المواد ذات درجات الغليان العالية وتخرج هذه الأبخرة لتنظم الي الغاز الناقل ومن ثم يمكن فصل هذه المواد عن بعضها وتعينها ويمكن أيضاً بطريقة كروماتوجرافيا الغاز إجراء التقدير الكمي لهذة المواد المنفصلة .

5- طرق مختلفة :

أ- التحليل باستخدام البولارومتر :- Polarometry

يقاس مقدار الانحراف الناتج عند مرور الضوء المستقطب خلال المحلول .

ب- التحليل بقياس انكسار الضوء :- Refractometry

يقاس معامل الانكسار الذي يقوم بتعيين التركيب الكيميائي للخليط .

ج- مطياف الكتلة :- Mass spectrometry

يمكن بهذه الطريقة قياس النسبة بين شحنة وكتلة أيونات مختلفة ناتجة من تكسير جزيئات كبيرة ومنه يمكن إيجاد الوزن الجزيئي والتركيز .

د- التوصيل الحراري :- Thermal Conductivity

وفيه يقاس التوصيل الحراري ويستدل منه علي تركيب المادة .

هـ- طرق تحليل المواد المشعة Radiochemical methods of Analysis :-

وفيه تشع المادة لتصبح ذات نشاط إشعاعي ثم تعد الأشـــعة أو الجســـيمات المتدفقة منها لغرض تقديرها كمياً .

ومما سبق ، يمكن الآن تصنيف طرق التحليل الي طرق كيميائية وطرق الية . تتضمن الطرق الكيميائية عمليات كيميائية تستخدم فيها أجهزة وزجاجيات بسيطة ، كما يكون الجزء الضروري فيها هو قياس حجم أو كتلة . في حين تتضمن الطرق الاليـــة استخدام آلات معقدة تعتمد علي الكهرباء والبصريات والحرارة حيث تقاس الطاقة التي لها علاقة بتركيز النموذج .

إرشادات معملية Laboratory Instructions

إن استخدام الأدوات ، والمعدات المعملية استخداماً صحيحاً هو شرط ضروري ، لنجاح التحاليل المعملية الدقيقة ، وتكرار ذلك يعمل علي زيادة سرعة إنجاز التحاليل المطلوبة ودقتها .

ولاستخدام معمل التحليل الكمي يتبع ما يلي :-

1- المحافظة علي مكان العمل نظيفاً، وجافاً ومجهزاً بالأدوات اللازمة للتجربة فقط .

2- استخدام الماء المقطر لتحضير جميع المحاليل وتنظيف جميع الأدوات المستخدمة.

3- إتباع خطوات التجربة بدقة واستخدام وقت العمل بكفاءة تامة .

4- التعاون في المعمل مطلوب .

5- استخدام الإدراك الحسي العام .

6- توفير الاحتياطات الصحية لمكافحة الحروق وتأثير الأحماض والقواعد المركزة .

7- تسجيل نتائج التجارب مباشرة ، وعدم تسجيلها علي أوراق مبعثرة أو قصاصات ورقية خوفا علي فقدانها .

8- توفير الاحتياطات اللازمة لمكافحة الحوادث والحرائق .

تنظيف الأدوات الزجاجية : - Cleaning of Glassware

قبل البدء بإجراء التجارب يجب اختيار الأدوات اللازمة للتجربة ، وتنظيفها جيداً وإعدادها للتجربة ، وتعد نظافة الأدوات المستخدمة ذات أهمية قصوي في التحاليل الكمية ، كما يجب التأكد من ذلك عن طريق انسياب الماء المقطر علي جدران الوعاء الزجاجي ، دون أن يترك قطرات نتيجة عدم النظافة .

ويتم تنظيف الأدوات الزجاجية كما يلي :-

1- يملأ الوعاء بماء ساخن ، حيث يغسل جيداً من الداخل بفرشاة خاصة .

2- تكرار العملية السابقة باستخدام محلول الصابون ، أو محلول الصودا ، ثم يغسل جيداً بماء الصنبور .

3- في حالة عدم نظافة الوعاء بالطريقة السابقة ، يعامل الوعاء بعناية بمخلوط الكرومات [5 % ثاني كرومات البوتاسيوم + حامض الكبريتيك المركز بنسبة (1.1)]

ملحوظة :- في حالة الإصابة بمحلول الكرومات يجب الغسل الفوري بكميات كبيرة من ماء الصنبور ، يعقبها معاملة الجزء المصاب بمحلول بيكربونات الصوديوم .

4- يمكن معاملة الوعاء بإستخدام مخلوط البرمنجنات (0.1 عيارياً برمنجنات البوتاسيوم + حمض الكبريتيك المركز بنسبة 1.1) عوضاً عن مخلوط الكرومات.

5- يغسل الوعاء جيداً بماء الصنبور ، ثم ينظف بالماء المقطر ، ويجفف من الخارج.

كذلك يمكن تنظيف الأدوات الخزفية من بقايا الراسب بمحلول مخفف ساخن من حامض الهيدروكلوريك (1:1) ، ثم يستخدم مخلوط الكرومات والماء .

استعمال أدوات القياس الحجمي :- Use of Volumetric Equipments

تستخدم الأدوات الزجاجية الحجمية لقياس أحجام المحاليل ، وأفضل نوع من الزجاج هو الزجاج البيركس ، حيث إنه ذو معامل تمدد منخفض نسبياً ، وجيد المقاومة للمواد الكيميائية ، خاصة المحاليل القاعدية منها ، حيث إنها الأكثر تأثيراً في الزجاج .

السحاحات :- Burettes

يمكن استعمال اليد اليسري لإضافة المحاليل من السحاحة ، وذلك بهدف التحكم جيداً في محبس السحاحة **Stopcock** وبهذا تترك اليد اليمني لتحريك دورق المعايرة أثناء إضافة المحلول .

عند استخدام السحاحة يجب مراعاة ما يلي :-

1- التأكد من نظافة السحاحة ، حيث إن السحاحة غير النظيفة تعطي قراءات خاطئة.

2- يجب تجفيف السحاحة قبل استخدامها ، أو شفطها ثلاث مرات على الأقل بالمحلول المستخدم ، خوفاً من حدوث تخفيف للمحلول القياسي المستخدم .

3- عند ملء السحاحة يجب التأكد من عدم وجود فقاعات هوائية في الطرف السفلي للسحاحة .

4- يجب تجنب ملئ السحاحة مرتين أثناء المعايرة الواحدة ، وذلك بهدف تقليل الخطأ النسبي .

5- يجب الإنتظار حوالي دقيقة على الأقل لأخذ القراءة الصحيحة .

6- يجب أخذ القراءة من نفس مستوي تقعر المحلول في الساحة .

7- يجب تشحيم محبس السحاحة ؛ لتسهيل حركة المحبس ، وسلاسة الإضافة ، ويحذر من وضع كمية كبيرة خوفاً من انسداد السحاحة .

الماصات :- Pipettes

تشتمل الماصات على نوعين رئيسين :-

1- ماصات حجمية **Volumetnic Pipettes** .

2- ماصات مور المدرجة **Mohr (graduated) Pipettes** .

تعد الماصات الحجمية أكثر دقة من الماصات المدرجة ، وتصمم الماصات بتدريج دقيق عند حرارة الغرفة ، حيث تضمن انسياباً حراً لكمية محدودة من المحلول خلال فترة زمنية محددة ومن الملاحظ بقاء جزء بسيط من المحلول في الطرف السفلي للماصة ، وهذا الجزء لا يدخل في الحجم المأخوذ . ويجب على الطالب التدريب على كيفية استخدام الماصة بسهولة ، وكيفية إضافات كميات محددة من المحلول ، بإستخدام إصبع السبابة **index finger** ، وبعد أخذ الكمية المطلوبة من المحلول يجب مسح نهاية الماصة بمنشفة ورقية .

الدوارق الحجمية : Volumetric Flasks

تستخدم الدوارق الحجمية لتحضير المحاليل القياسية ، وهي ذوات أحجام مختلفة مثل 50 و 100 و 200 و 500 و 1000 مل . تذاب المادة الصلبة في وعاء آخر عادة ثم تنقل كمياً الي الدورق الحجمي. كما يمكن إذابة المادة الصلبة – مباشرة – في الدورق العياري ، وفي هذه الحال تذاب المادة الصلبة في كمية من المذيب تقدر بحوالي ثلاثة أرباع حجم الدورق ، ليسهل رج الدورق بقصد إذابة المادة الصلبة ، وبعد إذابة المادة الصلبة تماماً ، ونقلها الي الدورق كلياً ، يكمل الحجم الي العلامة ، ثم يرج كلياً قبل نقل محتوياته الي وعاء التخزين .

الأدوات الخزفية :- Porcelain

تعتمد مقاومة المادة الخزفية لتأثير المحاليل علي نوعية السطح اللامع ، وعامة فإن الخزف أكثر مقاومة من الزجاج ، ويفضل استخدامه لعمليات التبخير ، ويمكن تسخين الأدوات الخزفية حتى 1200م إذا كان السطح المصقول جيداً ، ولهذا تستخدم في عمليات حرق الراسب ويجب تجنب إجراء عمليات الصهر مع كربونات الصوديوم والمواد القاعدية الأخرى وحامض الهيدروفلوريك والبيروكبريتات في الجفنة الخزفية وفي هذه الحال يفضل استخدام جفنة البلاتين .

الأدوات البلاتينية Platinum Crucibles

بدون الجفنات البلاتينية لا يمكن إجراء الكثير من التحاليل الكيماوية ، إذ إن درجة انصهاره عالية حوالي 1774م وهي لا تتأثر بالموارد الكيماوية عند أعلي درجات الحرارة إلا في حالات نادرة جداً ويعد البلاتين موصلاً ومشعاً جيداً للحرارة ، ولا يمتص بخار الماء مطلقاً ، ولذلك يستعمل بنجاح في عمليات حرق الراسب ، وتعتبر ضرورية عند التعامل مع الأدوات البلاتينية بقصد الحفاظ علي أشكالها ، وعدم تغيرها كما يجب عدم تحريك محتويات الجفنة البلاتينية بقضيب زجاجي ، خوفاً من إحداث خدوش في المعدن

كما يجب عدم تسخين الجفنة البلاتينية مباشرة علي شبكة سلكية ، بل تُسخن علي مثلث خزفي ، وكذلك فإن استخدامات البلاتين محدودة جداً ، نظراً لارتفاع ثمنه

العمليات المعملية الشائعة Common Loboratory Operation

تتكون عملية التحليل الكمي من عدة خطوات منفصلة ، بعضها يتكرر في معظم التجارب المعملية ، وبذلك تصبح ضمن العمليات شائعة الاستخدام في المعمل .

نقل السوائل من الكوؤس

في معظم الحالات يتم نقل السوائل عند درجة حرارة الغرفة ، ولكن في بعض الحالات يتم نقل سوائل ساخنة ، وفي هذه الحال يجب تعلم كيفية استعمال ماسك الكأس Beater Tong بطريقة صحيحة إذ يجب استعمال اليد والذراع في وضعها المريح العادي ، وأن يمسك الكأس عن طريق وضع الماسك حول جدار الكأس ، حتى يتم نقل محتوياته بسهولة في حالة نقل السوائل عند درجة حرارة الغرفة يمكن استخدام قضيب زجاجي ووضعه عند شفة الكأس ، وذلك عند تفريغ المحتويات علي ورقة الترشيح ، لمنع تسرب جزء من الراشح الي الجدار الخارجي للكأس .

عملية الترشيح Filtration

إن الهدف من عملية الترشيح هو فصل الراسب عن المحلول الأم Mother Liquor ويسمي السائل الذي يتم الحصول عليه نتيجة هذه العملية بالراشح Filtrate .

وتتم عملية الترشيح باستخدام ورق الترشيح Fitter Paper أما اختيار طريقة الترشيح فإنه يخضع لعدة عوامل مثل : حجم حبيبات الراسب ومدي نشاط حبيبات الراسب ، والهدف من عملية الترسيب : التقدير الكمي والنوعي وفي معظم الحالات يتم جمع الراسب فوق ورقة الترشيح أو غشاء الترشيح . وعمليات الترشيح أنواع ، منها :ـ

الترشيح تحت تأثير الجاذبية Gravity Filtration

يستخدم في هذه الطريقة ورق الترشيح ، حيث تثني الورقة الي أنصاف ، ثم أرباع دوائر حيث توضح بعدها القمع الزجاجي ، ويتم تثبيت ورقة الترشيح بالمذيب (يكون عادة ماء مقطر) وأثناء عملية الترشيح يجب عدم ملء ورقة الترشيح أكثر من ثلاث أرباع حجم القمع ، خوفاً من تسرب المحلول غير المرشح الي الراشح ، كما يجب نقل محتويات الكأس كمياً باستعمال تيار من الماء المقطر ، أو المذيب مستخدماً دورق الغسيل وقضيباً زجاجياً . تصنع أوراق الترشيح من أنسجة سليلوزية ، ويجب أن تكون أوراق الترشيح المستخدمة في التحاليل الكمية عديمة الرماد Ashless بعكس ورق الترشيح المستخدم في التحاليل النوعية بدرجات متفاوتة من النقاوة ، حيث يتم اختيار النوع المناسب لحجم حبيبات الراسب ، فمثلاً لفصل حبيبات راسب كبريات الباريوم يستخدم ورق ترشيح بطئ جداً وذي مسامات دقيقة جداً ، كما يستخدم ورق الترشيح من النوع المتوسط لترشيح أوكزوالات الكالسيوم ، ومن الضروري حفظ ورق الترشيح بعيداً عن الغبار وأبخرة المعمل .

الترشيح بالتفريغ الجزئي : Suction Filltration

يفضل استخدام هذه الطريقة عند توافر إمكانياتها ، لأنها أكثر سرعة من الطريقة السابقة وتستخدم في هذه الحالة جفنات جوش وجفنات الترشيح الزجاجية المسامية ، حيث يتعذر – أحياناً – استخدام ورق الترشيح العادي ، لتجنب التفاعلات التي قد تحدث بين السائل الأم ، ومادة السليلوز من جهة ، واتساع حجم مسام ورقة الترشيح مقارنة بحبيبات الراسب من جهة أخري ، كما تدعم الجفنة بحلقة مطاطية توضع داخل القمع علي دورق التفريغ . يتم التفريغ بواسطة مضخة تفريغ كهربائية حيث تستخدم أنواع عديدة من الجفنات ذات القاعدة المسامية ، مثال :ـــ

1- جفنة جوش : ـــ Gooch Crucible

يصنع هذا النوع من مادة الخزف وهو ذو قاعدة لها فتحات صغيرة متعددة ، حيث يتكون وسط الترشيح من أنسجة الأسبستوس التي تعمل علي تجميع الراسب ذي الحبيبات الصغيرة

2- جفنات الترشيح الخزفية المسامية :-

Porous Porcelain filter Crucibles

وهي ذات قاعدة خزفية مسامية حيث يمكن تسخينها الي درجات حرارة عالية ، ويمكن استخدامها لترشيح المحاليل المائية أو الأحماض المخففة عند درجات حرارة عالية ، ولكنها تتأثر بالمحاليل القاعدية . ويمكن الحصول علي ثلاثة أنواع ، نسبة الي حجم الفتحات وهي ذات أقطار 15، 5 ، 1.2 ميكروناً .

3- جفنات الترشيح الزجاجية المسامية :-

Sintered – glass fitten Grucibles

تصنع في العادة من الزجاج البورسليكاتي ، ولها قاعدة مسامية تتكون من زجاج حبيبي ملبد مصهور علي قاعدة الجفنة ، ويمكن الحصول عليها عند درجات متفاوتة من حجم الفراغات إبتداء من 5 الي 120 ميكروناً ويستخدم هذا النوع في حالة التعامل مع راسب يمكن تجفيفه عند درجات حرارة منخفضة نسبياً ، ويمكنها تحمل الماء والأحماض المخففة الساخنة ولكنها تتأثر بالمحاليل القاعدية خاصة عندما تكون ساخنة . وتستخدم أيضاً في صناعة أقماع بوخنز **Buchner** لجمع الأملاح بعد تبلورها .

عملية الغسيل :- Washing

تجري هذه العملية أثناء نقل الراسب الي ورقة الترشيح ، حيث يتم نقل بقايا الراسب العالقة بالكأس – كمياً- بإضافة تيار من الماء المقطر ، واستخدام القضيب الزجاجي لتحريك حبيبات الراسب الملتصقة بالكأس وبعد التأكد من نقل الراسب كمياً بهذه الطريقة ، يغسل القضيب الزجاجي داخل قمع الترشيح . في بعض الحالات يتم استخدام محاليل أخري لإجراء عملية الغسل ، وبعد يجب التأكد من خلو الراسب من بعض الأيونات المراد التخلص منها ، وذلك بأخذ بضع قطرات من الراشح في مرحلته الأخيرة ، حيث يضاف اليها المحلول المميز لهذا الأيون .

التجفيف واستخدام المجفف : Drying and use of desiccator

غالباً يتم تجفيف المواد الصلبة عند درجة حرارة تتراوح ما بين 105، 110 درجة مئوية لمدة ساعة علي الأقل، وذلك بغرض التخلص من الرطوبة ويفضل إعادة تجفيف العينة ، ووزنها عدة مرات ، للوصول الي الوزن الثابت . يستخدم المجفف **Desiccator** لتجفيف العينات ، أو لحفظ العينات الجافة ، حيث يتكون من وعاء زجاجي كبير له غطاء محكم ، يحفظ الهواء الجوي داخل الوعاء خالياً من بخار الماء وذلك بواسطة استخدام مادة التجفيف **Desiccant** التي توضع في الجزء السفلي من الوعاء ، بينما يخصص الجزء العلوي لوضع العينات المراد تجفيفها ، ويتم فصل الجزء العلوي عن السفلي بوساطة صفيحة خزفية ذات فتحات عديدة . يمكن تحريك غطاء المجفف عن طريق الانزلاق الجانبي ، ويجب مراعاة عدم وضع العينات الساخنة جداً مباشرة في المجفف – الذي لا يحتوي علي محبس ، لمعادلة الضغط داخل المجفف بالضغط الجوي – بل يجب خفض درجة حرارتها الي حوالي 100م قبل وضعها في المجفف ، لأن العينات الساخنة جداً تعمل علي تمديد الهواء داخل وعاء المجفف ، وبعد قفل الغطاء وبرودة العينات ينكمش الهواء الداخلي ويحدث تفريغ داخلي ، مما يصعب بعدها فتح الغطاء ثانية ، مما يؤدي الي تناثر محتويات العينة داخل المجفف ، أما عن مادة التجفيف فإنه من الواجب أن تتمتع بمقدرة عالية علي امتصاص الرطوبة ومن هنا فإنها تعمل علي حفظ الهواء داخل المجفف خالياً من الرطوبة ومن أمثلتها كلوريد الكالسيوم المحبب اللامائي $CaCl_2$ وأكسيد الكالسيوم **CaO** وأوكسيد الماغنسيوم **MgO** وكبريات الكالسيوم اللامائية **CaSO4** والسيلكاجل **Silica gel** وبيركلورات الماغنسيوم اللامائية $Mg\ (ClO_4)_2$ وكبريات الصوديوم اللامائية وحامض الكبريتيك المركز H_2SO_4 وغيرها .

حرق الراسب Inginition of Precipitate

نظراً لصعوبة فصل الراسب عن ورقة الترشيح فإنه يتم نقل الراسب مع ورقة الترشيح المطوية جيداً الي جفنة للحرق حيث يتم رفع درجة الحرارة تدريجياً ، حتى تتحول ورقة الترشيح الي غاز ثاني أكسيد الكربون ويبقي الراسب فقط ويفضل في هذه

لحالة استخدام ورقة الترشيح عديمة الرماد **Ashless** ثم تبرد الجفنة الي درجة حرارة أعلي قليلاً من درجة حرارة الغرفة ، حيث توضع في المجفف قبل عملية الوزن

ويجب أن توضع العينات المتميعة في المجفف وهي علي درجة حرارة أعلي من 100 درجة مئوية ، أثناء عملية الحرق يجب البدء بدرجة حرارة غير مرتفعة بقصد تجفيف الراسب وحفظه من التناثر علي جدران الجفنة وبعد ذلك يتم رفع درجة الحرارة تدريجياً حتى تتكامل عملية الحرق

تسجيل البيانات Recording of date

يجب أخذ جميع البيانات وتسجيلها بطريقة صحيحة ، علي ورقة البيانات في الكراس تسجيل المعلومات الخاص بالمعمل ، ويجب عدم تسجيل البيانات علي أوراق منفصلة ، خوفاً من فقدانها ، كذلك يجب تسجيل جميع البيانات ذات العلاقة بالتجربة وإجراء الحسابات في كراسي تسجيل المعلومات الرسمية .

" الأسئلـــــة "

1- اكتب مذكرات مختصرة عن :

أ – التحليل النوعي .

ب – التحليل الكمي .

ج – التحليل الوزني .

د – التحليل بالمعايرة .

هـ – التحليل الغازي .

2- " هناك طرق للتحليل الآلي تتضمن إثارة المادة ونتيجة لذلك يحدث إنبعاث للطاقـة الضوئية " إذكر هذه الطرق .

3- تكلم عن :

أ – طرق التحليل بامتصاص الطاقة الضوئية .

ب – طرق التحليل الكهربائية

4- أذكر الشروط الضرورية لاستخدام معمل التحليل الكمي .

5- ما هي الشروط الواجب توافرها عند استخدام السحاحة .

6- وضح باختصار كل من :

أ – الماصات

ب – الدوارق الحجمية

ج – الأدوات الخزفية

د – الأدوات البلاتينية

7- اشرح بالتفصيا عملية الترشيح تحت تأثير الجاذبية

8- تكلم عن عملية التجفيف واستخدام المجفف

9 – اشرح عملية حرق الراسب .