

التحليل الطيفي

الامتصاص الجزيئي للطيف المرئي والفوق بنفسجي

تمهيد نظري

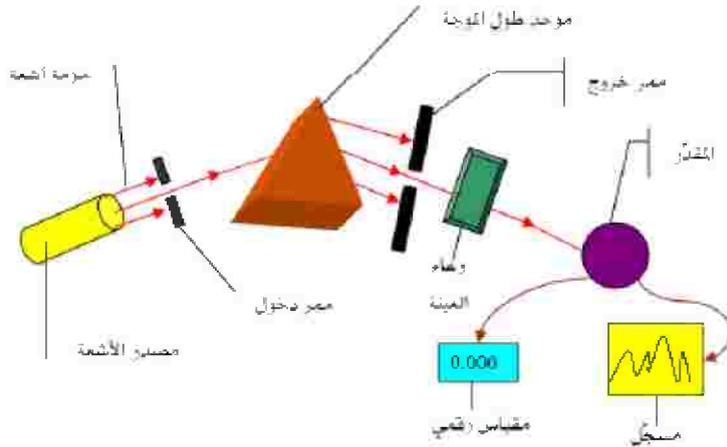
تعتبر طرق الامتصاص الجزيئي للطيف المرئي والفوق بنفسجي من أكثر طرق التحليل الكمي استعمالاً. وتعتمد هذه الطرق على امتصاص الأشعة المرئية أو فوق البنفسجية بواسطة جزيئات المادة في المحلول، ويتناسب هذا الامتصاص تناسباً طردياً مع تركيز المادة. تستخدم طريقة الامتصاص الجزيئي للطيف المرئي (الطريقة اللونية) *visible molecular spectrometry colorimetry* في تحليل المواد الملونة في المجال (380-780 nm)، بينما تستخدم طريقة الامتصاص الجزيئي للطيف الفوق بنفسجي *ultraviolet molecular spectrometry* في تحليل المواد التي تمتص في المجال فوق البنفسجي (200-380 nm).

يتكون جهاز الطيف المرئي والفوق بنفسجي من مصدر للأشعة (*radiation source*) تسلط على المادة الموجودة في وعاء العينة (*sample cell*)، وقبل توجيه أشعة المصدر إلى المادة يجب أن تفصل بحيث يُسمح فقط للمجال الطيفي المطابق لطيف المادة بالمرور خلال وعاء العينة، ويتم فصل الأشعة بواسطة ما يسمى موحد طول الموجة *monochromator*. وبعد ذلك يتوجه الشعاع النافذ من موحد طول الموجة إلى وعاء العينة، حيث تقوم العينة بامتصاص جزء من الأشعة، يتم تقدير هذا الامتصاص من

خلال معرفة الأشعة النافذة من وعاء العينة إلى المقدر الذي يقيس شدة الأشعة الساقطة عليه ومن ثم تعرض استجابة المقدر بواسطة آلة العرض والتي تكون إما مقياس رقمي أو مسجل .

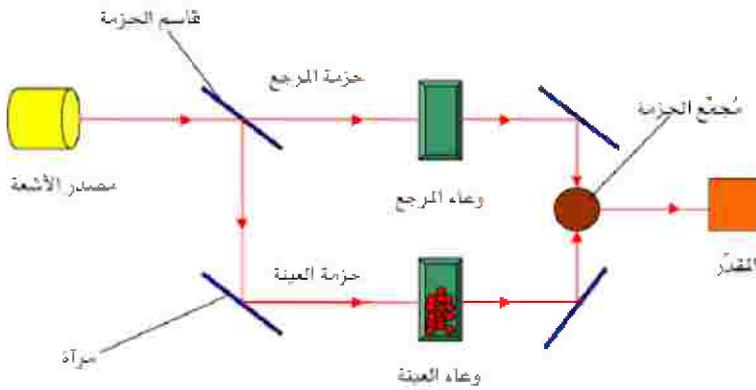
تصميم أجهزة القياس

النظام أحادي الحزمة **Single-Beam System**: في هذا النظام يتم ترتيب أجزاء الجهاز كما هو موضح بالشكل رقم (٤, ١) ، وهذا النظام لا يصلح لطرق الامتصاص الطيفي لعدة أسباب منها أن هذا النظام يقيس مجموع الأشعة المفقودة وليس فقط الجزء الممتص بواسطة المادة ، حيث إن الأشعة قد تفقد عن طريق السطوح العاكسة (جدران وعاء العينة) ، بالإضافة إلى أن الخطأ الناتج من عدم ثبات شدة أشعة المصدر لا يمكن تلافيه باستعمال هذه النظام حتى ولو استخدم المحلول الخالي **Blank Solution**.



الشكل رقم (٤, ١). رسم تخطيطي لجهاز الطيف ذو النظام الاحادي الحزمة .

النظام ثنائي الحزمة: **Double-Beam System** : تعتمد طرق الامتصاص الطيفي على قياس شدة الأشعة قبل وبعد مرورها خلال العينة. ولذا فإن أي اختلاف في شدة المصدر يسبب خطأ كبيراً في القياس ، لهذا فإن النظام أحادي الحزمة لا يصلح لهذه الطرق ، ولحل هذه المشكلة اعتمد النظام ثنائي الحزمة (الشكل رقم ٤, ٢).



الشكل رقم (٤،٢). رسم تخطيطي لجهاز الطيف ذو النظام ثنائي الحزمة .

(٤،١) الأشعة المرئية وفوق البنفسجية

قانون بير- لامبرت

عند سقوط حزمة من الأشعة ذات شدة I_0 وطول موجة واحدة λ على العينة فإن جزء من هذه الأشعة يمتص بواسطة جزيئات المادة المذابة (I_0) والجزء المتبقي (I_t) يتنفذ (Transmitted) خلال وعاء العينة :

$$A = \log I_0 - \log I_t = \log \frac{I_0}{I_t}$$

$$T = \frac{I_t}{I_0} = \text{(النفاذية T)}$$

$$T = \frac{I_t}{I_0} \times 100$$

ولقد وجد أن $A = a \cdot \ell \cdot C$

معامل الامتصاص a وهو مميز للمادة عند طول موجة λ_{max} .
 c : التركيز. ℓ : طول المسار .

عند استخدام المولارية للتعبير عن التركيز فإن معامل الامتصاص يسمى في هذه الحالة بمعامل الامتصاص الجزيئي (Molar absorptivity) ووحداته $l \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ويرمز له بالرمز ϵ وتتراوح قيم معامل الامتصاص الجزيئي :

$$\epsilon = 10^{-2} - 10^5 \text{ l. mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$$

وكلما كانت قيمة معامل الامتصاص كبيرة كلما كان الامتصاص كبيراً وكلما أمكن تقدير تراكيز مخففة جداً من المادة :

$$A = \log \frac{I_0}{I_t} = -\log \frac{I_t}{I_0} = -\log T = \epsilon \cdot c \cdot \ell$$

$$A = -\log T = -\log \frac{\%T}{100}$$

وتحتوي أجهزة الطيف على مقياس يمكن من قراءة الامتصاص (A) أو النسبة المئوية للنفاذية ($\%T$)

$\%T$	0	10	90	100
A	∞	1.0		0.05 0.0

$$A = -\log \frac{\%T}{100} = -\log \frac{10}{100} = -\log 0.1 = 1$$

$$A = -\log \frac{\%T}{100} = -\log \frac{90}{100} = -(-0.0457) = 0.05$$

العلاقة بين الامتصاص والتركيز علاقة خطية وهناك بعض العوامل التي تجعل العلاقة تحيد إلى أعلى حيود إيجابي (2) أو إلى أسفل حيود سلبي (3) الشكل رقم ٤،٣) وخاصة عند التراكيز العالية ويرجع ذلك إلى الجهاز المستخدم أو تغيرات كيميائية في المحلول. يمكن حساب التركيز إذا علم كل من A, ϵ, ℓ وذلك بتطبيق قانون بير ويتم الحصول على منحنى قياسي عن طريق تحضير عدة محاليل قياسية للمادة المراد تحليلها ثم رسم العلاقة بين الامتصاص (A) والتركيز (C) ومنها يمكن الحصول على

معامل الامتصاص الجزئي (ϵ) من ميل الخط المستقيم

$$A = \epsilon \cdot C \cdot \ell = \epsilon \cdot \ell \cdot C$$

$$\epsilon \cdot \ell = \frac{\text{الميل}}{C}$$

$$\text{slope} = \epsilon \cdot \ell$$

$$\therefore \epsilon = \frac{\text{slope}}{\ell}$$

يمكن استخدام قانون بير لتحليل مخلوط مكون من مادتين إذا وجد طول موجة تمتص فقط عندها إحدى المادتين وطول موجة أخرى تمتص فقط عندها المادة الأخرى عندها يتداخل طيف المادتين كما هو الحال بالنسبة للمادتين N, M فيمكن تحليل المخلوط إذا كانت المادتين المكونتين للمخلوط تختلفان في مقدار الامتصاص عند طول موجتين معينتين مثل λ_1, λ_2

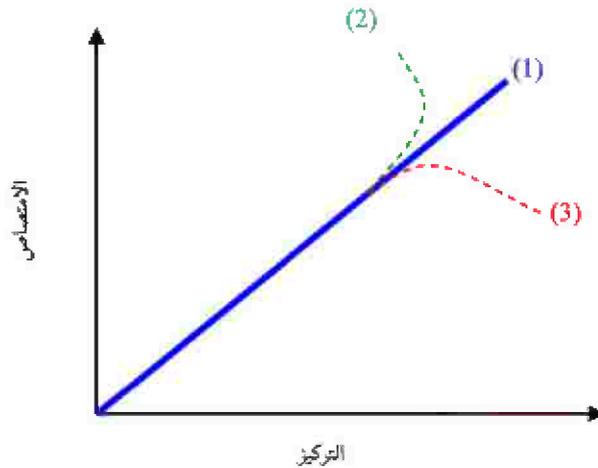
حيث إن :

$$A = \epsilon \cdot c \cdot l$$

$$A_1 = \epsilon_M^1 \cdot c_M \cdot l + \epsilon_N^1 \cdot c_N \cdot l = \lambda_1 \quad \text{عند}$$

$$A_2 = \epsilon_M^2 \cdot c_M \cdot l + \epsilon_N^2 \cdot c_N \cdot l = \lambda_2 \quad \text{عند}$$

يمكن الحصول على قيم معاملات الامتصاص $\epsilon_M^1, \epsilon_M^2, \epsilon_N^1, \epsilon_N^2$ عن طريق تحضير محاليل قياسية لكل من (N, M) عند λ_1, λ_2 أما قيم A_1, A_2 وكذلك l نحصل عليهم بقياس طيف الامتصاص للمخلوط (N, M) وتبقى فقط c_M, c_N فيمكن حسابهما عن طريق حل المعادلتين السابقتين .



الشكل رقم (٤, ٣). الحيود عن قانون بير- لاميرت.

(٤, ١, ١) تقدير الكروم باستخدام جهاز الأشعة المرئية

تمهيد نظري

تهدف التجربة إلى التحقق من قانون بير- لامبيرت وذلك برسم منحنى تغير الامتصاص بدلالة التركيز وهو عبارة عن خط مستقيم .

المواد المطلوبة

١- نترات الكروم .

٢- ماء مقطر .

الأدوات المطلوبة

١- جهاز الأشعة المرئية .

٢- ميزان حساس .

خطوات العمل

١- حضر محلولاً قياسياً من نترات الكروم تركيزه 60 g/l واحسب عدد المولات في اللتر .

٢- باستخدام قانون التخفيف حضر محاليل التالية في أربعة دوارق سعة 25 ml على التوالي 1 ml ، 9 ml ، 12 ml ، 16 ml من المحلول القياسي ثم أكمل الحجم حتى 25 ml بالماء المقطر .

٣- املا الخلية الأولى بالماء المقطر (المذيب) والثانية بمحلول نترات الكروم الأكثر تركيزاً والثالثة بالمحلول الذي يليه وهكذا .

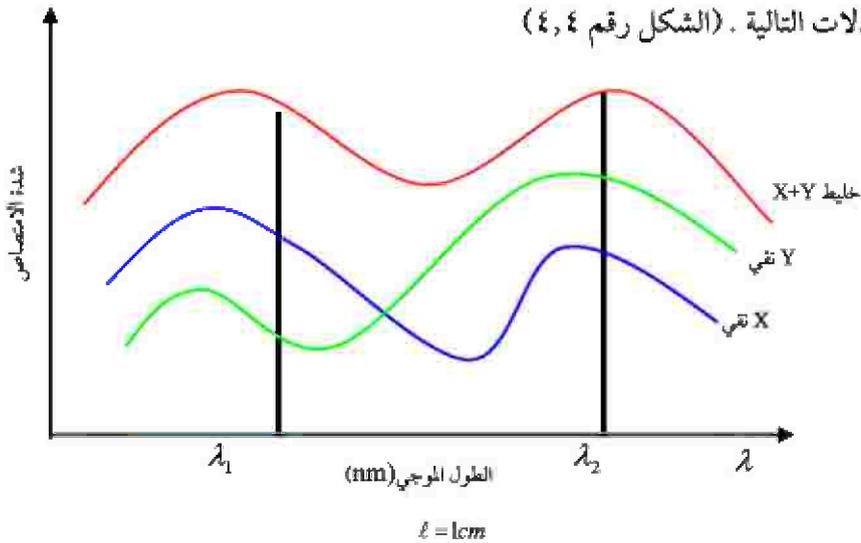
٤- ارسم منحنى طيف الامتصاص باستخدام الخلية الثانية (الأكثر تركيزاً) وذلك بتغير قيمة الطول الموجي لـ عشرة ف عشرة بين $(500 - 700 \text{ nm})$.

٥- ضع المحلول الخالي عند كل طول موجة وصفر الجهاز كل مره جاعلا الامتصاص يساوي صفر.

- ٦- حدد الطول الموجي λ_{\max} المرافق للامتصاص الأعلى باستخدام المنحنى .
 - ٧- بعد تحديد λ_{\max} قس الامتصاص (A) للمحاليل المحضرة بما فيها المحلول القياسي وذلك بعد تثبيت λ_{\max} التجريبية .
 - ٨- ارسم المنحنى $A = f(c)$ أي تغير الامتصاص بدلالة التركيز.
 - ٩- خذ المحلول المجهول و قس امتصاصه عند طول الموجة λ_{\max} .
 - ١٠- حدد تركيز المحلول المجهول باستخدام المنحنى $A = f(c)$.
- (٢, ١, ٤) التحليل الطيفي لمخلوط من برمنجنات البوتاسيوم ودايكرومات البوتاسيوم

تهييد نظري

تختص كل من دايكرومات البوتاسيوم $Cr_2O_7^{2-}$ (لونها برتقالي) وبرمنجنات البوتاسيوم MnO_4^- (لونها بنفسجي) بشكل قوي في المجال المرئي وتعتمد التجربة على إيجاد معامل الامتصاص الجزئي لكل من $Cr_2O_7^{2-}$ و MnO_4^- عند $440nm$ و $545nm$ باستخدام محاليل قياسية لكل منهما ثم بحسب تركيز المحلول المجهول عن طريق المعادلات التالية . (الشكل رقم ٤, ٤)



الشكل رقم (٤, ٤). طيف الامتصاص لمخلوط مكون من مادتين.

$${}^1A_{\lambda_1} = {}^1\varepsilon_x \cdot c_x + {}^1\varepsilon_y \cdot c_y \dots\dots\dots(1)$$

$${}^2A_{\lambda_2} = {}^2\varepsilon_x \cdot c_x + {}^2\varepsilon_y \cdot c_y \dots\dots\dots(2)$$

بحل المعادلتين السابقتين يمكن إيجاد تركيز مكونات الخليط c_x و c_y كما يلي :

$$c_x = \frac{{}^1A_{\lambda_1} \cdot {}^2\varepsilon_y - {}^2A_{\lambda_2} \cdot {}^1\varepsilon_y}{{}^1\varepsilon_x \cdot {}^2\varepsilon_y - {}^2\varepsilon_x \cdot {}^1\varepsilon_y} \dots\dots\dots(3)$$

$$c_y = \frac{{}^2A_{\lambda_2} \cdot {}^1\varepsilon_x - {}^1A_{\lambda_1} \cdot {}^2\varepsilon_x}{{}^2\varepsilon_y \cdot {}^1\varepsilon_x - {}^1\varepsilon_y \cdot {}^2\varepsilon_x} \dots\dots\dots(4)$$

المواد المطلوبة

١- حمض كبريتيك مركز .

٢- فوق يودات بوتاسيوم .

٣- محلول قياسي من كبريتات المنجنيز ويحضر كمايلي :

(أ) جفف 1g من كبريتات المنجنيز لمدة ساعة في فرن درجة حرارته 110°C وضعها نصف ساعة في مجفف ثم زن منها 0.08g وضعها في كأس سعة 400 ml ثم ذوبها في 150 ml من الماء المقطر ثم انقل محتويات الكأس إلى دورق حجمي سعة 250 ml وأكمل الحجم بالماء المقطر حتى العلامة .

(ب) حضر محلول قياسي من دايكرومات البوتاسيوم ($0.017\text{MK}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) في دورق سعة 250 ml ويحضر كالآتي :

جفف 2g من دايكرومات البوتاسيوم لمدة ساعتين على الأقل في درجة حرارة 120°C ثم برد لمدة 40 min ثم زن منها 0.125g وضعها في كأس سعة 400 ml ثم ذوبها في 150 ml ماء مقطر ثم انقل محتويات الكأس إلى دورق قياسي سعة 250 ml وأكمل الحجم حتى العلامة بالماء المقطر .

الأدوات المستخدمة

١- دوارق مخروطية سعة 250 ml.

٢- مخبر مدرج سعة 10 ml .

٣- ميزان حساس .

٤- دوارق قياسية سعة 250 ml .

٥- كأس سعة 400 ml .

٦- فرن تجفيف .

خطوات العمل

١- تحديد معامل الامتصاص المولاري (ϵ) للبرمنجنات :

أ) انقل الأحجام التالية : 10,15,25ml من محلول البرمنجنات القياسي إلى ثلاثة

دوارق مخروطية سعة 250ml بها 50ml ماء

ب) أضف لكل دورق 10ml من حمض الكبريتيك المركز بحذر شديد

باستخدام مخبر مدرج ثم أضف 0.5g من فوق يودات البوتاسيوم KIO_4 لكل دورق.

ج) سخن كل الدوارق حتى الغليان لمدة عشر دقائق .

د) برد ثم انقل محتوى كل دورق مخروطي إلى دوارق قياسية سعة 250ml

وأكمل بالماء المقطر حتى العلامة.

هـ) قس الامتصاص للدوارق الثلاثة في طول موجي 440nm و 545nm

واستخدم 0.5M من حمض الكبريتيك كمحلول خالي.

و) احسب معامل الامتصاص المولاري (ϵ) حيث $\left(\epsilon = \frac{A}{C}\right)$ في الطول الموجي

440nm و 545nm .

٢- تحديد معامل الامتصاص المولاري (ϵ) للدايكرومات :

أ) انقل الأحجام التالية : 10,15,25 ml من محلول الدايكرومات القياسي إلى

دوارق قياسية سعة 250ml ثم أضف لكل دورق 100ml ماء مقطر .

ب) أضف لكل دورق 10ml من حمض الكبريتيك المركز بحذر شديد

وذلك باستخدام مخبر مدرج ثم اخلط جيدا ثم أكمل بالماء المقطر حتى العلامة.

ج) قس الامتصاص للدوارق الثلاثة في الطول الموجي $440nm$ و $545nm$ واستخدم $0.5M$ من حمض الكبريتيك كمحلول خالي.

د) احسب معامل الامتصاص المولاري (ϵ) عند الطول الموجي $440nm$ و $545nm$.

٣- تحليل الخليط : خذ خليط من MnO_4^- و $Cr_2O_7^{2-}$ من المحضر ثم قس الامتصاص للخليط في الطول الموجي $440nm$ و $545nm$.

النتائج والحسابات

١- حول أحجام البرمنجنات والدايكرومات المأخوذة من المحاليل القياسية إلى تركيز بالمولارية.

٢- سجل قيم الامتصاص لمحاليل البرمنجنات والدايكرومات.

٣- من قيم الامتصاص احسب (ϵ) البرمنجنات والدايكرومات في الطول الموجي $440nm$ و $545nm$ للتركيز المختلفة.

٤- احسب متوسط (ϵ) لكل من البرمنجنات والدايكرومات في الطول الموجي $440nm$ و $545nm$.

٥- سجل قيم الامتصاص لخليط من البرمنجنات والدايكرومات في الطول الموجي $440nm$ و $545nm$.

٦- عوض في المعادلتين السابقتين (١) و (٢) وحلها أتيا وأوجد تركيز البرمنجنات والدايكرومات في الخليط.

(٣, ١, ٤) تقدير الحديد (III) طيفيا باستخدام الأشعة المرئية

تمهيد نظري

يتفاعل الحديد الثلاثي Fe^{III} مع أيون الثيوسيانات لتشكيل المعقد

$[Fe(SCN)_6]^{-3}$ ذو اللون الأحمر. يستخدم هذا المعقد لتعيين الحديد بالطرق

الطيفية الضوئية. يستخدم حمض النيتريك أو الهيدروكلوريك لمنع تميؤ الحديد ولا يستخدم حمض الكبريتيك لأنه قد يشكل معقدات مع أيون الحديد الثلاثي .

المواد المستخدمة

- ١- كبريتات حديد(III) .
- ٢- محلول قياسي من أيونات الحديد Fe^{III} بتركيز 100 mg/l .
- ٣- حمض نيتريك $4M$.
- ٤- محلول ثيوسيانات البوتاسيوم $2M$.

طريقة العمل

١- ضع في أربعة دوارق حجمية سعة 50 ml الأحجام $10, 20, 30, 35\text{ ml}$ من المحلول القياسي للحديد Fe^{III} ثم أضف إليها 5 ml من ثيوسيانات البوتاسيوم $2M$ و 3 ml من حمض النيتريك $4M$ وأكمل الحجم إلى 50 ml بالماء المقطر.

٢- حضر المحلول الخالي (المذيب) من كل الكواشف السابقة عدا أيون الحديد أي 5 ml من أيون الثيوسيانات و 3 ml من حمض النيتريك ثم أكمل الحجم إلى 50 ml بالماء المقطر.

٣- املا الخلية الأولى بالمذيب والخلية الثانية بالمحلول الأقل تركيزا و اقرأ امتصاص هذا المحلول عند 480 nm التي توافق λ_{max} لطيف امتصاص $[Fe(SCN)_6]^{3-}$.

٤- أعد الخطوة السابقة مع باقي المحاليل الأخرى وارسم منحنى الامتصاص بدلالة التركيز $A = f(c)$.

٥- خذ 25 ml من المحلول المجهول وأضف إليها في دورق معايرة سعة 50 ml .
 5 ml من ثيوسيانات البوتاسيوم و 3 ml من حمض النيتريك ثم أكمل الحجم إلى 50 ml بالماء المقطر.

٦- اقرأ امتصاص العينة عند طول الموجة نفسها واحسب تركيزها باستخدام

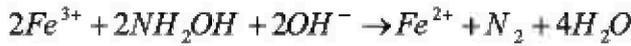
$$A = f(c)$$

المنحنى السابق (c)

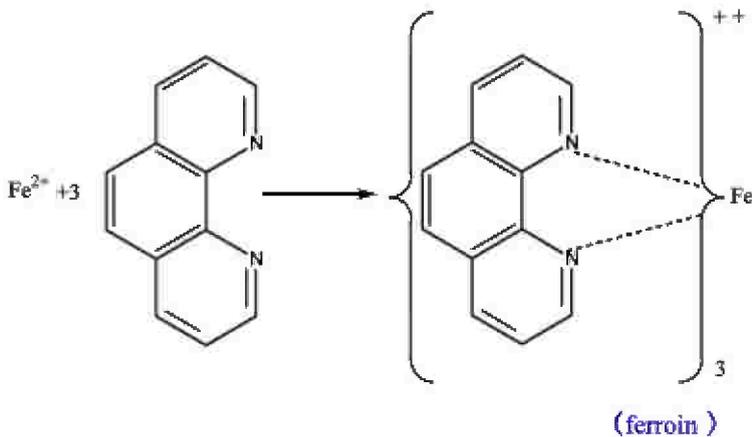
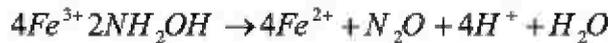
(٤, ١, ٤) تقدير الحديد (II) طيفيا باستخدام جهاز الأشعة المرئية

تهييد نظري

تعتمد هذه الطريقة على تكوين معقد أحمر برتقالي اللون بين الحديد الثنائي والمركب المخليبي ١، ١٠ فينانترولين (1.10phenanthroline) وهذه الطريقة حساسة جدا لتعيين الحديد عن طريق الامتصاصية الجزيئية (Molar absorptivity) لهذا المعقدات $[C_{12}H_8N_2)_3Fe]^{2+}$ وتبلغ الحساسية حوالي $\epsilon = 11100 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ عند طول موجي $\lambda_{\text{max}} = 508 \text{ nm}$ ولا تتأثر شدة اللون بالرقم الهيدروجيني عند 2-9 والمعقد ثابت ولا يتغير لونه بعد مضي فترة زمنية طويلة وتتناسب شدة اللون مع التركيز حسب قانون بير-لامبيرت . يضاف الهيدروكسيل أمين NH_2OH ليختزل الحديد الثلاثي (Fe^{III}) إلى الحديد الثنائي (Fe^{II}) حسب المعادلة :



أو



المواد المطلوبة

- ١- 10، 1 - فينانثرولين.
- ٢- هيدروكسيل أمين
- ٣- خلاصات صوديوم.
- ٤- كبريتات الحديد (II) النشادرية .
- ٥- حمض كبريتيك مركز .
- ٦- حمض هيدروكلوريك مركز .
- ٧- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة

- ١- مخبر مدرج سعة لتر.
- ٢- ماصة حجمية.
- ٣- مخبر مدرج أحجام مختلفة.

خطوات العمل

- ١- يحضر المحلول القياسي من الحديد الثنائي كالاتي :
يؤخذ 0.07g من كبريتات الحديد(II) النشادرية $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ وتذاب في الماء في دورق سعة لتر ثم يضاف 2.5 ml من حمض الكبريتيك المركز ويكمل الحجم إلى لتر وهذا المحلول تركيزه (10ppm).
- ٢- يحضر محلول الفينانثرولين بأخذ 0.1g وإذابتها في 100 ml ماء مقطر مع التسخين البسيط لإتمام عملية الذوبان.
- ٣- يحضر محلول الهيدروكسيل أمين بأخذ 10g وإذابتها في 100ml ماء مقطر وكذلك محلول خلاصات الصوديوم.

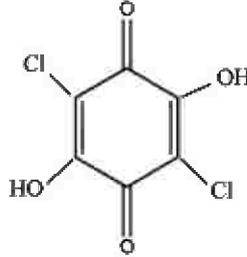
- ٤- خذ بواسطة ماصة حجميه 1، 2.5، 5، 10، 25 ml من محلول الحديد الثنائي إلى خمسة دوارق سعة 100 ml
- ٥- أضف إلى كل دورق من هذه الدوارق 1ml من الهيدروكسيل أمين و 5ml من الفينانثرولين (الكاشف الطيفي) و 8ml من محلول خلات الصوديوم وذلك لمعادلة الحمض وتثبيت الـ pH عند 3.5 .
- ٦- بعد حوالي عشر دقائق من إضافة الكاشف اللوني يتكون المركب المعقد ويظل ثابتاً لفترة طويلة .
- ٧- خذ في دورق حجمي 50 ml من الماء المقطر وأضف إليها محلول الحديد القياسي ومحلول هيدروكسيل أمين و خلات الصوديوم وأكمل حتى العلامة ويستخدم كمحلول خالي (blank) .
- ٨- قس طيف الامتصاص للمركب المعقد الأحمر الذي يتكون في كل دورق قياسي مستخدماً المحلول القياسي عند طول موجي $\lambda_{max} = 508nm$.
- ٩- خذ عينة الحديد المجهولة ويحضر محلول الحديد المجهول ويستخدم نفس الكمية من الحديد ويضاف إليها بقية الإضافات للحصول على محلول خالي (blank) .
- ١٠- يقاس طيف الامتصاص للعينة المجهولة عند $\lambda_{max} = 508nm$.
- ١١- احسب تركيز العينة المجهولة .

(٤, ١, ٥) التقدير الطيفي غير المباشر للكبريتات

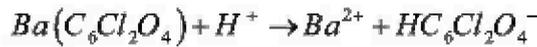
تهييد نظري

الفكرة العامة هي أن التجربة تعتمد على قياس امتصاص مركب لا يحتوي على المادة المراد تحليلها وإنما ينتج من هذه المادة مادة أخرى لذا فإن امتصاص هذا المركب الناتج يتناسب مع تركيز المادة المراد تحليلها .

تعتمد هذه الطريقة على أن الراسب شحيح الذوبان كلوروانيلات الباريوم عند تأينه في وسط حمضي يعطي أيون الكلوروانيلات ذو اللون الأحمر

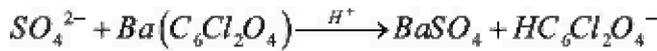


Chloranilic acid (2,5-dichloro-3,6-dihydro-1,4-benzoquinone)

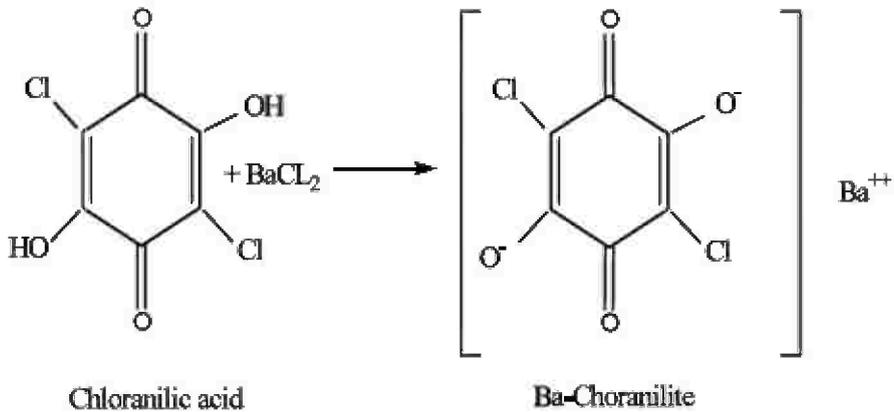


(أيون ملون أحمر بنفسجي) راسب

عند إضافة أيون SO_4^{2-} لكلوروانيلات الباريوم يتكون راسب أبيض من $BaSO_4$ وتتحلل أيونات الكلوروانيلات الملونة لها ($\epsilon = 0.2 \times 10^3$) عند $\lambda_{max} = 530nm$



إن امتصاص المركب الملون يتناسب مع تركيز أيون الـ SO_4^{2-} وبقياس امتصاص هذا المركب الملون يمكن معرفة تركيز أيون SO_4^{2-} .

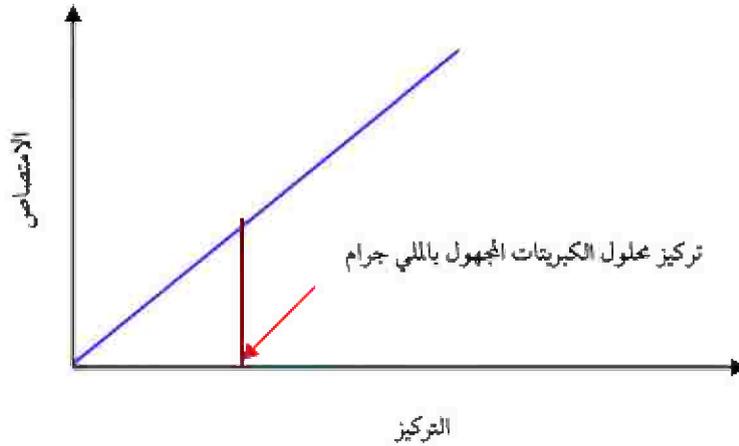


خطوات العمل

- ١- يحضر محلول كلوروانيلات الباريوم Barium Chloranilate :
خذ 0.1% حمض كلورانليك وأضف إليها 5% كلوريد باريوم حيث يتكون راسب اتركه لمدة ٢٤ ساعة ورشحة واغسله بالماء المقطر عدة مرات للتخلص من أيونات الكلوريد الزائدة ثم اغسل الراسب بالكحول الإيثيلي والإيثر واتركه في فرن عند درجة حرارة 60°C لمدة ساعة .
- ٢- محلول منظم له رقم هيدروجيني $\text{pH} = 4$ ويحضر من 0.05M من بوتاسيوم هيدروجين فثالات Potassium Hydrogen Phthalate .
- ٣- مبادل كاتيوني للتخلص من الكاتيونات الملونة التي قد تتداخل في القياس
- ٤- مرر محلول الكبريتات المطلوب معرفة تركيزه على مبادل كاتيوني للتخلص من الكاتيونات التي تتداخل في عملية التحليل ثم يضبط الـ $\text{pH} = 4$ باستخدام محلول مخفف من NH_4OH أو HCl .
- ٥- خذ حوالي 40 ml من محلول الكبريتات إلى دورق قياسي سعة 100ml ثم أضف 10 ml من المحلول المنظم $\text{pH} = 4$ ثم 50 ml من الكحول الإيثيلي ثم أكمل الحجم إلى 100ml بالماء المقطر ثم أضف 0.3g من كلوروانيلات الباريوم ورج المحلول لمدة 10 min حتى يتكون راسب أبيض من BaSO_4 .
- ٦- رشح المحلول للتخلص من راسب BaSO_4 والزيادة من راسب كلوروانيلات الباريوم .
- ٧- قس امتصاص الرشيع ذو اللون الأحمر البنفسجي عند $\lambda_{\text{max}} = 530\text{nm}$ مقابل المحلول الخالي الموجود به جميع المكونات في الخطوة (٥) عدا الكبريتات .

٨- حضر 5 محاليل قياسية من الكبريتات باستخدام K_2SO_4 وعامل كل منهما كما في الخطوات السابقة .

٩- ارسم منحنى التعيير القياسي للخمسة تراكيز عند $\lambda_{max} = 530nm$ وأوجد تركيز العينة المجهولة من المنحنى القياسي .

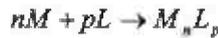


(٤, ١, ٦) دراسة المعقدة المعايرة الطيفية للنحاس (II) باستخدام الإديتات EDTA

تهييد نظري

إن الطرق الطيفية مناسبة لدراسة المركبات المعقدة وخاصة الغير ثابتة . نفترض

تكوين المعقد (M_nL_p) حيث M ترمز إلى أيون الفلز و L إلى اللاقط (Ligand)



حيث nM : أيون الفلز

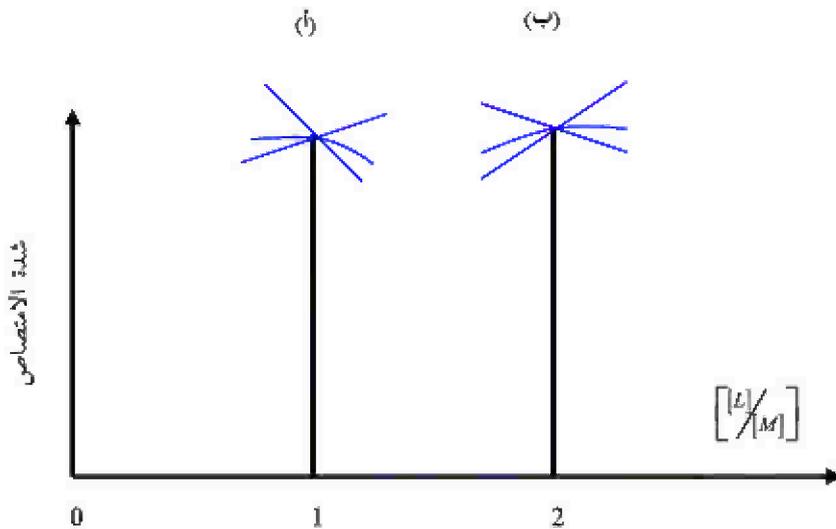
pL اللاقط

M_nL_p المركب المعقد

النسبة $\left(\left[\frac{L}{M}\right]\right)$ مهمة في حالة تعيين ثابت الاتزان وكذلك التحليل الكمي لأننا يجب أن نعرف بالضبط الزيادة من L التي يجب أن نضيفها حتى نجبر الاتزان في اتجاه تكوين (M_nL_p) وذلك لتأكد أن كلا من M قد تفاعلت وهذه النسبة $[L][M]$ يمكن تعيينها .

طريقة النسبة الجزئية Molar ratio method

في هذه الطريقة تحضر سلسلة من المحاليل للمركب المعقد بحيث يثبت تركيز إحدى مكوناته وغالبا نثبت تركيز أيون الفلز بينما يتغير تركيز اللاقط (Ligand) وبذلك نحصل على محاليل. (الشكل رقم ٤,٥)



الشكل رقم (٤,٥). طريقة النسب الجزئية.

في كل منه نسبة من $[L][M]$ مختلفة عن الآخر ويقاس الامتصاص لكل محلول عند تراكيز مختلفة ثم نرسم العلاقة بين الامتصاص والنسبة $[L][M]$

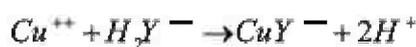
شكل يوضح طريقة النسبة الجزيئية.

(أ) معقد بنسبة (1:1) ML .

(ب) معقد بنسبة (1:2) ML_2 .

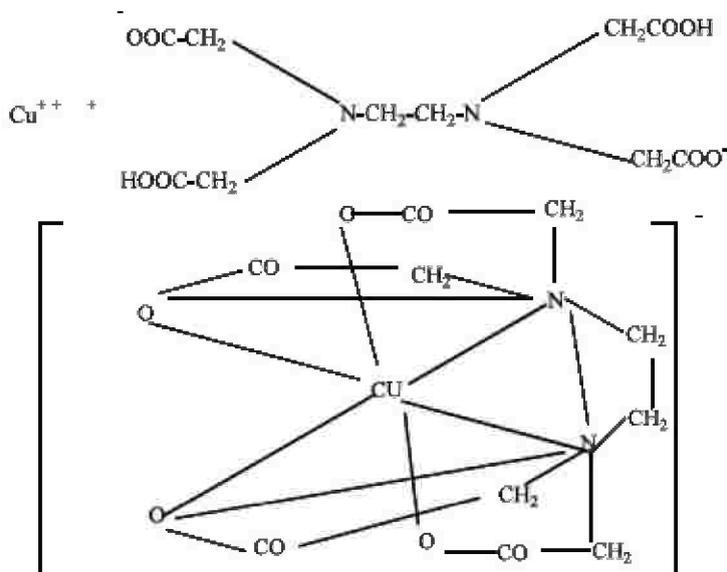
يلاحظ أن امتصاص المركب المعقد يزداد بزيادة تركيز [L] حتى نصل إلى النسبة الجزيئية للمركب المعقد والتي عندها تفاعلت كل كمية M الموجودة مع كل كمية L مضافة وبعد ذلك فإن زيادة من L سوف لا تؤثر على الامتصاص ونحصل على مستقيمين متقاطعين عند النسبة الجزيئية للمركب المعقد أي عند نقطة التكافؤ.

يتفاعل النحاس Cu^{+2} مع EDTA طبقاً للمعادلة :



حيث: M أيون الفلز

L اللاقط



(EDTA : Ethylene Diamine Tetra acetic Acid (disodium salt))

يقاس امتصاص المحلول أثناء المعايرة عند $\lambda_{\max} = 625nm$ حيث إن كلا من CuY^{2-} و Cu^{2+} يمتصان عند $\lambda_{\max} = 625nm$ إلا أن المعقد CuY^{2-} يمتص بشكل أقوى من Cu^{2+} وعند رسم العلاقة بين حجم محلول الـ EDTA المضاف (اللاقط L_1) والامتصاص نجد أن الامتصاص يزداد إلى أن يصل إلى نقطة التكافؤ ويلعب الرقم الهيدروجيني دورا مهما في تركيب المعقد ويتم التفاعل عند $pH = (2.4 - 2.8)$ لذلك يجب تثبيته باستخدام محلول منظم من خلات الصوديوم وحمض الهيدروكلوريك ليعطي الرقم المحدد المذكور .

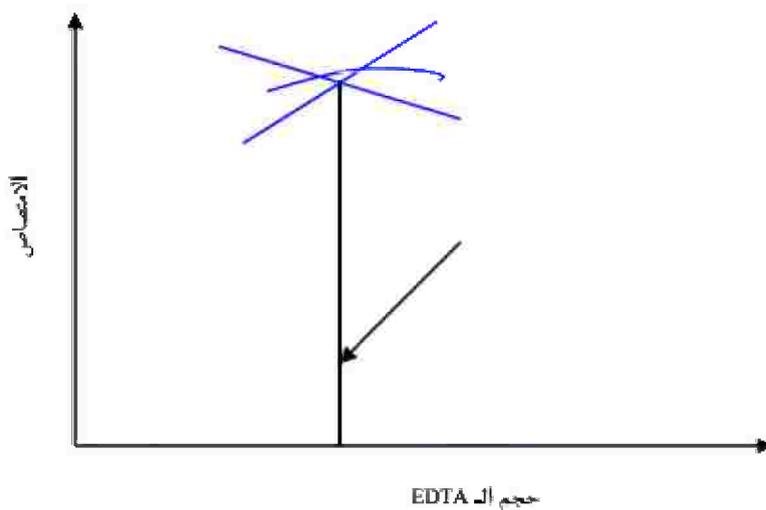
المواد المطلوبة

- ١- محلول منظم من حمض الهيدروكلوريك وحمض الخل (4.1g) من خلات الصوديوم إلى 50 ml من الماء المقطر ثم يضاف حمض الهيدروكلوريك (0.1M) حتى نصل إلى الرقم 2.2 بواسطة الـ $pH - meter$.
- ٢- يحضر محلول الـ EDTA تركيزه (0.2M) من الملح الصوديومي للـ EDTA

خطوات العمل

- ١- ضع 10ml من Cu^{2+} في خلية جهاز المطياف وخفف بالماء المقطر واستخدم المقلب المغناطيسي وثبت الطول الموجي عند $\lambda_{\max} = 625nm$.
- ٢- أضف 1ml من الـ EDTA ثم قس الامتصاص مقابل المحلول الخالي .
- ٣- كرر الخطوة (٢) بزيادة حجم الـ EDTA تدريجياً وقس شدة الامتصاص وقرب نقطة التكافؤ (عندما تقترب قيم شدة الامتصاص) تضاف أحجام قليلة من الـ EDTA .
- ٤- ارسم علاقة بين شدة الامتصاص وحجم الـ EDTA المضاف بالمليتر ويتبع من ذلك مستقيمين متقاطعين .

- ٥- مد المستقيمين المتقاطعين عند نقطة التكافؤ ومن المنحنى أوجد حجم الـ EDTA المكافئ للنحاس Cu^{2+} .
- ٦- احسب التركيز المولاري للنحاس Cu^{2+} .



(٤, ١, ٧) دراسة طيفية لتركيب معقد الحديد II مع phenanthroline 1.10

تمهيد نظري

لدراسة النسبة الجزئية بين الكاشف الطيفي والمادة المراد قياسها نجد أن هنالك

ثلاث طرق للقيام بذلك هي :

١- طريقة النسبة الجزئية

٢- طريقة التغيرات المستمرة

٣- طريقة نسبة الميل

الطريقة الأولى: طريقة النسبة الجزئية Molar ratio method

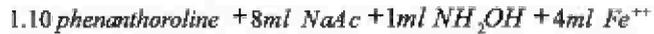
في هذه الطريقة يثبت تركيز أيون الفلز ويزداد تركيز الكاشف اللوني تدريجياً

المواد المستخدمة :

- ١- كبريتات الحديد (2) النشادرية (0.0005M).
- ٢- الكاشف الطيفي (1 ، 10 phenanthroline) تركيزه (0.0005M).
- ٣- خلاص الصوديوم 10g /100ml.
- ٤- هيدروكسيل أمين 10g /100ml.

خطوات العمل:

١- حضر ١١ دورق قياسي سعة 50ml وضع في كل دورق



رقم الدورق	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
حجم ثابت من حديد Fe^{++}	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
حجم الكاشف الكيفي	4	6	8	10	12	14	16	18	20	22	24
شدة الامتصاص											

ثم خفف بالماء المقطر حتى العلامة 50ml ثم انتظر 10_{min} ليثبت اللون.

٢- قس شدة الامتصاص لكل دورق مقابل المحلول الخالي عند

$$\lambda_{\text{max}} = 508 \text{ nm}$$

٣- ارسم العلاقة بين شدة الامتصاص $\frac{[M]}{\text{indicator}}$ نحصل على خطين

مستقيمين ويتمديدهما يلتقيان عند نقطة تحدد نسبة عدد مولات الكاشف إلى عدد مولات الحديد (٢+) في المركب المعقد.

الطريقة الثانية: طريقة التغيرات المستمرة Continues variation method

يثبت مجموع التراكيز المولارية للحديد (2+) والكاشف الطيفي في المحلول ولكن نغير نسبة كل منهما إلى الآخر.

خطوات العمل :

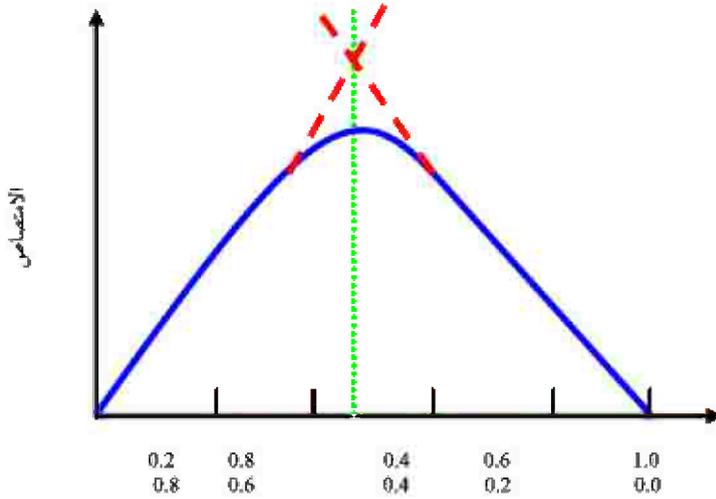
١- نقل الحجم الموضح في الجدول التالي من الحديد (+2) إلى 11 دورق قياسي سعة 50ml ثم أضف إلى كل منهما 1ml من الهيدروكسيل أمين (عامل مختزل) + 8ml NaAc ثم أضف إلى كل الدورق على التوالي الحجم المبيّن في الجدول من الكاشف الطيفي (1، phenanthroline 10) ثم خفف بالماء حتى العلامة 50ml ثم انتظر 10_{min}-

٢- قس شدة الامتصاص عند $\lambda_{max} = 508nm$ مقابل المحلول الخالي

رقم الدورق	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
حجم Fe^{+2} ذو التركيز $5 \times 10^{-4} M$	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20
حجم الكاشف الطيفي ذو التركيز $5 \times 10^{-2} M$	20	18	16	14	12	10	8	6	4	2	0
الكسر الجزئي $\frac{V_M}{V_M + V_L}$	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
شدة الامتصاص											

٣- ارسم العلاقة بين شدة الامتصاص والكسر الجزئي ومن الرسم نحصل

على النسبة الجزئية بين أيون الفلز والكاشف. (الشكل رقم ٦، ٤)



$$V_M / (V_M + V_I)$$

$$V_L / (V_M + V_L)$$

الشكل رقم (٤, ٦). منحنى الامتصاص في طريقة التغيير المستمر .

الطريقة الثالثة : طريقة نسبة الميل Slope ratio method

طريقة العمل:

١- حضر سلسلتين من المحاليل في السلسلة الأولى تضاف كميات مختلفة من الحديد (٢+) إلى كميات زائدة وثابتة من الكاشف الطيفي (استخدم نفس الإضافات السابقة في الطريقتين) وفي السلسلة الثانية تضاف كميات مختلفة من الكاشف الطيفي إلى كميات زائدة وثابتة من الحديد (٢+) و برسم العلاقة بين شدة الامتصاص وتركيز المكون المتغير نحصل على خط مستقيم لكل سلسلة وبقياس ميله نستطيع معرفة النسبة الجزئية للمركب المعقد .

٢- انقل $30ml$ من الحديد (+2) إلى 5 دوارق قياسية سعة $50ml$ ثم أضف $1-2-3-4-5ml$ من الكاشف الطيفي .

٣- انقل $30ml$ من الكاشف الطيفي إلى 5 دوارق قياسية سعة $50ml$ ثم أضف $1-2-3-4-5ml$ من حديد (+2) ثم أوجد تركيب المعقد الملون.

(٨, ١, ٤) تعيين الصيغة الجزيئية لمتراكب

تهييد نظري

يمكن استعمال ظاهرة امتصاص المتراكبات في المجال الضوئي وفوق البنفسجي في تعيين صيغتها الجزيئية وحساب ثابت تكوينها ويمكن استعمال طريقة النسبة المولية وطريقة التغير المستمر

المواد المطلوبة

١- كلوريد نحاس ثنائي $0.005M$

٢- ميثانول ثنائي إيثيل الثيوكرامات $0.005M$

الأدوات المطلوبة

١- دوارق حجمية سعة $25ml, 250ml$

٢- ماصة مدرجة سعة $1ml$.

طريقة العمل

طريقة النسبة المولية :

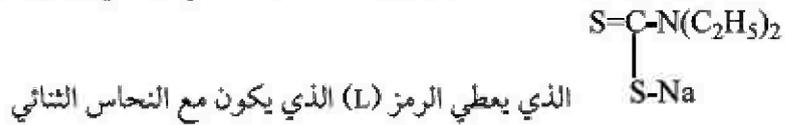
١- حضر سلسلة المحاليل التي تحتوي على الكمية نفسها أحد أيونات الفلز وسلسلة تحتوي على تراكيز مختلفة من المكون الثاني الذي غالبا ما يكون لاقط (Ligand) أو مركب مخلبي (Chelate) .

٢- قس امتصاص هذه المحاليل عند طول موجي يمتصه فقط المتراكب ولا يمتصه أيون الفلز ولا اللاقط أو المركب المخلبي .

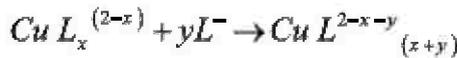
٣- ارسم علاقة بين قيم الامتصاص والتركيز المولاري للمترابك إلى التركيز المولاري لأيون الفلز .

٤- حدد نقاط التقاطع التي تمثل على المحور السيني عدد مولات المركب المخليبي المرتبطة بمول واحد من الفلز .

يمكن كتابة المعادلة بين أيون النحاس الثنائي وثنائي إيثيل الثيوكرامات



مترابكين حسب التفاعلين التاليين :



نجد أن المترابك الأول لونه أصفر أما الثاني فلونه بني يمتص الضوء عند طول

$$\lambda_{\text{max}} = 430\text{nm} \text{ موجي}$$

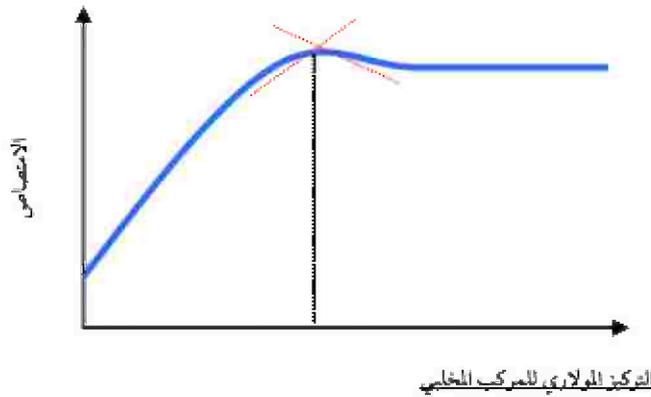
٥- خذ عشرة دوارق حجميه سعة كل منها 25ml ورقمها وضع في كل واحد منها 3ml من النحاس الثنائي .

٦- أضف بالماصة المدرجة 1ml من محلول ثنائي إيثيل الثيوكرامات إلى الدورق رقم ١ و 2ml للدورق رقم 2 و 3ml للدورق رقم 3 وهكذا إلى الدورق العاشر .

٧- خفف المحلول في كل الدوارق العشرة إلى 25ml باستعمال الميثانول وخذ قراءة الامتصاص لكل محلول عند $\lambda_{\text{max}} = 430\text{nm}$ مستعملا الميثانول كمحلول مرجع .

٨- ارسم منحنى الامتصاص بدلالة نسبة عدد المولات للمركب المخليبي إلى عدد مولات أيون النحاس .

٩- مد الخطوط المستقيمة في المنحنى وعين نسبة عدد المولات للمركب المخليبي إلى عدد مولات الفلز في المتراكب وذلك من تقاطع الخطين المستقيمين ومن ثم عين الصيغة الجزيئية للمتراكب . (الشكل رقم ٤,٧)



التركيز المولاري للمركب المخليبي

التركيز المولاري للأيون الموجب

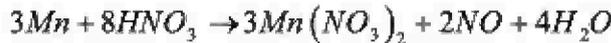
الشكل رقم (٤,٧). منحنى الامتصاص في طريقة النسبة المولية .

(٤,١,٩) تعيين تركيز المنجنيز في الحديد الصلب بواسطة التحليل اللوني

تهييد نظري

تذاب عينة من الحديد التي تحتوي على منجنيز في حمض النيتريك وفقا

للمعادلة :



المنجنيز الثنائي المتكون يتم أكسدته إلى أيون البرمنجنات $(MnO_4)^-$ البنفسجي اللون والذي له طيف امتصاص عند $\lambda_{max} = 525nm$ وتتم عملية الأكسدة بواسطة

(KIO_4) بالغلجان لإسراع التفاعل وتضاف Ammonium $(NH_4)_2S_2O_8$

persulphate للتخلص من أكاسيد النيتروجين المتبقية من التفاعل الأول وبعض الشوائب

العضوية الموجودة في عينة الحديد ويتم التخلص من الزيادة من أيون $(S_2O_8^{2-})$ بالغليان . وإذا احتوت عينة الحديد على بعض الأيونات الملونة مثل $Ni^{+2}, Co^{+2}, V^{+3}, Cr^{+3}, Ce^{+3}$ والتي تتداخل في عملية قياس امتصاص أيون $(MnO_4)^-$ البنفسجي اللون ففي هذه الحالة يستخدم جزء من محلول عينة الحديد بعد إذابته في HNO_3 كمحلول خالي blank أثناء قياس امتصاص أيون $(MnO_4)^-$ وذلك للتخلص من امتصاص تلك الأيونات الملونة

يضاف حمض H_3PO_4 ليكون معقدا عديم اللون مع أيون Fe^{III} الذي له لون أصفر والذي يتداخل أثناء قياس امتصاص أيون $(MnO_4)^-$.

خطوات العمل

حضر المنحنى القياسي standard curve كالآتي

يذاب 0.1g من المتجنيز النقي في 10 ml من HNO_3 المركز ويغلى المحلول للتخلص من أكاسيد النيتروجين ثم يضاف بمحذر 1.0g من $(NH_4)_2S_2O_8$ ثم يغلى بلطف لمدة ربع الساعة وإذا كان المحلول بنفسجي أو يحتوي على أكسيد المتجنيز البني يضاف 1.0g من Na_2CO_3 ثم يسخن لمدة خمس دقائق للتخلص من SO_2 ثم يبرد وخفف المحلول إلى لتر . انقل أحجام مختلفة من هذا المحلول إلى خمسة دوارق حجمية سعة 100 ml ثم أضف إليها H_3PO_4 من 3-5 ml وبعد ذلك يضاف حوالي 0.4 g من (KIO_4) إلى كل أربعة دوارق فقط ويغلى لمدة خمس دقائق لتكون أيون $(MnO_4)^-$ البنفسجي اللون أما المحلول الخامس فلا يضاف إليه (KIO_4) ؛ لأنه سوف يستخدم كمحلول خالي .

يقاس طيف الامتصاص لكل محلول مع استخدام المحلول الخالي ويقاس

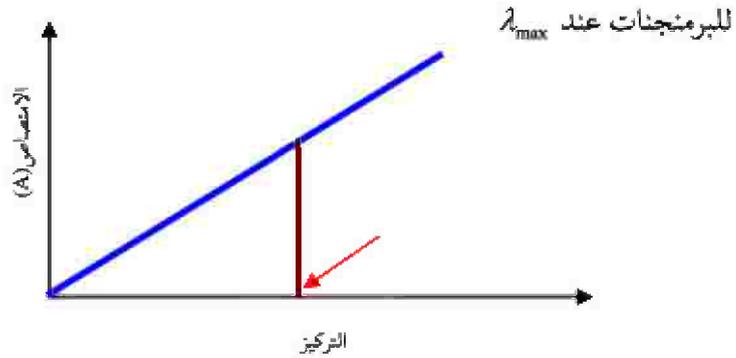
λ_{max} التي تقع بين 480-600nm ثم ارسم المنحنى القياسي .

١- خذ عيتين من الحديد وزن كل منهما 0.8g وتذاب كل منهما في HNO_3 مع

الغليان لعدة دقائق ثم تعامل كما في الخطوة السابقة مع ملاحظة إضافة (KIO_4) لأحد

المحلولين فقط أما الآخر فيستخدم كمحلول خالي ثم يقاس طيف الامتصاص للمحلول المضاف إليه (KIO_4) مقابل المحلول الخالي عند λ_{max} المتوقعة بين 480-600nm .

٢- احسب تركيز المنجنيز في عينة الحديد باستخدام المنحنى القياسي ثم احسب النسبة المئوية للمنجنيز في عينة الحديد . احسب معامل الامتصاص الجزيئي



الحسابات :

بمعرفة تركيز العينة المجهولة وحيث إن

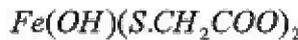
$$A = \epsilon \cdot \ell \cdot c$$

$$\epsilon = \frac{\text{slope}}{\ell}$$

(٤,١,١٠) التقدير اللوني للحديد في التربة باستخدام جهاز الطيف المرئي

تهييد نظري

يتم تقدير العناصر في التربة والرسوبيات للاستفادة منها مثلاً في الاكتشافات الجيولوجية وتحليل التربة ويمكن الاستفادة منه في نوعية الزراعة الملائمة للمنطقة. ويتم تقدير الحديد باستخدام عدة كواشف يمكن أن تعطي محاليل ملونة مع الحديد وفي هذه التجربة سوف نستخدم (thioglycolic acid) الذي يتفاعل مع الحديد في وسط قاعدي مكوناً مركباً معقداً لونه أحمر أرجواني .



الأجهزة والمواد المستخدمة

- ١- جهاز الطيف المرئي .
- ٢- حمض النيتريك المركز
- ٣- حمض البيروكلوريك المركز.
- ٤- مخلوط من الحمضين أعلاه بنسبة 1:4 حمض النتريك إلى حمض البيروكلوريك المركزين.
- ٥- حمض الطرطاريك tartaric Acid
- ٦- كاشف حمض thioglycolic في وسط قاعدي ويحضر بإذابة 4g من حمض الطرطاريك في 20ml من الماء المقطر ويضاف إليه 4.5 ml من حمض thioglycolic 20ml من الماء المقطر ويضاف إليه 4.5 ml من حمض thioglycolic و 20 ml من محلول الأمونيا المركز ويخفف المحلول إلى 100 ml بالماء المقطر .

٧- كبريتات الحديد والامونيوم $Fe(SO_4)_2(NH_4) \cdot 12H_2O$

تحضير العينة

- ١- زن 0.25g من عينة التربة في كأس.
- ٢- أضف 5 ml من مخلوط حمض النيتريك وحمض البيروكلوريك للعينة.
- ٣- سخن لمدة 10 min
- ٤- بعد التسخين اتركها حتى تبرد ثم انقل محتويات الكأس إلى أنبوبة اختبار أو مخبر مدرج 10 ml اغسل وخفف بالماء المقطر إلى 10 ml ثم رج المحلول واتركه حتى يصفى ويترسب في القاع.
- ٥- خذ 2.5ml بالماصة من المحلول الصافي في ورق قياس سعة 35ml ثم أضف 12.5 ml . من الكاشف الطيفي المحضر.

٦- خفف إلى 25 ml بإضافة الماء المقطر ورج المحلول.

٧- قس امتصاص المحلول في جهاز الطيف المرئي.

تحضير المحاليل القياسية

لتحضير محلول يحتوي على Fe . 100 mg/l أذب 0.0864 gm من كبريتات الحديديك والأمونيوم في 10 ml من الماء المقطر وأضف 1 ml من حمض الهيدروكلوريك المركز وخفف المحلول في ورق قياس سعة 100 ml بالماء المقطر ومن هذا المحلول حضر محاليل قياسية :

2.5 ، 5 ، 7.5 ، 10 ، 12.5 ppm

قس الامتصاص عند أعلى طول موجه λ_{max} للمركب المتكون وارسم منحنى التقدير القياسي مستخدماً المحاليل ذات التراكيز 2 ، 4 ، 6 ، 8 ، 10 ppm يتم قياس امتصاص العينة ومن المنحنى بحسب تركيز الحديد.

(٤،١،١١) تقدير الكافيين في البيبي كولا استخدام الطيف فوق البنفسجي

تمهيد نظري

تضاف كثيراً من المواد الكيميائية للمواد الغذائية لحفظها وإدخال تحسينات للنكهة والنوعية . وتوجد مادة الكافيين في جوزة شجرة الكولا وهي شجرة يستفاد من جوزها في إعداد بعض المشروبات ولذا لا بد من تقدير تركيز مادة الكافيين وهي مادة مخدرة والتركيز المسموح به (200 mg/kg) ويستخلص الكافيين في وسط قاعدي باستخدام مذيب الكلوروفورم ويقاس الامتصاص بجهاز الطيف واستخدام الأشعة فوق البنفسجية .



الأجهزة والمواد المستخدمة

- ١- جهاز الطيف .
- ٢- كلوروفورم.
- ٣- محلول مختزل : وهو مكون من 5 g من كبريتات الصوديوم ويضاف لها 5 g من ثيوسيانات البوتاسيوم ويذاب في 100 ml من الماء المقطر .
- ٤- حمض الفسفوريك (15%)
- ٥- محلول هيدروكسيد الصوديوم (25%)
- ٦- برمنجنات البوتاسيوم (1.5%)

المحاليل القياسية

يحضر المحلول القياسي الأساس 250 ppm وذلك بإذابة 0.05 g من الكافيين النقي في 50 ml من الكلوروفورم في دورق قياس سعة 100 ml ، حضر محاليل قياسية من الكافيين 30 ، 25 ، 20 ، 15 ، 10 ، 5 في دوراق قياسية سعة 25 ml في الكلوروفورم. تحضير العينة :

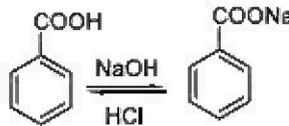
- ١- بعد التخلص من غاز ثاني أكسيد الكربون في عينة البيسي خذ بالماصة 10 ml في قمع فصل وأضف 5 ml من محلول برمنجنات البوتاسيوم 1.5% ورج المخلوط .
- ٢- بعد 5min أضف 10 ml من المحلول المختزل.
- ٣- أضف 1 ml من محلول حمض الفسفوريك المخفف .

- ٤- أضف 1 ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم ورج المخلوط.
- ٥- أضف 25ml من الكلورفورم المخلوط في قمع الفصل لاستخلاص الكافيين وصب طبقة الكلورفورم في دورق قياسي سعة 50 ml من خلال ورقة ترشيح (7 cm) أعد الاستخلاص بإضافة 20 ml من الكورفورم ثم أكمل إلى 50 ml بإضافة الكلورفورم للدورق القياسي . اغسل ورقة الترشيح بإضافة 5 ml من الكورفورم .
- ٦- قس امتصاص المحلول بجهاز الطيف عند طول الموجة (276 nm) ثم احسب تركيز الكافيين من منحنى التقدير القياسي.

(٤,١,١٢) تقدير المواد الحافظة مثل حمض البنزويك في المشروبات الغازية بطريقة الامتصاص الجزيئي للأشعة فوق البنفسجية

تمهيد نظري

تضاف كثير من المواد الكيميائية للمواد الغذائية لحفظها وإدخال تحسينات للنكهة والمظهر والقيمة الغذائية ويضاف حمض البنزويك C_6H_5COOH لحفظ المشروبات ويضاف على هيئة ملح بنزوات الصوديوم C_6H_5COONa . ولكن بحسب على أنه حمض بنزويك وأعلى تركيز مسموح به من تركيز حمض البنزويك في المشروبات (800 ppm) ، ويضاف حمض البنزويك ؛ لمنع نمو النشاط الكيميائي للفطريات والبكتيريا.



الأجهزة والمواد المطلوبة

- ١- جهاز الطيف (spectrophotometer) .
- ٢- حمام بخار .
- ٣- قمع فصل ودوارق قياسية.

- ٤- ثنائي إيثيل إيثر (Diethyl ether) .
- ٥- هيدروكسيد الصوديوم .
- ٦- حمض الهيدروكلوريك 0.1 M .
- ٧- كبريتات الصوديوم اللامائية .
- ٨- حمض البنزويك.

طريقة تحضير العينة

- ١- خذ 25ml عينة المشروب الخالية من غاز ثاني أكسيد الكربون وضعها في قمع الفصل وأضف قطرات من حمض الهيدروكلوريك المخفف (2M) وذلك لتحويل بنزوات الصوديوم إلى حمض بنزويك.
- ٢- للاستخلاص أضف للعينة 25 ml ثنائي إيثيل إيثر Diethyl ether وافصل الطبقتين ثم أعد الاستخلاص مرة ثانية بإضافة 15 ml من المذيب على الطبقة المائية مع الاحتفاظ بالطبقة العضوية الناتجة من الاستخلاص الأول في إناء نظيف وجاف وبنفس الطريقة انفصل الطبقة العضوية وجمعها مع الطبقة الأولى ليصبح مجموع كلا الطبقتين العضويتين 40 ml .
- ٣- جفف الأثير المستخلص بإضافة كبريتات الصوديوم اللامائية وذلك للتخلص من الماء، ثم بعد ذلك نجرى عملية ترويق عادي
- ٤- نخلص من المذيب بتبخيره في حمام مائي ساخن و سوف تبقى كمية قليلة من المادة العضوية مترسبة على جدار الإناء .
- ٥- أذب الراسب في 100 ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم (0.1M NaOH) (في دورق) ثم كرر العملية مرة أخرى وأضف الغسيل إلى الدورق الذي أصبح الآن بنزوات الصوديوم ثم إلى الخط بواسطة هيدروكسيد الصوديوم .

٦- قس الامتصاص لحمض البنزويك في محلول العينة في جهاز الطيف عند

طول الموجة : $\lambda = 276.5nm$

تحضير المحاليل القياسية

لحمض البنزويك ($C_6H_5CO_2H$) .

يتم تحضير المحاليل القياسية لحمض البنزويك في وسط قاعدي من محلول هيدروكسيد الصوديوم (0.1M NaOH).

حضر محلول قياس (1000 ppm) من حمض البنزويك ومنه حضر المحاليل

القياسية التالية :

10 ، 50 ، 100 ، 150 ، 200 ، 300ppm

قس الامتصاص الجزيئي لهذه المحاليل القياسية عند نفس طول الموجة وارسم منحنى التقدير القياسي برسم الامتصاص مع التركيز ومنه احسب تركيز حمض البنزويك في العينة المعطاة.

ملحوظة:

لو أكملت الدورق إلى العلامة بالماء المقطر فإنه لايتكون ملح البنزوات لأن حمض البنزويك لايدوب في الماء.

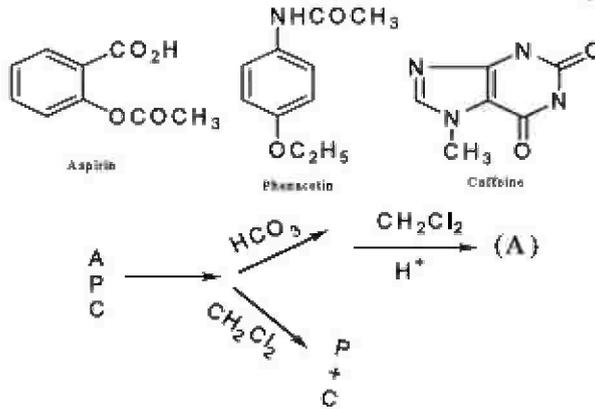
(١٣، ١، ٤) تقدير الأسبرين والفيناستين والكافيين ي أقراص (APC) باستخدام

الأشعة فوق البنفسجية

تمهيد نظري

أقراص (APC) تحتوي على الأسبرين والفيناستين والكافيين ولكل منهم امتصاص محدد في مجال الأشعة فوق البنفسجية للأسبرين عند طول الموجة (277nm) والكافيين (275 nm) واللفيناستين (250 nm) وذلك 20 ، 30 ، 40 ، 50 ml كلوريد المثيلين ويستخلص الأسبرين في محلول مائي من بيكربونات الصوديوم وشم يعاد استخلاص الأسبرين من المحلول المائي في مذيب كلوريد الميثيلين وذلك بعد إضافة

حمض المحلول القاعدي ثم يقاس امتصاص الأسبرين عند طول الموجة (277nm) ويقاس الكافيين والفيناستين مباشرة في المذيب الأصلي ومن ثم تحليله كمخلوط من مادتين باستخدام طول الموجتين .



المواد والمحاليل المستخدمة

- ١- كلوريد الميثيلين ، بيكربونات الصوديوم (W/ 4% حمض الهيدروكلوريك المركز 1M حمض الكبريتيك .
- ٢- جهاز امتصاص الأشعة فوق البنفسجية.

تحضير المحاليل القياسية

حضر محاليل قياسية أساسية للأسبرين (100 mg/l) وللفيناستين (20 mg /l) وللكافيين 10 mg/l في مذيب كلوريد الميثيلين . ومنها حضر محاليل قياسية لكل واحد على حده.

طريقة العمل

- ١- زن (0.1 gm) من القرص في كأس ثم أضف 20 ml من كلوريد الميثيلين .
- ٢- ضع المحلول في قمع فصل وأضف 20 ml من محلول بيكربونات الصوديوم على دفتين كل دفعة 10ml بعد إضافة نقطتين من حمض الهيدروكلوريك لكل دفعة . ثم أضف 5 ml من الماء المقطر . ثم افصل الطبقتين . واغسل الطبقة المائية بإضافة 30 ml من كلوريد الميثيلين على ثلاث دفعات وجمعها مع المذيب السابق .

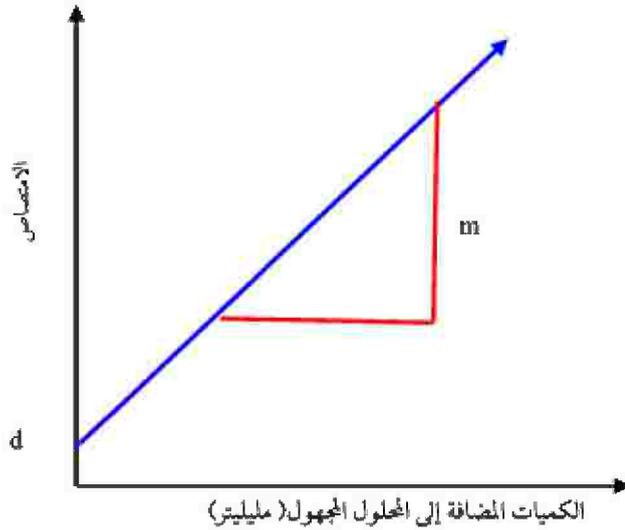
- ٣- رشح مذيب كلوريد الميثيلين من خلال ورقة ترشيح مبلة بالمذيب (للتخلص من الماء) في دورق قياس سعة 50 ml ثم أكمل الحجم بنفس المذيب.
- ٤- خذ 1 ml من المحلول السابق في دورق قياس سعة 250 ml ثم أكمل الحجم بالمذيب . " هذا المحلول يحتوي على الكافيين والفيناستين " .
- ٥- أضف 6 ml من حمض الكبريتيك (1M) المحلول المائي في قمع الفصل وهذه الخطوة يجب أن تتم بسرعة لمنع تحلل الأسبرين مائياً ويجب ملاحظة إضافة الحمض ببطء على جرعات صغيرة .
- ٦- اضبط الرقم الهيدروجيني (pH 1 to 2) بورقة اختبار الرقم الهيدروجيني وإضافة الحمض .
- ٧- أضف 80 ml من كلوريد الميثيلين على شكل دفعات كل دفعة 10 ml وأفصل طبقة المذيب ورشحها في دورق قياسي سعة 100 ml وخفف إلى الحجم باستخدام مذيب كلوريد الميثيلين .
- ٨- خذ 5 ml من المحلول السابق في دورق قياسي سعة 50 ml وخفف إلى الحجم بالمذيب.
- ٩- قس امتصاص المحلول باستخدام جهاز الطيف للأسبرين .
احسب تراكيز الأسبرين والفيثامين والكافيين باستخدام منحنيات التقدير القياسية.

(٤,١,١٤) تقدير تركيز الصبغة الملونة في مشروب المرندا
بطريقة الإضافة القياسية والطيف المرني

تمهيد نظري

يتم إضافة بعض الصبغات الملونة إلى المشروبات الغازية بنسب قليلة لتعطي المشروب الغازي لونا معينا ، ويتم تقدير هذه الصبغة باستخدام طريقة الإضافة

القياسية التي يصعب فيها تحضير منحناً قياسياً standard calibration curve بسبب عدم معرفة تركيب العينة المجهولة المراد تحليلها (موجودة داخل سبيكة مثلاً)، وذلك بعمل عدة إضافات إلى محلول العينة المجهولة ويقاس الامتصاص بعد كل إضافة ثم ترسم العلاقة بين الامتصاص والكميات المضافة حيث نحصل على خط مستقيم :



ومعادلته هي $A = m V_s + d$ حيث :

A : امتصاص العينة.

$$m = \frac{\epsilon b C_x}{V_i} = \text{الميل}$$

V_s : الكميات المضافة من المادة القياسية للمادة المجهولة.

$$d = \frac{\epsilon b V_s C_x}{V_i} \text{ القاطع}$$

نحسب قيمة C_x بمعلومية الميل والجزء المقطوع من الرسم وقيمة امتصاص العينة A كما يلي :

$$C_x = \frac{d C_s}{m V_x}$$

حيث :

ϵ : الامتصاصية المولارية .

b : طول مسار الأشعة بوحدات سنتيمتر .

C_s : تركيز المادة القياسية المضافة .

V_x : حجم المادة المجهولة التركيز .

V_t : الحجم النهائي .

النتائج

الكميات المضافة	الامتصاص Abs
0	
2	
4	
6	
8	
sample	

المواد الكيميائية المستخدمة

١- عينة ميرندا .

٢- صبغة Sunset .

الأدوات المستخدمة

١- ماصة قياسية سعة 5 ml .

٢- دورق حجمي سعة 25 ml .

تحضير العينة

١- اسحب بالماصة 5 ml من عينة مشروب الميرندا الخالية من ثاني أكسيد

الكربون تخلص منه عن طريق الرج .

٢- أضف نفس الكمية من العينة في خمسة دوارق سعة 25 ml ، كل على حده .

٣- أضف الأحجام التالية 0، 24، 6، 8ml من الصبغة ذات التركيز $2.5 \times 10^{-4} M$ إلى الدوارق القياسية السابقة .

٤- أكمل بالماء المقطر مع الرج الجيد ، وقس الامتصاص عند الطول الموجي $430nm$.

٥- ارسم منحنى الإضافة القياسية بين الكميات المضافة والامتصاص ، استنتج تركيز الصبغة المضافة للعينة .

المحاليل القياسية

١- حضر $0.005M$ من الصبغة (Sunset) في دورق قياسي سعة 50 ml وأكمل بالماء المقطر .

٢- حضر $0.00025M$ بالتخفيف من المحلول السابق في دورق قياسي سعة 50 ml وأكمل بالماء المقطر .

(٤، ٢) الأشعة تحت الحمراء

Infra-red Spectroscopy

تمهيد نظري

يؤدي امتصاص الأشعة المرئية وفوق البنفسجية إلى انتقال الإلكترون(انتقال إلكتروني) بينما يؤدي امتصاص الأشعة تحت الحمراء إلى انتقالات اهتزازية للذرات المكونة للجزيء.

ينشأ عن الحركة الاهتزازية للذرات بالنسبة لبعضها البعض تغير دوري في:

(أ) طول الروابط الكيميائية.

(ب) الزوايا بين هذه الروابط.

تتوقف طاقة الأشعة الممتصة لأي من الحركات الاهتزازية في الجزيء على:

(أ) نوع الذرات.

(ب) طبيعة الروابط الكيميائية المتضمنة في الحركة الاهتزازية.

لذا فإنه بتحليل طيف الامتصاص للأشعة تحت الحمراء يمكن معرفة طاقة الامتصاص، ومنها يمكن معرفة نوع الذرات والروابط الموجودة في الجزيء (المجموعات الوظيفية) بالتحليل النوعي، وعليه يعتبر طيف الأشعة تحت الحمراء أحد الوسائل المألوفة لتشخيص المجاميع الوظيفية، ولكن للتعرف الكامل على عينة ما لا يمكن الوصول إليها إلا بمساعدة طرق أخرى مثل طيف الكتلة mass spectroscopy، وطيف الأشعة فوق البنفسجية، وطيف الرنين النووي المغناطيسي NMR

تقاس أطيايف الأشعة تحت الحمراء عن طريق معرفة طول موجة الأشعة λ التي تمتصها مادة ما ويعتبر الميكرومتر μm وحدة قياس الطول الموجي. كما يمكن قياس هذه الأطيايف بواسطة وحدات التردد التي يعبر عنها بالعدد الموجي cm^{-1} عند دراسة الأشعة تحت الحمراء.

(٤,٢,١) الكشف عن المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية السائلة باستخدام

جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)

تمهيد نظري

يستعمل طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للتعرف على المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية، (الشكل رقم ٤,٨) حيث يتم التعرف على هذه المجموعات من خلال مواقعها في طيف الأشعة تحت الحمراء وبالتالي إعطاء صورة تقريبية لبنية المركب المراد الكشف عنه.



الشكل رقم (٤,٨). رسم تخطيطي يوضح جهاز الأشعة تحت الحمراء.

المواد الكيميائية المطلوبة

١- رابع كلوريد الكربون

٢- حمض الخل.

٣- نيتروبنزين.

٤- أسيتون.

الأدوات المستخدمة

١- أقراص بروميد البوتاسيوم KBr.

خطوات العمل**أولاً: إعداد العينة:**

١- تنظيف أقراص بروميد البوتاسيوم بالأسيتون.

٢- اخذ نقطة صغيرة من المادة العضوية السائلة الأولى ووضعها على قرص

بروميد البوتاسيوم ثم يوضع قرص آخر فوق هذه النقطة فينتشر السائل على هيئة غشاء رقيق ، ثم يثبت هذين القرصين على حامل معدني.

ثانياً: التعرف على المجموعات الوظيفية:

١- ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة بالجهاز.

٢- ضع الحامل المعدني لأقراص بروميد البوتاسيوم في مسار الأشعة.

٣- من خلال جدول مواقع المجموعات الوظيفية تعرف على المجموعات

الوظيفية للعينة ومن ثم تعرف على بنية المركب.

٤- كرر الخطوات السابقة للعينات السائلة الأخرى.

النتائج والحسابات

١- حدد مواقع المجموعات الوظيفية لكل عينة في جدول .

٢- تعرف على بنية المركب لكل عينة .

(٤,٢,٢) الكشف عن المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية الصلبة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)

تمهيد نظري

يستعمل طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للتعرف على المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية، حيث يتم التعرف على هذه المجموعات من خلال مواقعها في طيف الأشعة تحت الحمراء وبالتالي إعطاء صورة تقريبية لبنية المركب المراد الكشف عنه.

المواد الكيميائية المطلوبة

- ١- حمض البنزويك (صلب).
- ٢- بروميد البوتاسيوم.
- ٣- أسيتون.

الأدوات المستخدمة

- ١- حامل العينة الصلبة.
- ٢- المطحن.
- ٣- ملعقة صغيرة.

خطوات العمل

أولاً: إعداد العينة:

- ١- زِنْ 0.001g من حمض البنزويك.
- ٢- زِنْ 0.1 g من بروميد البوتاسيوم.
- ٣- اخلط الوزنين في المطحن، ثم اطحن لمدة عشر دقائق في القاع بشكل دائري.
- ٤- انقل الخليط إلى القطعة المخصصة للكبس ووزعه على السطح بشكل متساوٍ، ثم ضعه في المكبس.

- ٥- شغل الكمبرسور لمدة عشر دقائق لسحب الغازات والرطوبة.
 - ٦- اقل الصمام الجانبي واكبس بالعصا إلى 1000kg لمدة ربع ساعة.
 - ٧- نزل الضغط ببطء إلى الصفر.
 - ٨- اقل الجهاز، ثم أخرج القرص برفق باستخدام ملعقة صغيرة.
 - ٩- ضع القرص في حامل العينة الصلبة.
- ثانياً: التعرف على المجموعات الوظيفية:

- ١- ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة بالجهاز.
- ٢- ضع الحامل المعدني للعينة الصلبة في مسار الأشعة.
- ٣- من خلال جدول مواقع المجموعات الوظيفية تعرف على المجموعات الوظيفية للعينة، ومن ثم تعرف على بنية المركب.

النتائج

- ١- حدّد مواقع المجموعات الوظيفية لحمض البنزويك في الجدول المرفق.
 - ٢- تعرف على بنية المركب.
- (٤، ٢، ٣) فصل وتعين المركبات المكونة لزيت التشحيم باستخدام الأشعة تحت

الحمراء

تهييد نظري

يمكن تعيين مكونات زيت التشحيم بعد فصلها باستخدام الأشعة تحت الحمراء وذلك برسم نفاذية العينة وطول الموجة أو التردد.

الأجهزة والمواد المستخدمة

- ١- جهاز الأشعة تحت الحمراء.
- ٢- خلايا الأشعة تحت الحمراء (KBr).
- ٣- Ethyl methyl ketone.

- ٤- إيثانول ، ميثانول ، هكسان.
 ٥- عمود للفصل طوله 3300 mm وقطره 5 mm .
 ٦- Activated Alumin .

طريقة العمل

- ١- خذ 25 g من عينة الزيت في كأس وأضف عليها 25 ml من الميثانول ورج باستخدام المحرك المغناطيسي .
 ٢- انقل الميثانول والمادة المستخلصة بواسطة زجاجة ساعة وبخر الميثانول في درجة حرارة الغرفة وخذ قراءة العينة في جهاز الأشعة تحت الحمراء .
 ٣- خذ الجزء المتبقي من الزيت بعد الاستخلاص بواسطة الميثانول وأذبه في 10ml من الهكسان وصبه في عمود الفصل المشبع بالهكسان.
 افصل أولاً باستخدام مذيب الهكسان في عمود الفصل واجمع العينة في زجاجة ساعة .ثانياً افصل باستخدام مذيب مكون من هكسان و Methyl ethyl ketones بنسبة (75:25) بالحجم واجمع العينة في زجاجة ساعة.
 ثالثاً: افصل باستخدام الإيثانول واجمع العينة في زجاجة ساعة.
 اترك المذيبات تتبخر في درجة حرارة الغرفة . ثم خذ العينات وحللها بجهاز الأشعة تحت الحمراء ، كما سيشرح لك . يتم تعيين المواد المكونة بالمقارنة بالمجموعات الفعالة الموجودة في العينة بالتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء في مجال التردد 250-4000cm .

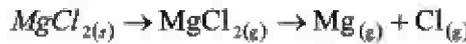
(٤,٣) الانبعاث الذري باللهب

تمهيد نظري

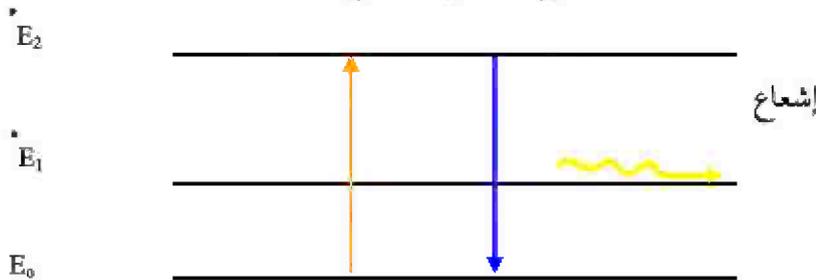
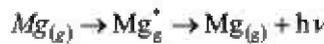
يستخدم الانبعاث الذري باللهب كوسيلة نوعية أو شبه كمية semiquantitative وذلك لأن دقة هذه التقنية ليست جيدة عند مقارنتها بالطرق الأخرى وتستخدم بصورة عامة في تقدير تراكيز الفلزات في النماذج الصلبة الحاوية على نسبة قليلة منها إلى أقل من أجزاء لكل مليون جزء ppm ومن أهم محاسنها :

تقدير كمية ضئيلة من الفلزات: يمكن تبخير وتهيئة النماذج الصلبة ويمكن أيضاً تحليل نماذج سائلة وغازية بسهولة أما أهم مساوئ هذه التقنية:

- ١- الأجهزة المستخدمة غالية الثمن .
 - ٢- التحليل يحتاج إلى وقت طويل عند تحليل فلز واحد .
 - ٣- تعطي نتائج شبه كمية .
 - ٤- يجب تحضير نماذج قياسية في أغلب الأحيان .
- عند تمرير العينة في شكل رذاذ عن طريق المرشة إلى داخل اللهب تحدث الخطوات التالية بتتابع سريع.
- (أ) المحلول.
- (ب) تتبخر أو تنصهر الجسيمات الصلبة وتتحول جزئياً إلى ذرات مستقرة في الحالة الغازية كما يلي:

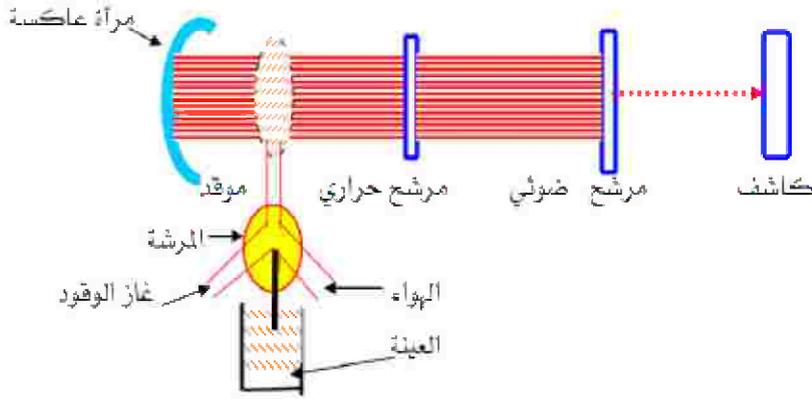


(ج) يُشار جزء قليل جداً من هذه الذرات الحرة المستقرة بواسطة الطاقة الحرارية؛ ولأنها غير مستقرة فإنها تعود بسرعة إلى حالة الاستقرار بفقد طاقتها المكتسبة على هيئة انبعاث أشعة مرئية أو فوق بنفسجية مميزة لكل عنصر كما يلي:



شدة الأشعة المنبعثة تتناسب طردياً مع عدد الذرات وبالتالي مع التركيز (تحليل كمي).

ويبين الشكل رقم (٤,٩) رسم تخطيطي لجهاز الانبعاث الذري اللهبى



الشكل رقم (٤,٩). رسم تخطيطي يوضح جهاز الانبعاث الذري .

(٤,٣,١) تحليل الماء باستخدام جهاز الانبعاث الذري

تمهيد نظري

أهم الأيونات الموجودة في الماء هي الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم وتوجد عناصر أخرى بكميات ضئيلة مثل الماغنيسيوم والليثيوم. تراكيز هذه العناصر في الماء لها أهميتها من الناحية الطبية والصناعية والزراعية. وتكمن أهمية تحليل الماء لتأثيره على خواص التربة وبالتالي على النبات. ويمكن في هذه التجربة تقدير العناصر مثل الصوديوم والبوتاسيوم باستخدام طريقة الانبعاث الذري.

المواد الكيميائية المطلوبة

- ١- كلوريد الصوديوم.
- ٢- كلوريد البوتاسيوم.
- ٣- الماء المقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ١- ميزان.

٢- كأس سعة 100m .

٣- دوارق قياسية سعة 1000 ml.

٤- دوارق قياسية سعة 100ml.

خطوات العمل

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

- ١- حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1000ppm من البوتاسيوم من مادة كلوريد البوتاسيوم في دورق قياسي سعة 1000ml.
- ٢- باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي 100 ppm إلى 1000ppm في دورق قياسي سعة 1000 ml.

- ٣- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية : 5 ، 10 ، 15 ، 20 ، 25 ppm في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول البوتاسيوم 100ppm.
- ٤- أعد الخطوات السابقة لتحضير الصوديوم من مادة كلوريد الصوديوم.

ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

- ١- ابدأ بتشغيل الجهاز لقياس البوتاسيوم حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
- ٢- باستخدام المحلول الخالي والمحلول ذي التركيز الأعلى اضبط حساسية الجهاز.
- ٣- ابدأ بقياس الانبعاث للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأدنى ثم الأعلى، ثم سجل النتائج في جدول.

٤- قس انبعاث المجهول (ماء الصنبور، ماء الصحة).

٥- كرر الخطوات السابقة لقياس الصوديوم.

النتائج والحسابات

- ١- زن كلوريد البوتاسيوم اللازم لتحضير 1000ppm من البوتاسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.

- ٢- الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي ppm 1000 لتحضير 100ppm في دورق قياسي سعة 1000 ml.
- ٣- الأحجام المأخوذة من المحلول القياسي 100ppm لتحضير المحاليل القياسية التالية 25ppm، 20، 15، 10، 5 في دوارق سعة 100 ml.
- ٤- نتائج الانبعاث المقابلة للتركيز المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
- ٥- رسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والانبعاث.
- ٦- حدد تركيز المجهول من الرسم.
- ٧- جميع ما سبق مع عنصر الصوديوم.

(٢، ٣، ٤) تحديد تلوث ملح الطعام بالبوتاسيوم والكالسيوم باستخدام جهاز الانبعاث الذري

تهييد نظري

يتكون ملح الطعام من كلوريد الصوديوم (NaCl)، إلا أن ملح الطعام يمكن أن يحتوي على بعض الشوائب ومن أهمها أملاح البوتاسيوم والكالسيوم ولذلك فمن الضروري تحديد هذه الشوائب في ملح الطعام، وذلك عن طريق رسم منحنى التدرج القياسي باستخدام محاليل قياسية من البوتاسيوم والكالسيوم وإيجاد تراكيز المجهول من الرسم.

المواد الكيميائية المطلوبة

- ١- كلوريد البوتاسيوم.
- ٢- نترات الكالسيوم.
- ٣- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة

- ١- ميزان.
- ٢- كأس سعة 1000 ml.
- ٣- دوارق قياسية سعة 1000 ml.
- ٤- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

- ١- حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1000ppm من البوتاسيوم من مادة كلوريد البوتاسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.
- ٢- باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي 1000ppm إلى 100 ppm في دورق قياسي سعة 1000 ml.
- ٣- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: 5 ، 10 ، 15 ، 20 ، 25 ppm في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول البوتاسيوم 100ppm.
- أعد الخطوة رقم (١) لتحضير الكالسيوم من مادة نترات الكالسيوم، وأعد الخطوة رقم (٣) لتحضير محاليل قياسية من الكالسيوم في دوارق سعة 100 ml تركيزها كما يلي: (100 ، 125 ، 75 ، 50 ، 25) وذلك من المحلول الأساسي للكالسيوم (1000 ppm).

ثانياً: إعداد المجهول (ملح الطعام):

أذب 10 g من ملح الطعام NaCl في دورق سعة 100 ml.

ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:

- ١- ابدأ بتشغيل الجهاز لقياس البوتاسيوم حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
- ٢- باستخدام المحلول الخالي والمحلل ذي التركيز الأعلى اضبط حساسية الجهاز.

- ٣- ابدأ بقياس الانبعاث للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأدنى ثم الأعلى ، ثم سجل النتائج في الجدول المرفق في كراسة المتدرب.
- ٤- قس انبعاث المجهول.
- ٥- كرر الخطوات السابقة لقياس الكالسيوم.

النتائج والحسابات

- ١- وزن كلوريد البوتاسيوم اللازم لتحضير 1000 ppm من البوتاسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.
- ٢- الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي 1000ppm لتحضير 100ppm في دورق قياسي سعة 1000 ml .
- ٣- الأحجام المأخوذة من المحلول القياسي 100ppm لتحضير المحاليل القياسية التالية (5 ، 10 ، 15 ، 20 ، 25 ppm) في دوارق سعة 100ml.
- ٤- نتائج الانبعاث المقابلة للتركيز المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
- ٥- رسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والانبعاث.
- ٦- حدد تركيز المجهول من المنحنى .
- ٧- ثم احسب تركيز المجهول ($\mu\text{g/g}$). كنسبه مئوية (w/w).

باتباع :

$$1 - \frac{\text{ppm}(\text{mg/ml}) \times \text{final volume} \times \text{d. factor}}{\text{weight of the sample}(\text{g})}$$

$$2 - \frac{\text{ppm}(\text{mg/ml}) \times \text{final volume} \times \text{d. factor} \times 10^{-4}}{\text{weight of the sample}(\text{g})}$$

- ١- أوجد جميع ما سبق مع عنصر الكالسيوم مع مراعاة عدم تخفيف المحلول الأساسي للكالسيوم ، واستخدام محاليل قياسية تركيزها : 25 ، 50 ، 75 ، 100 ، 125 ppm

مثال:

عند إذابة 10 g من ملح الطعام (كلوريد الصوديوم) في 100 ml وقياس تركيز البوتاسيوم في هذا المحلول عن طريق رسم لمنحنى التدرج القياسي كان التركيز $11 \mu\text{g/ml}$ (ppm) أوجد تركيز البوتاسيوم به

(أ) $\mu\text{g/ml}$ (ppm)

(ب) %

الحل:

$$\mu\text{g (ppm)} = \frac{11 \mu\text{g} \times 100 \text{ ml}}{10 \text{ g}} = 110 \mu\text{g/g} \quad (\text{أ})$$

$$\% = \frac{11 \mu\text{g} / \text{ml} \times 100 \text{ ml} \times 10^{-4}}{10 \text{ g}} = 0.011\% \quad (\text{ب})$$

(٤, ٣, ٣) تحليل الماء باستخدام جهاز الانبعاث الذري

تمهيد نظري

أهم الأيونات الموجودة في الماء هي الصوديوم ، البوتاسيوم ، الكالسيوم وتوجد عناصر أخرى بكميات ضئيلة مثل الماغنيسيوم والليثيوم . وتراكم هذه العناصر في الماء لها أهميتها من الناحية الطبية والصناعية والزراعية . لأن الماء له تأثير على خواص التربة وبالتالي على النبات ويمكن في هذه التجربة تقدير العناصر مثل الصوديوم ، البوتاسيوم والليثيوم باستخدام طريقة الانبعاث الذري.

الأجهزة والمواد المستخدمة

- ١- جهاز الانبعاث الذري.
- ٢- محاليل قياسية للعناصر.
- ٣- عينات للمياه المراد تحليلها.
- ٤- طريقة تشغيل جهاز الانبعاث الذري .

- ٥- أدر الضاغط (the compressor) (110v) .
- ٦- افتح أسطوانة الغاز مع التأكد بأن إناء الماء المقطر ممتلئ.
- ٧- ثبت القفل على جهاز التخفيف .
- ٨- Diluter .
- ٩- اضغط زر تشغيل الجهاز power ليبدأ الاشتعال.
- ١٠- تأكد من اشتعال اللهب وذلك بفحص زر اللهب Flame on .
- ١١- اضغط زر جهاز التخفيف ليبدأ عمله بالتخفيف.
- ١٢- اترك الجهاز لمدة 15 min قبل القياس.

تقدير عنصري الصوديوم Na والبوتاسيوم K

- ١- تأكد من أنبوبة العينة المستخدمة هي الأنبوبة البرتقالية اللون.
- ٢- استخدم محلولاً قياسياً داخلياً 3M من محلول الليثيوم 3M Li solution .
- ٣- ثبت المتر القياسي الداخلي على التدرج المنتصف mid scale باستخدام المفتاح المخصص لذلك باستخدام الماء المقطر.
- ٤- ثبت قراءة الشاشة عند الصفر zero باستخدام المفتاح المخصص لذلك باستخدام الماء المقطر.
- ٥- ثبت قراءة الشاشة عند الصفر zero باستخدام المفتاح المخصص لذلك في الجانب الأيمن للجهاز.
- ٦- قس محاليل قياسية من الصوديوم والبوتاسيوم للتأكد من حساسية الجهاز مثل (140 mmole Na ، 5mmole K) ومن المتوقع أن يعطي الجهاز قراءات . مطابقة للتركيز . وإذا لم تتطابق القراءات اضبط القراءات على هذه المحاليل القياسية.
- ٧- قس تركيز العينة المجهولة مباشرة وسجل النتائج.

تقدير عنصر الليثيوم

- ١- تأكد من أن أنبوية العينة المستخدمة هي الأنبوية حمراء اللون.
- ٢- استخدم محلولاً قياسيًّا داخليًّا (K ، 150 mmole) .
- ٣- اضغط الزر الخاص بالليثيوم Li .
- ٤- ثبت المتر القياسي الداخلي على التدرج المنتصف mid scale باستخدام المفتاح المخصص لذلك باستخدام الماء المقطر.
- ٥- ثبت قراءة الجهاز عند الصفر zero باستخدام المفتاح الموجود بالجانب الأيمن للجهاز.
- ٦- قس محلولاً قياسيًّا من الليثيوم كمثال Li 15mmole متوقعاً أن يعطي الجهاز قراءة مطابقة للمحول القياسي المستخدم.
- ٧- بعد التأكد من حساسية قياس الجهاز في تركيز العينة مباشرة واقراً النتيجة .

طريقة إيقاف الجهاز

- ١- ضع أنبوية العينة في ماء مقطر لمدة دقيقتين.
- ٢- اسحب المحلول القياسي الداخلي من الجهاز.
- ٣- أوقف المخفف وذلك بالضغط على الزر المخصص لذلك .
- ٤- اسحب القفل (lock) من جهاز التخفيف (Diluter) .
- ٥- أغلق أسطوانة الغاز وتأكد من عدم وجود الغاز وذلك المصباح المخصص لذلك .
- ٦- أوقف التيار عن الجهاز وذلك بضغط زر (power off) .
- ٧- أوقف الضغط (compressor) .

(٤, ٤) الامتصاص الذري باللهب

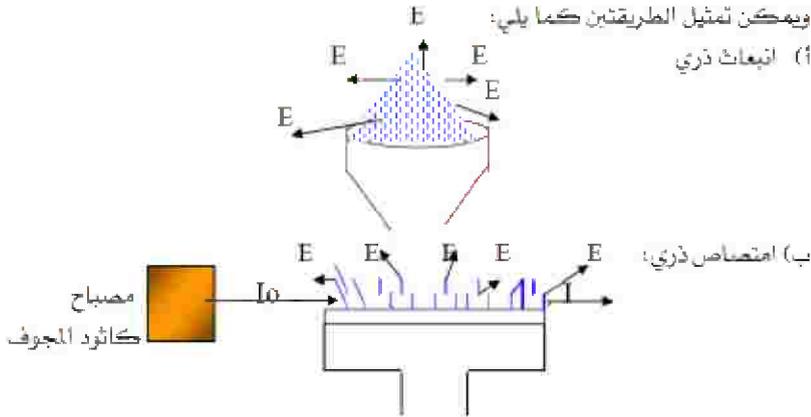
تمهيد نظري

الامتصاص الذري Atomic Absorption والذي يعرف اختصاراً بـ "AA" من الطرق التحليلية المعتمدة على امتصاص أشعة فوق بنفسجية أو مرئية بواسطة ذرات المادة في الحالة الغازية، يتم تحويل العينة إلى ذرات بواسطة بخ محلول العينة إلى اللهب، هذه الذرات المتكونة تمتص أشعة آتية من مصدر مصباح كاثود المجوف. يعتبر جهاز الامتصاص الذري من أكثر الأجهزة استخداماً في المختبرات في مجال التحليل الطيفي الذري وذلك بسبب البساطة والحساسية العالية التي قد تصل إلى جزء في البليون ppb لذلك لكي نحصل على التركيز بالبليون يجب استخدام الفرن الكربوني.

المبدأ

عند سحب محلول العينة إلى داخل اللهب بواسطة المرشة atomizer، يتبخر أو يحترق المذيب تاركاً العينة والتي بدورها تنفكك بواسطة الطاقة الحرارية إلى ذرات. الجزء الأكبر من هذه الذرات تكون في حالة الاستقرار، وجزء يسير منها (حوالي 5%) يثار ويبعث أشعة (في شكل خطوط) مميزة للعنصر (طريقة الانبعاث الذري). أما الذرات المستقرة (حوالي 95%) فتمتص أشعة خاصة بها آتية من مصباح كاثود المجوف (الكاثود مصنوع من المادة المراد تحليلها)

الامتصاص الناتج يتناسب طردياً مع عدد الذرات والذي بدوره يتناسب طردياً مع التركيز، إذاً تحليل كمي.



نلاحظ أن الانبعاث يحدث في طريقة الامتصاص الذري ولكن لتفادي هذه الظاهرة والتأكد من أن الامتصاص فقط هو الذي يقاس يتم إخضاع الجهاز إلى عملية تعديل modulation

مكونات جهاز الامتصاص الذري

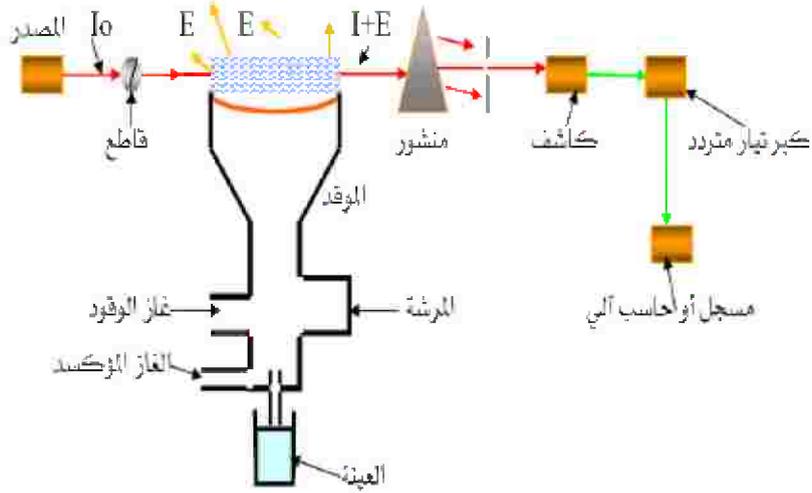
يتكون الجهاز من الأجزاء الرئيسة التالية كما في الشكل رقم (٤, ١٠)

١- مصدر خطي لإصدار الأشعة، وهذا في العادة عبارة عن المصباح ذري المهبط المجوف.

٢- وسيلة لتحويل المادة إلى ذرات حرة، ويتم ذلك عن طريق اللهب أو بالتسخين الكهربائي.

٣- موحد طول الموجة، وذلك لفصل خط الرنين المطلوب.

٤- مقدر، وتستخدم عادة الخلية الضوئية المضاعفة، كما تكبير استجابة المقدر بالاستعانة بمكبر، ومن ثم تعرض هذه الاستجابة على آلة عرض مناسبة، والتي قد تكون مسجل أو مقياس مدرج أو رقمي.



الشكل رقم (٤, ١٠). رسم تخطيطي لجهاز الامتصاص الذري.

(٤, ٤, ١) تقدير تركيز الماغنيسيوم باستخدام جهاز الامتصاص الذري

تمهيد نظري

في هذه التجربة يتم تقدير عنصر الماغنيسيوم ، وذلك عن طريق تحضير محاليل قياسية من الماغنيسيوم ، وتقدير امتصاصها ، ورسم منحنى التدرج القياسي ، ومن ثم تقدير امتصاص المجهول ، وإيجاد تركيزه من الرسم البياني.

المواد الكيميائية المطلوبة

- ١- كلوريد الماغنيسيوم.
- ٢- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة

- ١- ميزان حسّاس.
- ٢- كأس سعة 1000ml.

٣- دورق قياسي سعة 1000 ml.

٤- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

١- حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1000 ppm من الماغنيسيوم من مادة كلوريد

الماغنيسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.

٢- باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي 1000 ppm إلى 100 ppm

في دورق قياسي سعة 100 ml.

٣- باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي 100 ppm إلى 10 ppm

في دورق قياسي سعة 100 ml.

٤- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: 0.2 ، 0.4 ، 0.6

، 0.8 ، 1.0 ppm في دوارق قياسية سعة 100 ppm وذلك من محلول الماغنيسيوم 10 ppm

ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

١- ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة.

٢- قسّ امتصاص المحاليل القياسية.

٣- قسّ امتصاص المجهول.

النتائج والحسابات

١- وزن كلوريد الماغنيسيوم اللازم لتحضير 1000 ppm من الماغنيسيوم في

دورق قياسي سعة 1000 ppm .

٢- الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي 1000 ppm لتحضير 100 ppm في دورق

قياسي سعة 100 ml.

٣- الحجم المأخوذ من المحلول الأساسي 100 ppm لتحضير 10 ppm في ورق قياسي سعة 100 ppm.

٤- الأحجام المأخوذة من المحلول القياسي 10 ppm لتحضير المحاليل القياسية التالية: 0.2 ، 0.4 ، 0.6 ، 0.8 ، 1.0 ppm في دوارق سعة 100 ml.

٥- أرفق النتائج والرسم البياني التي حصلت عليها من الجهاز.

٦- تركيز الماغنيسيوم للعينة المجهولة.

(٢، ٤، ٤) تقدير النحاس في الشاي باستخدام جهاز الامتصاص الذري

تهييد نظري

في هذه التجربة يتم تقدير عنصر النحاس ، ويمكن تطبيق هذه الطريقة لتقدير العناصر الأخرى مثل النيكل. أملاح النحاس والنيكل يستخدمان عادةً لحماية نبات الشاي من الآفات الزراعية والقرواح التي تحدث من الفطريات والتي تؤثر على الشاي ، ويتم تقدير هذين العنصرين للتأكد من الجودة النوعية لعينات الشاي. المحاليل القياسية في هذه التجربة لابد وأن تحتوي على نفس الوسط وذلك للتخلص من تداخلات العناصر مثل : الصوديوم والبوتاسيوم والألومنيوم.

المواد الكيميائية المطلوبة

- ١- عينة من الشاي.
- ٢- حمض النيتريك المركز.
- ٣- كبريتات النحاس.
- ٤- كلوريد الصوديوم.
- ٥- كلوريد البوتاسيوم.
- ٦- كلوريد الألومنيوم.
- ٧- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة

- ١- ميزان حسّاس.
- ٢- سخان كهربائي.
- ٣- كأس سعة 250 ml .
- ٤- كأس سعة 100 ml .
- ٥- دورق قياسي سعة 25 ml .
- ٦- دوارق قياسية سعة 100 ml .

خطوات العمل

أولاً: إعداد العينة:

- ١- زن 0.5 g من عينة الشاي في كأس. أضف 5 ml من حمض النيتريك المركز إلى محتويات الكأس ثمحرك المحلول لكي يتفاعل الحمض مع العينة.
- ٢- في دولاب الغازات ضع المحلول على سخان كهربائي وبخز الحمض إلى أن يصبح حجم المحلول 1 ml تقريباً.
- ٣- برّد المحلول ثم أضف 10 ml من الماء المقطر ثم رشح المحلول في دورق قياسي سعة 25ml ، وأكمل إلى العلامة بالماء المقطر.

ثانياً: تحضير المخاليل القياسية:

- ١- حضر محلولاً قياسياً من النحاس تركيزه 100 ppm من ملح كبريتات النحاس في دورق قياسي سعته 100 ml .
- ٢- حضر محلولاً قياسياً يحتوي على : Al ، K ، Na في دورق قياسي سعة 100 ml واسأل مدرب العملي عن طريقة تحضيره وتركيزه.

٣- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: (2 ، 4 ، 6 ، 8 ، 10ppm) في دوارق قياسية سعة 100 ppm وذلك من محلول النحاس 100 ppm مع ملاحظة إضافة 1ml من المحلول الذي يحتوي على: Al، K، Na .

ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول

- ١- ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
- ٢- قسُ امتصاص المحاليل القياسية.
- ٣- قسُ امتصاص المجهول.

النتائج والحسابات

- ١- أوجد وزن كبريتات النحاس اللازم لتحضير 100 ppm من النحاس في دورق سعة 100 ml.
- ٢- أوجد الأحجام المناسبة المأخوذة من المحلول الأساسي 100 ppm لتحضير المحاليل القياسية: 2 ، 3 ، 4 ، 8 ، 10 ppm في دوارق سعة 100 ppm .
- ٣- أرفق النتائج والرسم البياني المأخوذة من الجهاز.
- ٤- سجل تركيز النحاس.
- ٥- أوجد تركيز النحاس في عينة الشاي ب (µg/g) p.p.m .

(٤, ٤, ٣) تحليل المياه الملوثة

تمهيد نظري

التلوث من أهم المشاكل المعاصرة اليوم خصوصاً التلوث البيئي الذي يعترض حياة الإنسان . مما يضاعف دور المحلل الكيميائي في تشخيص هذه المعضلة بوسائله التي يمكن أن تشير إلى وجود التلوث ونسبته

سندرس بعض التحاليل الخاصة بالمياه الملوثة حيث سنحلل كل من الكاديوم والكوبالت والرصاص والنيكل بطريقة الامتصاص الذري.

١- تحليل الكادميوم

الحد المسموح به في مياه الشرب $0.01mg/l$ ومياه الري تصل إلى $0.05mg/l$ ويتم التحليل عن طريق لهب إستلين هواء

المحاليل وتحضيرها

- ١- حضر محلول أولي لأيونات الكادميوم وذلك بإذابة $1g$ من معدن الكادميوم في حمض النيتريك (١ : ١) ثم خفف إلى لتر بواسطة الماء المقطر.
- ٢- حضر محلول ثاني من أيونات الكادميوم تركيزه ($10ppm$) وذلك بأخذ $10ml$ من المحلول الأول ثم خففها إلى لتر بالماء المقطر.
- ٣- حضر عدة محاليل لأيون الكادميوم باستخدام المحلول الثاني بحيث يتراوح تركيزها بين ($0.5-2ppm$)

طريقة العمل

- ١- جهز مصباح المهبط المجوف لمعدن الكادميوم مع اختيار الطرق المثالية للعمل حسب الجهاز.
- ٢- أشعل اللهب بخدر
- ٣- عاير الجهاز باستخدام المحلول الخالي (الماء المقطر) وعاير حساسيته بالمحلول الأكثر تركيزا ($2ppm$) كي تصل إبرة المؤشر إلى أقصى اليسار وليس الصفير.
- ٤- قس امتصاص التراكيز العيارية ولا تنسى تصفير الجهاز بين كل محلول وآخر باستخدام المحلول الخالي (الماء المقطر).
- ٥- مثل قراءات الجهاز بيانيا مع التركيز ثم قس امتصاص المحلول المجهول وحدد تركيزه باستخدام المنحنى البياني.

٢- تحليل الكوبالت

يستخدم لهب إستلين هواء .

المحاليل وتحضيرها

- ١- حضر محلول رئيس لأيونات الكوبالت وذلك بإذابة 1g من معدن الكوبالت في كمية قليلة من حمض النيتريك (1:1) وخفف إلى لتر بالماء المقطر.
- ٢- حضر سلسلة لأيونات الكوبالت باستخدام المحلول الرئيس بتركيز يتراوح بين (3-12ppm).

طريقة العمل

- ١- جهاز المصباح المجوف لمعدن الكوبالت ثم اختار الشروط المناسبة للعمل.
- ٢- أشعل اللهب ثم عاير الجهاز وحدد حساسيته .
- ٣- قس امتصاص السلسلة العيارية ثم ارسم منحنى المعايرة وذلك بالتمثيل البياني لقراءة الجهاز مع التركيز .
- ٤- قس امتصاص المحلول المجهول ثم حدد تركيزه بالمنحنى السابق .
- ٥- قس امتصاص عينة المياه ثم حدد تركيزها باستخدام المنحنى السابق.

٣- تحليل الرصاص

- لكي يكون الماء صالحا للشرب يجب أن يكون تركيز الرصاص أقل من $50\mu\text{g/l}$ ومياه الري لحد أقصى 5mg/l ويستخدم لهب إستلين- هواء.

المحاليل وتحضيرها

- ١- حضر محلول أولي من معدن الرصاص وذلك بإذابة 1g منه في حمض النيتريك (١ : ١) ثم خفف بالماء المقطر إلى لتر .
- ٢- حضر سلسلة عيارية لأيونات الرصاص يتراوح تركيزها بين (5-20ppm)

طريقة العمل

- ١- جهاز مصباح المهبط المجوف لمعدن الرصاص وجهاز شروط العمل المناسبة .
- ٢- أشعل اللهب ثم عاير الجهاز وحدد حساسيته.
- ٣- قس امتصاص السلسلة العيارية ثم ارسم منحنى تغير الامتصاص بدلالة

التركيز .

٤- قس امتصاص عينة المياه ثم حدد تركيزها بالاعتماد على المنحنى السابق.

٤- تحليل النيكل

النيكل غير سام بالنسبة للإنسان إلا أنه يضر ببعض النباتات ويجب ألا يتعدى تركيزه في مياه الري $5mg/l$.

المحاليل وتحضيرها:

١- حضر محلول أولي من معدن النيكل وذلك بإذابته في قليل من حمض النيتريك (١ : ١) ثم خفف بالماء المقطر إلى لتر.

٢- حضر سلسلة عيارية يتراوح تركيزها بين (3-12ppm)

طريقة العمل :

١- جهز مصباح المهبط المجوف لمعدن النيكل ثم ضع الشروط المناسبة للعمل.

٢- أشعل اللهب ثم عاير الجهاز وحدد حساسيته .

٣- قس امتصاص السلسلة العيارية ثم ارسم المنحنى البياني الذي يبين

الامتصاص بدلالة التركيز .

٤- قس امتصاص عينة المياه ثم حدد تركيزها بالاعتماد على المنحنى السابق.

ملحوظة

إذا كانت العينات مركزة يجب تخفيفها.

إذا كانت العينة مخففة جدا يجب تبخيرها وتركيزها .

يجب أن تعلم التركيز الجديد من قانون التخفيف $M \times V = M' \times V'$

(٤, ٤, ٤) تحليل الحليب السائل

تهييد نظري

تقدير الكالسيوم في الحليب بطريقة الامتصاص الذري : الحليب يحتوي على

عدة عناصر معدنية تكون على شكل أملاح ذاتية ومن هذه الطريقة يمكن أن يتم تقدير

العناصر مثل الكالسيوم والمغنيسيوم والبوتاسيوم والصوديوم والحديد والنحاس ... إلخ

في الحليب . وحيث إن الحليب يحتوي بروتينات ودهون وغيرها ويتم ترسيبها بواسطة ثالث كلوريد حمض الخل (Trichloroacetic acid) وترشح العينات ويتم تحليلها باستخدام جهاز الامتصاص الذري .

الأجهزة والمواد المستخدمة للتجربة

١- جهاز الامتصاص الذري (A.A. spectrophotometer)

٢- ثالث كلوريد حمض الخل .

٣- محلول كلوريد اللانثيوم 1% (وزن / حجم)

٤- كربونات الكالسيوم .

طريقة تحضير العينة

١- خذ بالماصة 5 ml من الحليب السائل في دورق قياسه سعة 100 ml .

٢- أضف 50 ml من حمض ثالث كلوريد حمض الخل (24% وزن حجم) .

٣- خفف إلى العلامة بالماء المقطر .

٤- رج العينة كل 5 min لمدة 30 min ورشح .

٥- اسحب بالمصاصة 5 ml من الرشيع في دورق قياسي سعة 50 ml .

٦- أضف أمل من محلول كلوريد اللانثيوم 5% ثم أكمل الحجم إلى 50 ml

بالماء المقطر وعند هذه الخطوة تكون العينة جاهزة لأخذ قراءة الامتصاص الذري للكالسيوم بواسطة جهاز الامتصاص الذري .

تحضير المحاليل القياسية : بالنسبة لعنصر الكالسيوم . لتحضير 500mg/l :

١- خذ وزنه من CaCO_3 قدرها (1.249gm) وتذاب في 100 ml من الماء المقطر .

٢- أضف أقل حجم من حمض HCl على المحلول السابق ليساعد على إتمام

عملية ذوبان الملح وخفف المحلول إلى لتر بالماء المقطر .

٣- حضر من المحلول السابق عدة تراكيز 10ppm ، 8 ، 6 ، 4 ، 2 قس
الامتصاص الذري للكالسيوم للمحاليل القياسية ومحلول عينة الحليب بجهاز
الامتصاص عند طول الموجة $\lambda = 422.7 \text{ nm}$. $Slit = \dots \text{ nm}$
(٤,٤,٥) تقدير عنصر الرصاص في الدهان بطريقة الامتصاص الذري

تمهيد نظري

يعتبر عنصر الرصاص من العناصر السامة ولذا لابد من تلافيه بكميات أو
بتركيزات عالية في البوية وإذا زادت كمية الرصاص في الدم أكثر من (0.8ppm) ينتج
عن ذلك التسمم في الدم وفي الكلى وفي الجهاز العصبي . ومصادر التلوث بالرصاص
كثيرة ولونها البرتقالي والأحمر وأكسيد الرصاص والذي يعطي اللون الأحمر
وكبريتات الرصاص ولونها الأبيض.

الأجهزة والمواد المستخدمة

١- جهاز الامتصاص الذري

٢- فرن

٣- سخان كهربائي .

٤- حمض النتريك المركز .

٥- نترات الرصاص .

تحضير العينة

١- زن من عينة البويه 0.05gm وضعها في بوتقة حرق .

٢- أحرق العينة بوضعها في الفرن في درجة حرارة 600°C ولمدة ساعة .

٣- خذ البوتقة بعد حرقها واتركها لتبرد ثم أضف 2ml من حمض النتريك

المركز ثم سخن لمدة 10 دقائق .

٤- انقل المحلول إلى دورق قياس سعة 100ml واغسل البوتقة بالماء

المقطر وأكمل المحلول في الدورق القياسي إلى 100ml بالماء المقطر. ورج المحلول ثم

اتركه لمدة 5 دقائق. إذا كان المحلول غير صافي اتركه ليصفى في قاع الدورق أو يمكنك أن ترشح المحلول .

٥- قس امتصاص محلول العينة في جهاز الامتصاص الذري في طول الموجة

. 217 nm

تحضير المحاليل القياسية

حضر محول قياس أساسي (500ppm) لعنصر الرصاص من ملح نترات الرصاص في دورق قياسي سعة 100ml في محلول (nitric acid 20%) يجب الاحتراس لأنه من العناصر السامة . حضر محاليل قياسية تحتوي على 5 ، 10 ، 15 ، 20 ، 25ppm من عنصر الرصاص. قس الامتصاص وارسم منحنى التقدير القياسي عند طول الموجة 217nm . احسب تركيز عنصر الرصاص في عينة البوية المعطاة .

(٤,٤,٦) تقدير عنصر المنجنيز في الإسمنت باستخدام جهاز الامتصاص الذري

تهييد نظري

تستخدم طريقة الامتصاص الذري لتقدير كثير من العناصر في الإسمنت لمعرفة نوعية الإسمنت وتراكيز العناصر المعدنية للاستفادة من ذلك لتحسين النوعية . ومن هذه العناصر الألومونيوم ، الكالسيوم ، الحديد ، الماغنيسيوم ، المنجنيز ، البوتاسيوم ، الصوديوم . وذلك باستخدام طريقة الاستخلاص بالحمض وفي هذه التجربة سوف يتم تقدير عنصر المغنيسيوم.

الأجهزة والمواد المستخدمة

- ١- جهاز الامتصاص الذري .
- ٢- حمام بخاري .
- ٣- حمض الهيدروكلوريك المركز .
- ٤- كبريتات الماغنيسيوم .

تحضير العينة

- ١- زن من العينة 0.5 gm في كأس وأضف 25 ml من الماء المقطر .
- ٢- أضف 5 ml من حمض الهيدروكلوريك المركز وحرك المحلول باستخدام ساق زجاجية.
- ٣- سخن المحلول في حمام بخاري لمدة 15 min في درجة حرارة الغليان .
- ٤- رشح المحلول وهو ساخن في دورق قياس سعته 100ml بورقة ترشيح (medium Texture).
- ٥- اغسل ورقة الترشيح بمحلول ساخن (1% HCl) وعدة مرات بالماء الساخن .
- ٦- اترك المحلول لمدة حتى يبرد ثم أكمل بالماء المقطر ورج المحلول .
- ٧- قس الامتصاص للمحلول باستخدام جهاز الامتصاص الذري.

تحضير المحاليل القياسية

حضر محلولاً قياسيًّا أساسياً من المغنيسيوم (100 ppm) من ملح كبريتات الماغنيسيوم في دورق قياس سعته 100 ml حضر محاليل قياسييه 10، 8، 6، 4، 2 ثم قس الامتصاص بجهاز الامتصاص الذري باستخدام طول الموجة المناسب لقياس عنصر المغنيسيوم.

(٤،٤،٧) تقدير الرصاص في الجازولين بطريقة المستحلب والامتصاص الذري اللهبى

تهييد نظري

تبعث مركبات الرصاص من عوادم السيارات ،ومن أهمها (رابع ايثيل الرصاص) الذى يضاف للجازولين لتحسين أدائه ومنع الفرقة التي تحدث انخفاض الرقم الاوكتاني للجازولين إذ أن هذه المركبات تساعد على رفع الرقم الاوكتاني. وقد حددت منظمة الصحة العالمية وهيئات حماية البيئة أعلى حد لإضافة مركبات

الرصاص إلى الجازولين بمقدار $0.84g/l$. وقد بدأت الولايات المتحدة واليابان في استخدام البنزين الخالي من الرصاص منذ منتصف السبعينيات في حين أن أول دول السوق الأوروبية المشتركة خفضت كمية الرصاص في البنزين في البعض منها إلى ما بين $0.15-0.4g/l$ كحد أقصى وأن يستخدم البنزين الخالي من الرصاص فيما بعد. يؤثر على معظم أنسجة الجسم ويسبب تأثيرات بالغة تشمل الأنيميا وتلف أنسجة الدماغ واختلال وظيفة الكلى وشلل الأطراف كما يسبب ألم المفاصل والتشوهات الخلقية للأجنة ويؤثر على الجهاز العصبي.

إن التعرض للهواء الملوث بمركبات الرصاص لفترات طويلة يؤدي إلى ترسب الرصاص في الجهاز التناسلي والجهاز العصبي المركزي والظرفي خاصة عند الأطفال، حيث يؤثر على نسبة ذكائهم وقدراتهم العقلية نسأل الله السلامة .

تحضير العينة

- ١- خذ عينة من الجازولين $0.5 ml$ في زجاجة سعة $100 ml$.
- ٢- أضف $0.5 ml$ من المذيب العضوي Tetralin لتقليل اللزوجة .
- ٣- أضف $1 ml$ من المذيب Tetralin X-100 لتحضير المستحلب Emulsion .
- ٤- أضف $3 ml$ من الماء المقطر ورج لمدة $2 min$.
- ٥- أضف $10 ml$ من الماء المقطر ورج لمدة خمس دقائق .
- ٦- أضف $10 ml$ من الماء المقطر ورج لمدة خمس دقائق .
- ٧- حوّل المحلول إلى دورق قياسي سعة $50 ml$ واغسل وأكمل إلى العلامة بالماء المقطر .
- ٨- خذ $10 ml$ وخففها في دورق قياسي سعة $25 ml$ بالماء المقطر ورج المحلول المستحلب .
- ٩- قس الامتصاص عند طول موجي $217nm$ في جهاز الامتصاص الذري اللهبى (FAA)- حضر البلانك نفس الطريقة بدءاً من الخطوة رقم (٢) .

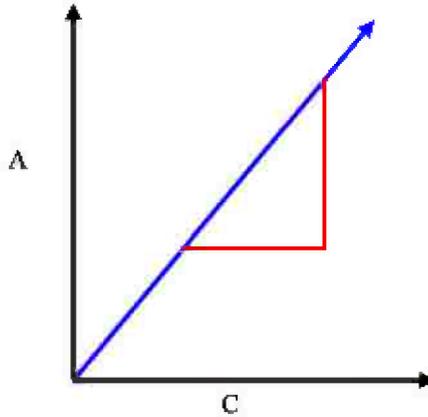
المحاليل القياسية

حضّر محلولاً قياسياً أساسياً لعنصر الرصاص Pb (500 ppm) من ملح نترات الرصاص كالآتي:

خذ 0.079 g من محلول نترات الرصاص $Pb(NO_3)_2$ وضعها في دورق قياسي سعة 100 ml ، ثم أضف 0.5 ml من حمض النيتريك HNO_3 Conc ، واحذر؛ لأن الرصاص من العناصر السامة وأكمل بالماء المقطر حتى العلامة .
حضّر خمس محاليل قياسية من عنصر الرصاص

(5,10,15,20,25 ppm)

النتائج



الامتصاص الذي A Pb C ppm

C ppm	Pb	A
5	:	
10	:	
15	:	
20	○	
25	:	

C ppm Pb	الامتصاص الذري Abs
5	
10	
15	
20	
25	
Blank	
Sample	

(٤, ٤, ٨) تقدير الفوسفات في التربة بطريقة أزرق الموليبيدينوم

تهييد نظري

تتفاعل أيونات الأورثوفوسفات والموليبيدات في وسط حمضي لتعطي حمض الموليبيدينوم Phosphomolybdic acid وعند اختزال هذا الحمض باستعمال حمض الأسكوربيك ينتج لوناً أزرقاً وهو لون أزرق الموليبيدينوم غير معروف التركيب حتى الآن ، وتناسب كثافة اللون الأزرق مع تركيز الفوسفات الموجود أصلاً.

تحضير العينة

- ١- زن 5 g من عينة التربة المراد دراستها ، ثم ضعها في دورق مخروطي سعة 250 ml .
- ٢- أضف 100 ml من بيكرونات الصوديوم 0.5 M .
- ٣- رج العينة لمدة خمس دقائق .
- ٤- رشح العينة باستخدام ورق ترشيح رقم (42) .
- ٥- خذ بالماصة كمية مناسبة 10 ml في دورق قياسي 25 ml .

٦- أضف إلى العينة نقطة من دليل بارانيتروفينول (5%) ليظهر عندئذ اللون

الأصفر

٧- أضف نقاط قليلة من حمض الهيدروكلوريك (5M) HCl حتى يختفي

اللون الأصفر

٨- أضف 4 ml من حمض الأسكوربيك وكمّل الحجم إلى العلامة .

٩- اقرأ كثافة اللون عند ($\lambda_{max}=680nm$) بعد ١٠ دقائق .

المحاليل والكواشف

١- بيكربونات الصوديوم $0.5M NaHCO_3$ ثم اضبط pH عند 8.5 (4.2 g في

100 ml ماء .

٢- حمض الكبريتيك 5 N ، 2.5 m .

٣- دليل بارانيتروفينول 5 % .

٤- حمض الهيدروكلوريك (5M) HCl .

٥- المحلول A (ويحضر بإذابة أجزاء من موليبدات الألومونيوم في 100 ml من

الماء الدافئ ، و 0.3 من أنتموني بوتاسيوم تترات $K_2SbO_4 \cdot H_2O$ في 100 ml من

الماء ، ثم يخلط المحلولان في لترين من حمض الكبريتيك 2.5 M .

٦- أذب 0.528 جرام من حمض الأسكوربيك في 100 ml من المحلول

A السابق .

٧- محلول الفوسفات القياسي (يحضر بإذابة 0.02523 g من KH_2PO_4 في 100

ml من الماء .

المنحنى القياسي

خذ بالمصاصة الأحجام التالية من محلول الفوسفات القياسي في دوارق حجمه سعة

50 ml على أن لا يتعدى التركيز الأعلى للفوسفات 0.2 ، 0.4 ، 0.6 ، 0.8 ، 1.0 ppm

١- اتبع الخطوات من ٦-٩ في تحضير العينة السابقة .

٢- ارسم المنحنى القياسي (الامتصاص مقابل التركيز)

٣- احسب تركيز الفوسفات في عينة التربة

النتائج

Cpmm	الامتصاص النظري Abs
0.2	
0.4	
0.6	
0.8	
Sample	

(٩، ٤، ٤) تقدير الكاديوم في الغبار بطريقة الامتصاص الذري اللهي

تمهيد نظري

تؤثر الجسيمات على صحة الإنسان والحيوان بدرجات متفاوتة تبعا لحجمها وطبيعتها الكيميائية المختلفة وتشكل جسيمات بعض العناصر المعدنية ومركباتها خطرا كبيرا على صحة الإنسان وأخطر هذه الملوثات الكاديوم ، الزئبق ، الرصاص ، النيكل ، الزرنيخ والبريليوم وغيرها .

إن استنشاق أبخرة الكاديوم أو الجسيمات المحتوية على الكاديوم يؤدي إلى انتفاخ الرئة وتليف أنسجة الرئة والكلية وطرح بروتينات غير طبيعية في البول وإلى اضطراب في عمل الجهاز الهضمي . كما وجد أن هنالك علاقة بين تلوث الهواء بأبخرة الكاديوم وأمراض القلب . إن استنشاق أبخرة الكاديوم يقلل أيضا من قدرة الأمعاء على امتصاص الكالسيوم ويسبب التشوهات الخلقية وسرطان الرئة ، وحديثا وجد من التجارب على بعض الحيوانات أن التعرض إلى تركيز 50-40 ملليجرام/م لمدة ساعة يؤدي إلى الوفاة ، وأن تركيز 9 mg/5h ملليجرام /م لمدة خمس ساعات يؤدي كذلك للوفاة.

يمكن قياس تركيز الكاديوم المحمول مع الجسيمات الملوثة للهواء باستخدام عينات الغبار المتراكمة . ويمكن جمع العينات من مناطق مصادره المتوقعة كالمناطق الصناعية والمناطق المكتظة بحركة وسائل النقل ، وغيرها.

تحضير العينات

- ١- زن 0.5 g من عينة الغبار في كأس .
- ٢- أضف 5 ml من حمض النيتريك المركز .
- ٣- سخن في سخان كهربائي عند درجة حرارة 90°C إلى أن يصبح حجم الحمض 1 ml .
- ٤- خفف العينة في كأس بالماء وحولها إلى دورق قياسي سعة 50 ml أكمل بالماء المقطر (مع غسل الكأس).
- ٥- رشح العينة وخذ من الراشح 15 ml في دورق قياسي سعة 25 ml وخفف بالماء المقطر ورجّ المحلول .

المحاليل القياسية

- حضر كادميوم 50 ppm من الملح المعطى ويحتوي على أربع جزيئات ماء التبلر $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ وذلك بإضافة 1 ml من حمض النيتريك المركز .
- حضر أربعة محاليل قياسية بالتخفيف ، بإضافة 1% من حمض النيتريك .
- قس العينة والمحاليل القياسية واحسب تركيز الكادميوم في العينة بال ppm

C ppm	الامتصاص الجزيئي Abs
1	
2	
3	
4	
Sample	

(٤,٥) التآلق الجزيئي

تمهيد نظري

التآلق fluorescence يعتبر نوع من أنواع الضيائية والتي يحدث بها الانبعاث بسرعة عالية في زمن قدره 10^{-9} - 10^{-6} ، وذلك نتيجة فقد الطاقة الممتصة. يجب ملاحظة أن ظاهرة التآلق تظهر في عدد قليل من الجزيئات التي تتميز بتركيب صلب غير مرن مثل المجموعات الحلقية.

يوضح الشكل رقم (٤.١١) جهاز التآلق الجزيئي:

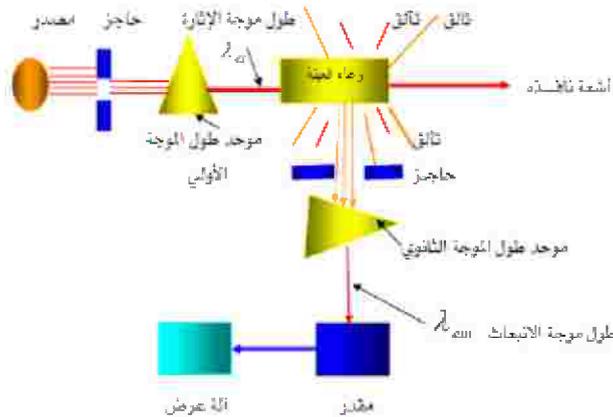
المصدر يتكون من مصباح زينون أو مصباح الزئبق ويمكن استخدام خلايا أسطوانية أو مضلعة مصنوعة من الزجاج أو الكوارتز. شدة التآلق F تعتمد على شدة الأشعة الممتصة. علماً بأنه في التراكيز المخففة جداً يمكن الوصول للمعادلة التالية والتي تعتمد على ترتيب قانون بير- لامبرت:

$$(F = K\epsilon I_0 (2.303 \epsilon b c))$$

ونظراً لأن كل العوامل في المعادلة السابقة ثابتة ما عدا F و c لذا يمكن كتابة المعادلة بالصورة المبسطة:

$$F = Kc$$

يتضح من ذلك أن العلاقة بين F و c تشبه العلاقة بين A و c في قانون بير- لامبرت. لذا فإن رسم العلاقة بين F و c يعطي خطاً مستقيماً للتراكيز المخففة.

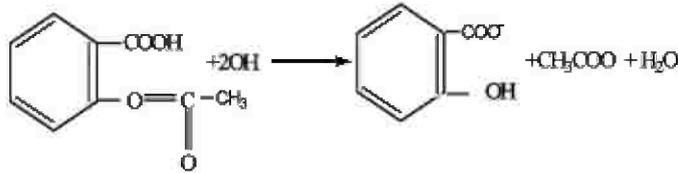


الشكل رقم (٤.١١) رسم تخطيطي يوضح جهاز التآلق الجزيئي

(٤,٥,١) تقدير تركيز أستاييل حمض الساليسيلك في عينة الأسبرين باستخدام
طريقة التآلق الجزئي

تمهيد نظري

في هذه التجربة يتم ذوبان عينة من الأسبرين بالماء المقطر ومن ثم يتم تحويله إلى أيون الساليسيلات بإضافة هيدروكسيد الصوديوم كما في المعادلة التالية :



ونلاحظ أن أيون الساليسيلات يتألق في طول موجي حوالي 400 nm بعد إثارته بطول موجي حوالي 310 nm (نانومتر).

المواد الكيميائية المطلوبة

- ١- أسبرين.
- ٢- حامض الساليسيلك.
- ٣- هيدروكسيد الصوديوم تركيزه 4M

الأدوات المستخدمة

- ١- كأس سعة 100 ml .
- ٢- ميزان حسّاس.
- ٣- كأس سعة 2 L .
- ٤- ورق ترشيح.
- ٥- دورق قياس سعة 1 L .
- ٦- قمع ترشيح زجاجي.
- ٧- دوارق قياسية سعة 100 ml .

خطوات العمل

- ١- اطحن عينة الأسبرين ثم زن 0.1 g في كأس سعة 100ml
- ٢- سخن حوالي لتر من الماء المقطر في كأس سعة 2lml إلى ما يقارب درجة الغليان.
- ٣- ضع ورق ترشيح في قمع زجاجي ثم ضع القمع فوق دورق قياسي سعة 1L.
- ٤- حول المادة الصلبة إلى القمع باستخدام زجاجة الغسيل.
- ٥- يبطء اسكب الماء الساخن من خلال المادة الصلبة (في حدود 500 ml).
- ٦- دع الدورق القياسي ليبرد إلى درجة حرارة الغرفة ثم أكمل إلى العلامة بالماء المقطر.
- ٧- حضر 100 ppm من حامض السالسليل كمحلول قياسي في دورق سعة 100 ml .
- ٨- علم ٦ دوارق قياسية سعة 100 ml كالاتي : (U ، 1 ، 2 ، 3 ، 4 ، 5) .
- ٩- ضع 2 ml من هيدروكسيد الصوديوم في كل الدوارق القياسية والمجهول.
- ١٠- ضع في الخمسة الدوارق الأولى من (1-5) الأحجام الآتية من حامض السالسليل القياسي : (2 ، 3 ، 4 ، 5 ml) ثم أكمل بالماء المقطر للعلامة .
- ١١- (احسب تركيز المحاليل القياسية في الدوارق الخمسة). في الدورق القياسي (U) ضع 5 ml من محلول الأسبرين ثم أكمل بالماء المقطر حتى العلامة (يعتبر هذا الدورق المحلول المجهول التركيز).
- ١٢- تابع خطوات التشغيل للجهاز ثم أوجد تركيز أستايل حمض السالسليل (يؤخذ في الاعتبار عامل التخفيف) بال ppm ومن ثم بالنسبة المئوية.

النتائج والحسابات

من النتائج التي تحصل عليها من الجهاز سجل الآتي :

- ١- وزن العينة المراد تحليلها.
 - ٢- طول موجة الإثارة.
 - ٣- طول موجة التألق.
 - ٤- تركيز السالسليك بال ppm .
 - ٥- الوزن بال mg ثم بال g.
 - ٦- عدد مولات السالسليك.
 - ٧- عدد مولات أستايل السالسليك.
 - ٨- وزن أستايل السالسليك بال g.
 - ٩- النسبة المئوية لأستايل السالسليك
- (٢, ٥, ٤) تقدير فيتامين B₂ باستخدام جهاز التألق الجزيني

تمهيد نظري

يعطي فيتامين (B₂ (Ribo Flavin) تألُقاً جزيئياً قوياً في محلول 5% من الخل ، ويمكن تقديره بناءً على قياس التألق.

المواد الكيميائية المطلوبة

- ١- فيتامين B₂.
- ٢- حمض الخل 5% V/V.

الأدوات المستخدمة

- ١- ميزان حسّاس.
- ٢- كأس سعة 100 ml .
- ٣- دورق قياسي سعة 1000 ml .
- ٤- دوارق قياسية سعة 100 ml .

خطوات العمل

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

١- حضر محلولاً قياسيًّا تركيزه 1000 ppm من فيتامين B_2 وذلك بإذابة 0.10 g منه في محلول $5\% \text{ V/V}$ من حمض الخل ويكمل الحجم إلى لتر واحد.

٢- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: (1.0 ppm)، 0.8 ، 0.6 ، 0.4 ، 0.2 ، 0.0 وذلك بإذابتهما في حمض الخل 5% في دوارق قياسية سعة 1000 ml

ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

- ١- ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة معه.
- ٢- استخدم المحلول الذي تركيزه 0.00 ppm كمحلول خالٍ؛ وذلك لأنه يحتوي على حمض الخل فقط.
- ٣- باستخدام المحلول القياسي الذي تركيزه 0.6 ppm قس تركيز كل من طيف الامتصاص (الإشارة) وطيف التآلق، ومن هذين الطيفين حدّد طول موجة الإشارة وطول موجة التآلق المناسبين.
- ٤- قس تآلق كل المحاليل القياسية المحضّرة.
- ٥- قس تآلق المحلول المجهول.
- ٦- استنتج تركيز المجهول.

النتائج والحسابات

- ١- حدّد كيف أمكن تحديد وزن فيتامين B_2 بـ 0.01 .

- ٢- حدّد الأحجام المأخوذة لتحضير المحاليل القياسية (0.0، 0.2، 0.4 ، 06 ، 0.8 ، 1.0 ppm) في دورق سعة 100ml من المحلول القياسي الأساسي 100 ppm .
- ٣- كيف يمكن تحضير محلول 5% V/V من حمض الخل في دورق سعة 1000 ml.
- ٤- أرفق الرسم البياني الذي حصلت عليه من الجهاز.
- ٥- حدّد تركيز المجهول .