الجزء الثانى

الكيمياء التحليلية الحجمية والوزنية العملية

التجارب العملية لتفاعلات التعادل

التجربة الأولى

تعيين عيارية محلول حمض الهيدروكلوريك باستخدام محلول قياسى من كربونات الصوديوم 0.1 عيارى

المواد المستخدمة :

- محلول كربونات الصوديوم قياسى (0.1 عيارى) .
- محلول حمض الهيدروكلوريك مجهول العيارية .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ بالماصة 10 مل من محلول كربونات الصوديوم إلى الدورق المخروطى ثم أضف قطرة أو قطرتين من دليل الميثيل البرتقالى إلى المحلول .

٢ - أضف الحمض من السحاسة تدريجيًا مع الرج المستمر وقرب نقطة التعادل أضف الحمض قطرة قطرة ويستدل على اقتراب نقطة التعادل من ملاحظة اللون الأحمر الذى يتكون حول قطرات الحمض المتساقطة من السحاحة لا يختفى بسرعة عند رج المحلول مثل ما كان يحدث فى بدء عملية المعايرة استمر فى إضافة الحمض حتى يتغير لول المحلول من الأصفر إلى الأحمر الباهت .

٣ - كرر التجربة مرتين أو ثلاثة ودون النتائج فى الجدول التالى ثم خذ متوسط القراءات .

٤ - أعد التجربة مستخدمًا دليل الفينولفثالين الذى يتغير لونه عند نقطة التكافؤ من الأحمر إلى عديم اللون ، وقارن هذه النتيجة بنتيجة الميثيل البرتقالى .

إذ فرضنا أن حجم HCl الذى استخدم لإتمام عملية التعادل (فى وجود الميثيل البرتقالى) هو V_1 وانعيارته المجهولة هى N_1 فى حين أن V_2 ، N_2 هى حجم وعيارية الكربونات :

$$N_1 . V_2 = N_2 . V_2 \quad \text{ومنها} \quad N_1 = \frac{N_2 . V_2}{V_1}$$

وحيث أن قوة HCl بالجرام / لتر = عياريه x الوزن المكافئ = $N_1 \times 36.5$

التجربة الثانية

تعيين قوة وعيارية محلول هيدروكسيد الصوديوم باستخدام محلول حمض الهيدروكلوريك (0.1 عيارى)

المواد المستخدمة :

(أ) محلول حمض الهيدروكلوريك القياسى (0.1 عيارى) .

(ب) محلول هيدروكسيد الصوديوم مجهول العياريه .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ بالماصة 10 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى الدورق المخروطى ، ثم أضف قطرة أو قطرتين من دليل الميثيل البرتقالى ، ثم أضف الحمض من السحاحة حتى نقطة التعادل (يتغير لون الدليل من الأصفر إلى البرتقالى) كرر التجربة مرتين ، دون النتائج فى جدول .

٢ - أعد التجربة مستخدماً دليل الفينولفثالين وقارن النتائج .

$$N_{NaOH} = \frac{0.1 \times V_{HCl}}{10} = N$$

قوة المحلول $S = N_{NaoH} \times$ eq. wt_{NaOH} الوزن المكافئ

$$\therefore S = N \times 40g\ /1$$

الوزن بالمللى جرام NaOH = الوزن المكافئ × (العيارية × الحجم) HCl

$$\text{(weight) NaOH g/1} = \frac{40 \times 0.1 \times V_{HCl} \times 1000}{1000 \times 10}$$

التجربة الثالثة

تعيين قوة وعيارية مخلوط مكون من كل من كربونات الصوديوم وبيكربونات الصوديوم ، باستخدام حمض الهيدروكلوريك (0.1 عيارى)

المواد المستخدمة :

(أ) مخلوط من كربونات الصوديوم وبيكربونات الصوديوم .

(ب) محلول حمض الهيدركلوريك القياسى (0.1 عيارى) .

خطوات العمل والحسابات :

١ - إملأ السحاحة بمحلول حمض الهيدركلوريك القياسى .

٢ - انقل 10 مل من المخلوط إلى الدورق المخروطى ، وأضف قطرة أو قطرتين من دليل الفينولفثالين ، ثم عاير المخلوط بواسطة حمض الهيدركلوريك القياسى (0.1 عيارى) حتى يختفى اللون الأحمر من المحلول ، فيكون الحجم V_1 مكافئًا لنصف الكربونات .

٣ - كرر ما سبق مرتين وسجل النتائج .

٤ - خذ 10 مل أخرى من المخلوط ، وأضف إليها دليل الميثيل البرتقالى ، ثم عايرها بواسطة حمض الهيدركلوريك ، حتى يتحول اللون الأصفر إلى الأحمر الباهت ، فيكون هذا الحجم V_2 مكافئًا لكل الكربونات والبيكربونات .

٥ - كرر ما سبق مرتين وسجل النتائج .

مما سبق يتضح أن :

- حجم الحمض الذى يكافئ الكربونات هو $2\ V_1$
- حجم الحمض الذى يكافئ الكربونات هو $V_2 - V_1$

• **تقدير قوة وعيارية البيكربونات :** (المخلوط) $N \times V_{(HCl)} = N' \times V'$

$0.1 \times (V_2 - V_1) = N' \times 10$

حيث N' هى عيارية البيكربونات ، ويمكن حساب قوة البيكربونات كما يلى :

(القوة) $S_{NaHCO_3} = N' \times 84$ جم / لتر

• **تقدير قوة وعيارية الكربونات :** (المخلوط) $N \times V_{(HCl)} = N' \times V$

$0.1 \times 2\ V_1 = N' \times 10$

حيث N' هى عيارية الكربونات ، ويمكن حساب قوة الكربونات كما يلى :

(القوة) $S_{Na_2CO_3} = N' \times 53$ جم / لتر

التجربة الرابعة

تقدير قوة وعيارية محلول هيدروكسيد الصوديوم بإستخدام حمض الأكساليك (0.1 عيارى)

المواد المستخدمة :

١ - محلول هيدروكسيد الصوديوم .

٢ - محلول حمض الاكساليك (0.1 عيارى) .

خطوات العمل والحسابات :

١ - إملأ السحاحة بمحلول حمض الاكساليك القياسى .

٢ - أنبقل 10 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم إلى الدورق المخروطى ، ثم أضف قطرة من دليل الفينولفثالين ، ثم أضف حمض الاكساليك (0.1 عيارى) حتى يصبح لون المحلول أحمر وردى .

٣ - كرر التجربة مرتين وسجل النتائج .

٤ - استخدم العلامة $N \times V_{(NaOH)} = N` \times V`_{(Oxzlic)}$

ومنها يمكن إيجاد عيارية محلول هيدروكسيد الصوديوم . وحيث أن :

قوة المحلول = العيارية x الوزن المكافئ

$\therefore S_{NaOH} = N \times 40$ جم / لتر .

التجربة الخامسة

تقدير قوة وعيارية كل من كربونات الصوديوم وهيدروكسيد الصوديوم في مخلوط منهما باستخدام حمض الهيدروكلوريك القياسى (0.1 عيارى)

المواد المستخدمة :

- محلول حمض الهيدروكلوريك القياسى 0.1 ع .
- مخلوط من كربونات وهيدروكسيد الصوديوم .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ بواسطة الماصة 10 مل من المخلوط ، وانقله إلى دورق مخروطى نظيف ، ثم أضف نقطتين من الفينولفثالين ، فيصير لون المحلول أحمر وردى .

٢ - أضف الحمض من السحاحة حتى يزول لون الفينولفثالين ، أضف إلى نقطتين من الميثيل البرتقالى ، استمر فى إضافة الحمض حتى يتغير لون الدليل من الأصفر إلى البرتقالى .

٣ - كرر التجربة مرتين أو ثلاثًا ودون النتائج فى جدول .

يلاحظ عند استخدام الفينولفثالين كدليل يكون :

الحجم V_1 = كل الهيدروكسيد + $\frac{1}{2}$ الكربونات .

وعند استخدام الميثيل البرتقالى كدليل يكون : الحجم V_2 = $\frac{1}{2}$ الكربونات

$\therefore$ كل الكربونات = $2\ V_1$

كل الهيدروكسيد = $V_1 - V_2$ وكذلك جم / لتر $= N` \times 40$ (القوة) S_{NaOH}

جم / لتر $= N` \times 53$ (القوة) $S_{Na_2CO_3}$

التجربة السادسة

تقدير النشادر فى أملاح الأمونيوم

المواد المستخدمة :

١ - محلول كلوريد الأمونيوم مجهول التركيز .
٢ - محلول 0.1 عيارى هيدروكسيد الصوديوم القياسى .
٣ - محلول 0.1 عيارى لحمض الهيدروكلوريك القياسى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من محلول كلوريد الأمونيوم إلى الدورق المخروطى .
٢ - أضف إليها 20 من محلول هيدروكسيد الصوديوم وضع قمعًا على فوهة الدورق المخروطى ، حتى يمنع تناثر قطرات من المحلول عند غليانه .
٣ - اغلى المحلول حتى ينقطع تمامًا تصاعد غاز النشادر ويستدل على ذلك بتعريض ساق مبللة بمحلول حمض الهيدروكلوريك المركز الذى يكون أبخرة بيضاء مع النشادر .
٤ - برد المحلول ، ثم أضف قطرة أو قطرتين من دليل الميثيل البرتقالى وعاير المتبقى من هيدروكسيد الصوديوم مع محلول 0.1 عيارى لحمض الهيدروكلوريك القياسى .

بفرض أن حجم الحمض الذى استخدم فى المعايرة يساوى V - وبما أن عيارية محلول هيدروكسيد الصوديوم تساوى عيارية حمض الهيدروكلوريك . فإن حجم هيدروكسيد الصوديوم المتفاعل مع كلوريد الأمونيوم تساوى (20 - V) سم٣

$$\therefore NH_3 \equiv NaOH$$

$$N \times V_{(NH_3)} = N` \times V`_{(NaOH)} = N` \times (20 - V)$$

$$N_{NH_3} = \frac{N` \times (20 - V)}{10}$$

$S_{NH_3} = N \times 17$ جم / لتر (القوة)

التجربة السابعة

تحليل عينة من حمض الفوسفوريك التجارى

المواد المستخدمة :

محلول 0.1 من هيدروكسيد الصوديوم ، عينة من حمض الفوسفوريك التجارى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن حوالى 2 جم من حمض الفوسفوريك التجارى بالضبط .

٢ - انقله إلى دورق عيارى (250 مل) نقلاً كميًا بواسطة الماء المقطر ثم اكمل إلى العلامة بالماء المقطر رج برفق حتى يمتزج المحلول مزجًا تامًا .

٣ - خذ 10 مل من المحلول إلى الدورق المخروطى ثم عاير باستخدام محلول 0.1 ع من هيدروكسيد الصوديوم فى وجود دليل الميثيل البرتقالى .

٤ - كرر التجربة عدة مرات ودون النتائج فى جدول مع ملاحظة أن كمية القاعدة (V_1 مل) التى استهلكت فى هذه الحالة تكافئ ثلث الحمض وعلى ذلك فإن كمية القاعدة التى تكافئ الحمض كله = 3 V_1 مل .

٥ - فى تجربة أخرى عاير 10 مل من محلول حمض الفوسفوريك باستخدام دليل الفينولفثالين مع ملاحظة أن كمية القاعدة التى استهلكت فى هذه الحالة V_2 مل تكافئ 2/3 الحمض وعلى ذلك فإن كمية القاعدة التى تكافئ الحمض كله = $\frac{2}{3} \times V_2$ مل .

∵ الوزن المكافئ لحمض الفوسفوريك = 49

∴ يمكن باستخدام العلاقة $N_1 V_1 = N_2 V_2$ حساب عيارية محلول حمض الفوسفوريك حيث V_1 حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم المكافئ للحمض كله .

N_1 عيارية محلول هيدروكسيد الصوديوم (0.1 ع)

V_2 حجم محلول حمض الفوسفوريك . N_2 عيارية محلول حمض الفوسفوريك

∴ قوة محلول حمض الفوسفوريك = N_2 x الوزن المكافئ لحمض الفوسفوريك = M

وحيث أن لتر من حمض الفوسفوريك المخضر يحتوى على M جم

∴ النسبة المئوية لحمض الفوسفوريك التجارى = $\frac{M}{\text{وزن العينة}} \times 100 = \%$

التجربة الثامنة

تحليل عينة من البوراكس التجارى وتعيين كمية حمض البوريك

المواد المستخدمة :

- محلول حمض الهيدروكلوريك القياسى 0.1 عيارى .
- محلول هيدروكسيد الصوديوم الخالى من الكربونات 0.1 عيارى .
- عينة من البوراكس التجارى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن حوالى 4 جم من عينة البوراكس التجارى ثم أذبها فى الماء المقطر الساخن ، ثم انقل المحلول بعد تبريده نقلاً كمياً إلى دورق 250 مل ، ثم أكمل بالماء المقطر مع الرج .

٢ - أنقل 25 من من محلول البوراكس إلى دورق مخروطى ثم عاير مع محلول حمض الهيدروكلوريك القياسى (0.1 عيارى) مع استخدام الميثيل البرتقالى كدليل .

٣ - كرر الخطوة السابقة عدة مرات ، وسجل النتائج .

٤ - خذ 25 مل من محلول البوراكس ، وأضف إليها كمية مساوية من حمض الهيدركلوريك التى تم استخدامها فى الخطوة السابقة ، ثم غطى الدورق المخروطى بزجاجة ساعة وسخن برفق لمدة 10 دقائق وذلك لطرد ثانى أكسيد الكربون .

٥ - برد المحلول ثم أضف 2 جم من المانيتول ورج حتى يذوب . أضف بضع قطرات من الفينولفثالين ثم عاير المحلول مع محلول هيدروكسيد الصوديوم حتى ظهور لون وردى باهت .

٦ - أضف 1 جم من المانيتول وفى حالة زوال اللون أضف محلول هيدروكسيد الصوديوم من السحاحة حتى ظهور اللون الوردى ، أعد هذه العملية حتى لا يظهر أى تأثير للمانيتول المضاف على اللون .

٧ - كرر الخطوات ٤ ، ٥ ، ٦ عدة مرات وسجل النتائج .

يمكن حساب النسبة المئوية للبوراكس فى العينة التجارية كما يلى :

١ مل من حمض الهيدركلوريك 0.1 ع ≡ 0.1006 بوراكس $Na_2B_4O_7$

١ مل من هيدروكسيد الصوديوم 0.1 ع ≡ 0.00618 جم H_3BO_3

≡ 0.00503 جم $Na_2B_4O_7$

التجربة التاسعة

معايرة البرمنجنات مع حمض الاكساليك

المواد المستخدمة :

محلول 0.1 ع من حمض الاكساليك - محلول برمنجنات البوتاسيوم

مجهول العيارى - حمض كبريتيك مخفف 0.2 عيارى

خطوات العمل :

١ - خذ 10 مل من محلول حمض الاكساليك 0.1 ع إلى دورق مخروطى وأضف حوالى 10 مل تقريباً من حمض الكبريتك المخفف (حوالى 2 ع) .

٢ - سخن المحلول إلى حوالى 60 م° وأضف البرمنجنات ببطء من السحاحة والمحلول ساخن حتى يبدء ظهور اللون الوردى الفاتح ودون النتائج .

٣ - كرر التجربة عدة مرات وسجل النتائج .

تحسب عيارية محلول برمنجنات البوتاسيوم كما يلى :

نفرض حجم برمنجنات البوتاسيوم = V_1 سم^3 .

الوزن المكافئ للحمض الاكساليك عند نقطة التعادل ≡ الوزن المكافئ للبرمنجنات

∴ 63 جم من حمض الأكساليك ≡ 31.6 جم من برمنجنات البوتاسيوم .

أى أن : 10 مل × عيارية حمض الأكساليك = 0.0316 × 10 × نفس عيارية الحمض

= V_2 جم برمنجنات

∴ قوة تركيز برمنجنات البوتاسيوم = $\frac{V_2}{V_1}$ × 1000 جم / لتر

= الوزن المكافئ × عيارية البرمنجنات

ومنها يمكن حساب عيارية برمنجنات البوتاسيوم .

ملاحظة هامة :

إذا تكون راسب بنى أثناء المعايرة ، فإن ذلك يرجع إلى أحد العوامل التالية :

١ - أن تكون درجة الحرارة أقل من 60 م° .

٢ - أن إضافة البرمنجنات قد تمت بسرعة .

٣ - أن كمية حمض الكبريتيك غير كافية .

التجربة العاشرة

معايرة البرمنجنات مع كبريتات الحديدوز والأمونيوم

المواد المستخدمة :

١ - محلول برمنجنات البوتاسيوم العيارية .

٢ - محلول 0.1 ع كبريتات الحديدوز والأمونيوم .

٣ - حمض الكبريتيك المخفف (0.2 ع) .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من محلول كبريتات الحديدوز والأمونيوم إلى الدورق المخروطى ثم أضف 10 مل من حمض الكبريتيك (0.2 ع) .

٢ - أضف برمنجنات البوتاسيوم من السحاحة حتى يبدء ظهور اللون الوردى ويمكن إضافة نقطة من حديد سيانيد البوتاسيوم كدليل .

٣ - كرر التجربة ٣ مرات وخذ المتوسط ودون النتائج وخذ المتوسط . واحسب عيارية محلول البرمنجنات .

تحسب عيارية محلول برمنجنات البوتاسيوم مثل التجربة السابقة : ١ مل من المحلول العيارى لكبريتات الحديدوز والأمونيوم = $\frac{31.6}{1000}$ جم من برمنجنات البوتاسيوم.

التجربة الحادية عشر

تحليل محلول يحتوى على مخلوط من حمض الأكساليك واكسالات الصوديوم

المواد المستخدمة :

١ - محلول 0.1 عيارى برمنجنات البوتاسيوم .

٢ - محلول 0.1 عيارى من هيدروكسيد الصوديوم .

٣ - محلول من مخلوط حمض الاكساليك واكسالات الصوديوم .

٤ - محلول 0.2 عيارى من حمض الكبريتيك المخفف .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من المخلوط إلى الدورق المخروطى خفف بالماء المقطر ثم أضف قطرتين من الفينولفثالين . ثم عاير مع محلول هيدروكسيد الصوديوم .

٢ - انقل 20 مل أخرى من المخلوط إلى الدورق المخروطى ثم أضف ضعف هذه الكمية من حمض الكبريتيك المخفف وسخن حتى درجة 66 م° ثم عاير بواسطة برمنجنات البوتاسيوم حتى يبدء ظهور اللون الوردى الفاتح . ثم احسب قوة اكسالات الصوديوم فى المخلوط .

∵ عيارية البرمنجنات البوتاسيوم تساوى عيارية هيدروكسيد الصوديوم .

∴ V_1 من محلول هيدروكسيد الصوديوم ≡ V_1 مل من محلول برمنجنات البوتاسيوم .

نفرض أن V_2 من برمنجنات البوتاسيوم قد استخدمت فى المعايرة الثانية ليتفاعل مع حمض الأكساليك واكسالات الصوديوم .

∴ حجم البرمنجنات المكافئ لاكسالات الصوديوم فقط = $(V_2 - V_1)$

1 مل من المحلول العيارى لهيدروكسيد الصوديوم ≡ 0.063 جم من حمض الاكساليك

1 مل من المحلول العيارى لبرمنجنات البوتاسيوم ≡ 0.067 جم من اكسالات الصوديوم.

التجربة الثانية عشر

تحليل عينة من محلول فوق أكسيد الهيدروجين

المواد المستخدمة :

١ - محلول 0.1 عيارى من برمنجنات البوتاسيوم .

٢ - محلول فوق أكسيد الهيدروجين .

٣ - حمض كبريتيك مخفف 0.2 عيارى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من محلول فوق أكسيد الهيدروجين إلى دورق مخروطى وأضف حوالى 10 مل من حمض الكبريتيك المخفف .

٢ - أضف محلول برمنجنات البوتاسيوم 0.1 عيارى حتى يبدء ظهور لون أحمر وردى .

٣ - احسب قوة تركيز محلول فوق أكسيد الهيدروجين وكذلك قوة التركيز بالحجم .

يمكن معرفة درجة تركيز محلول فوق أكسيد الهيدروجين باستخدام إحدى الطرق الآتية :

١ - العيارية . ٢ - عدد الجرامات فى اللتر من المحلول .

٣ - درجة التركيز بالحجم وتدل على حجم الأكسجين حسب المعادلة :

$$2\,H_2O_2 \longrightarrow 2\,H_2O + O_2$$

ويمكن حساب عيارية محلول فوق أكسيد الهيدروجين من العلاقة التالية :

$$N_1 . V_1 = N_2 . V_2$$

الوزن المكافئ لفوق أكسيد الهيدروجين = $\frac{34}{2}$ = 17

∴ 1 مل من محلول برمنجنات البوتاسيوم ≡ 0.0017 من فوق أكسيد الهيدروجين

∴ الوزن بالمليجرام من فوق أكسيد الهيدروجين = الوزن المكافئ للبرمنجنات × عياريتها × حجمها .

ومنها يمكن إيجاد قوة تركيز محلول فوق أكسيد الهيدروجين × حجم / لتر

أما قوة التركيز بالحجم فهو حجم الأكسجين عند معدل الضغط ودرجة الحرارة المطلق من التحلل التام لواحد مل من محلول فوق أكسيد الهيدروجين .

ومن المعادلة : $2\,H_2O_2 \longrightarrow 2\,H_2O + O_2$

يتضح أن 68 جم من فوق أكسيد الهيدروجين تعطى عند التحلل التام 32 جم من غاز الأكسجين ، وهذا الوزن يشغل حيز وقدرة 22.4 لتر عند معدل الضغط ودرجة الحرارة .

فإذا كانت قوة تركيز محلول فوق أكسيد الهيدروجين هى فى جم / لتر

∴ X_2 جم من فوق أكسيد الهيدروجين تعطى عند تمام التحلل $\frac{x \times 22.4}{68}$ من الأكسجين عند معدل الضغط ودرجة الحرارة .

وحيث أن 1000 مل من المحلول يحتوى على x جم من فوق أكسيد الهيدروجين

∴ 1 مل من المحلول يعطى $\frac{x \times 22.4}{1000 \times 68}$ من الأكسجين عند معدل الضغط ودرجة الحرارة.

التجربة الثالثة عشر

تقدير عيارية ودرجة تركيز محلول من شب الحديد

المواد المستخدمة :

١ - محلول شب الحديد . ٢ - محلول 0.1 عيارى من برمنجنات البوتاسيوم .

٣ - حمض الهيدركلوريك المركز .

٤ - محلول 3 ٪ من كلوريد القصديروز (يحضر بإذابة 30 جم من $SnCl_2 . 2 H_2O$ فى 250 مل من حمض الهيدروكلوريك المركز بالتسخين ثم يخفف بالماء المقطر حتى يصبح لتراً) .

٥ - محلول 10 ٪ من كلوريد الزئبقيك (يحضر بإذابة المادة الصلبة فى الماء المغلى) .

٦ - محلول زيمرمان - رينهاردت (يحضر بإذابة 50 جم من بللورات المنجنيز فى 250 مل من الماء ، ثم يضاف محلول بارد من 100 مل حمض الكبريتيك المركز و 300 مل من الماء ثم بعد ذلك يضاف 100 مل من حمض الفوسفوريك) .

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن حوالى 98 جم من شب الحديديك ثم أذبها فى كمية من الماء مع إضافة حوالى 10 - 15 مل من حمض الهيدركلوريك المركز وسخن .

٢ - برد المحلول وأنقله كله إلى دورق 250 مل واكمل بالماء المقطر .

٣ - أنقل 10 مل المحلول إلى دورق مخروطى ، سخن حتى الغليان ، ثم أضف محلول كلوريد القصديروز نقطة نقطة حتى يختفى اللون الأصفر أو البنى . ثم أضف بعد ذلك نقطتين فقط من محلول كلوريد القصديروز .

٤ - خفف بالماء ، ثم برد بماء الصنبور ، وأضف 5 مل من محلول كلوريد الزئبقيك مع التقليب ، فيتكون راسب أبيض ناصع وليس رماديًا وألا تعاد التجربة .

٥ - أضف 10 مل من محلول زيمرمان - رينهاردت ، وعاير باستخدام محلول قياسى من برمنجنات البوتاسيوم - حيث يتكون عند نقطة التكافؤ لون قرمزى لمدة قليلة ثم يختفى .

حيث أن : $N` \times V` = N \times V$

$$2\ KMnO_4 \equiv 3\ Fe_2(SO_4)_3 \cdot (NH_3)_4 \cdot 2\ H_2O$$

الوزن المكافئ للشب الحديدى = الوزن الجزيئى ÷ 2

والوزن المكافئ للحديد = الوزن الذرى .

فإذا فرضنا أن V ، N هما حجم محلول البرمنجنات وعياريته وأن V` و N` هما حجم محلول الشب الحديدى وعياريته وبذلك يمكن تعيين N_1 عيارية محلول الشب الحديدى .

∴ كمية الحديد الموجودة فى لتر من المحلول = N_1 × الوزن المكافئ له

∴ كمية الحديد الموجودة فى $\frac{1}{2}$ لتر من المحلول = $W = \frac{N_1 \times \text{الوزن المكافئ للحديد}}{4}$

∴ نسبة الحديد من العينة = $\frac{(W)}{\text{وزن العينة}} \times 100$

التجربة الرابعة عشر

تقدير النيتريتات

المواد المستخدمة :

١ - محلول نيتريت الصوديوم .

٢ - محلول 0.1 ع برمنجنات البوتاسيوم .

٣ - حمض الكبريتيك المخفف (3 عيارى) .

خطوات العمل والحسابات :

١ - ضع 10 مل من محلول برمنجنات البوتاسيوم فى دورق مخروطى سعته 250 مل ثم أضف كمية مساوية من حمض الكبريتيك المخفف 3 عيارى ثم خفف بالماء حتى 150 مل وسخن حتى 40 م° .

٢ - أضف محلول النيتريت من السحاحة ببطء حتى اختفاء لون البرمنجنات مع ملاحظة أم يكون طرف السحاحة قريبًا من سطح البرمنجنات فى الدورق المخروطى ، ثم كرر هذه العملية عدة مرات .

تحسب نسبة النيتريت فى العينة كما يلى :

1 مل من محلول 0.1 ع لبرمنجنات البوتاسيوم ≡ 0.0024 جم حمض النيتروز ≡ 0.0045 جم من نيتريت الصوديوم

حيث الوزن المكافئ لنيتريت الصوديوم = $\frac{\text{الوزن الجزيئى}}{2}$

1 جم من برمنجنات البوتاسيوم ≡ 0.0345 جم نيتريت الصوديوم

التجربة الخامسة عشر

تحليل عينة من البيرولوزيت

المواد المستخدمة :

١ - محلول 0.1 عيارى من اكسالات الصوديوم .

٢ - محلول 4 عيارى من حمض الكبريتيك .

٣ - محلول 0.1 عيارى من برمنجنات البوتاسيوم .

٤ - عينة من البيرولوزيت (0.1 - 0.23 جم)

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن حوالى 0.1 - 0.2 جم من عينة البيرولوزيت ثم أنقلها إلى دورق مخروطى ثم أضف إليها 70 - 80 مل من محلول اكسالات الصوديوم .

٢ - أضف بعد ذلك حوالى 30 مل من محلول حمض الكبريتيك ثم ضع على فوهة الدورق قمعاً صغيراً .

٣ - يتم غلى المحلول حتى يذوب كل الراسب ، وإذا لم يذب أضف بالضبط حوالى 25 مل من محلول الاكسالات وسخنه ثانياً .

٤ - عاير الزيادة من الاكسالات المجودة بالمحلول الساخن مع برمنجنات البوتاسيوم ثم كرر ذلك عدة مرات .

فإذا فرضنا أن V هو الحجم الكلى للاكسالات المستخدمة ، V_1 هو حجم الاكسالات الذى تفاعل مع حجم من البرمنجنات قدره V_2 وكانت عيارية كل من الاكسالات والبرمنجنات هى N_1 ، N_2 فإن : $N_1 V_1 = N_2 V_2$

ويمكن حساب حجم اكسالات الصوديوم V_1 الذى تفاعل مع البرمنجنات

$(V - V_1)$ = حجم الاكسالات الذى تفاعل مع العينة .

∴ $\frac{\text{مكافئ } MnO_2}{1000}$ هو وزن ثانى أكسيد المنجنيز الذى يتفاعل مع ١ مل عيارى من اكسالات الصوديوم .

$\frac{\text{مكافئ } MnO_2}{1000} \times N_1$ = وزن ثانى أكسيد المنجنيز الذى يتفاعل مع 1 مل عياريته 1 عيارى من اكسالات الصوديوم

∴ وزن ثانى أكسيد المنجنيز الذى يتفاعل مع $(V - V_1)$ مل من اكسالات الصوديوم ، وهو نفسه وزن ثانى أكسيد المنجنيز (W) الموجود فى العينة . $= (V - V_1) \times N \times \frac{\text{مكافئ } MnO_2}{1000}$

∴ نسبة ثانى أكسيد المنجنيز $= \frac{(W)}{\text{وزن العينة}} \times 100$

التجربة السادسة عشر

إيجاد عيارية ودرجة تركيز محلول من كبريتات الحديدوز

المواد المستخدمة :

- محلول 0.1 عيارى من بيكرومات البوتاسيوم - محلول كبريتات الحديدوز
- حمض الكبريتيك المخفف - محلول حديدى سيانيد البوتاسيوم - دليل ثنائى فينيل أمين - حمض الفوسفوريك .

خطوات العمل والحسابات :

أولاً : خـــذ 10 مل من محلول كبريتات الحديدوز إلى دورق مخروطى ثم أضف كمية مساوية من حمض الكبريتيك و 5 مل من حمض الفوسفوريك و 1 مل من دليل ثنائى فينيل أمين . عاير مع بيكرومات البوتاسيوم حيث يتكون لون أخضر أولاً ، ثم يتحول إلى لون أخضر مائل للزرقة قبل نقطة التعادل بقليل ، وعند التعادل يظهر اللون الأزرق البنفسجى الذى لا يتغير بالرج أو بإضافة كميات أخرى من البيكرومات . وهذه الطريقة تسمى طريقة الدليل الداخلى .

ثانيًا : خذ 10 مل من محلول كبريتات الحديدوز وضعها فى دورق مخروطى ، ثم أضف كمية حيث يظهر لون أخضر مائل للزرقة ثم أخضر ضعيف ، ويمكن معرفة نقطة التعادل بنقل نقطة من محلول المحلول بوسطة قضيب زجاجى وضعها على ورقة بيضاء بجوار قطرة من محلول حديدى سيانيد البوتاسيوم المحضر حديثًا . واجعل القطرتين تتلامسان ونقطة التعادل هى النقطة التى عندها يتم اختفاء اللون عند تلامس القطرتين على الورق . وهذه الطريقة تسمى طريقة الدليل الخارجى .

ولحساب قوة تركيز وعيارية الحديد فى كبريتات الحديدوز يمكن استخدام العلاقة :

$$N \times V_{(FeSO_4)} = N` \times V`(K_2Cr_2O_7)$$

ومنها يمكن إيجاد عيارية محلول كبريتات الحديدوز . ولإيجاد قوة تركيز محلول كبريتات الحديدوز نستخدم : القوة = العيارية x الوزن المكافئ

أما عندما يكون المطلوب إيجاد قوة تركيز الحديد فى كبريتات الحديدوز فإنه يستخدم الوزن الذرى للحديد بدلاً من الوزن المكافئ لكبريتات الحديدوز فى العلاقة السابقة : $S_{Fe} = N \times 55.8$ حيث N عيارية كبريتات الحديدوز .

وهذه الحسابات تستخدم فى طريقة الدليل الخارجى .

أما حسابات طريقة الدليل الداخلى فهى كما يلى :

نستخدم العلاقة : $\left(\frac{mg}{eq.\ wt}\right)_{FeSO_4} = (N \times V)\ K_2Cr_2O_7$

ومنها يمكن إيجاد قوة تركيز كبيرتات الحديدوز مباشر أو باستخدام العلاقة :

$$\left(\frac{mg}{eq.\ wt}\right)_{Fe} = (N \times V)K_2Cr_2O_7$$

لإيجاد قوة تركيز الحديد فى كبريتات الحديدوز .

التجربة السابعة عشر

معايرة ثيوكبريتات الصوديوم
باستخدام محلول قياسى من بيكرومات البوتاسيوم

المواد المستخدمة :

- محلول قياسى من بيكرومات البوتاسيوم - يوديد البوتاسيوم .
- بيكربونات الصوديوم - حمض الهيدركلوريك المركز - محلول ثيوكبريتات الصوديوم .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل حوالى 100 مل من الماء فى دورق مخروطى سعته 250 مل .

٢ - أضف حوالى 3 جم من يوديد البوتاسيوم ثم 3 جم من بيكربونات الصوديوم .

٣ - رج المخلول جيداً حتى يذوب الملح ثم أضف 6 مل من حمض الهيدروكلوريك المركز ثم أضف 25 مل من محلول بيكرومات القياسى واغلق القارورة واتركها لمدة 5 دقائق .

٤ - خفف المحلول السابق بالماء حتى يصل حجمه إلى 300 مل .

٥ - رج المخلوط جيداً ثم عاير اليود المنطلق باستخدام محلول الثيوكبريتات حتى يتغير اللون من الأزرق إلى الأخضر .

٦ - دون النتائج واحسب عيارية المحلول .

٧ - استخدم العلاقة $N \times V = N` \times V`$ وذلك لحساب العيارية .

التجربة الثامنة عشر

معايرة محلول ثيوكبريتات الصوديوم باستخدام محلول قياسى من يودات البوتاسيوم

المواد المستخدمة :

محلول يودات البوتاسيوم - حمض الكبريتيك - يوديد البوتاسيوم - محلول ثيوكبريتات الصوديوم - محلول النشا .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 25 مل من محلول يودات البوتاسيوم إلى دورق مخروطى .

٢ - أضف 1 جم من يوديد البوتاسيوم ، ثم 2 مل من حمض الكبريتيك المخفف .

٣ - خفف المحلول بالماء المقطر وعاير اليود المنطلق باستخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم حتى يصبح المحلول أصفر باهت .

٤ - أضف 1 مل من محلول النشا ، ثم استمر فى المعايرة حتى يتغير اللون من الأزرق إلى عديم اللون .

٥ - احسب العيارية على أساس أن الوزن المكافئ لثيوكبريتات الصوديوم = الوزن الجزيئى $Na_2 S_2 O_3 . 5 H_2 O$. ومن العلاقة $N \times V = N` \times V`$ يمكن حساب عيارة الثيوكبريتات .

التجربة التاسعة عشر

معايرة محلول اليود بواسطة ثيوكبريتات الصوديوم

المواد المستخدمة :

محلول اليود - محلول ثيوكبريتات الصوديوم - محلول النشا .

خطوات العمل والحسابات :

١ - أنقل 10 مل من محلول اليود إلى دورق مخروطى وأضف إليه 10 مل من الماء المعطر .

٢ - أضف ثيوكبريتات الصوديوم حتى يصير اللون أصفر باهت ثم أضف إليها 1 مل من النشا .

٣ - أكمل المعايرة بإضافة ثيوكبريتات الصوديوم حتى يختفى اللون الأزرق وكرر ذلك عدة مرات .

ولحساب عيارية وقوة تركيز محلول اليود . نلاحظ أن :

الوزن المكافئ لليود = الوزن الذرى

ومن العلاقة $N \times V = N` \times V`$ يمكن حساب N_1

قوة تركيز محلول اليود جم/لتر = N_1 x وزنه المكافئ

التجربة العشرين

تقدير كمية النحاس فى كبريتات النحاس

(عملة نحاسية - $CuSO_4 . 5 H_2O$)

المواد المستخدمة :

محلول قياسى من ثيوكبريتات الصوديوم - محلول ثيوكبريتات النحاس - يوديد البوتاسيوم - محلول اليود - محلول النشا

خطوات العمل :

١ - خذ 20 مل من محلول كبريتات النحاس إلي دورق مخروطى ، أضف 20 مل من محلول يوديد البوتاسيوم (10%) تقريبا فينفصل اليود .

٢ - عاير اليود المنفرد بواسطة محلول 0.1 عيارى ثيوكبريتات الصوديوم حتى يصير لون المحلول أصفر باهت .

٣ - أضف 1 مل من محلول النشا واستمر فى إضافة الثيوكبريتات حتى يزول اللون الأزرق (يبقى راسب أبيض من يوديد النحاسوز)

٤ - كرر التجربة مرتين ودون النتائج فى جدول .

٥ - احسب قوة تركيز النحاس فى كبرتات النحاس كما يلى :

نستخدم العلاقة $N \times V_{(XuSO_4)} = N \times V_{(Na_2S_2O_3)}$

ومنها يمكن إيجاد عيارية محلول كبريتات النحاس ثم قوة تركيزها حيث أن الوزن المكافئ لكبريتات النحاس يساوى وزنها الجزيئى .

التجربة الحادية والعشرين

تقدير الرصاص

المواد المستخدمة :

حمض الهيدركلوريك المخفف - محلول يوديد البوتاسيوم 10% .
محلول بيكرومات البوتاسيوم - محلول معلوم القوة من ثيوكبريتات الصوديوم
- محلول أسيتات الرصاص - حمض الخليك .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من محلول أسيتات الرصاص فى دورق مخروطى جفف وذلك بإضافة 80 مل من الماء المقطر ، ثم سخن حتى الغليان . ثم أضف 5 مل من محلول بيكرومات البوتاسيوم الساخن ونقطتين من حمض الخليك ، ثم اغلى بلطف مدة 5 دقائق .

٢ - رشح الراسب المتكون من كرومات الرصاص واغسله بالماء البارد .

٣ - أنقل الراسب إلى دورق مخروطى وأذبه فى حمض الهيدركلوريك المخفف (1 : 1) ثم أضف 10 مل من يوديد البوتاسيوم 10% .

٤ - عاير اليود المتفضل بواسطة محلول ثيوكبريتات الصوديوم 0.1 عيارى حتى يصبح اللون أصفر باهت ، أضف 2 مل من محلول النشا ، ثم استمر فى إضافة ثيوكبريتات الصوديوم حتى يصير لون المحلول أخضر .

ويمكن حساب قوة تركيز الرصاص فى المحلول حيث أن :
1 مل من 0.1 عيارى من ثيوكبريتات الصوديوم يكافئ 1 مل من 0.1 عيارى من اليود يكافئ 0.0069 جم من اليود .

التجربة الثانية والعشرين

تعيين عيارية وتركيز محلول نترات الفضة بواسطة كلوريد الصوديوم

(أ) طريقة مور :

المواد المستخدمة :

محلول 0.1 عيارى كلوريد الصوديوم - محلول نترات الفضة مجهولة العيارية .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من محلول كلوريد الصوديوم معلوم العيارية وضعها فى دورق مخروطى نظيف وخفف بالماء المقطر وأضف 1 مل من محلول كرومات البوتاسيوم .

٢ - أضف محلول نترات الفضة تدريجيًا وببطء من السحاحة مع رج المحلول باستمرار حيث يتكون فى الحال راسب أبيض من كلوريد الفضة حرك المحلول بالرج لتتجمع جزئيات الراسب ، استمر فى إضافة نترات الفضة حتى يبدأ زوال اللون المتكون ببطء وتكون نقطة التعادل هى أول قطرة تعطى لونًا باهتًا ضاربًا إلى الحمرة ولا يزول .

٣ - كرر التجربة على نفس الحجم من المحلول ودون النتائج فى الجدول التالى ثم احسب قوة وعيارية محلول نترات الفضة .

(ب) طريقة فاجان :

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من محلول كلوريد الصوديوم 0.1 عيارى إلى دورق مخروط وأضف إليها 10 قطرات من دليل الفلوريسين .

٢ - عاير بإضافة محلول نترات الفضة مع استمرار التحريك حتى يتلون الراسب من كلوريد الفضة باللون الأحمر .

٣ - كرر التجربة ثلاث مرات ودون النتائج . واحسب العيارية وقوة تركيز محلول نترات الفضة .

نلاحظ أن التفاعل بين نترات الفضة وكلوريد الصوديوم عبارة عن تبادل مزدوج كما يلى : $AgNO_3 + NaCl \longrightarrow AgCl + NaNO_3$

أى أن نترات الفضة ≡ كلوريد الصوديوم .

أن ١ سم من محلول كلوريد الصوديوم 0.1 يكافئ 0.01669 جم من نترات الفضة .

التجربة الثالثة والعشرين

معايرة محلول ثيوسيانات البوتاسيوم باستخدام نترات الفضة

المواد المستخدمة :

محلول نترات الفضة معلوم العيارية - محلول ثيوسيانات البوتاسيوم .

مجهول العيارية - حمض النيتريك المخفف .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 25 مل من محلول نترات الفضة إلى دورق مخروطى .

٢ - أضف إليها 5 مل من حمض النيتريك 6 عيارى ثم أضف 1 مل من دليل شب الحديد .

٣ - استمر فى إضافة ثيوسيانات البوتاسيوم حتى يظهر لون بنى ضارب إلى الحمرة . يزول هذا اللون سريعًا بالرج . وقرب نقطة التكافؤ يصير الراسب متلبدًا ويترسب بسهولة . وعند نقطة التكافؤ يستمر اللون ظاهرًا دون أن يزول .

٤ - كرر التجربة مرتين ودون النتائج فى الجدول التالى :

يلاحظ أن 1 سم من نترات الفضة العيارى ≡ 0.096 جم من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم .

التجربة الرابعة والعشرين

تحليل محلول من هيدروكسيد الصوديوم وكلوريد الصوديوم

المواد المستخدمة :

محلول 0.1 عيارى حمض الهيدروكلوريك - محلول 0.1 عيارى نترات الفضة - خليط من هيدروكسيد الصوديوم وكلوريد الصوديوم ، حمض النيتريك - محلول ثيوسيانات الصوديوم .

خطوات العمل والحسابات :

١ - خذ 10 مل من محلول المخلوط (هيدروكسيد الصوديوم + كلوريد الصوديوم) وعاير مع حمض الهيدروكلوريك باستخدام دليل الميثيل البرتقالى .

٢ - خذ 10 مل أخرى من محلول المخلوط (هيدروكسيد الصوديوم + كلوريد الصوديوم ثم أضف قطرة من الفينولثالين ثم أضف حمض النيتريك المخفف حتى يختفى اللون الأحمر . ثم أضف 30 مل من محلول نترات الفضة ، ثم أضف 2 مل من دليل شب الحديد ، ثم عاير الزيادة من نترات الفضة مع محلول ثيوسيانات البوتاسيوم حتى يظهر اللون البنى الباهت .

ولتقدير هيدروكسيد الصوديوم نجد أن : واحد مل من حمض الهيدركلوريك العيارى يكافئ 0.04 جم من هيدروكسيد الصوديوم .

ولتقدير كلوريد الصوديوم نجد أن :

نفرض X مل من ثيوسيانات البوتاسيوم تتعادل مع الزيادة من نترات الفضة أى أن : 1 مل ثيوسيانات البوتاسيوم ≡ X سم نترات الفضة

حجم نترات الفضة الذى يتعادل مع كلوريد الصوديوم فى الخليط = (30 - X)

∴ 1 مل من نترات الفضة العيارى ≡ 0.585 جم من كلوريد الصوديوم

∴ (30 - X) مل من نترات الفضة العيارى 0.585

≡ (30 - X) مل من نترات الفضة العيارى

∴ (30 - X) مل من نترات الفضة العيارى

≡ (30 - X) مل من نترات الفضة العيارى x 0.585

التجربة الخامسة والعشرين

تقدير درجة نقاء عينة من كلوريد الصوديوم

المواد المستخدمة :

١ - محلول من كلوريد الصوديوم (12 جم / لتر) .

٢ - محلول من نترات الفضة 0.5 عيارى ومحلول آخر 0.1 عيارى .

خطوات العمل :

١ - خذ 25 مل من محلول كلوريد الصوديوم وانقله إلى دورق مخروطى وأضف 50 مل من نترات الفضة وبعض قطرات من حمض النتريك المركز مع التحريك.

٢ - رشح واغسل الراسب مرتين أو ثلاث بالماء المقطر واجمع الرشيح فى دورق مخروطى آخر .

٣ - أضف إلى الراشح 3 مل من محلول شب الحديد .

٤ - عاير مع محلول ثيوسيانات البوتاسيوم . ٥ - كرر التجربة ثلاث مرات .

٦ - بفرض أن V1 حجم نترات الفضة المضاف ، وحجم محلول ثيوسيانات البوتاسيوم المكافئ لنترات الفضة المتبقية هو V_2 .

٧ - يكون حجم نترات الفضة المكافئ إلى الكلوريد هو $V_2 \, {}^{1}/_{2} - V_1$.

٨ - فإذا فرضنا أن وزن عينة كلوريد الصوديوم المذابة هو y ، وبتقدير وزن كلوريد الصوديوم فى كل 25 مل ثم بحساب وزن الملح الكلى للحجم الكلى 250 مل وليكن x جم . فإن درجة نقاوة كلوريد الصوديوم تكون $\frac{y}{x} \times 100$.

التجربة السادسة والعشرين

تعيين الزنك باستخدام دليل الإيريوكروم بلاك . تى

المواد المستخدمة :

١ - محلول قياسى من EDTA (01. أو 05. مولار) ويحضر بإذابة الملح الصلب (وزنه الجزيئى -.372) فى الماء .

٢ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 يحضر بإذابة 67.5 جم من كلوريد الأمونيوم النقى فى ماء مقطر ويضاف إليه 380 مل محلول نشادر مركز ويكمل الحجم إلى لتر .

٣ - دليل الايريوكروم بلاك تى : يحض بطحن 1 جم من الدليل فى 100 جم من كلوريد الصوديوم طحنًا جيدًا .

خطوات العمل والحسابات :

١ - ينقل كميًا مل من محلول الزنك المراد تعيينه إلى دورق مخروطى .

٢ - يضاف حوالى 50 مل ماء مقطر ثم 5 مل من المحلول المنظم ويقلب الخليط ثم يضاف قليل من دليل الايريوكروم بلاك تى . ولاحظ ظهور اللون الأحمر .

٣ - عاير باستخدام محلول الـ EDTA القياس مع التقليب المستمر نقطة نقطة حتى يختفى اللون الأحمر ويتحول إلى الأزرق الصافى بدون آثار اللون الأحمر .

٤ - احسب تركيز الزنك بالطريقة الآتية :

1 لتر مول EDTA يكافئ 65.38 جم زنك

مل مول EDTA يكافئ $\frac{V \times M \times 65.38}{1000}$

∴ وزن الزنك فى الحجم المأخوذ من العينة = $W = \frac{V \times M \times 65.38}{1000}$ جم

تركيز الزنك بالجرام / لتر = $\frac{1000 \times W}{10}$

التجربة السابعة والعشرين

تعيين الماغنسيوم باستخدام دليل الإيريوكروم بلاك. تى

المواد المستخدمة :

١ - محلول قياسى من EDTA (0.1M) .

٢ - محلول الماغنسيوم المراد تعيينه .

٣ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى = 10

٤ - دليل الإيريوكروم بلاك . تى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا من 10 - 25 مل من محلول الماغنسيوم المراد تعيينه إلى دورق مخروطى أضف حوالى 50 مل ماء مقطر .

٢ - أضف 2 - 5 مل محلول منظم ثم قليل من دليل الإيريوكروم بلاك . تى .

٣ - عاير باستخدام محلول الـ EDTA القياسى حتى يتحول اللون من الأحمر إلى الأزرق الصافى . يجب ملاحظة أن تكوين المتراكب لا يتم بسرعة ولذلك يجب إجراء المعايرة ببطء وخاصة قرب نقطة النهاية أو بتسخين المحلول حتى حوالى 40°م .

٤ - احسب تركيز الماغنسيوم بالطريقة الآتية :

وزن الماغنسيوم فى الحجم المأخوذ من العينة = $W = \frac{24.32 \times M \times V}{1000}$ جم

حيث M. V هما حجم ومولارتى المحلول القياسى من EDTA .

التجربة الثامنة والعشرين

تعيين النيكل باستخدام دليل الميروكسيد

المواد المستخدمة :

١ - محلول النيكل المراد تعيينه .

٢ - دليل الميروكسيد المحضر بطحن 1 جم من الدليل الصلب مع 100 جم كلوريد صوديوم نقي.

٣ - محلول كلوريد أمونيوم 1 مول .

٤ - محلول نوشادر مركز .

٥ - محلول EDTA قياسي .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا من 10 - 25 مل من محلول النيكل المراد تعيينه إلى دورق مخروطي وأضف إليه حوالي 50 مل ماء مقطر .

٢ - أضف قليل من دليل الميروكسيد ثم 10 مل من محلول كلوريد الأمونيوم .

٣ - أضف محلول النوشادر المركز قطرة قطرة حتى يصبح المحلول متعادل ويستدل على ذلك بتلون المحلول باللون الأصفر .

٤ - عاير باستخدام محلول EDTA القياسي وقرب نقطة النهاية وأضف مزيد من محلول النوشادر (حوالي 10 مل) وأكمل المعايرة ببطء حتى يتغير اللون من الأصفر إلى الأزرق البنفسجي .

٥ - احسب تركيز النيكل بالطريقة الآتية :

وزن النيكل في الحجم المأخوذ من العينة = $W = \frac{58.31 \times M \times V}{1000}$ جم

حيث V مل و M هما حجم ومولارتي المحلول القياسي من الـ EDTA على الترتيب.

التجربة التاسعة والعشرين

تقدير النيكل بالمعايرة الراجعة باستخدام الإيريوكروم بلاك . تى

المواد المستخدمة :

١ - محلول قياس من EDTA . ٢ - دليل ايريوكروم بلاك تى .

٣ - محلول النيكل المراد تعيينه .

٤ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 .

٥ - محلول قياس من كبريتات المغنسيوم 01. مول (يمكن استخدام محلول كبريتات الزنك القياسى) .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا من 10 - 25 مل من محلول النيكل المراد تعيينه إلى دورق مخروطى .

٢ - أضف كميًا من 40 - 50 مل من محلول EDTA القياسى وخفف المحلول إلى حوالى 100 مل بماء مقطر .

٣ - أضف حوالى 5 مل من المحلول المنظم ذو رقم هيدروجينى 10 وقليل من دليل الإيريوكروم لاحظ ظهور اللون الأزرق .

٤ - عاير الـ EDTA الزائدة باستخدام محلول قياسى من كبريتات المغنسيوم له نفس تركيز الـ EDTA وحتى ظهر اللون الأحمر (الخمرى) .

٥ - احسب تركيز النيكل بالطريقة الآتية :

نفرض أن حجم محلول الـ EDTA المضاف V_1 وحجم كبريتات المغنسيوم اللازمة لمعايرة الـ EDTA الزائد V_2 .

حجم الـ EDTA المكافئ للنيكل = $V_3 = V_2 - V_1$ مللى

وزن النيكل فى العينة = $W = \frac{M \times 58.71 \times V_3}{10000}$ جم

حيث M المولارتى لمحلول الـ EDTA القياسى .

التجربة الثلاثون

تعيين الكالسيوم باستخدام دليل الإيريوكروم بلاك . تى بالمعايرة الإزاحية

المواد المستخدمة :

١ - محلول قياسى من EDTA . ٢ - دليل الإيريوكروم بلاك . تى .

٣ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 .

٤ - محلول قياسى من كبريتات الماغنسيوم .

٥ - محلول الكالسيوم المراد تعيينه .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا من 10 - 25 مل من محلول الكالسيوم المراد تعيينه إلى دورق مخروطى .

٢ - خفف المحلول بإضافة حوالى 25 مل ماء مقطر وأضف 2 مل من المحلول المنظم.

٣ - أضف كميًا حوالى 3 مل من محلول 01. مول EDTA -السابق تحضيره وأضف دليل الإيريوكروم بلاك تى .

٤ - عاير محلول EDTA حتى يتحول اللون من الأحمر الخمرى إلى اللون الأزرق الصافى ويجب خلو المحلول من أى لون أحمر تمامًا مع مراعاة المعايرة البطيئة قرب نقطة النهاية .

٥ - احسب تركيز الكالسيوم بالطريقة الآتية :

1 مل 10. مول EDTA = 4. مجم كالسيوم

$$\text{وزن الكالسيوم فى العينة} = W = \frac{V \times M \times 40}{1000} \text{ جم}$$

التجربة الحادية والثلاثون

تعيين الألومنيوم باستخدام دليل الإيريوكروم بلاك . تى بالطريقة الراجعة

المواد المستخدمة :

١ - محلول ألومينوم المراد تعيينه .

٢ - دليل الإيريوكروم بلاك . تى .

٣ - محلول أمونيا مخفف .

٤ - محلول قياسى من EDTA 0.1 مولار .

٥ - محلول قياسى من كبريتات الماغنسيوم 01. مولار .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كمياً حجم معين من محلول الألومنيوم تحت الاختبار (10 - 25 مل) إلى دورق مخروطى أضف إليه كمية معينة من محلول قياسى EDTA تكفى وتزيد عن الكمية المكافئة للألومنيوم .

٢ - اضبط الرقم الهيدروجينى للمحلول ليصبح ما بين 7 - 8 وذلك بإضافة محلول الأمونيا (هيدروكسيد الأمونيوم) .

٣ - اغلى المحلول عدة دقائق للتأكد من تكوين متراكب الألومنيوم .

٤ - اتركه ليبرد حتى درجة الغرفة أعد ضبط الرقم الهيدروجينى للمحلول ليصبح ما بين 7 - 8 ثم أضف دليل الإيريكروم بلاك تى .

٥ - عاير بسرعة باستخدام محلول قياسى من كبريتات الماغنسيوم حتى يتغير اللون من الأزرق إلى الأحمر الخمرى .

٦ - احسب تركيز الألومنيوم بالطريقة الآتية :

1 مل 0.1 مولار EDTA = 2698. مجم ألومنيوم .

وزن الألومونيوم فى العينة = $W = \frac{V \times M \times 26.98}{1000}$ جم

التجربة الثانية والثلاثون

تعيين المنجنيز باستخدام دليل الإيريوكروم بلاك . تى بالطريقة المباشرة

المواد المستخدمة :

١ - محلول المنجنيز المراد تعيينه .
٢ - هيدروكسيل آمين هيدروكلوريد كلوريد .
٣ - محلول مخفف من هيدروكسيد الصوديوم .
٤ - ثلاثى ايثانول آمين .
٥ - دليل الإيريوكروم بلاك . تى .
٦ - محلول EDTA قياسى .
٧ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا 10 مل من محلول المنجنيز المراد تعيينه إلى دورق مخروطى ثم أضف حوالى 5. جم هيدروكسيل آمين هيدروكلوريد (لمنع التأكسد) سخن وخفف المحلول إلى حوالى 100 مل باستخدام ماء مقطر سبق غليه .
٢ - اجعل المحلول متعادلاً بإضافة قطرات من محلول هيدروكسيد الصوديوم بعد إضافة حوالى 3 مل من ثلاثى ايثانول آمين ليحفظ المنجنيز ذائبًا .
٣ - أضف 2 مل من محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 ثم دليل الإيريوكروم.
٤ - عاير باستخدام محلول قياسى من EDTA حتى يتغير اللون من الأحمر إلى الأزرق .
٥ - احسب تركيز المنجنيز بالطريقة الآتية :

وزن المنجنيز فى العينة = $w = \frac{V \times M \times 54.9}{1000}$ جم

التجربة الثالثة والثلاثون

تعيين النحاس باستخدام دليل البيروكاتيكول البنفسجى بالطريقة المباشرة

المواد المستخدمة :

١ - محلول النحاس المراد تعيينه . ٢ - بيريدين .

٣ - دليل البيروكاتيكل 0.1% .

٤ - محلول قياسى من EDTA .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا حجم معين من محلول النحاس تحت الاختبار وأضف إليه ماء مقطر حتى يصبح الحجم الكلى حوالى 100 مل .

٢ - أضف بيريدين لمحلول النحاس الحمضى الضعيف حتى يتكون لون أزرق غامق . ثم أضف 5 - 6 قطرات من الدليل .

٣ - عاير باستخدام محلول EDTA قياسى حتى يصبح لون المحلول أخضر مصفر أو أخضر .

٤ - احسب وزن النحاس بالطريقة الآتية :

1 مل 01. مول EDTA يكافئ 6355. مجم نحاس .

$$\text{وزن النحاس فى العينة} = w \text{ جم} = \frac{V \times M \times 63.55}{1000}$$

التجربة الرابعة والثلاثون

تعيين النحاس باستخدام دليل الميروكسيد

المواد المستخدمة :

١ - محلول أمونيا مخفف .
٢ - محلول النحاس المراد تعيينه .
٣ - دليل الميروكسيد .
٤ - محلول EDTA قياسى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا حجم معين من محلول النحاس تحت الاختبار وأضف إليه محلول الأمونيا قطرة قطرة حتى يترسب هيدروكسيد النحاس ثم أضف قطرة أخرى حتى يذوب الراسب ، مع مراعاة عدم إضافة كمية زائدة من الأمونيا .

٢ - أضف ماء مقطر حتى يصبح المحلول حوالى 100 مل ثم أضف دليل الميروكسيد لاحظ تلون المحلول باللون الأصفر .

٣ - عاير باستخدام المحلول القياسى من EDTA ببطء مع الرج المستمر حتى يتكون اللون البنفسجى .

٤ - احسب وزن النحاس بالطريقة الاتية :

$$\text{وزن النحاس فى العينة} = w = \frac{V \times M \times 63.55}{1000} \text{ جم}$$

التجربة الخامسة والثلاثون

تعيين الرصاص باستخدام دليل الإيريوكروم بلاك . تى

المواد المستخدمة :

١ - محلول الرصاص المراد تعيينه .
٢ - دليل الإيريوكروم بلاك . تى .
٣ - محلول منظم .
٤ - ملح طرطرات الصوديوم .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا حجم معين من محلول الرصاص إلى دورق مخروطى وأضف إليه حوالى 50 مل ماء مقطر ثم حوالى 05. جم ملح طرطرات ثم 5 مل من المحلول المنظم ودليل الإيريوكروم .

٢ - عاير باستخدام EDTA حتى يتغير اللون من الأحمر إلى الأزرق الصافى .

٣ - احسب وزن الرصاص بالطريقة الاتية :

1 مل 01. مول EDTA يكافئ 6355. مجم نحاس .

$$\text{وزن الرصاص فى العينة} = w = \frac{V \times M \times 207.2}{1000} \text{ جم}$$

التجربة السادسة والثلاثون

تعيين الرصاص بالمعايرة الراجعة

المواد المستخدمة :

١ - محلول الرصاص المراد تعيينه . ٢ - محلول EDTA قياسى .

٣ - دليل ايريوكروم بلاك . تى . ٤ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 .

٥ - محلول قياسى من الماغنسيوم .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا حجم معين من محلول الرصاص تحت الاختبار (10 - 25) مل وأضف 30 مل من محلول EDTA القياسى .

٢ - أضف 3 - 5 مل من المحلول المنظم ثم أضف 50 مل ماء مقطر .

٣ - أضف دليل الإيريوكروم بلاك تى ثم عاير الزيادة من EDTA بمحلول قياسى من الماغنسيوم حتى ظهور اللون الأحمر بدلاً من الأزرق الصافى .

٤ - احسب وزن النحاس بالطريقة الآتية :

$$\text{وزن الرصاص فى العينة} = \frac{V \times M \times 207.2}{1000} = w \text{ جم}$$

التجربة السابعة والثلاثون

تعيين البزموت باستخدام البروموبير وجالول الأحمر

المواد المستخدمة :

١ - محلول نترات البزموت .
٢ - محلول أمونيا مخفف .
٣ - دليل البروموبير وجالول الأحمر .
٤ - محلول EDTA القياسى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا 10 - 25 مل محلول البزموت تحت الاختبار إلى دورق مخروطى خفف بماء مقطر إلى حوالى 100 مل .

٢ - أضف محلول الأمونيا المخفف تدريجيًا حتى يصبح الرقم الهيدروجينى للمحلول ما بين 2 - 3 ثم أضف حوالى 15 - 20 قطرة من الدليل .

٣ - عاير المحلول باستخدام المحلول القياسى من EDTA حتى يتغير اللون من الأحمر إلى الأصفر البرتقالى .

٤ - احسب وزن البزموت بالطريقة الآتية :

وزن البزموت فى العينة = V مل x M x 2.09 = مجم

حيث V الحجم المأخوذ من EDTA ذات مولارتى M .

$$\text{وزن البزموت فى العينة} = w = \frac{V \times M \times 209}{1000} \text{ جم}$$

التجربة الثامنة والثلاثون

تعيين الحديد باستخدام حمض السالسيليك كدليل

المواد المستخدمة :

١ - محلول الحديد تحت الاختبار . ٢ - حمض نيتريك مركز .

٣ - محلول منظم ذو رقم هيدروجيني 3 - 4 .

٤ - حمض السالسيليك .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا 10 - 20 مل من محلول الحديد تحت الاختبار إلى دورق مخروطي حوالي 2 مل حمض نيتريك مركز واغلي المحلول جيداً واترك الدورق ليبرد .

٢ - أضف حوالي 3 مل من المحلول المنظم ثم بللورات قليلة من حمض السالسيليك ورج جيداً حتى يظهر اللون الأزرق البنفسجي .

٣ - عاير الناتج باستخدام المحلول القياسي من EDTA حتى يختفي اللون الأزرق البنفسجي .

٤ - احسب وزن الحديد بالطريقة الاتية :

$$\text{وزن الحديد في العينة} = w = \frac{V \times M \times 55.8}{1000} \text{ جم}$$

حيث V حجم EDTA ، M هو المولارتي لـ EDTA .

التجربة التاسعة والثلاثون

تقدير الكالسيوم والماغنسيوم فى مخلوط منهما

المواد المستخدمة :

١ - محلول يحتوى على خليط من الكالسيوم والماغنسيوم .
٢ - محلول قياسى من EDTA محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 .
٣ - محلول هيدروكسيد صوديوم 4 مول .
٤ - دليل ميروكسيد .
٥ - دليل ايريوكروم بلاك تى .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل 10 مل من مخلوط أيونات الكالسيوم والماغنسيوم إلى دورق مخروطى أضف إليه 5 مل من المحلول المنظم لرقم الهيدروجينى 10 . ثم دليل الإيريوكرم بلاك . تى .
٢ - عاير باستخدام EDTA قطرة قطرة حتى يتحول لون المحلول من الأحمر إلى الأزرق الصافى ولنفرض أن حجم EDTA المستهلك فى هذه الحالة هو V_1 وهو يكافئ الكالسيوم والماغنسيوم .
٣ - انقل 10 مل أخرى من المخلوط إلى دورق مخروطى - أضف 5 مل من محلول هيدروكسيد الصوديوم . ثم دليل الميروكسيد .
٤ - عاير باستخدام EDTA حتى يتحول لون الدليل من اللون الأحمر إلى اللون البنفسجى وحجم الـ EDTA المستهلك فى هذه الحالة (V_2) يكافئ الكالسيوم فقط .

إذن حجم EDTA المكافئ للماغنسيوم فقط = $V_2 - V_1 = V_3$

٥ - احسب تركيز محلول من الكالسيوم والماغنسيوم فى المخلوط .

التجربة الأربعون

تعيين الزنك والماغنسيوم فى مخلوط منهما

المواد المستخدمة :

١ - محلول يحتوى على خليط من أيونات الزنك والماغنسيوم .

٢ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 .

٣ - دليل ايريوكروم بلاك تى .

٤ - محلول EDTA قياسى كمحلول 15% سيانيد بوتاسيوم .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا 25 مل من المحلول تحت الاختبار إلى دورق مخروطى - أضف 3 - 5 مل من المحلول المنظم - خفف بالماء المقطر حتى حوالى 100 مل ثم أضف دليل الإيريوكروم .

٢ - عاير بالمحلول القياسى من EDTA إلى أن يتحول اللون من الأحمر إلى الأزرق الصافى .

٣ - انقل كميًا 25 مل أخرى من المحلول تحت الاختبار إلى دورق مخروطى نظيف وأضف إليه 15 مل من محلول السيانيد - رج جيداً . ثم أضف الدليل والمحلول المنظم .

٤ - عاير باستخدام محلول EDTA حتى نقطة النهاية .

٥ - احسب وزن الزنك والماغنسيوم بالطريقة الاتية :

نفرض أن حجم EDTA المستهلك فى خطوة 2 هو V_1 وحجم EDTA المستهلك فى خطوة 4 هو V_2 وأن المولارتى لها هو M .

∴ حجم EDTA المكافئ للزنك والماغنسيوم معا هو V_1

حجم EDTA المكافئ للماغنسيوم فقط هو V_2

حجم EDTA المكافئ للزنك فقط = $V_3 - V_2 - V_1$

∴ وزن الماغنسيوم فى الخليط = $W_1 = \frac{24.32 \times M \times V_2}{1000}$ جم

∴ وزن الزنك فى الخليط = $W_2 = \frac{65.- \times M \times V_3}{1000}$ جم

التجربة الحادية والأربعون

تعيين النيكل والماغنسيوم فى خليط منهما

المواد المستخدمة :

١ - محلول يحتوى على خليط من أيونات النيكل والماغنسيوم .

٢ - محلول منظم ذو رقم هيدروجينى 10 . ٣ - EDTA قياسى .

٤ - محلول 15% سيانيد بوتاسيوم . ٥ - دليل إيريوكروم بلاك تى .

٦ - محلول قياسى من الزنك له نفس المولارتى لـ EDTA .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل كميًا 25 مل من المحلول تحت الاختبار إلى دورق مخروطى - أضف 30 مل محلول EDTA القياسى ثم 5 مل من المحلول المنظم ورج جيدًا ثم أضف دليل الإيريوكروم بلاك تى .

٢ - عاير الناتج بمحلول الزنك القياسى حتى يتغير اللون من الأزرق إلى الأحمر الخمرى .

٣ - انقل كميًا 25 مل أخرى من المحلول تحت الاختبار إلى الدورق المخروطى وأضف حوالى 5 مل محلول السيانيد ورج جيدًا - أضف 3 - 5 مل من المحلول المنظم - ثم دليل الإيريوكروم بلاك تى .

٤ - عاير الناتج مستخدمًا محلول EDTA القياسى حتى يتغير اللون من الأحمر إلى الأزرق الصافى .

٥ - احسب وزن النيكل والماغنسيوم بالطريقة الآتية :

نفرض أن حجم الزنك المستهلك فى خطوة 2 ، هو V_1 والمولارتى له هو M

∴ حجم EDTA المكافئ لأيونات النيكل والماغنسيوم معا = $V_2 - V_1 - 30$

فإذا كان حجم EDTA المستهلك فى خطوة 3 هو V_3 (يكافئ الماغنسيوم فقط)

فإن حجم EDTA المكافئ للنيكل فقط = $V_4 - V_3 - V_2$

∴ وزن الماغنسيوم فى 25 مل من محلول العينة = $W_1 = \frac{24.32 \times M \times V_3}{1000}$ جم

حيث M هى المولارتى لمحلول EDTA القياسى .

∴ وزن النيكل فى 25 مل من محلول العينة = $W_1 = \frac{58.71 \times M \times V_4}{1000}$ جم

التجربة الثانية والأربعون

تقدير الرصاص والزنك فى خليط منهما

المواد المستخدمة :

١ - محلول خليط من الرصاص والزنك .

٢ - محلول منظم ذو رقم هيدرجينى 10 .

٣ - محلول سيانيد بوتاسيوم 15% . ٤ - دليل الإيريوكروم بلاك تى .

٥ - محلول EDTA قياسى . ٦ - طرطرات بوتاسيوم (أو صوديوم) .

خطوات العمل والحسابات :

١ - انقل 25 مل من الخليط إلى دورق مخروطى وأضف حوالى 50 مل ماء مقطر - وحوالى 1. جم من ملح الطرطرات - ثم أضف 5 مل من المحلول المنظم - ودليل الإيريوكروم بلاك تى .

٢ - عاير باستخدام محلول EDTA القياسى حتى يتغير اللون من الأحمر إلى الأزرق وليكن حجم EDTA فى هذه الحالة V_1 .

٣ - أعد الخطوة الأولى حتى إضافة المحلول المنظم ثم أضف 5 مل من محلول السيانيد ثم الدليل وعاير باستخدام EDTA وليكن حجم EDTA المستهلك V_2 .

٤ - احسب وزن الرصاص والزنك بالطريقة الآتية :

احسب وزن كل من الرصاص والزنك فى الحجم المأخوذ من الخليط آخذاً فى الاعتبار أن V_1 تكافئ الرصاص والزنك فى الخليط بينهما V_2 تكافئ الرصاص فقط .

$$\text{وزن الرصاص فى العينة} = w = \frac{V \times M \times 207.2}{1000} \text{ جم}$$

$$\text{وزن الزنك فى العينة} = w = \frac{V \times M \times 65.4}{1000} \text{ جم}$$

التجربة الثالثة والأربعون

تقدير ماء التبلور فى كلوريد الباريوم المائى

خطوات العمل والحسابات :

١ - سخن البوتقة بغطائها لمدة ربع ساعة ثم برد فى مجفف ثم أوزن البوتقة بغطائها بعد أن تبرد .

٢ - ضع فى البوتقة من 1 - 1.5 جم من كلوريد الباريوم المائى .

٣ - سخن البوتقة إما :

(أ) بالتسخين على لهب بسيط لمدة خمس دقائق ثم بمرور الوقت اجعل اللهب يزداد اشتعالاً حتى يصل قاع البوتقة لدرجة الإحمرار وعندئذ اترك اللهب لمدة عشر دقائق .

(ب) ضع البوتة فى فرن التجفيف عند درجة حرارة 100 - 115 م° لمدة ساعة.

٤ - دع البوتقة تبرد لمدة 15 - 20 دقيقة فى المجفف ثم أوزنها .

٥ - كرر الخطوات السابقة أى التسخين ثم التبريد والوزن حتى تحصل على وزن ثابت.

٦ - يمكن تقدير ماء التبلور في كلوريد الباريوم المائى كما يلى :

$$\text{النسبة المئوية للمادة فى العينة} = \frac{\text{النقص فى وزن العينة}}{\text{وزن العينة المائية}} \times 1000$$

وزن البوتقة + غطائها = X جم

وزن البوتقة + غطائها + الملح المائى = Y جم

وزن البوتقة + غطائها + الملح بعد التجفيف = Z جم

وزن الملح المائى = Y - X جم

وزن ماء التبلور الموجود بالملح = Y - Z جم

$$\text{النسبة المئوية لماء التبلور} = \frac{(Y - Z) \times 100}{Y - X}$$

وزن الملح المائى بالعينة ـــــــــــ وزن ماء التبلر .

الوزن الجزيئى للملح ـــــــــــ A

A = وزن لماء التبلور الموجود فى الوزن الجزيئى للملح .

$$\text{عدد جزيئات ماء التبلر} = \frac{A}{18}$$ باعتبار أن الوزن الجزيئى للماء = 18

ثم يقرب الرقم إلى أقرب عدد صحيح .

التجربة الرابعة والأربعون

تعيين أيون الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن بدقة حوالي 0.2 جرام من كلوريد الصوديوم الصلب وضعها فى كأس سعة 250 - 350 مل مزود بمحرك زجاجي ومغطى بزجاجة ساعة .

٢ - أضف حوالي 150 من الماء المقطر ، ثم قلب حتى يذوب الملح ثم أضف 0.5 مل من حمض النيتريك المركز .

٣ - أضف للمحلول على البارد وببطء مع التقليب المستمر محلول من نيترات الفضة واحد عيارى أضف كمية إضافية .

٤ - سخن المحلول المعلق حتى الغليان مع التقليب المستمر ودع المحلول ساخنًا عند هذه الدرجة حتى يتجمع الراسب فى قاع الكأس ويكون المحلول العلوى رائقًا .

٥ - تأكد من تمام الترسيب بواسطة إضافة بعض النقاط من محلول نترات الفضة بحيث تتحرك على جدار الكأس وملاحظة تلامسها مع السائل العلوى فإذا لم يتعكر فإن هذا يدل على تمام الترسيب . أما إذا حدث تعكر فمعنى ذلك أنه لم يحدث ترسيب كامل ولذلك يلزم إضافة نترات الفضة مرة أخرى ثم الكشف عن تمام الترسيب .

٦ - رشح الراسب فى بوتقة ترشيح بعد معرفة وزنها مسبقًا ثم اغسل الراسب بمحلول مخفف جدًا من حمض النيتريك (3 مل / لتر) .

٧ - جفف بوتقة الترشيح وبها الراسب فى فرن التجفيف عند درجة حرارة 125 - 150°م لمدة ساعة .

٨ - برد البوتقة فى مجفف ثم أوزنها ، ثم كرر عملية التسخين والتبريد ثم الوزن حتى يثبت الوزن .

٩ - يمكن تعيين النسبة المئوية كما يلى :

المعامل الكيميائى لأيون الكلوريد = 0.2437

وزن ملح الكلوريد = X جم

وزن بوتقة الترشيح فارغة = Y جم

وزن بوتقة الترشيح + الراسب بعد التجفيف = Z.Y جم

$$\text{النسبة المئوية للكلوريد فى العينة} = \frac{(Y - Z)}{X} \times 100 \times 0.237$$

التجربة الخامسة والأربعون

تقدير أيون الكالسيوم على هيئة اكسالات الصوديوم

خطوات العمل والحسابات :

١ - زن بدقة حوالى 0.5 جرام من كربونات الكالسيوم وضعها فى كأس سعته 400 مل مزود بمحرك زجاجى وزجاجة ساعة .

٢ - أضف 10 مل من الماء المقطر ثم اتبعها بحوالى 15 مل من حمض الهيدركلوريك المخفف (1 : 1) .

٣ - سخن المخلوط حتى يذوب الملح ثم دعه يغلى لمدة 2 - 3 دقائق لطرد غاز CO_2 .

٤ - اغسل زجاجة الساعة وأيضاً جدران الكأس ثم ركز المحلول حتى 200 مل ثم أضف نقطتين من دليل الميثيل الأحمر .

٥ - سخن المحلول للغليان وأضف ببطء محلولاً دافئًا من اكسالات الأمونيوم (2 جم من اكسالات الأمونيوم مذابة فى 50 مل من الماء المقطر) .

٦ - أضف للمحلول الساخن الأمونيا المخففة (1 : 1) نقطة نقطة مع التقليب المستمر حتى يصبح المحلول متعادلاً أو قلويًا ضعيفًا (يتغير اللون من الأحمر للأصفر) .

٧ - اترك المحلول لمدة ساعة على الأقل بعد ترسيب الراسب . ثم اكتشف عن تمام الترسيب بإضافة قطرات من محلول اكسالات الأمونيوم .

٨ - رشح الراسب فى بوتقة الترشيح التى قد سبق وزنها وهى جافة . ثم انقل الآثار المتبقية من الراسب على جدار الكأس بواسطة المحرك الزجاجى المغطى أحد أطرافه بالمطاط .

٩ - اغسل الراسب بمحلول بارد من اكسالات الأمونيوم المخففة (0.1%) على الأقل خمسة مرات . اكشف فى الراشح عن أيون الكلوريد بمحلول نترات الفضة .

١٠ - جفف بوتقة الترشيح وبها الراسب فى فرن التجفيف عند درجة حرارة 100 - 120°م .

١١ - ضع البوتقة فى المجفف ثم أوزنها بعد أن تبرد .

معامل تحويل اكسالات الكالسيوم إلى الكالسيوم هو 0.2759

التجربة السادسة والأربعون

تقدير أيون الرصاص على هيئة كرومات الرصاص

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن بدقة حوالى 0.3 جرام من ملح الرصاص (نترات أو خلات الرصاص) .

٢ - أذب الملح فى حوالى 150 مل من الماء المقطر - أضف حمض الخليك المخفف حتى يصبح المحلول حمضيًا .

٣ - سخن المحلول لدرجة الغليان ثم أضف بواسطة ماصة محلول كرومات البوتاسيوم (4%) بكمية زيادة حوالى 10 مل .

٤ - اغلى بلطف لمدة 5 - 10 دقائق أو حتى يتجمع الراسب أسفل الكأس .

٥ - رشح فى بوتقة ترشيح . ثم أفصل الراسب بمحلول مخفف وساخن من خلات الصوديوم بماء ساخن .

٦ - جفف فى فرن التجفيف حتى وزن ثابت .

المعامل الكيميائى لتحويل كرومات الرصاص إلى الرصاص هو 0.64108

أجرى الحسابات كما سبق .

التجربة السابعة والأربعون

تقدير أيون النيكل على هيئة نيكل ثنائى ميثيل الجليوكزيم

خطوات العمل والحسابات :

١ - زن بدقة حوالى 0.3 - 0.4 جم من ملح النيكل . ثم ضعها فى كأس سعته 500 مل مزود بمحرك زجاجى وزجاجة ساعة .

٢ - أذب الملح فى قليل من الماء المقطر وأضف له حوالى 5 مل من حمض الهيدروكلوريك المخفف (1 : 1) ثم خفف بالماء المقطر إلى 200 .

٣ - سخن لدرجة حرارة 70 - 80°م ثم أضف كاشف ثنائى ميثيل الجليوكزيم بزيادة قليلة (على الأقل 5 مل لكل 10 مليجرام من أيون النيكل الموجود بالعينة) . ثم أضف بالتالى محلولاً مخفف من محلول الأمونيا (1 : 4) نقطة نقطة مع التقليب المستمر حتى يحدث الترسيب .

٤ - دع المحلول مدة عند درجة حرارة 70 لمدة 5 دقائق ثم اكشف عن تمام الترسيب بإضافة كاشف ثنائى ميثيل الجليوكزيم .

٥ - اترك المحلول لمدة $\frac{1}{2}$ ساعة عند درجة 70°م حتى يحدث الاهتضام . ثم دعه يبرد عند درجة حرارة الغرفة . رشح الراسب فى بوتقة ترشيح قد سبق وزنها جافة نظيفة .

٦ - اغسل الراسب بماء مقطر بارد ثم اكشف فى الراشح عن أيون الكلوريد بواسطة نترات الفضة .

٧ - جفف فى فرن التجفيف عند درجة حرارة 110 - 120°م ثم زن البوتقة كرر التجفيف ثم التبريد والوزن حتى تحصل على وزن ثابت .

الراسب عبارة عن نيكل ثنائى ميثيل الجليوكزيم $Ni\ (C_4H_7O_2N_2)_2$

المعامل الكيميائى لتحويل الراسب إلى النيكل هو 0.2032

أجرى الحسابات كما سبق .

التجربة الثامنة والأربعون

تقدير أيون الحديد على هيئة أكسالات الحديديك

خطوات العمل والحسابات :

١ - زن بدقة حوالى 1.3 جم من شب الحديدوز $Fe(SO_4)(NH_4)_2SO_4.6H_2O$ أو من شب الحديديك .

٢ - أذب الشب فى 50 مل من الماء المقطر ثم أضف 10 مل حمض الهيدروكلوريك المخفف (1 : 1) وكذلك 1.5 مل من حمض النيتريك المركز .

٣ - اغلى المحلول بلطف حتى يكون اللون أصفر (حوالى 5 دقائق) . ثم خفف المحلول إلى حوالى 200 مل .

٤ - سخن المحلول للغليان . أضف محلول مخفف من الأمونيا النقية (1 : 1) مع التقليب المستمر - حتى يبدأ الترسيب ثم أضف زيادة قليلة (تعرف بالرائحة) . ثم دع الراسب حتى يتجمع واكشف فى المحلول الرائق عن تمام الترسيب بالأمونيا . حتى يصبح المحلول الرائق عديم اللون .

٥ - رشح الراسب فى ورقة ترشيح عديمة الرماد بطريقة الترشيح بالنقل ثم أضف حوالى 100 مل من محلول نترات الأمونيوم الساخنة (1%) . ثم اغسل الراسب عدة مرات ثم انقل الراسب بواسطة المحرك الزجاجى إلى ورقة الترشيح . الترشيح بعد الغسيل يجب ألا يحتوى على أيونات الكلوريد ويستدل على ذلك بواسطة نترات الفضة .

٦ - انقل ورقة الترشيح وبها الراسب بعد التجفيف إلى بوتقة سبق وزنها نظيفة جافة ثم ابدأ التسخين بهدوء ثم اجعل اللهب يزداد قوة تدريجيًا حتى تصل البوتقة لدرجة الإحمرار وكذلك حتى يتحول الراسب إلى الأكسيد الأحمر .

٧ - برد فى مجفف ثم زن البوتقة . وكرر الحرق والتبريد والوزن حتى تحصل على وزن ثابت .

المعامل الكيميائى لتحويل أكسيد الحديديك إلى الحديد 0.69944

أجرى الحسابات كما سبق .

التجربة التاسعة والأربعون
تقدير أيون الألومنيوم على هيئة أكسيد الألومنيوم

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن بدقة 1.8 جم من شب الألومنيوم $(NH_4)_2SO_4.Al_2(SO_4)_3.24\ H_2O$ كبريتات مزدوجة من الأمونيوم والألومنيوم ثم ضع الملح فى كأس زجاجى سعته 500 مل .

٢ - أذب الملح فى 200 مل من الماء النقى المقطر ثم أضف 5 جم من ملح كلوريد الأمونيوم النقى وكذلك عدة قطرات من دليل الميثيل الأحمر سخن لدرجة الغليان .

٣ - أضف من سحاحة محلول مخفف من الأمونيا النقية (1 : 1) إلى المحلول حتى يتحول لون الدليل من الأحمر للأصفر .

٤ - اغلى المحلول لمدة 5 دقائق ثم رشح المحلول وهو ساخن فى ورقة ترشيح عديم الرماد .

٥ - اعمل الراسب بمحلول دافئ من كلوريد أو نترات الأمونيوم المتعادل أما بالنسبة لدليل الميثيل الأحمر (باستعمال الأمونيا للتعادل) .

٦ - جفف قمع الترشيح وبه ورقة الترشيح فى فرن التجفيف ثم انقل ورقة الترشيح إلى بوتقة سبق وزنها جافة نظيفة ثم ابدأ الحرق كما فى تجربة الحديد .

المعامل الكيميائى لتحويل الأكسيد إلى الألومنيوم 0.52913

أجرى الحسابات كما سبق .

التجربة الخمسون

تقدير أيون الخارصين على هيئة فوسفات الخارصين الأمونيومية

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن بدقة حوالى 0.5 جم من ملح الخارصين . أضف قطرة أو اثنين من دليل الميثيل الأحمر . ثم عادل المحلول إذا لزم الأمر وذلك بإضافة محلول الأمونيا النقية المخففة (1 : 1) ثم خفف إلى 50 مل .

٢ - سخن حتى الغليان . أضف حوالى 25 مل من محلول فوسفات الأمونيوم أحادية الايدروجين المخفف (10%) .

٣ - سخن على حمام مائى لمدة ساعة حتى يتجمع الراسب .

٤ - اترك المحلول ليبرد إلى درجة حرارة الغرفة .

٥ - رشح الراسب فى بوتقة ترشيح قد سبق وزنها جافة نظيفة .

٦ - اغسل الراسب أو بمحلول مخفف من فوسفات الأيدوجينية ثم بعد ذلك يغسل الراسب بكمية كبيرة من الماء البارد .

٧ - جفف البوتقة فى فرن التجفيف عند درجة 105°م .

٨ - أوزن البوتقة .

المعامل الكيميائى لتحويل فوسفات الخارصين الأمونيومية للخارصين

أجرى الحسابات كما سبق .

التجربة الحادية والخمسون

تقدير أيون الماغنسيوم على هيئة فوسفات الماغنسيوم الأمونيومية

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن بدقة حوالى 0.5 جم من ملح الماغنسيوم . أضف 5 مل من حمض الايدروكلوريك المركز ثم خفف حتى 150 مل .

٢ - أضف قطرتين من دليل للميثيل الأحمر على البارد . ثم أضف 10 مل من محلول من فوسفات الأمونيوم أحادية الأيدروجين المحضرة حديثة (25 جم من فوسفات الأمونيوم الأيدروجينية فى 100 مل من الماء المقطر .

٣ - أضف محلول من الأمونيا المركزة النقية ببطء مع التقليب المستمر حتى يصير لون المحلول مصفراً . ثم أخيراً أضف 5 مل من محلول الأمونيا زيادة لضمان أن يكون المحلول قلوياً .

٤ - دع المحلول لكى يترسب فوسفات الماغنسيوم الأمونيومية فى مكان بارد لمدة لا تقل عن أربعة ساعات .

٥ - رشح فى بوتقة ترشيح قد سبق وزنها جافة نظيفة .

٦ - اغسل الراسب بقليل من محلول الأمونيا حتى لا يعطى الرشيح بعد التحميض بحمض النيتريك كشف الكلوريد .

٧ - اغسل عدة مرات بالكحول ثم ابتعه بالغسيل ثم دع البوتقة فى المخفف لمدة نصف ساعة ثم أوزن على صورة $MgNH_4PO_4 . 6\ H_2O$

أجرى الحسابات كما سبق .

التجربة الثانية والخمسون

تقدير أيون الباريوم على هيئة كبريتات الباريوم

خطوات العمل والحسابات :

١ - أوزن بدقة حوالى 18 جم من ملح الباريوم ثم أذبه فى 100 مل من الماء المقطر . أضف 2 مل من حمض الايدروكلوريك المركز .

٢ - سخن للغليان . أضف بكمية زيادة حمض الكبريتيك العيارى المخفف الساخن مع التقليب المستمر .

٣ - اترك المحلول للاهتضام حتى يتكون الراسب ويستقر فى قاع الكأس .

٤ - اكشف عن تمام الترسيب بحمض الكبريتيك المخفف .

٥ - رشح فى ورقة ترشيح عديمة الرماد ثم اغسل الراسب بقليل من الماء المضاف إليه قطرات من حمض الكبريتيك ثم أخيراً اغسل الراسب بقليل من الماء الدافئ .

٦ - جفف ورقة الترشيح بالقمع فى فرن التجفيف .

٧ - ضع ورقة الترشيح وبها الراسب فى بوتقة سبق وزنها جافة نظيفة وابدأ بالتسخين ثم الحرق حتى تحصل على راسب أبيض .

٨ - أوزن البوتقة والراسب على صورة .

أجرى الحسابات كما سبق .

• تحضير بعض المحاليل •

١ - تحضير محلول تقريبى 0.1N من حمض الهيدروكلوريك :

من الصعب أن نعتبر حمض الهيدروكلوريك والكبريتيك والنيتريك مواد قياسية أولية . نظراً لأنها تعطى بعض الغازات خلال وزنها ما يقلل من تركيزها ، ولذا فليس بالإمكان تحضير محلول قياسى منها بمجرد تخفيف وزن معين إلى الحجم المطلوب . لذلك يمكن تحضير محلول ذى عيارية تقريبية ، ومن ثم يعاير مع محلول قياسى أولى مثل محلول كربونات الصوديوم ، ولتحضير محلول تقريبى من حامض الهيدروكلوريك 0.1N ، يتم أخذ حوالى 2.25 سم^3 من حمض الهيدروكلوريك المركز والذى عياريته 11N تقريبا ثم توضع فى دورق مخروطى سعته 250 سم تحتوى على كمية من الماء المقطر ثم تكمل إلى الحجم مع الرج بصورة جيدة .

٢ - تحضير محلول 0.1 عيارى من كربونات الصوديوم

تجفف مادة كربونات الصوديوم القياسية الأولية لمدة ساعتين عند 110°م فى زجاجة وزن نظيفة ، وبعد أن تبرد . أوزن 0.53 جم بدقة وضعها فى كأس حجمه 100 سم^3 . أذب هذه الكمية فى حوالى 70 سم^3 من الماء المقطر . ثم انقل المحلول إلى دورق عيارى 100 سم^3 واكمل بالماء المقطر . ثم عاير محلول حمض الهيدروكلوريك مع محلول كربونات الصوديوم .

٣ - تحضير محلول تقريبى 0.1 عيارى من برمنجنات البوتاسيوم :

أوزن حوالى 3.2 جم من بللورات برمنجنات البوتاسيوم ، وضعها فى كأس سعته 500 سم^3 ، وأضف إليها حوالى 200 سم^3 من الماء المقطر ، سخن المحلول . واتركه يغلى برفق لمدة ساعة ثم احفظه لمدة من ثلاثة إلى سبعة أيام فى الظلام ، وبعد ذلك رشح المحلول وذلك للتخلص من ثانى أوكسيد المنجنيز ، حتى لا يسبب تحلل برمنجنات ذاتيًا فتتغير عيارية المحلول عند التخزين ، خفف الراشح إلى لتر واحفظه فى زجاجة ذات لون بنى قاتم ، حيث أن المحلول يتحلل بتأثير الضوء .

٤ - تحضير محلول قياسى 0.1 عيارى من أوكسالات الصوديوم :

اوزن بدقة حوالى 3.35 جم من أوكسالات الصوديوم شديد النقاوة وأذبها فى قليل من الماء المقطر ، ثم انقلها كميًا إلى دورق عيارى سعته 500 سم^{٣} وأكمله بالماء المقطر .

٥ - تحضير محلول كبريتات الحديدوز والأمونيوم :

اوزن بدقة حوالى 19.6 جم من الملح وأذبها فى 250 سم^{٣} من محلول حمض الكبريتيك العيارى . ثم انقله إلى دورق عيارى سعته 500 سم^{٣} واكل الحجم حتى العلاقة بالماء المقطر .

٦ - تحضير محلول تقريبى 0.1 عيارى من يودات البوتاسيوم :

اوزن من 0.8 - 1 جم من يودات البوتاسيوم ثم أذبها فى كمية قليلة من الماء المقطر ثم انقله إلى دورق عيارى سعته 250 سم^{٣} وأكمل الحجم حتى العلاقة بالماء المقطر .

الوزن المكافئ ليودات البوتاسيوم = الوزن الجزيئى ÷ 6

$$\text{العيارية} = \frac{\text{الوزن} \times 1000}{250 \times \frac{\text{الوزن الجزيئى}}{6}}$$

٧ - تحضير محلول تقريبى 0.1 عيارى من ثيوكبريتات الصوديوم :

أوزن تقريبًا حوالى 12.5 جم من ثيوكبريتات الصوديوم ، ثم أذبها فى أقل كمية من الماء المقطر ، أضف قطرة من الكلوروفورم أو محلول بيكربونات الصوديوم وانقل المحلول إلى دورق عيارى سعته 500 سم^{٣} وأكمل الحجم بالماء المقطر . عاير المحلول بواسطة محلول يودات البوتاسيوم .

٨ - تحضير محلول النشا :

يسخن قليل من النشا مع قليل من الماء البارد ، فتتكون عجينة يضاف إليها 25 مل من الماء المقطر المغلى ، يغلى المزيج حتى يحصل على محلول رائق ، تستخدم منه حوالى 1 مل لكل معايرة ومدة استعماله 10 أيام فقط .

٩ - تحضير محلول الفلورسين :

أذب 0.3 جم من الفلورسين فى 100 مل من محلول كحولى 70% أو أذب 0.2 جم من فلورسينات الصوديوم فى 100 مل من الماء .

١٠- تحضير كبريتات النحاس النشادرية : $[Cu(NH_3)_4]SO_4.H_2O$

يضاف هيدروكسيد الأمونيوم تدريجيًا إلى محلول كبريتات النحاس مع التحريك المستمر حتى يبدأ الراسب الأزرق المتكون فى الذوبان مكونًا محلولاً أزرق داكنًا .
يضاف 35 مل من الكحول على جوانب الكأس باستخدام الماصة بحيث تتكون طبقتان ظاهرتان ويغطى الكأس بزجاجة ساعة ويترك فى مكان بارد - فينتشر الكحول داخل المحلول الأزرق تدريجيًا ، وتنفصل بلورات الملح المتراكب - تجفف البلورات بين ورقتى ترشيح وتحفظ فى زجاجة مغلقة ، إذ أنها تتحلل تدريجيًا بتعريضها للهواء وتفقد غاز النشادر .

١١- تحضير كبريتات النحاس والأمونيوم : $CuSO_4(NH_4)_2SO_4.6H_2O$

يمزج 50 مل من المحلول الأول مع 50 مل من المحلول الثانى فى كأس نظيف - ثم يركز المحلول على حمام مائى إلى أن ينفصل البلورات . ويستمر فى التلتسخين ثم يترك المحلول ليبرد ببطء - وتحضر بلورة كبيرة من الملح .

١٢- تحضير شب الحديديك : $(NH_4)_4SO_4.Fe_2(SO_4)_3.24H_2O$

يسخن محلول كبريتات الحديدوز حتى درجة الغليان ويضاف حمض النيتريك قطرة قطرة حتى تؤكسد الملح إلى كبريتات الحديديك (اختبر تمام التأكسد بأخذ جزء من المحلول فى أنبوبة اختبار وإضافة حديدى سيانيد البوتاسيوم) . يبخر المحلول حتى يصبح ثقيل القوام ثم يخفف بحوالى 70 مل من الماء - ويضاف محلول كبريتات الأمونيوم ويترك المحلول ليبرد ويتبلر .

١٣- تحضير شب الكروم : $(K_2SO_4.Cr_2(SO_4)_3.24H_2O)$

يذاب 12 جم من ثانى كرومات البوتاسيوم فى 48 جم من الماء و16 جم من حمض الكبريتيك المركز - ثم يبرد المحلول ويضاف كحول (8%) إلى أن تزول رائحة الألدهيد - ويترك المخلوط جانبًا لمدة أربع وعشرين ساعة .
يرشح المسحوق المتبلر ، ويغسل ببعض الماء البارد حتى يصير لون البلورات بنفسجيًا ناصعًا ويكون ماء الغسيل بنفسجى اللون - ثم تذاب البلورات فى أقل كمية ممكنة من الماء فذ درجة حرارة لا تزيد عن 25°م ويترك السائل فى مكان بارد للتبلر .

١٤- تحضير كلورات البوتاسيوم : $(KClO_3)$

تذاب البوتاسا الكاوية فى 125 مل من الماء فى كأس سعته 250 مل ويسخن المحلول لدرجة 65 - 75°م أثناء عملية الإذابة - ثم يمرر غاز الكلور باستخدام قمع

معكوس وملامسًا لسطح السائل فى الكأس . وعندما يتم التفاعل يرشح المحلول إذا كان ضروريًا ثم يبخر ببطء إلى 90 مل وعند التبريد تتبلر كلورات البوتاسيوم بينما يظل كلوريد البوتاسيوم فى المحلول .

يرشح المحلول مستخدمًا مضخة الترشيح فى ذلك وتغسل البلورات بكميات صغيرة من الماء البارد ثم تترك جانبًا لتجف .

١٥- تحضير كبريتيد الكادميوم : (CdS)

يذاب كبريتات الكادميوم أو كلوريده فى الماء ثم يمرر غاز كبريتيد الهيدروجين فى المحلول . يرشح الراسب جيداً ويجفف فى فرن . ويمكن الحصول على كمية أخرى من الراسب بتجفيف الراشح وإمرار الغاز فيه ثانية . ويستخدم كبريتيد الكادميوم كمادة ملونة صفراء ولون كبريتيد الكادميوم ثابت بخلاف كرومات الرصاص التى تسود بمرور غاز كبريتيد الهيدروجين .