

طرق الفصل الكيميائي

(٢, ١) الفصل الكيميائي

تهييد نظري

يشكل الفصل الكيميائي حقلاً ومجالاً واسعاً في علم الكيمياء التحليلية؛ لأن معظم الأبحاث تحتاج إلى طرق فصل ويعتمد عليها الباحث والمحلل في فصل المكونات المراد تحليلها وذلك لغرض التحليل أو عزل مادة أساسية نقيه ليتمكن من دراسة صيغتها وتقديرها كميّاً ويمكن تقسيم طرق الفصل إلى:

- ١- طرق معتمدة على أساس فيزيائي مثل الترشيح.
- ٢- طرق معتمدة على أساس كيميائي مثل الترسيب.
- ٣- طرق معتمدة على أساس فيزيوكيميائي مثل التقطير والاستخلاص والكروماتوجرافيا.

(٢, ٢) طرق الاستخلاص بالمذيب

تستخدم تقنية الاستخلاص بالمذيبات في الكيمياء العضوية لفصل المواد من مخاليطها التي توجد في الطبيعة كما هو الحال عند فصل المنتجات الطبيعية من النباتات وكذلك من المحاليل التي توجد بها أو لفصل الشوائب الذائبة و تعتبر من أهم الطرق؛

لأنها بسيطة وسهلة وسريعة ويستغرق الفصل بضعة دقائق باستخدام قمع الفصل. وتعتمد تقنية هذه الطريقة على انتقال المادة المراد فصلها من مذيب إلى مذيب آخر لا يمتزج بالأول وتوزع المادة المستخلصة بين المذيبين. وتعتمد هذه الطريقة على قانون التوزيع الذي يعبر عن نسبة التوزيع للمذاب في الوسطين حسب المعادلة:

$$D = \frac{(C_A)_{org}}{(C_A)_{aq}}$$

حيث $(C_A)_{org}$ = التركيز الكلي للمذاب وبكل أشكال تواجهه A في المذيب العضوي

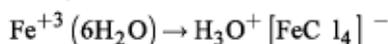
$(C_A)_{aq}$ = التركيز الكلي للمذاب وبكل أشكال تواجهه A في المذيب المائي .

(١، ٢، ٢) أنواع أنظمة الاستخلاص

١- الجزيئات المتعادلة مثل حمض البنزويك C_6H_5COOH واليود I_2 ويتم الاستخلاص بمجرد إضافة المذيب العضوي إلى محلول اليود المائي ؛ وذلك لأن اليود متعادل فينتقل بسهولة للطبقة العضوية دون الحاجة لوسيط.

٢- المتراكبات التي لا تحمل شحنة كهربائية - من أمثلتها هيدروكسي كينولين والسالسالدهيد.

٣- المتراكبات الأيونية المتجمعة ومثال لها $H_3O^+(FeCl_4)^-$ فمثلاً إذا أردنا استخلاص الحديد Fe^{+3} من وسط مائي باستخدام الأيثر فإنه لم ولن يحدث استخلاص ولكن يتم ذلك بإضافة 7M من حمض الهيدروكلوريك إلى Fe^{+3} ورجه مع الأيثر يتم ذلك في وقت وجيز. وبذلك يتكون المركب المتعادل الآتي :



مركب متعادل

(٢,٢,٢) تقدير النسبة المئوية لاستخلاص اليود بواسطة مذيب عضوي

تمهيد نظري

تعتبر هذه التجربة مثالا لنظام الجزئيات المتعادلة التساهمية ولا تحتاج إلى وسط لاستخلاص اليود؛ لأنه متعادل وينتقل بسهولة إلى الوسط العضوي عند إضافة مذيب عضوي (كلوروفورم) إلى محلول اليود المائي وبعد الرج يترك المحلول ليستقر حيث نجد أن معظم اليود انتقل إلى الوسط العضوي.

نستخدم أحجاماً مختلفة من المذيب العضوي الكلوروفورم ونحسب النسبة المئوية للاستخلاص % E (Extraction) بمعايرة الطبقة المائية في كل حالة بالمعايرة إزاء ثيوكبريتات الصوديوم ، حسب المعادلة.

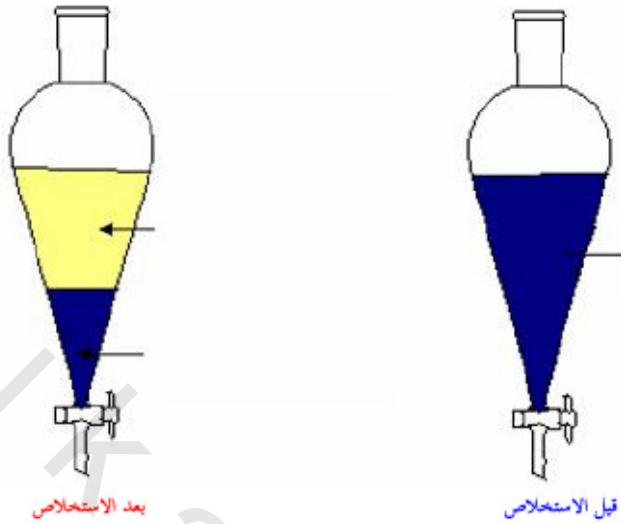


المواد المطلوبة

- ١- ثيوكبريتات الصوديوم تركيزه 0.01M.
- ٢- دليل النشا.
- ٣- محلول اليود يحضر بإذابة (0.1g) من اليود في 100ml من ماء مقطر (ماذا يستخدم لإذابة اليود في الماء؟).
- ٤- كلوروفورم (مذيب عضوي) $CHCl_3$.

خطوات التجربة

- ١- خذ 50 ml من المحلول المائي لليود وضعه في قمع فصل.
- ٢- قم بإجراء التجارب التالية:
- أ) عملية استخلاص واحدة باستخدام 6ml من المذيب. (الشكل رقم ١,١)
- ب) عملية استخلاص واحدة باستخدام 18ml من المذيب.



الشكل رقم (١،١). قمع الفصل.

ج) ثلاث عمليات استخلاص متتالية باستخدام 6ml من المذيب العضوي كل مرة (يصبح حجم المذيب العضوي 18 ml).

٣- عاير كمية اليود المتبقي في الطبقة المائية لكل عملية استخلاص وذلك بأخذ 5ml بالماصة ثم أضف 1 ml من دليل النشا وعاير عينة اليود بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم.

النتائج والحسابات

- ١- سجل حجم المعايرة لكل استخلاص.
- ٢- احسب متوسط حجم المعايرة.
- ٣- احسب النسبة المئوية للاستخلاص.
- ٤- استنتج أفضل الطرق للفصل بمقارنة النتائج.

القوانين المستخدمة للحسابات

عدد مليمولات الثيوكبريتات = التركيز × الحجم بالملي لتر (من المعايرة)



من المعادلة نجد أن نسبة التفاعل هي 1:2

$$\text{ومن ذلك نجد أن } \frac{\text{No of } I_2 \text{ mmol}}{\text{No of } Na_2S_2O_3} = \frac{1}{2}$$

$$\frac{\text{No of } I_2 \text{ mmol}}{C \times V_{(Na_2S_2O_3)}} = \frac{1}{2}$$

عدد مليمولات اليود في 100 ml (الطبقة المائية)

$$\frac{100}{5} \times 5 \text{ ml في مليمولات اليود}$$

(100ml حجم المحلول الأصلي و 5ml الحجم المعايير).

عدد مليمولات اليود الكلية = الوزن بالملي جرام

الوزن الجزيئي

$$= \text{تركيز اليود الأصلي} \times 100$$

عدد مليمولات اليود في الطبقة العضوية = عدد مليمولات اليود الكلية - عدد مليمولات اليود في الطبقة المائية.

النسبة المئوية لاستخلاص اليود عند حجم مل من الكلوروفورم

$$\frac{\text{No of mmol } I_2 \text{ in organic layer}}{\text{No of total } I_2 \text{ mmol}} \times 100$$

مثال :

لديك 100 ml من محلول مائي يحتوي على يود تركيزه 0.01M تم استخلاص اليود من محلوله المائي باستخدام 20 ml من المذيب العضوي ومعايرة المتبقي من اليود في الطبقة المائية بواسطة ثيوكبريتات الصوديوم 0.01M كان حجم الثيوكبريتات اللازم هو 3.5ml مع 5ml من الطبقة المائية احسب النسبة المئوية للاستخلاص.

الحل:

$$3.5 \times 0.01 = 0.035 \text{ mmol} = \text{عدد مليمولات } Na_2S_2O_3$$

$$= \text{عدد مليمولات اليود في الطبقة المائية}$$

$$\frac{\text{No of } Na_2S_2O_3 \text{ mmol}}{2} = \frac{0.035}{2} = 0.0175 \text{ mmol}$$

عدد مليمولات اليود في 100ml من الطبقة المائية = $20 \times 0.0175 = 0.35 \text{ mmol}$

$$\frac{0.01 \times 100}{2 \times 127} = \frac{\text{weight}}{MW} = \text{عدد مولات اليود الكلية}$$

عدد مليمولات اليود في الطبقة العضوية = عدد مليمولات اليود الكلية - عدد مليمولات

$$\text{اليود في الطبقة المائية} = 0.3937 - 0.35 = 0.0437$$

$$\frac{\text{No of total } I_2 \text{ mmol}}{\text{No of } I_2 \text{ mmol in organic layer}} = \text{النسبة المئوية للاستخلاص}$$

$$\frac{0.0437}{0.3937} \times 100 = 11.1\% = \text{النسبة المئوية للاستخلاص}$$

(٢, ٢, ٣) الاستخلاص المتعدد

تمهيد نظري

تؤدي طريقة الاستخلاص المتعدد إلي فصل معظم المادة المراد استخلاصها ويمكن حساب نسبة تركيز المادة (S) المتبقية في المذيب (A) وذلك عن طريق المعادلة التالية :

$$\left[\frac{1}{1 + \left(\frac{V_B}{V_A nK} \right)} \right]^n = \left[\frac{1}{1 + \left(\frac{V_B'}{V_A K} \right)} \right]^n$$

$$= \text{نسبة تركيز المادة (S) المتبقية في المادة} = \frac{C_{final}}{C_{original}} A$$

حيث V_B الحجم الكلي للمذيب B المستخدم في استخلاص (S) و V_A حجم المذيب (عادة الماء) و V_B' حجم المذيب B المستخدم في كل خطوة استخلاص ، K معامل التوزيع ، n عدد مرات الاستخلاص .

مثال :

إذا كان لديك 1g من اليود في محلول مائي حجمه 100ml ويراد استخلاصه بواسطة 100ml من الكلوروفورم وكان معامل التوزيع لهذه المادة $\frac{1}{3}$ عند $25^\circ C$. فما نسبة اليود إذا استخدمت الـ 100ml من الكلوروفورم دفعة واحدة وإذا أجرينا الاستخلاص ثلاثة مرات وما هو استنتاجك

الحل:

$$\left[\frac{1}{1 + \left(\frac{100}{100 \times 1 \times \frac{1}{3}} \right)} \right]^1 = 0.25 = 25\%$$

بينما إذا تم الاستخلاص على دفعتين نستخدم الحجم $\frac{100}{2}$ كالاتي :

$$\left[\frac{1}{1 + \left(\frac{100}{100 \times 2 \times \frac{1}{3}} \right)} \right]^2 = 0.16 = 16\%$$

وإذا أجرينا الاستخلاص ثلاث مرات يكون الحجم $\frac{100}{3}$ كالاتي

$$\left[\frac{1}{1 + \left(\frac{100}{100 \times 3 \times \frac{1}{3}} \right)} \right]^3 = 0.0625 = 6.25\%$$

إذاً الاستخلاص المتعدد أفضل من الاستخلاص مرة واحدة

مثال :

لدينا مذاب في محلول مائي حجمه 10 ml وثابت التركيز للمذاب (Dc) يساوي 20. بين بالحساب أيهما أفضل من حيث كفاءة الاستخلاص :

(أ) الاستخلاص بواسطة 20 ml من المذيب العضوي لمرة واحدة.

(ب) الاستخلاص بواسطة 10 ml من المذيب العضوي مرتين متتاليتين.

الحل:

نحسب ثابت توزيع الكتلة للمذاب Dm في هذه الحالة من العلاقة :

$$Dm = Dc \frac{V_o}{V_w}$$

بالتعويض نحصل على :

$$Dm = 20 \times \frac{20}{10} = 40$$

ثم نحسب النسبة المئوية المستخلصة من العلاقة :

$$Dm = 20 \times \frac{20}{10} = 40$$

$$E\% = 100 \left[1 - \frac{1}{40 + 1} \right] = 97.56\%$$

إن حجم المحلول المائي يساوي حجم المذيب العضوي في هذه الحالة وبذلك يكون :

$$Dc = Dm = 20$$

ويمكننا حساب النسبة المئوية المستخلصة من العلاقة :

$$E\% = 100 \left[1 - \frac{1}{1 + Dm} \right]$$

وبالتعويض يكون :

$$E\% = \left[1 - \frac{1}{(1 + 20)^2} \right] = 99.8\%$$

إذا الاستخلاص مرتين بـ 10 ml من المذيب العضوي أفضل من الاستخلاص

مرة واحدة بـ 20 ml من نفس المذيب لمرة واحدة وتحت نفس الظروف.

(٢,٢,٤) استخلاص الزنك

تمهيد نظري

يستخلص الزنك من وسط حمض الهيدروكلوريك المائي بواسطة مخلوط من المذيبات العضوية يتكون من البنزين وثلاثي بيوتيل الفوسفات (A.T.P) (يستخدم البنزين؛ نظراً لأن كثافة A.T.P قريبة من كثافة الماء) يكون الزنك في وسط حمض

الطبقتين تنفصلان ثم تخلص من الطبقة المائية السفلى . الغرض من هذه الخطوة هو تشييع المخلول العضوي بحمض الهيدروكلوريك وذلك لمنع تغير الحجم أثناء الاستخلاص.

٢- انقل 2ml من محلول كلوريد الزنك 0.5M و 23 ml من محلول حمض الهيدروكلوريك 0.4 M إلى قمع الفصل (احسب تركيز حمض الهيدروكلوريك بعد تخفيفه بمحلول الزنك $M = 23 \times \frac{4}{25}$ ثم رج لمدة دقيقة واحدة وبعد انفصال الطبقتين تخلص من الطبقة المائية السفلى.

٣- أضف 20 ml من الماء المقطر إلى الطبقة العضوية في قمع الفصل وذلك لاسترجاع الزنك وبعد الرج ضع دورق قياسي سعة 100 ml تحت القمع واترك الطبقة المائية تنساب إلى الدورق القياسي. كرر نفس العملية مرتين أخريين وفي كل مرة استخدم 20 ml من الماء المقطر وجمع الطبقات المائية في نفس الدورق القياسي ثم بعد ذلك أكمل حتى العلامة بالماء المقطر وأعطي هذا الدورق الرقم واحد(١).

٤- كرر الخطوات ١، ٢، ٣ على التراكيز الباقية من حمض الهيدروكلوريك 6، 7، 8، 9، 10 M وأعطي الدوارق القياسية الأرقام 2، 3، 4، 5 على التوالي.

٥- انقل 25 ml من الدورق القياسي رقم (١) إلى دورق مخروطي سعة 250 ml وخفف بالماء المقطر إلى حوالي 100 ml . أضف كمية من البيريدين حتى يصبح الرقم الهيدروجيني $pH = 6.5$ وذلك بالاستعانة بجهاز pH-meter (إذا استخدمت الـ Calmagite كدليل ، أضف في هذه الحالة 3 ml من المحلول المنظم $pH = 10$ بدلا من البيريدين وأضف كمية صلبة من الدليل إلى المحلول حتى يصبح اللون أحمر خمري وعاير حتى يتحول اللون إلى الأزرق ثم أضف كمية من دليل N.A.S حتى يصبح اللون أصفر وعاير بمحلول EDTA تركيزه 0.01M حتى يتغير اللون إلى اللون الأحمر.

٦- كرر الخطوة رقم (٥) للدوارق المتبقية

٧- في كل حالة من الحالات الخمس السابقة احسب عدد مليمولات الزنك في الطبقة العضوية وتذكر أنك عايرت ربع كمية الزنك (25 ml) ثم احسب بطرح كمية الزنك المتبقية في طبقة حمض الهيدروكلوريك المائية واحسب نسبة التوزيع D_e . ارسم العلاقة بين D_e ومولارية حمض الهيدروكلوريك المحسوبة بعد التخفيف من الخطوة (٢) لتحصل على منحنى الاستخلاص.

٨- احسب النسبة المئوية للاستخلاص عند ذروة منحنى الاستخلاص.

(٥, ٢, ٢) استخلاص الحديد (III) باستخدام طريقة الاستخلاص بالمذيب

تهييد نظري

الحديد الثلاثي (III) يمكن استخلاصه بعامل التعقيد 8- هيدروكسي كينولين (1%) إلى وسط الكلوروفورم (مذيب عضوي) عن طريق استخلاصين متتالين عند رقم هيدروجيني $10 - 2 = \text{pH}$. حيث نجد أن لون متراسب الحديد (III) مع 8- هيدروكسي كينولين قائم يمتص الأشعة المرئية عند طول موجي 470nm وهذه التجربة هي مثال جيد لنظام المتراسبات التي لا تحمل شحنة كهربائية والتي تستخلص بسهولة إلى مذيبات غير قطبية مثل الكلوروفورم.

تجرى التجربة بدون 8- هيدروكسي كينولين ، وتسجل نتائج الامتصاص لطبقة الكلوروفورم للتجربتين مع كتابة الملاحظات في كل حالة .

خطوات التجربة

١- انقل إلى قمع فصل 25ml من عينة الحديد (III) .

٢- أضف إلى قمع الفصل 10ml من (1%) 8- هيدروكسي كينولين المذاب في

الكلوروفورم.

٣- رج قمع الفصل لمدة دقيقة واتركه لكي يستقر.

٤- افصل طبقة الكلوروفورم ثم قس الامتصاص لطبقة الكلوروفورم عند طول موجي 470 nm مستخدماً الكلوروفورم كمحلول خالي.

٥- كرر الاستخلاص لطبقة الماء المفصول في الخطوة (٤) مستخدماً 5ml من

٨- هيدروكسي كينولين ثم قس الامتصاص وهذه الخطوة لتأكيد أن كل الحديد (III) تم استخلاصه.

٦- خذ 25ml من الحديد ثم استخلص مرة أخرى بواسطة 5ml من الكلوروفورم فقط دون إضافة ٨- هيدروكسي كينولين.

٧- أفصل طبقة الكلوروفورم ثم قس الامتصاص عند طول موجي 470nm.

النتائج

١- سجل ملاحظاتك حول الخطوات (٤ ، ٥)

٢- قارن نتائج الخطوة (٤) مع الخطوة (٧) وسجل ملاحظاتك.

(٢، ٢، ٦) استخلاص النيكل وتقديره بالطرق الطيفية

تمهيد نظري

يكون النيكل مع ثنائي ميثيل جلايوكسيم ((dimethylglyoxime) معقداً أحمر اللون ويتم ذلك في وسط قاعدي يتراوح بين (7-12) في أيون السترات ونجد نسبة ذوبانية هذا المتراكب ضئيلة في الكلوروفورم ويمتص الضوء عند $\lambda_{max} = 366nm$

المواد المطلوبة

- ١- محلول نيكل تركيزه 20g/l وذلك بأخذ 0.135g من كبريتات النيكل والأمونيوم $(NiSO_4 \cdot (NH_4)_2 SO_4 \cdot 6H_2O)$ في الماء المقطر ثم التخفيف إلى لتر في دورق حجمي .
- ٢- محلول ثنائي ميثيل جلايوكسيم تركيزه 1% وذلك بإذابة 0.5 g منة في 250 ml من الأمونيا وخفف إلى لتر بالماء المقطر .

٣- محلول الأمونيا تركيزه 0.5M وذلك بالتخفيف بالماء المقطر.

٤- حمض الستريك .

خطوات العمل

١- خذ بواسطة ماصة حجميه 10ml من محلول النيكل في كأس زجاجي به 90ml من الماء المقطر وأضف إليه 0.5g من حمض الستريك ثم أضف إليه تدريجياً محلول الأمونيا ذي التركيز 0.5M حتى يصبح الرقم الهيدروجيني يساوي $pH = 7.5$

٢- برد المحلول ثم انقله إلى قمع فصل سعة 250ml وأضف إليه 20ml من ثنائي ميثيل جلايوكزيم وحرك لمدة دقيقتين .

٣- أضف 12 ml من الكلوروفورم ثم رج جيداً لمدة خمس دقائق ثم اتركه حتى تنفصل الطبقة العضوية عن المائية .

٤- افصل الجزء العضوي الأحمر وسجل الامتصاص له عند طول موجي $\lambda_{max} = 366nm$ بعد ضبط الجهاز بالمحلول المرجع (الخالي) (blank) الذي يتكون من الطبقة العضوية بعد الاستخلاص دون وجود النيكل .

٥- استخلص متراكب النيكل المتبقي في الطبقة المائية بـ 12ml من الكلوروفورم وسجل الامتصاص للطبقة العضوية عند طول موجي $\lambda_{max} = 366nm$.

٦- أعد الخطوات مع العينة المجهولة التي تحتوي على تركيز غير معلوم من النيكل واستنتج تركيز النيكل من العلاقة .

$$A_1 \times C_1 = A_2 \times C_2$$

حيث A_1 و A_2 هما امتصاص العينة في الطبقة العضوية للعينة المجهولة والمحلول القياسي على التوالي و C_1 و C_2 هما تركيز النيكل في العينة المجهولة والمحلول القياسي على التوالي .

(٢,٣) الفصل عن طريق المبادلات الأيونية

Ion Exchange

تمهيد نظري

تستخدم هذه الطريقة في الكيمياء التحليلية لتحليل الأيونات الموجبة والسالبة صعبة التحليل بدقة تامة حيث يتم تبادلها مع أيونات أخرى سهلة التعيين ومثال لذلك تحليل البوتاسيوم بتبديله بالهيدروجين ومن ثم إجراء معايرة تعديل بسيطة .

تتكون الراتنجات من شبكة ثلاثية الأبعاد من البولمرات مثل البولي أستارين

الذي يحتوي على عدد من الزمر الوظيفية الأيونية

يعتبر التبادل الأيوني من طرق الفصل التي تعتمد على تبادل أيونات مثبتة على مادة صلبة مع أيونات أخرى في المحلول والتي تمر من خلال وفوق هذه المادة الصلبة.

من المواد التي لها خاصية التبادل الأيوني مثل المبادلات العضوية (الراتنجات) والتربة والمواد الطينية وغيره ولذلك سوف نركز على الراتنجات بنسبة لتطبيقاتها الواسعة.

يمكن تحضير الراتنجات resins من بلمرة الأستارين مع ثنائي فينيل البنزين في وجود عامل مساعد مثل فوق أكسيد البنزويل وهذه الخطوة تمثل تحضير جسم الراتنج

الصلب ثم نضيف للمادة الصلبة مجاميع وظيفية مختلفة للحصول على :

(أ) مبادلات كاتيونية قوية وضعيفة (cation exchanger) .

(ب) مبادلات أنيونية قوية وضعيفة (anion exchanger) .

(ج) مبادلات مشتركة : تحتوي على زمر سلفونات وأمينات .

ف نجد المبادلات الكاتيونية القوية تحتوي على مجموعة السلفونيل

وتتوفر تحت مسميات تجارية مثل : $(-SO_3^-(^-)H^+(^+))$

Amberlit IR120 ، Dowexso ، Zeokarb 225

والمبادلات الكاتيونية الضعيفة تحتوي على مجموعة

الكربوكسيل $(-COO^-(^-)H^+(^+))$ وتتوفر تحت مسميات تجارية مثل :

Amberlit IR50 ، ، Zeokarb 226

والمبادلات الأيونية القوية تحتوي على مجاميع وظيفية مثل مجموعات

الامونيوم الرباعية (الجدول رقم ٢، ١) وتتوفر تحت مسميات تجارية مثل :

Amberlit IR. 400 ، Dowex 1

والمبادلات الأيونية الضعيفة تحتوي على مجموعة أمين وتعرف تجارياً بـ :

Amberlit IR 45 ، Dowex 3

الجدول رقم (٢، ١). يوضح بعض المبادلات الأيونية الشائعة.

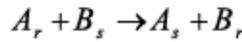
الاسم التجاري	النوع
Dowex50 Amberlite IR 120 Lewatite. S 100	مبادل كاتيوني قوي
Amberlite IR 50 Duolite CS 100	مبادل كاتيوني ضعيف
Dowex 1 or 2 Amberlite IR- 400 Lewatite M 600	مبادل انيوني قوي
Dowex 3 Amberlite IR – 45 Lewatite MP 60	مبادل انيوني ضعيف

المبدأ العام

يعتمد مبدأ هذه الطريقة على إمرار المحلول المجهول على عمود مملوء برانتج المحلول الداخلى (influent) ثم تجمع في نهاية العمود الايونات المزاحة من الرانتج (effluent).

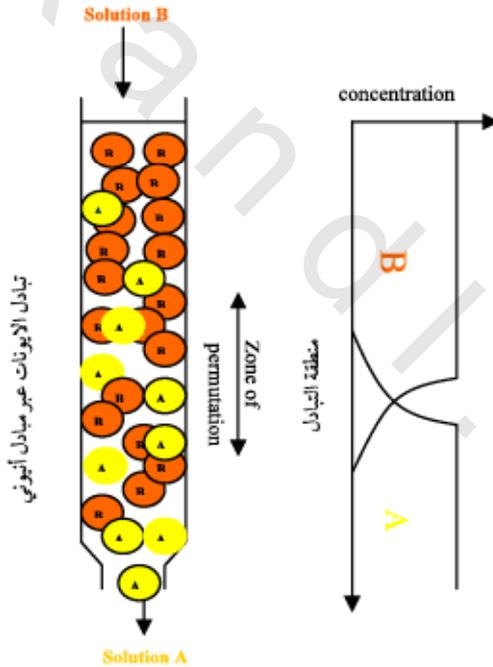
مثال :

إذا كان لديك رانتج يحتوي على أيونات (A) وتم حقنه بمحلول يحتوي على الأيون (B) عندئذ يتم التبادل وفقاً للمعادلة :



رانتج : r

محلول : s



بمعنى أن الأيونات (A) الموجودة أصلاً في الرانتج تمر إلى المحلول بينما الأيونات (B) تتعلق على الرانتج . ولذلك يجب أن تكون ألفة (B) إلى الرانتج أكبر من ألفة (A) ومن الطبيعي أن عدد (n) من أيونات (B) ستزيح (n) من أيونات (A) . وعند الإشباع يكون

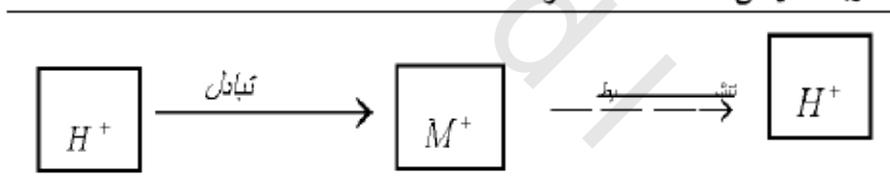
تركيز (A) في المحلول الخارج من العمود مساو إلى تركيز أيونات (B) في المحلول الداخلى (influent) ولذلك فإن معايرة أيون (A) تسمح بمعرفة عيارية المحلول (B) الآن

أهم استخدامات المبادلات الأيونية

- ١- تنقية المياه من الشوائب الكاتيونية والأنيونية.
- ٢- إعادة تركيز المحاليل المخففة قبل التحليل.
- ٣- فصل المتداخلات قبل التحليل.
- ٤- فصل وتقدير الأيونات (كروماتوجرافيا الأيونات).

إعادة تنشيط الراتنج Regeneration

بعد استعمال الراتنج يجب إعادة تنشيطه وإعادةه إلى الشكل الابتدائي فمثلا إذا كان لدينا الراتنج الكاتيوني H^+ فإنه يحتوي على أيونات M^+ بعد استعماله لذلك يجب إعادةه إلى شكله H^+ وذلك بإمرار محلول مركز من الحمض ليبدل أيونات M^+ بأيونات H^+ وبذلك يمكن استخدامه عدة مرات



(١، ٣، ٢) فصل خليط من الكوبالت والنيكل والحديد

تمهيد نظري

يذاب في كل من Fe, Co, Ni في محلول 10M من حمض الهيدروكلوريك، ثم يتم الفصل من خلال مبادل أنيوني ويتم قياس التركيز في ناتج الفصل باستخدام جهاز الامتصاص الذري ونجد أن المتراكبات لكل من النيكل والكوبالت والحديد ترتبط بالمبادل الأنوني بنسب متفاوتة وعليه نجد أن:

- ١- يفصل النيكل حال مروره داخلاً مع الطور المتحرك والذي تركيزه 10M من حمض الهيدروكلوريك (لأنه لا يكون مركب سالب الشحنة).
- ٢- يفصل الكوبالت وذلك بإمرار طور متحرك تركيزه 0.1M إلى Co^{+6} والذي لا يرتبط بالمبادل الأنيوني وبالتالي لا يزاح من العمود.
- ٣- يفصل الحديد وذلك بإمرار طور متحرك آخر بتركيز 0.1M من حمض الهيدروكلوريك حيث إنه في هذا التركيز يتحول متراكب الحديد إلى Fe^{II} والذي لا يرتبط بالمبادل الأنيوني وبالتالي يزاح من العمود.

الأدوات المطلوبة

- ١- كأس زجاجي سعة 10ml ، 250ml.
- ٢- سحاحة 50ml.
- ٣- مخبر مدرج سعة 10ml و 200ml.
- ٤- ماصه سعة 1ml و 5ml.
- ٥- أنابيب اختبار.

المواد المطلوبة

- ١- مبادل أيوني.
- ٢- محلول كوبالت يحضر بإذابة 12.5g من $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ في 10ml من حمض الهيدروكلوريك ويخفف إلى العلامة في دورق قياسي سعة نصف لتر.
- ٣- محلول كوبالت قياسي Co^{II} 25ppm.
- ٤- حمض الهيدروكلوريك بتركيز 0.1 M ، 4 ، 6 ، 10.
- ٥- محلول الحديد يحضر بإذابة 4.9g من $FeCl_4 \cdot 6H_2O$ في 10ml من حمض الهيدروكلوريك ويخفف المحلول إلى لتر.
- ٦- محلول قياسي من الحديد Fe^{II} 25ppm .

٧- محلول النيكل يحضر بإذابة 8g من $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ في 10ml من حمض الهيدروكلوريك وحقن المحلول إلى لتر.

٨- محلول النيكل القياسي $25ppm Ni^{II}$.

خطوات العمل

١- انقع 250g من المبادل الأنيوني مع 100ml من حمض الهيدروكلوريك في كأس سعة 250ml لمدة نصف ساعة.

٢- ضع قطعة من الصوف الزجاجي فوق صنوبر السحاحة أو العمود حوالي 1cm.

٣- رج المبادل الأنيوني ثم ضع كمية كافية منه حوالي 20-25ml.

٤- بعد التأكد من وضع الكمية المطلوبة من المبادل ضع قطعة أخرى من الصوف الزجاجي فوق المبادل والتأكد من عدم وجود فقاعات هواء.

٥- ضع حوالي 20ml من حمض الهيدروكلوريك داخل العمود أو بسحاحة وضع كأس زجاجي سعة 250 ml تحت العمود ثم أضبط السريان بمعدل 1ml/min.

٦- بعد ضبط السريان ضع حوالي 20ml آخر من حمض الهيدروكلوريك 10M في العمود ثم دع الحمض يسري خلال العمود حتى يتبقى حوالي 2 ml فوق المبادل ثم اقلص صنوبر العمود حيث نجد في هذه المرحلة تزعج التداخلات ويتحول المبادل تماماً إلى $RN(CH_3)_3^+ Cl^-$.

٧- استخدم الماصة للحصول على خليط مكون من 1ml من النيكل و 1ml من الكوبالت و 1ml من الحديد في كأس سعة 10ml .

٨- انقل 1ml من الخليط بواسطة الماصة إلى قمة المبادل ولا تدع الخليط ينساب على جدار العمود.

٩- افتح صنوبر العمود ودع مستوى الطور المتحرك حوالي 1ml فوق المبادل ثم اقل الصنبور.

١٠- ضع 2ml آخر من 10M حمض الهيدروكلوريك إلى قمة العمود ثم افتح صنوبر العمود ودع مستوى الطور المتحرك حوالي 1ml فوق قمة المبادل الأيوني ثم اقل الصنبور وانتظر 5min.

١١- جهز حوالي 24 أنبوب اختبار ورقمها من 1-24.

١٢- ضع 30ml من 10M من حمض الهيدروكلوريك في قمة العمود وضع أنبوبة الاختبار رقم (١) أسفل العمود ودع الطور المتحرك يسري خلال العمود بمعدل 1ml/min وذلك بفتح الصنبور ثم اجمع حجم من المحلول المزاح قدره 5ml في الأنبوب رقم (1) ثم ضع الأنبوب رقم (2) ثم رقم (3) ، (4) ، (5) ، (6) واجمع في كل أنبوب 5ml من المحلول. وفي هذه الحالة تكون جمعت مادة النيكل خلال سريان 3ml من حمض الهيدروكلوريك 10M. ثم اقل الصنبور.

١٣- كرر الخطوة (١٢) مستخدماً 30ml من حمض الهيدروكلوريك 0.1M ثم اجمع 5ml لكل الأنابيب من 13-18 وذلك بجمع محلول الحديد ثم اقل الصنبور.

١٤- كرر الخطوة (١٢) مستخدماً 30ml من الماء المقطر ثم اجمع 5ml في الأنابيب المرقمة 19-24.

١٥- شغل جهاز الامتصاص الذري وفي كل قياس يتم استخدام المصباح الخاص بالعنصر المراد تعيين تركيزه ثم يتم تسجيل الامتصاص للمحلول القياسي للأنابيب من 1-24 .

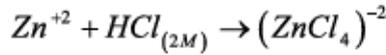
النتائج

سجل الامتصاص لكل عنصر على حدة.

(٢, ٣, ٢) فصل الخارصين عن الماغنيسيوم بمبادل أيوني

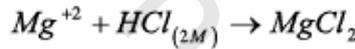
تمهيد نظري

هنالك العديد من الفلزات مثل الحديد والمنجنيز والكوبالت والخارصين.. الخ يمكن تبادلها بمبادلات أيونية من وسط الهيدروكلوريك وذلك بسبب تكون معقدات كلوريدية سالبة الشحنة من حمض الهيدروكلوريك .

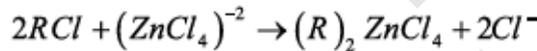


حيث نجد أن كل عنصر يتم استبداله في مدى محدود من الرقم الهيدروجيني وهذا يمثل الأساس النظري لفصل الفلزات عن بعضها.

في هذه التجربة نجد أن الخارصين يكون معقداً في وسط 2M من حمض الهيدروكلوريك بينما عنصر الماغنيسيوم لا يكون معقداً كلوريدياً كما في المعادلة أدناه.



بإمرار العنصرين على مبادل أيوني في الشكل الكلوريدي نجد أن الماغنيسيوم يخرج من العمود بينما الخارصين يتأخر (يدمض) داخل العمود لحدوث التبادل مع أيون الكلوريد



RCl يمثل المبادل الأيوني.

بهذا يتم فصل العنصرين عن بعضهما ، ولإزاحة الخارصين عن العمود يضاف حمض النتريك ذي التركيز 0.25M.

الأدوات المستخدمة

١- عمود فصل سعة 100 ml.

٢- دورق قياسي سعة 250ml.

المواد المستخدمة

- ١- خارصين 2.5mg/ml.
- ٢- ماغنيسيوم 2.5 mg/ml. ذاب في 2M حمض الهيدروكلوريك وتخفف إلى 250ml.
- ٣- حمض الهيدروكلوريك 2M.
- ٤- حمض النتريك 0.05M 0.25M.
- ٥- 2M EDTA ، 0.05M
- ٦- محلول منظم pH = 10.
- ٧- دليل ايروكروم بلاك T (EBT).
- ٨- هيدروكسيد صوديوم 2M.

خطوات التجربة

- ١- اغسل عمود الفصل بالماء المقطر.
- ٢- باستخدام حمض الهيدروكلوريك 2M انقل حوالي 15ml من المبادل الأنيوني (في شكل الكلوريد) إلى عمود فصل.
- ٣- تأكد من سريان حمض الهيدروكلوريك في حدود 5 ml/min
- ٤- انقل بالماصة حوالي 10ml لكل من الخارصين والمغنيسيوم إلى قمع الفصل المثبت فوق العمود (رج المحتويات جيداً).
- ٥- اسمح للخليط بالسريان بمعدل 5ml/min .
- ٦- اغسل العمود والقمع باستخدام 50 ml من حمض الهيدروكلوريك 2M واجمع المحلول المزاح في دورق مخروطي (هذا المحلول يحتوي على المغنيسيوم).
- ٧- استخدم حمض النتريك 0.25M لإزاحة الخارصين ويتم جمعه في دورق آخر.
- ٨- عاير كل من دورق (المغنيسيوم والخارصين) باتباع الآتي :

(أ) أضف كمية قليلة من هيدروكسيد الصوديوم المخفف 2M لكل دورق وذلك لمعادلة الحمض.

(ب) أضف المحلول المنظم $ph = 10$ وتأكد من ذلك باستخدام ورق ph ثم أضف دليل (EBT).

(ج) عاير كل دورق مستخدماً محلول (EDTA) القياسي.

النتائج والحسابات

١- سجل حجم EDTA.

٢- احسب عدد مليمولات كل من Zn, Mg ثم احسب التركيز بالملجم.

٣- قارن نتائجك مع التراكيز المبدئية لكل عنصر.

٤- احسب كفاءة الفصل بالقانون التالي :

٥- كفاءة الفصل بالنسبة المئوية = $\frac{\text{تركيز العنصر بالملجم} \times 100}{\text{التركيز الابتدائي للعنصر}}$

(٣، ٣، ٢) تقدير التركيز الكلي للكاتيونات في المحلول بواسطة التبادل الأيوني

تمهيد نظري

يمكن تقدير الكاتيونات في محلول ما بواسطة تمرير المحلول على مبادل كاتيوني قوي بصورته الهيدروجينية حيث تستبقى الكاتيونات في المبادل الكاتيوني ويتحرر مايكافئها من أيونات الهيدروجين إلى المحلول والتي يمكن معايرتها بمحلول قياسي من هيدروكسيد الصوديوم . وبذلك يمكننا معرفة التركيز الكلي للكاتيونات . وبالمثل يمكن تقدير التركيز الكلي للأنيونات بتمرير عينة من المحلول على مبادل أنيوني قوي بصورته الهيدروكسيلية ومن ثم معايرة أيون الهيدروكسيد المتحرر بمحلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك . وسنهتم في هذه التجربة بدراسة التركيز الكلي للكاتيونات فقط.

المواد المطلوبة

- ١- مبادل كاتيوني قوي .
- ٢- حمض هيدروكلوريك 4M.
- ٣- هيدروكسيد صوديوم 0.1 M.
- ٤- دليل الميثيل البرتقالي.

خطوات العمل

- ١- ضع المبادل الكاتيوني في الماء لمدة من الزمن حتى ينتفخ تماما.
- ٢- ضع في أسفل عمود الفصل قطعة صغيرة من الصوف الزجاجي .
- ٣- املا العمود بالماء المقطر ثم اتركه ينساب حتى يبقى 3ml أسفل العمود مع مراعاة عدم وجود فقاعات هواء .
- ٤- انقل المبادل المنقوع الى العمود حتى ارتفاع 20 cm .
- ٥- إذا لم يكن المبادل الكاتيوني في الصورة الهيدروجينية مرر عليه 25ml من محلول حمض الهيدروكلوريك 4M خلال العمود بسرعة انسياب حوالي 5ml/min ، كرر هذه العملية مرتين مستخدما 25ml من محلول الحمض كل مرة .
- ٦- اغسل العمود بالماء المقطر عدة مرات حتى يصبح خاليا من أيونات الهيدروجين ، اختبر ذلك باستخدام دليل الميثيل الأحمر ، يجب مراعاة بقاء الماء فوق سطح المبادل وذلك لمنع فقاعات الماء من الاحتباس داخل المبادل الكاتيوني.
- ٧- انقل عينة المحلول إلى دورق حجمي سعة 250 ml وأكمل بالماء المقطر حتى العلامة .

٨- انقل بالماصة 25 ml من المحلول المجهول المخفف إلى أعلى العمود واتركه ينساب بسرعة 5 ml/min واجمع المحلول الخارج من العمود في دورق مخروطي ثم اغسل العمود ثلاثة مرات مستخدماً في كل مرة 25ml من الماء المقطر واجمع ناتج الغسيل في الدورق السابق نفسه.

٩- أضف إلى المحلول 5 drops من دليل الميثيل الأحمر ثم عاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم القياسي 0.1 M حتى يظهر اللون الأصفر.

١٠- خذ الدورق المخروطي بمحتوياته وضعه تحت عمود المبادل الكاتيوني ثم اغسل العمود بحوالي 10ml من الماء المقطر فاذا تغير اللون إلى الأحمر استمر في المعايرة حتى ظهور اللون الأصفر

١١- كرر الخطوات ٨ ، ٩ ، ١٠ على جزأين آخرين من المحلول المجهول المخفف حجم كل جزء 25 ml .

١٢- احسب معدل حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم اللازم للمعايرة ومنه احسب عيارية الحمض ، ثم احسب عدد الملي مكافئات من أيونات الهيدروجين المتحررة والتي تساوي كذلك عدد الملي مكافئات الكلي للكاتيونات الموجودة في المحلول من العلاقة :

عدد الملي مكافئات من الكاتيونات = حجم المحلول الكلي (مل) × عيارية الحمض = $250 \times N$.

(٢،٤) الكروماتوجرافية

Chromatography

تمهيد نظري

هي طريقة طبيعية للفصل والتعرف وصفيًا وكمياً على مكونات مخلوط وهنالك خاصية واحدة تتفق فيها كل أنواع الكروماتوجرافية وهي أن

عملية الفصل تعتمد على نوع المواد المراد فصلها بين وسطين أحدهما ثابت والآخر متحرك.

إن أول من استخدم طرق الفصل الكروماتوغرافي هو العالم النباتي الروسي (Tswett) حيث استطاع أن يفصل مادة الكلوروفيل ومواد أخرى من عصارة النبات باستخدام عمود كروماتوغرافي معبأ بكاربونات الكالسيوم .

نجد أن الكروماتوغرافية يماثل التقطير التجزيئي الذي يعتمد على التحرك النسبي لطورين ولكن في الكروماتوغرافية نجد إن أحد الطورين يكون ثابتاً ويسمى الطور الساكن Stationary Phase ، والآخر يكون متحركاً ويعرف بالطور المتحرك mobile phase .

يمكن تصنيف طرق الكروماتوغرافية على حسب الوسطين المستخدمین للفصل وكذلك يمكن تصنيفهما حسب التقنية المستخدمة.

١- حسب التقنية

يمكن تصنيف الكروماتوغرافيا إلى تقنيات مختلفة منها :

- ١- كروماتوغرافية الورق. Paper Chromatography .
- ٢- كروماتوغرافية الطبقة الرقيقة Thin layer Chromatography .
- ٣- كروماتوغرافية العمود Column Chromatography ومنها :
 - أ) كروماتوغرافية السائل ذو الكفاءة العالية (L.C or H.P.L.C) .
 - ب) كروماتوغرافية الغاز G.C .
 - ج) كروماتوغرافية الأيونات I.C .

٢- حسب الوسطين (أنظر الجدول رقم ٢,٢)

الجدول رقم (٢,٢). تصنيف الكروماتوغرافية حسب الوسطين.

الرمز	نوع الكروماتوغرافي	الوسط الثابت	الوسط المتحرك
LSC TLC	كروماتوغرافية الامتزاز Adsorption chromatography كروماتوغرافية الطبقة الرقيقة Thin layer chromatography كروماتوغرافية التبادل الأيوني Ion exchange chromatography	صلب	سائل
LLC	كروماتوغرافية التوزيع Partition chromatography كروماتوغرافية الورق Paper chromatography كروماتوغرافية الهلام Gel chromatography	سائل	سائل
GSC GLC	كروماتوغرافية الغازات Gas chromatography	سائل صلب	غاز غاز

(٢,٤,١) كروماتوغرافية الورق Paper Chromatography

تمهيد نظري

تعتبر هذه الطريقة حالة خاصة (كروماتوغرافية الورق) من طرق الفصل الكروماتوغرافي (سائل - سائل) حيث إن الطور الساكن هو الطبقة الرقيقة من الماء الممتز على سطح ورقة السيليلوز بينما تعمل الورقة كدعامة صلبة (ساند للطور الساكن في الماء) أما الطور المتحرك فيكون عادة خليط من مذيبات عضوية. توضع العينة على هيئة بقعة من المحلول عند أحد أركان الورقة وبعد جفاف الورقة يسمح لحافة الورقة بملامسة مذيب عضوي (كطور متحرك) فينتشر المذيب بالخاصية الشعرية ويمر على العينة ويحمل مكوناتها في طريقه بسرعات متفاوتة تبعاً لنسب توزيعها.

تنقسم كروماتوغرافية الورق حسب وضع العينة إلى :

(أ) الفصل الكروماتوغرافي الصاعد Ascending Chromatography

- ١- وضع المذيب في قاع الخزان Jar لارتفاع عدة سنتيمترات.
- ٢- توضع نقاط على أحد جوانب ورق الكروماتوغرافي على بعد 2cm تقريباً ويسمى خط البداية origin.
- ٣- تحول ورقة الترشيح إلى شكل أسطوانة وتوضع عمودياً في قاع الخوض بحيث يكون خط البداية على مسافة قريبة فوق مستوى المذيب.
- ٤- يرتفع المذيب بالخاصية الشعرية ماراً فوق النقط ويحدث الفصل الكروماتوغرافي.
- ٥- يجفف الورق ويحدد مكان البقع Located بتفاعلها بكواشف مناسبة إذا كانت غير ملونة.

(ب) الفصل الكروماتوغرافي النازل Descending Chromatography

- ١- يوضع على Trough الخوض ويعلق الورقة على جانب واحد من الطرف القريب من خط البداية.
- ٢- ثبت الورقة بقضيب زجاجي Anchor - rod. وتمرر الورقة على قضيب زجاجي على حافة Trough ؛ لمنع استرجاع siphoning المذيب.
- ٣- يسري المذيب إلى أسفل بالخاصية الشعرية والجاذبية معاً، ومن خلال سريانه يمر فوق خط البداية الذي يقع أسفل Anti - siphon - rod ويعمل على المكونات المتخلفة.

يجب ملاحظة أن درجة حرارة الطور المتحرك وكميته يجب أن تكون ثابتة وهذا يمكن الوصول إليه بتغطية خزان الطور المتحرك.

تستخدم كروماتوغرافية الورق للتحليل النوعي وذلك بمقارنة قيم التثبيت (R_f) للمواد القياسية مع المجهول علماً بأن:

$$R_f = \frac{\text{المسافة التي قطعتها المادة بالسم}}{\text{المسافة التي قطعها المذيب}}$$

(١, ١, ٤, ٢) فصل الهاليدات عن بعضها باستخدام كروماتوغرافية الورق

تمهيد نظري

يمكن فصل مخلوط من اليوديد والبروميدي والكلوريد بطريقة كروماتوغرافية الورقة.

الأدوات المستخدمة

- ١- ورق ترشيح 25cm × 25cm .
- ٢- مشكل بلاستيك Tengned Clips .
- ٣- رذاذ sprayer .
- ٤- سلك بلاتين .
- ٥- حوض (حجرة Jar) الزجاج ذو غطاء محكم 40 × 44 × 60 cm .

المواد الكيميائية

- ١- يوديد الصوديوم .
- ٢- بروميد صوديوم .
- ٣- كلوريد صوديوم .
- ٤- طور متحرك من البريدين والماء 10: 90 ,
- ٥- محلول فضة 0.1 ml/l .

خطوات العمل

- ١- ضع بالماصة المدرجة $50\mu\text{m}$ من مزيج الهاليدات على الورقة الكروماتوغرافية.
 - ٢- ضع الورقة الكروماتوغرافية في كأس سعة 1L على المكون البيردين والماء 9:1 بحيث يكون سطح المذيب قريبا من البقعة وغير ملامس.
 - ٣- غط الكأس واتركه مدة من الزمن حتى يرتفع الطور المتحرك وتكون مقدمة المذيب على بعد 2 cm طرف الورقة العلوي.
 - ٤- أخرج الورقة ورشها بمحلول 0.1 ml/l الفضة حيث تكون بقع لونها أخضر ورمادي مصفر ورمادي.
 - ٥- احسب معامل التثييط (R_f) لكل لون.
- (٢, ١, ٤, ٢) اختبار المذيب المناسب لفصل الخبر التجاري بكروماتوغرافية الورق.

الأدوات المستخدمة

- ١- ورق ترشيح 25×25 cm.
- ٢- مشبك بلاستيك Tongued Clips.
- ٣- رشاش Atomizer.
- ٤- سلك بلاتين.
- ٥- حجرة فصل من الزجاج محكم الغطاء $40 \times 44 \times 60$ cm

المواد الكيميائية

- ١- أحبار تجارية - أحمر - أسود - أزرق - أخضر.
- ٢- مذيبات.

مذيب A

n-butanol 60%	ethanol 20%	Ammonia 60%
------------------	----------------	----------------

مذيب B

n-butanol 60%	glacial Acetic Acid 20%	Water 60%
------------------	----------------------------	--------------

خطوات التجربة

- ١- ضع حوالي 100 ml من المذيب (A) في حوض التحليل وفي حوض آخر ضع نفس الكمية من المذيب (B).

$$\text{مجموع النسب المئوية} = 100 \times \frac{\text{النسبة المئوية للمذيب}}{\text{مجموع النسب المئوية}} = \dots \text{ مل}$$

- ٢- حدد بقلم الرصاص خط البداية على بعد 2 cm من الحافة السفلية للورقة.
 ٣- قسم البداية إلى مسافات متساوية ، وضع (٤) نقاط بقلم الرصاص.
 ٤- اكتب تحت كل نقطة الحرف الأول من لون الحبر.
 ٥- ضع 0.3 ml على خط البداية من كل نوع من الحبر واتركها تجف.
 ٦- ضع الورقة رأسياً في حوض التحليل ولا حظ عدم وصول المذيب إلى خط البداية.

- ٧- ضع غطاء الحوض واتركه فترة زمنية مناسبة.

- ٨- كرر نفس الخطوات مع المذيب B.

النتائج

- ١- قارن فصل الأحبار باستخدام مذيب A ، B واستنتج أي المذيبين أفضل لفصل الحبر التجاري.

٢- بعد التوصل لأي المذيين أفضل أوجد معامل الإعاقة (R_f) لكل لون من ألوان الحبر الواحد ولمكونات الخليط.

(٣, ١, ٤, ٢) فصل النيكل والنحاس والكوبالت والخاصين عن طريق كروماتوغرافية

الورق

تمهيد نظري

هنالك العديد من الأملاح غير العضوية التي تظهر ذوبانية كافية في المذيبات العضوية بحيث تتحرك هذه الأيونات معها على الورقة الكروماتوغرافية ويتحقق بذلك فصل الأيونات عن بعضها البعض نتيجة توزيعها خلال الوسطين . وتوضع المحاليل المائية للأملاح الأيونات الموجبة المراد فصلها على الورقة الكروماتوغرافية . وتكون الأملاح على هيئة كلوريدات أو نترات أو خلات

المواد المطلوبة

١- محاليل معلومة التركيز من أيونات النيكل ، النحاس ، الكوبالت والخاصين في حدود 1000 ppm .

٢- المذيب المطلوب (كطور متحرك) بنسبة حجميه 10 ml .

6M HCl : خلات الايثيل : اسيتون

2 : 9 : 9

خطوات العمل

١- ضع حوالي 100 ml من المذيب في قاع حوض التحليل وضع الغطاء على الحوض.

٢- قسم ورقة الترشيح إلى مسافات متساوية وحدد خط البداية على بعد 2 cm بقلم الرصاص.

٣- ضع نقاط من محاليل الأيونات واكتب تحت كل نقطة اسم العينة واتركها تجف.

٤- ثبت الورقة بحامل خاص ثم ضعها في حوض التحليل ويشترط ألا يصل المذيب إلى خط البداية.

٥- ضع الغطاء على حوض التحليل واتركه مدة من الزمن.

٦- عندما يقترب المذيب من قمة الورقة نحدد خط النهاية ويعرف بالخط الذي ينتهي عنده المذيب النقي (Slovent Front).

٧- دع المذيب يتبخر ثم عرض ورقة الكروماتوغرافية لأبخرة الأمونيا لمعادلة الحمض.

٨- رش ورقة الكروماتوغرافية بمحلول (0.6%) حمض ريبونيك في إيثانول سوف يظهر النيكل بلون أرجواني ، الكوبالت بلون أصفر برتقالي والنحاس بلون أخضر أما الخارصين فيستخدم محلول دايبازون في الكلورفورم ليعطي لوناً أحمر وردياً. (يجب رش الورقة من الاتجاهين).

النتائج

١- قس المسافة التي قطعتها كل مادة بالسم ، وكذلك مكونات الخليط والمسافة التي قطعها المذيب.

٢- من القيم في الخطوة (١) حدد معامل الشيبط R_f لكل مادة ومكونات الخليط.

(٤, ١, ٤, ٢) فصل أيونات الحديد الثلاثي عن أيونات الألومنيوم بواسطة كروماتوغرافية الورق

تمهيد نظري

نتناول هذه التجربة فصل أيونات الحديد الثلاثي عن أيونات الألومنيوم باستخدام مذيب عضوي لتحريك أيونات الحديد الثلاثي والألومنيوم بصورة انتقائية

تحضير المخاليل

- ١- حضر محلول يحتوي على ١% كل من كلوريد الحديد الثلاثي وكلوريد الألومنيوم وأضف إلى المحلول حجما مساويا من حمض الهيدروكلوريك المركز .
- ٢- حضر كطور متحرك مزيجا من 75 ml من حمض الخليك الثلجي و 25 ml من الكحول الميثيلي.
- ٣- حضر محلول الأليزارين alizarin في الكحول الإيثيلي 1% .

خطوات العمل

- ١- اقطع ورقة كروماتوغرافية وارسم مستقيما يبعد حوالي 2cm من الحافة السفلية للورقة مستخدما قلم رصاص . استخدم ماصة دقيقة لوضع المحلول على هيئة بقعة على الخط المستقيم واتركها حتى تجف.
- ٢- انقل 50 ml من المذيب (الطور المتحرك) إلى كأس سعة لتر ثم اترك الورقة عمودية بحيث يكون المذيب أسفل البقع ثم غط الكأس بزجاجة ساعة واترك المذيب يرتفع إلى أعلى حتى يصبح على بعد 2 cm من الحافة العليا وبعد ذلك أخرج الورقة وحدد النهاية العليا بقلم الرصاص .
- ٣- اترك الورقة حتى تجف ثم رشها بالمظهر (الأليزارين) فتكون البقع المميزة بألوانها التي يمكن تعميق ظهورها بتعليق الورقة في وعاء مشبع بالأمونيا ومن ثم وضعها في فرن . ستظهر بقعة الحديد الثلاثي باللون الأزرق البنفسجي والألومنيوم باللون الأحمر
- ٤- احسب معامل التثبيت R_f لكل بقعة .
- ٥- أعد نفس الخطوات للعينة المجهولة التي قد تحتوي على الحديد أو الألومنيوم أو كلاهما ولاحظ البقع بعد التطهير واحسب R_f لكل بقعة واستنتج المكون الموجود في العينة.

(٢, ٤, ٢) كروماتوغرافية الطبقة الرقيقة

تمهيد نظري

من أكثر الطرق الكروماتوغرافية انتشاراً وتعددأ في استخدامها وخاصة في عمليات الفصل السريع ويرجع ذلك للآتي .

١- الطريقة بسيطة ولا تحتاج إلى أجهزة معقدة .

٢- جودة الفصل .

٣- ذات فصل انتقائي Selective باستخدام كواشف خاصة.

ويتم الفصل في هذه الطريقة عن طريق الادمصاص أو التوزيع أو الاستبدال الأيوني إلا أن أكثر هذه الطرق هي الادمصاص .

تشبه هذه الطريقة كروماتوغرافيا الورقة إلا أن الفرق هو أن الطور الساكن صلب وهو عبارة عن طبقة رقيقة من مادة امتزاز مطلية مع الزجاج أو الألومنيوم. وتظهير البقع هو نفسه مثل الورقة إلا أن هذه الطريقة تتميز بالسرعة والحساسية العالية.

إذاً لماذا نلجأ إلى هذه الطريقة (TLC) بالرغم من نجاح (الورقة) (PC) والجواب بسيط على هذا وهو وجود مركبات متشابهة مثل الأحماض الدهنية لا تنفصل عن بعضها بسهولة بواسطة كروماتوغرافي الورقة لذلك نلجأ إلى TLC.

خطوات الفصل بكروماتوغرافية الطبقة الرقيقة

١- تجهيز ألواح الطبقة الرقيقة.

٢- اختيار الوسط المتحرك المناسب.

٣- وضع العينة على الطبقة.

٤- تظهير البقع المفصولة والتعرف على مكوناتها.

سوف نتناول أهم خطوة وهي تجهيز ألواح الطبقة الرقيقة من السيليكاجل :
 ١- تطحن السيليكاجل من ميكانيكا pulverization وتصنف على حسب حجم الحبيبات Grading.

٢- عمل مستحلب مائي للمادة المطحونة وتفرد على ألواح من الزجاج.

طريقة عمل ألواح الطبقة الرقيقة (الأشكال من ١, ٢, ٤ إلى ٢, ٤)

أ) الألواح الكبيرة

١- خذ لوح من الزجاج طول ضلعه (20x20cm) وثبته بشريط لاصق على سطح مستوي .

٢- زن 6g من السيليكاجل وضعها في دورق مخروطي له غطاء .

٣- ضع ضعف الوزن ماء وأغلق الدورق ورجه جيدا لمدة نصف دقيقة .

٤- صب المخلوط (العجينة) في المنتصف وبواسطة قضيب زجاجي افرد العجينة بسرعة واتركها لمدة نصف ساعة وضعها في فرن درجة حرارته 60°C لمدة ساعة وذلك لتنشيطه.

ب) الألواح الصغيرة

١- ضع في وعاء 66 ml من الكلوروفورم و33 ml من الميثانول وأضف للمخلوط 40 g من السيليكاجل ثم رج المحتويات جيدا .

٢- خذ شريحتي ميكروسكوب معا وجها لوجه واغسهما في الخليط داخل الوعاء .

٣- أخرجهما عموديا وانتظر قليلا حتى نزول الخليط الزائد .

٤- بعد تبخر المذيب انفصل الشريحتين عن بعضهما ووتركهما حتى الجفاف ، عندئذ تكونان جاهزتين للاستعمال.

٥- تجفف الطبقة الدعامية.

ملحوظة: يمكن الحصول على أي الألواح الجاهزة من الشركات.

يتم التظهير بواسطة التقنية الصاعدة والتشخيص للعينات المفصولة إن لم تكن

ملونة بعدة طرق منها رش الطبقة بعد تجفيفها بكواشف معينة لتعيين البقع Locating reagent

وتستعمل هذه التقنية بكثرة في مجال تحديد النقاوة والتحليل النوعي لمكونات الخليط.



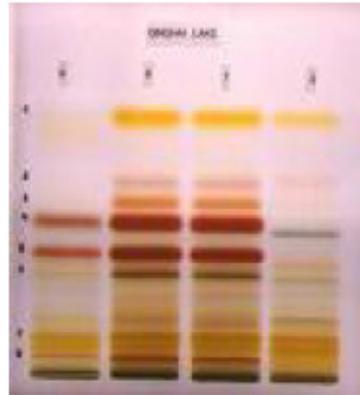
الشكل رقم (٢,١). طريقة وضع المادة على لوح الطبقة الرقيقة .



الشكل رقم (٢,٢). وضع لوح السطبة الرقيقة داخل الحجر الزجاجية .



الشكل رقم (٢,٣). اللوح بعد إتمام عملية الفصل .



الشكل رقم (٤, ٢). الألواح الكبيرة 20×20 cm.

(١, ٢, ٤, ٢) فصل أورثونيتروفينول عن بارانيتروفينول باستخدام كروماتوغرافية الطبقة الرقيقة

تمهيد نظري

لكروماتوغرافية الطبقة الرقيقة أهمية كبيرة في فصل الصور الإيزومرية للمركبات العضوية عن بعضها البعض وهذه التجربة تعتبر مثلاً جيداً لاستخدام هذه الطريقة :

المواد المطلوبة

- ١- أورثونيتروفينول وبارانيتروفينول (0.1%) .
- ٢- خليط من النيترو والبارافينول .
- ٣- مذيب مناسب (الكلوروفوم) أو كحول إثيلي 95 ml و 5 ml بنزين.

الأدوات المطلوبة

- ١- حوض تحليل.
- ٢- طبقة رقيقة.

٣- خزانة أبخره.

٤- أنابيب شعريه.

الطريقة

١- ضع كميته من الطور المتحرك (كلوروفورم أو كحول إثيلي) في حوض التحليل.

٢- حدد بقلم الرصاص خط البداية على بعد 2 cm من الحافة السفلية للطبقة الرقيقة.

٣- قسم خط البداية إلى مساحات متساوية وضع كميته قليلة جداً من المادة في الموقع المحدد على الطبقة الرقيقة واتركها تجف.

٤- ضع الطبقة الرقيقة على الحوض عمودياً بحيث لا يصل المذيب إلى خط البداية.

٥- ضع الغطاء على الحوض وبداخله الطبقة الرقيقة واتركه فترة من الزمن حتى وصول المذيب قرب الحافة العلوية.

٦- أخرج الطبقة من الحوض وحدد مكان وصول المذيب مباشرة قبل التبخر.

النتائج

١- احسب المسافة التي قطعتها كل مادة بالسنتيمتر وكذلك مكونات الخليط والمسافة التي قطعها المذيب (الطور المتحرك).

٢- حدد معدل التشييط (Rf) لكل مادة ومكونات الخليط.

٣- ارسم نتائج الفصل وأرفقها مع التقرير

ملحوظة

لتظهير الفينولات المفصولة رش اللوح بمحلول 1% هيدروكسيد بوتاسيوم الكحولي الذي يحتوي على 50% كحول إثيلي و50% ماء وبذلك يظهر

الأورثونيتروفيبول على هيئة خفيفة رملية اللون مائلة للاصفرار أما الميتا والبارنيتروفيبول يظهران باللون الأصفر.

(٢, ٤, ٢, ٢) فصل صبغة ورق النبات بواسطة الطور العاكس باستخدام كروماتوغرافية الطبقة الرقيقة

تمهيد نظري

تعتمد طريقة فصل مكونات النبات على اختلاف المادة الخضراء على السليكا جل كطبقة رقيقة وتشبه هذه الطريقة طريقة الفصل بواسطة العمود. ونجد أن سطح مادة السليلوز في الطبقة الرقيقة مادة قطبية ولكن هنا سنقوم بتحويل هذه الطبقة إلى طبقة غير قطبية باستخدام زيت البرافين ويتم الفصل على هذه الطبقة الغير قطبية non-polar باستخدام طور متحرك polar.

الأدوات المطلوبة

- ١- حوض التحليل.
- ٢- طبقة من السليلوز.
- ٣- خزانة أبخرة.
- ٤- جفنه طحن.

المواد المستخدمة

- ١- إيثريتولي.
- ٢- زيت برفين.
- ٣- طبقة من السليلوز.

٤- طور متحرك : ميثانول : أسيتون : ماء
30 ml : 10 ml : 0.3 ml

خطوات التجربة

- ١- ضع 2ml من زيت البرافين مع 20ml من إيثربترولي داخل حوض التحليل.
- ٢- ضع الطبقة الرقيقة داخل الحوض ودع الطور المتحرك (المذيب) يرتفع خلال الطبقة إلى حوالي 2ml قرب الحافة العلوية للطبقة (هذه الخطوة لتغيير قطبية الطور الساكن).
- ٣- خذ الطبقة من الحوض وجففها في خزانة الأبخرة.
- ٤- استخلص مكونات ورق النبات المجفف وذلك بطحنه في جفنة بعد إضافة 5 ml من الأسيتون وكمية قليلة من الرمل.
- ٥- رشح المحلول الناتج واحتفظ به لإجراء الفصل.
- ٦- باستخدام أنبوبة شعريه ضع كمية قليلة جداً من عصارة النبات في الموقع المحدد على الطبقة (على بعد 2ml من الحافة السفلية) ثم اتركها حتى تجف.
- ٧- انقل 20 ml من الطور المتحرك إلى داخل حوض الكروماتوغرافية.
- ٨- ضع الطبقة في حوض التحليل ويشترط ألا يصل المذيب إلى خط البداية.
- ٩- غط الحوض وبداخله الطبقة لفترة من الزمن تكفي لوصول الطور المتحرك إلى قرب الحافة العلوية للطبقة.
- ١٠- خذ الطبقة وجففها في خزانة الأبخرة.

النتائج

- ١- اكتب تقرير عن نتائج الفصل وارسم النتائج على ورقة مفصولة.
- ٢- تعرف على مكونات الفصل ومقارنتها بمعامل إعاقاة R_f كل من الكلوروفيل والترانثوفيل والكارمين.

(٢, ٤, ٢, ٣) فصل الأحماض الأمينية بواسطة كروماتوغرافية الطبقة الرقيق

المواد المطلوبة

١- طور متحرك يمكن استخدام أحد المخلوطين :

A - كحول بيوتيلي : حامض خليك ثلجي : الماء :

80% : 20% : 20%

B- كحول بروبيلي : الماء :

7 : 3نسبة حجميه

١- محلول كاشف ننهايدرین 0.3% Ninhydrin ويحضر في الكحول البيوتيلي

الذي يحتوي على 3% من حمض الخليك الثلجي .

٣- لوحة من النوع Eastman chromatogram sheet. 6060 or 6061 C 20cm

20× أو ماشابه لها .

خطوات العمل

١- يحتوي المخلوطين المجهول على 1mg من كل حمض من الأحماض الأمينية

الموجودة في 1 ml من محلول حمض الهيدروكلوريك الكحولي 0.5M

٢- ضع بواسطة أنبوبة شعرية بقعة في حدود 1μL.

٣- بعد وضع البقعة على اللوح اتركه فترة ربع ساعة لكي يتبخر حمض

الهيدروكلوريك تماما وبعد ذلك استخدم المخلوطين (أ) أو (ب) للفصل حتى تسير

مقدمة المذيب حوالي 15 cm فقد يستغرق ذلك 90 min

٤- جفف اللوح ثم رشه بمحلول الننهايدرین لإظهار البقع وسخن بهدوء لمدة

ربع ساعة حتى تظهر البقع بشكل أوضح.

٥- احسب قيم R_f للمحاليل القياسية والمحلول المجهول وتعرف على نوع

الأحماض الأمينية.

ملاحظات

١- استخدم حمض الهيدروكلوريك 0.5M نظرا لصعوبة ذوبان الأحماض الأمينية وقد يتطلب الأمر زيادة كمية الماء لإتمام عملية الذوبان لذلك قد يترك اللوح مدة أطول قبل غمسه في الطور المتحرك.

٢- يمكن استخدام الطريقة ثنائية الأبعاد لتحسين جودة الفصل

٣- لا بد من تشابه تركيز الحامض الأميني والمكونات الأخرى ؛ لأن قيم الـ R_f تعتمد عليها.

٤- عند استخدام النيهيدرين فإن اكتشاف الحمض الأميني يتراوح بين 0.01- 0.5 g تبعاً لنوع الحمض ويمكن توضيح وتثبيت لون البقع المرشوشة بالنيهيدرين وذلك برشها أيضاً بمحلول 1 ml من محلول نترات النحاس المائي المشبع مذاباً في 0.2 ml من 10% HNO_3 المذاب أيضاً في 100 ml من الكحول الإيثيلي 95% وبعد ذلك يعرض اللوح على أبنجرة الأمونيا حيث يتكون معقد النحاس الأحمر الذي يعتبر ثابتاً فقط في حالة عدم وجود حامض .

(٢, ٤, ٢, ٤) اختبار نقاوة حمض أستاييل سالسيليك

تهييد نظري

يوجد عدة طرق للتأكد من نقاوة المواد المحضرة في الكيمياء ولكن هنا سوف نستخدم تقنية الطبقة الرقيقة للتأكد من نقاوة حمض أستاييل سالسيليك المحضر في المختبر.

الأدوات المستخدمة

١- حمض أستاييل سالسيليك نقي.

٢- حمض سالسيليك نقي.

٣- حمض أستاييل سالسيلك محضر.

٤- طبقة من السليكا جل .

٥- كاشف تعيين البقع (0.5 g) من الحديد الثلاثي في خليط من 10 ml ماء + 20ml

إيثانول).

٦- طور متحرك بنسب حجميه :

أسيتون	:	سايكلو هكسان	:	ماء
8 drops		10 ml		10 ml

خطوات التجربة

١- حضر 2% من أستاييل سالسيلك نقي وحمض سالسيلك نقي وحمض أستاييل سالسيلك المحضر في المختبر في مذيب الإيثانول.

٢- قسم خط البداية إلى 4 مسافات متساوية على بعد 1cm من الحافة السفلية للطبقة الرقيقة وضع ثلاثة نقاط وضع تحتها (1cm) كل عينة وضع كمية قليلة من كل عينة بواسطة أنبوبة شعريه وجففها.

٣- ضع الطبقة في حوض التحليل المحتوي على 20 ml من الطور المتحرك.

٤- غط الحوض وبداخله الطبقة لفترة من الزمن تكفي لوصول الطور

المتحرك إلى حوالي 6 ml من الحافة العلوية للطبقة.

٥- خذ الطبقة وحدد مقدمة الطور المتحرك.

٦- جفف الطبقة الرقيقة ثم رشها بكاشف تعيين البقع.

٧- حدد البقع.

الحسابات

١- احسب المسافة التي قطعتها كل مادة بالاستمرار وكذلك التي قطعها الطور

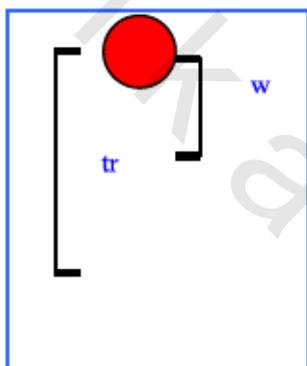
المتحرك.

- ٢- احسب قيم معامل التثبيط R_f لكل مكون ثم حدد نقاوة العينة وذلك بمقارنة R_f للحمض المحضر مع R_f لحمض أستاييل سالسليك النقي.
- ٣- أرسم النتائج السابقة في ورق منفصل.

ملحوظة

- ١- للتأكد من مدى كفاءة Efficiency الفصل باستخدام TLC نستعمل المعادلة

التالية :



$$n = 16 \left(\frac{tr}{w} \right)^2 \approx 1500 (TLC)$$

حيث المسافة التي تحركها المركب (سم) $tr =$

قطر البقعة (سم) $w =$

تكون الكفاءة عالية عندما تكون قيمة $n = 1500$

مثال :

إذا كانت مسافة تحرك الجلوكوز (5cm) على لوح سليكاجل وقطر البقعة هو 0.5 cm فما هي كفاءة الفصل.

$$\left(\frac{5}{0.5} \right)^2 = 1600$$

- ٢- لحساب كمية المذيب اللازم لاستخلاص مركب ما يستخدم العلاقة :

$$10(1-R_f)(w) = \dots \text{ml}$$

$w =$ قطر البقعة المراد إزالتها على اللون بالسم

$R_f =$ عامل الاعاقة للمركب المراد استخلاصه.

مثال :

إذا كان قطر الجزء المراد كشطه من لوح TLC هو 0.5 cm وأن قيمة R_f هي 0.4 ml أحسب كمية المذيب اللازمة لاستخلاص المركب.

الحل :

$$3 \text{ cm} = (1-0.4)10$$

(٢,٤,٣) الفصل باستعمال الأعمدة

تهييد نظري

يستخدم في هذه الطريقة عمود زجاجي يتراوح طوله بين 10 - 30 cm وقطره 1 cm أو أكثر، يوجد بطرفه الأسفل قرص مسامي أو صوف زجاجي glass wool . يملأ بمادة الامتزاز التي قد تكون من الالومينا أو السليكا جل ، يتراوح قطرها بين 74 - 140 μm ، وعادة ما تكون مجهزة بطريقة خاصة وتمتص نحو 70% من وزنها ماء دون أن يظهر عليها البلل. يسير الطور المتحرك عبر العمود بفعل الجاذبية أو بفعل ضغط منخفض ويعتمد معدل سريره على حجم حبيبات الطور الصلب وعلى قطر العمود ولزوجة الطور المتحرك وقطيبته وعلى الصمام الذي يوجد في نهاية العمود ويفضل أن يكون معدل السريان 1 ml/min . يجب أن تضاف العينة المطلوب تحليلها بحرص في صورة سائلة بعد إذابتها بسائل الامتزاز بالطور الساكن ولكن يفضل إذابة العينة في كحول بعد وزنها ثم إضافة نفس الوزن من الطور الساكن المستخدم في العمود وتبخير الكحول وأسحبها جيدا ثم تصب من أعلى العمود .تسمى عملية فصل المكونات إلى حلقات بعملية التنمية development وعملية استخلاص الحلقات من العمود بالغسل elution .

يمتاز التحليل الكروماتوغرافي بالأعمدة على طرق التحليل الأخرى بـ :

- ١- يفصل كميات كبيرة 0.5 g أو أكثر من المواد المراد فصلها.
- ٢- يمنع تأثير المواد الحساسة للضوء من photosensitive أو التي تتعرض للأكسدة.
- ٣- فصل بعض المركبات الغير طياره أو التي تتحلل جزئياً عند درجة الحرارة اللازمة لتطايرها .
- ٤- يتم الحصول على نتائج مطابقة على العكس من TLC، PC .

كروماتوغرافية العمود الكلاسيكي

تستخدم هذه الطريقة في مجال واسع في تحليل المركبات العضوية والحيوية حيث يكون الطور الساكن مادة صلبة مثل السليكا جل الذي نجد فيه أن مواقع الامتزاز النشطة هي ذرات الأكسجين الموجود في مجموعة السيلانول Si-OH والتي تسمح بتكوين روابط هيدروجينية مع المواد المراد فصلها، أما مادة الألومينا والتي تشبه مادة السليكا من حيث النشاط السطحي.

يعتمد معدل التحرك لأحد مكونات الخليط (المراد فصله) على مدى التثبيت بواسطة الامتزاز فوق سطح المادة الصلبة (الطور الساكن) لذا نجد المكون أو المادة الأقل امتزازا تتحرك بسرعة بالمقارنة مع المادة الأكثر امتزازا.



الشكل رقم (٢,٥). عمود الفصل الكلاسيكي.

طريقة ملء العمود بالطور الساكن تعتبر عملية ملء العمود من أهم العمليات في الفصل وعادة يسبب عدم اتباع الطريقة المناسبة للملء مشاكل كثيرة ينتج عنها عدم كفاءة الفصل. وهناك طريقتان لملء العمود بمسحوق الطور الساكن.

١- يملأ العمود بمسحوق المادة الصلبة مباشرة بطريقة الاهتزازات اليدوية والميكانيكية ويتبع ذلك السماح بمرور الطور المتحرك خلال العمود.

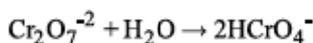
٢- يملأ العمود بعجينة مصنوعة من مسحوق المادة الصلبة على دفعات مع قليل من الطور المتحرك. ويسمح لجسيمات المادة الصلبة بأن ترسو قبل إضافة جزء آخر من العجينة إلى العمود.

٣- تستخدم قطعة من الصوف الزجاجي في قاع عمود الفصل كداعم لحمل جسيمات الطور الساكن ويمنعها من التشتت عند إضافة الطور المتحرك إلى العمود ، بعد الانتهاء من ملء العمود يجب ألا يجف العمود وأن يغطي الطور المتحرك الطور الساكن ؛ لأن تبخر المذيب من العمود يصاحبه دخول فقاعات هواء داخل طبقة العمود مما يستوجب إعادة ملئه مرة أخرى.

(١، ٣، ٤، ٢) فصل محلول برممنجات البوتاسيوم عن محلول داي كرومات البوتاسيوم عن طريق كروماتوجرافية العمود الكلاسيكي

تهييد نظري

يمكن فصل مخلوط من دايكرومات البوتاسيوم وبرممنجات البوتاسيوم على عمود فصل يحتوي على مادة الألومينا الحمضية باستخدام الماء المقطر كمذيب مخلص حيث إن ادمصاص دايكرومات على سطح الألومينا الحمضية أكبر من ادمصاص البرممنجات لذا نجد أن البرممنجات تخلص أولاً وتلاحظ أن هنالك حلقة صفراء من كرومات البوتاسيوم المصاحبة لدايكرومات البوتاسيوم الموجودة في حالة الاتزان معها حسب المعادلة :



المواد المطلوبة

- ١- حمض النيتريك 0.5M .
- ٢- حمض كبريتيك 0.1M .
- ٣- برمنجنات بوتاسيوم 0.2M .
- ٤- دايكرومات البوتاسيوم 0.016M .
- ٥- كبريتات حديد(II) قياسي 0.1 M .
- ٦- دليل ثنائي فينيل أمين .

ظروف التجربة

- ١- حمض النيتريك هو الطور المتحرك لإزاحة البرمنجنات.
- ٢- حمض الكبريتيك هو الطور المتحرك لإزاحة الدايكرومات.
- ٣- الألومينا هي الطور الساكن.
- ٤- حجم الخليط 10ml (أحجام متساوية).
- ٥- معدل سريان الطور المتحرك 2ml/min

خطوات العمل

- ١- املاً العمود بمادة الألومينا بارتفاع 15ml وذلك بوضع 40g منها في 0.5M حمض نيتريك على ألا يقل ارتفاع الطور المتحرك أعلى العمود عن 1 ml .
- ٢- أضف 10 ml من الخليط (البرمنجنات والدايكرومات) إلى قمة العمود وافتح الصنبور.
- ٣- اغسل العمود بحمض النيتريك كطور متحرك (حوالي 25 ml) واضبط سريان الطور المتحرك بمعدل 2ml/min.

٤- واصل استعمال حمض النيتريك كطور متحرك ، لاحظ بعد فترة زمنية تحرك البرمنجنات إلى أسفل العمود.

٥- استعمل حمض الكبريتيك 0.1M كطور متحرك لإزاحة دايكرومات البوتاسيوم واجمعها في ورق مخروطي آخر.

٦- عاير كل من البرمنجنات والدايكرومات (5 ml) باستخدام محلول قياسي من كبريتات الحديدوز).

٧- كرر الخطوة (٦) ثلاثة مرات.

النتائج

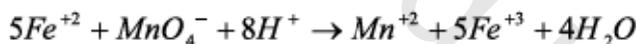
سجل حجم Fe^{II} لكل معايرة على حدة في الجدول المعد لذلك.

الحسابات

١- اكتب معادلة التفاعل لكل معايرة.

٢- احسب عدد المليمولات والمولارية لكل من البرمنجنات والدايكرومات

متبعاً الخطوات التالية :-



5 : 1

حساب عدد المليمولات

$$\text{No. of mmoles of } MnO_4 = \frac{1}{5}$$

$$\text{No. of mmoles of } Fe^{+2} = 5$$

$$\text{No. of mmoles of } MnO_4 = \frac{\text{No. of mmoles of } Fe}{5}$$

$$(\text{No. of mmoles} = \text{Molarity} \times \text{Volume (Cm}^3))$$

$$\text{No. of mmoles} = \frac{0.1 \times \text{volume (titrant)} \times 1}{5}$$

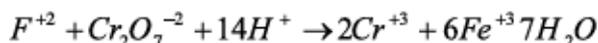
* حساب مولارية MnO_4^-

$$\text{Molarity of } MnO_4 = \frac{\text{No. of mmoles}}{\text{Volume in L}}$$

(Volume in L)

حجم $5\text{ml} = \text{MnO}_4^-$

٣- حساب تركيز دايكرومات البوتاسيوم.



اتبع نفس الخطوات السابقة لحساب عدد مليمولات ومولارية دايكرومات

البوتاسيوم علماً بأن نسبة التفاعل 1:6

(٢, ٤, ٣, ٢) فصل مجموعة الكلوريد عن مجموعة الكبريتات باستخدام

كروماتوغرافية العمود الكلاسيكي

المواد المطلوبة

١- محلول نترات فضة

٢- ألومينا (Al_2O_3).٣- محلول حمض كبريتيك ($0.5M$).٤- محلول حمض الهيدروكلوريك ($1M$).٥- محلول حمض نيتريك ($0.5M$).

٦- محلول كلوريد الباريوم.

الأدوات المطلوبة

١- عمود فصل.

٢- كأس زجاجي.

٣- مخبر مدرج.

خطوات العمل

١- ثبت عمود الفصل بعد غسله وتجفيفه بصورة صحيحة.

٢- املا العمود حتى (40cm) بالألومينا.

٣- اخلط (2ml) من حمض الكبريتيك (0.5M) مع (2ml) من حمض الهيدروكلوريك (1M) في كاس زجاجي .

١- أضف المخلووط إلى قمة العمود وسجل زمن الإضافة .

٢- استخدم حمض النيتريك المخفف (0.5M) لإزاحة أيون الكلوريد وذلك بإضافته من أعلى العمود واكشف في نفس الوقت عن أيون الكبريتات عن طريق إضافة محلول كلوريد الباريوم و لاحظ عدم تكون راسب ابيض من كبريتات الباريوم.

٣- تابع الكشف عن أيون الكلوريد عن طريق نترات الفضة .

٤- استمر في إضافة حمض النيتريك وذلك لإزاحة أيون الكبريتات وتأكد من ذلك عن طريق إضافة كلوريد الباريوم .

ملحوظة

نفس الطور المتحرك لإزاحة الكلوريد يستخدم لإزاحة أيون الكبريتات ؛ وذلك لأن ادمصاص أيون الكبريتات أكبر من أيون الكلوريد لذلك أيون الكبريتات يخرج ثانيا ويستهلك كمية كبيرة من الطور المتحرك (حمض النيتريك) .