

تقدير الفوسفور بطريقة أزرق

الموليبدنيم اللونية

Determination of Phosphorus by the Molybdenum Blue Colorimetric Method

مقدمة

يمكن تقدير الفوسفور بشكل أورثوفوسفات بالتفاعل مع ملبيدات الأمونيوم، وإرجاع المعقد الناتج بكلوريد القصدير (II) ليشكل معقداً أزرق يسمى أزرق الموليبدنيم، وقياس امتصاصه بطول الموجة ٧١٠ نانومتر بالمطياف الضوئي.

الهدف: تقدير الفوسفور بطريقة أزرق الموليبدنيم اللونية.

الأجهزة

- دوارق حجمية ١٠٠ مل.
- مطياف ضوئي بالموجة ٧١٠ نانومتر.
- ماصات.

الكواشف

- أمونيا ١ : ٤.
- ٤٪ مولبيدات الأمونيوم في حمض الكبريتيك.
- ٢٪ كلور.
- كاشف فينول فثالين.

طريقة العمل

أ) محاليل الفوسفات القياسية: أضف إلى سلسلة من الدوارق الحجمية ١٠٠ مل، ٠،٠، ٠،٢٥، ٠،٥، ٠،٧٥، ١،٠، ٢،٠ مل محلول فوسفات معياري يحوي ٠،١ ملجم P في مل. أضف لكل دورق نقطة فينول فثالين، وعدل بالأمونيا ١ : ٤، وأضف الماء المقطر إلى حجم نحو ٨٥ مل. أضف ٤ مل من كاشف مولبيدات الأمونيوم وحرك جيداً. أضف ٠،٧ كلور وحرك، وأكمل إلى الحجم، ودع الدوارق جانباً داخل غرف الغازات لمدة ٢٠ دقيقة حتى يتطور اللون الأزرق ويصل إلى ذروته. قدر الامتصاص لكل محلول عند طول موجة ٧١٠ نانومتر في المطياف الضوئي.

ب) تحليل محلول عينة الغذاء: حضّر محلول رماد الغذاء، كما ذكر في تقدير المعادن باستخدام جهاز الامتصاص الذري. خذ بالماصة ٥ مل منه إلى دورق حجمي ١٠٠ مل، وأكمل الحجم بالماء المقطر وامزج جيداً، خذ بالماصة ١٠ مل من المحلول الأخير إلى دورق حجمي آخر ١٠٠ مل وتابع كما ورد في المحاليل المعيارية، أي أضف الفينول فثالين والأمونيا .. إلخ. قدر امتصاص هذا المحلول كما ورد سابقاً. (إذا كان لون المحلول المقاس أكبر من أعلى محلول معياري أعد العملية مستعملاً حجماً أصغر من ١٠ مل، وإذا كان أقل من أصغر محلول معياري استعمل حجماً أكبر من ١٠ مل).

الحسابات

حضر جدولاً كما في الجدول التالي وارسم منحنى التعبير الذي يربط بين الامتصاص وتركيز P ملجم لكل ١٠٠ مل، وأحسب تركيز الفوسفور في الغذاء من المعادلة:

$$\text{محتوى P في عينة الغذاء \%} = \frac{100 \times A}{W \times V}$$

حيث:

A = تركيز الفوسفور في محلول الرماد المخفف، ملجم في ١٠٠ مل ويؤخذ من منحنى التعبير.

W = وزن عينة الغذاء المرمدة بالجرام.

V = حجم محلول الرماد المخفف إلى ١٠٠ مل.

جدول تراكيز الفوسفور لإنشاء منحنى التعبير بطريقة أزرق الموليبدنم

الامتصاص	ملجم P في ١٠٠ مل	ماء محلول فوسفات معياري في ١٠٠ مل
	٠,٢٥	٠,٢٥
	٠,٥٥	٠,٥٥
	١,٠٠	١,٠
	٠,٢٠٠	٢,٠

تقدير الكالسيوم في الأغذية

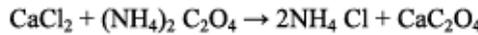
بالمعايرة بالبرمنجنات

Determination of Calcium in Foods by Permanganate Titration

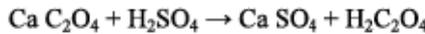
مقدمة

يترسب الكالسيوم بشكل أوكسالات عند pH نحو ٤ (حيث تزال كمية الفوسفات الموجودة بحمض الخليك) بعدها تذاب الأوكسالات بحمض الكبريتيك (ويتحرر حمض الأوكساليك) الذي يعاير بمحلول معياري من البرمنجنات.

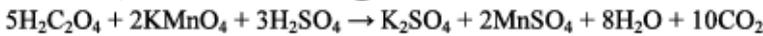
يترسب الكالسيوم بمحلول أوكسالات الأمونيوم:



ويتحرر حمض الأوكساليك بتأثير حمض الكبريتيك على أوكسالات الكالسيوم:



ويعاير الحمض المتحرر (أوكساليك) مع برمنجنات البوتاسيوم:



الهدف: تقدير الكالسيوم في الأغذية بالمعايرة بالبرمنجنات.

الأدوات

- سحاحات.
- ماصات ٥٠ مل.

الكواشف

- محلول M 0.01 برمنجنات البوتاسيوم.
- محلول مخفف من هيدروكسيد الأمونيوم.
- حمض خليك مخفف.
- أوكسالات الأمونيوم الصلبة.
- حمض كبريتيك مخفف.

طريقة العمل

- ١- حضر محلول رماد الغذاء.
- ٢- خذ ٥٠ مل منه إلى كأس ٢٥٠ مل وعدل بهيدروكسيد الأمونيوم حتى تصبح ورقة عباد الشمس قلوية.
- ٣- حمض بعدها بحمض الخليك المخفف.
- ٤- سخن حتى الغليان.
- ٥- أضف زيادة من أوكسالات الأمونيوم (نحو ٠,٨ جرام).
- ٦- اغلي بشدة لمدة دقيقة ، وبلطف لمدة ٣٠ دقيقة.
- ٧- رشح عبر ورقة واطمان رقم ١ (أو ورقة ترشيع مشابهة) موضوعة في قمع.
- ٨- اغسل الراسب وهو في الكأس مرتين بالماء الساخن.
- ٩- أخيراً أنقل الراسب إلى ورقة الترشيح ، واغسله عدة مرات بكميات صغيرة من الماء المقطر.

- ١٠- استمر في الغسيل حتى تصبح خالية من الأوكسالات. وهذا يعرف من وضع بضع نقاط من الغسالة، في كل مرة، في أنبوب اختبار، وإضافة محلول كلوريد الكالسيوم، حيث يتشكل راسب أبيض بوجود الأوكسالات. أهمل الرشح والغسيل.
- ١١- انقل ورقة الترشيح مع الراسب إلى الكأس المستخدم في الترسيب وأضف ٦٠ مل حمض كبريتيك مخفف ساخن.
- ١٢- حرك محتويات الكأس مع تكسير ورقة الترشيح.
- ١٣- سخن إلى الدرجة ٧٠°م وعاير بمحلول برمنجنات البوتاسيوم حتى الحصول على لون بنفسجي محمر دائم.
- الحسابات

احسب نسبة الكالسيوم في عينة الغذاء من المعادلة:

$$\frac{0.1 \times T}{W} = \text{كالسيوم الغذاء \%}$$

حيث:

T = حجم برمنجنات البوتاسيوم 0.01M

W = وزن عينة الغذاء المرمد.

تقدير الملم في المحاليل الملحية (معايرة مور)

Determination of the Salt Content of Brine (Mohr Titration)

مقدمة

تتفاعل نترات الفضة مع كلوريد الصوديوم وتعطي راسب غير ذائب من كلوريد الفضة



تتفاعل أيونات الفضة في نقطة النهاية مع كاشف كرومات البوتاسيوم لإعطاء راسب

بني محمر.

الهدف: تقدير الملم في المحاليل الملحية.

الأدوات

• سحاحات.

• ماصات.

• دوارق حجمية.

الكواشف

• محلول نترات الفضة 0.1 M.

• كاشف كرومات البوتاسيوم.

طريقة العمل

١- تخفيف المحلول الملحي: خفف ٥ مل من المحلول الملحي إلى ٢٥٠ مل مستعملاً دورق حجمي.

٢- المعايرة: انقل بالماصة ٢٥ مل من المحلول الملحي المخفف إلى دورق مخروطي ٢٥٠ مل، وأضف ٤ مل من كاشف كرومات البوتاسيوم، وعاير بمحلول نترات الفضة حتى الحصول على لون بني محمر دائم يستمر مع التحريك. أعد التجربة للتأكد من النتائج.

الحسابات

تحسب نسبة كلوريد الصوديوم في عينة المحلول الملحي الأصلية على الشكل

التالي:

$$\text{الملح في المحلول الملحي} \% (\text{وزن/حجم}) = 58.5 \times 0.1 \times 5/T$$

$$T = \text{متوسط حجم محلول نترات الفضة } 0.1M \text{ المستخدم للمعايرة (مل).}$$

تقدير الحديد بطريقة ثنائي بيريديل اللونية

Determination of Iron by the Bipyridyl Colorimetric Method

مقدمة

يقدر الحديد بالقياس اللوني باستعمال ٢,٢ - ثنائي بيريديل ، الذي يعطي معه لوناً أحمر.

الهدف: تقدير الحديد بطريقة ثنائي بيريديل اللونية.

الأجهزة:

- دوارق حجمية.
- دوارق مخروطية.
- مطياف ضوئي.

الكواشف

- كاشف ٢,٢ - ثنائي بيريديل في الماء ، ٠,١٪.
- محلول منظم الحموضة acetate buffer : أذب ١٦,٦ جرام من خلات الصوديوم الالامائية في الماء وأضف ٢٤مل حمض خليك مركز، وخفف إلى ٢٠٠ مل بالماء.

- محلول هيدروكينون hydroquinone solution : أذب ٢,٥ جرام هيدروكينون في الماء وأضف ٠,٥ مل حمض هيدروكلوريك مركز خفف إلى ١٠٠ مل بالماء.
- محلول حديد معياري : أذب ٣,٥١٢ جرام من $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4) 6\text{H}_2\text{O}$ في الماء ، وأضف نقطتين من $\text{HCl } 5\text{M}$ وخفف المزيج إلى ٥٠٠ مل من الماء (dd).

طريقة العمل

- ١- حضّر محلول الرماد، كما ذكر في تقدير المعادن باستخدام جهاز الامتصاص الذري. أعمل منحنى كالتالي : أضف إلى الدوارق المخروطية الصغيرة صفر، ٠,٥ ، ١ ، ٢ ، ٣ مل من محلول الحديد المعياري الذي يحوي ٠,٠١ ملجرام/مل حديد.

٢- خفف كل أنبوب إلى ١٠ مل بالضبط بالماء المقطر (dd).

- ٣- أضف ٣ مل محلول خلاات ، و ٢ مل محلول هيدروكينون و ٢ مل محلول ثنائي بيريديل.

- ٤- امزج الخليط وقدر الامتصاص لكل محلول عند طول موجي ٥٢٠ نانومتر باستعمال المطياف الضوئي. استعمل الضابطة (العينة التي تحتوي صفر مل حديد) لتصفير الجهاز.

- ٥- خذ بالماصة حجماً بين ١- ١٠ مل (اعتماداً على كمية الحديد في الغذاء) من محلول الرماد في الدورق المخروطي.

٦- خفف إلى ١٠ مل بالضبط بالماء المقطر (dd).

- ٧- أضف ٣ مل محلول خلاات و ٢ مل هيدروكينون و ٢ مل ثنائي بيريديل. امزج بالتقليب.

٨- قارن لون المحلول مع ألوان المحاليل المعيارية المعدة سابقاً لعمل منحنى قياسي ، وإذا كان لونه ضمن مجال الألوان استمر وقدر الامتصاص. أما إذا كان لونه أغمق فاستعمل كمية أصغر من محلول الرماد وأضف كمية ماء ليصل الحجم إلى ١٠ مل ، وأكمل كما ذكر سابقاً.

الحسابات

حضّر جدولاً كما في الجدول التالي وارسم المنحنى الذي يربط بين الامتصاص وتركيز الحديد (١٧/Fe mg مل) ، كما في المعادلة :

$$\frac{10 \times A}{V \times B} \text{ كمية الحديد في الغذاء } \%$$

حيث :

$A = 17$ = ملجم حديد لكل ١٧ مل من محلول الرماد المخفف ، وتؤخذ من

منحنى التعيير.

$V =$ مل حجم محلول الرماد المستخدم.

$B =$ وزن عينة الغذاء التي رُمّدت ، جم.

جدول. تراكيز الحديد المستخدمة لعمل المنحنى القياسي بطريقة ثنائي بيريديل اللونية.

الامتصاص	ملجم حديد في ١٧ مل	مل محلول حديد عياري في ١٧ مل
صفر	صفر	صفر
٠,٠٠٥	٠,٠٠٥	٠,٥
٠,٠١	٠,٠١	١
٠,٠٢	٠,٠٢	٢
٠,٠٣	٠,٠٣	٣

تقدير المعادن عن طريق الامتصاص الذري

والانبعاث الطيفي (التحليل باللهب)

Determinations of Minerals by Atomic Absorption and Emission Spectroscopy

مقدمة

يعتمد التحليل بواسطة الامتصاص الذري والانبعاث الطيفي على إثارة أو تنشيط Excitation ذرات العنصر المراد تقديره وقياس الطاقة الممتصة Absorbed أو المنبعثة Emitted. إن مقدرة إلكترونات الذرات المختلفة على امتصاص و/ أو بعث الطاقة بطول موجي معين specific wavelength لهو الأساس العملي في التقدير الكمي للمعادن بواسطة التحليل الطيفي الذري. وباختصار شديد فإن قياس الأشعة الممتصة أو المنبعثة يتم بعد تبخير أو تطاير العينة بواسطة التسخين باللهب، ويتبع هذا إما امتصاص الأشعة بطول موجي معين أو إثارة Excitation ذرات الحالة المستقرة Ground state atoms والذي يتبعها انبعاث الأشعة بطول موجي معين. وهذا الجهاز Atomic Absorption Spectrophotometer دقيق جداً وبالغ الحساسية حتى في وجود كميات قليلة جداً من المعادن.

الهدف: تقدير العناصر المعدنية عن طريق طيف الامتصاص الذري.

الأجهزة Apparatus: جهاز الامتصاص الذري Atomic Absorption Spectrophotometer.

المحاليل Regents

١- حمض النتريك HNO_3 المركز.

٢- حمض نترك بتركيز ٥٠٪.

٣- حمض الهيدروكلوريك HCl .

٤- حمض HCl بتركيز ٥٠٪.

٥- حمض HCl بعبارة ١ع.

٦- ماء ثلاثي التقطير $\text{DDD H}_2\text{O}$

خطوات العمل Procedure

١- غسل البواتق والدوارق الحجمية

أ) اغسل البواتق والدوارق المعيارية بواسطة حمض نترك بتركيز ٥٠٪ (50%)

HNO_3 .

ب) ثم الغسيل بواسطة حمض الهيدروكلوريك بتركيز ٥٠٪ (50% HCl).

ج) ثم شطفها بواسطة ماء مقطر ثلاثي (DDD H_2O).

د) الحصول على الرماد.

٢- الحصول على الرماد

أ) زن بدقة ٤-٦ جم غذاء في بوتقة سبق حرقها وتبريدها ووزنها.

ب) بخر عينات الغذاء السائلة أو عالية الرطوبة حتى الجفاف على حمام مائي

أو فرن بالدرجة ١٠٠°م.

ج) أضيف إلى عينات الدقيق الأرز المطحون والحبوب المطحونة بضع نقاط من الجليسرول وامزج.

د) سخّن بلطف مصباح بنزن حتى يتفحم الغذاء. انقل البوتقة إلى فرن الترميد بالدرجة ٥٥٥°م، ودعها حتى تحصل على رماد أبيض أو رمادي فاتح. رطب بقليل من الماء لإذابة الأملاح إذا كان الراسب من الرماد أسود اللون، ثم جفف في الفرن وأعد الترميد. برّد في المجفف.

٣- تحضير محلول الترميد

أضف إلى البوتقة التي تحوي الرماد نحو ٥ مل من حمض هيدروكلوريك المركز وأغل لمدة ٥ دقائق على سخان كهربائي في غرفة الغازات، وأضف زيادة من الحمض إذا لزم للمحافظة على الحجم. انقل إلى كأس، واغسل البوتقة بالماء المقطر فوق الكأس. عدّل الحجم إلى نحو ٤٠ مل وأغل لمدة ١٠ دقائق فوق مصباح بنزن. برّد ورشّح عبر صوف زجاجي إلى دورق حجمي ١٠٠ مل، واغسل الكأس بالماء المقطر فوق الدورق الحجمي، برّد وأكمل إلى الحجم واستعمل محلول الرماد هذا لتقدير العناصر المعدنية.

٤- تحضير المحاليل القياسية

حضر مجموعة من المحاليل الثياسية لكل عنصر مطلوب تعيينه وذلك بتخفيف المحلول القياسي الرئيس. ينبغي أن تكون تراكيز المحاليل العيارية ضمن المجال الخطي للجهاز المستعمل ومناسبة لمقدار العنصر في الغذاء. وعادة توجد العناصر المشار إليها في الغذاء ضمن مجال صفر - ٥ ملجم/لتر.

٥- التعبير وتحليل المحاليل

هبيّ جهاز الامتصاص الذري وفق تعليمات الشركة الصانعة واضعاً طول الموجة المناسب لقياس العنصر المراد تحليله.

صفر الجهاز مستعملاً محلول صفر ملجم / لتر. وبعدها قم بقياس كل محلول قياسي. بنفس الطريقة قم بقياس الامتصاص لمحلول الرماد. خفف المحلول الأخير إذا كان امتصاصه مرتفعاً وذلك بأخذ حجم معين وتخفيفه بالماء وإعادة القراءة.

الحسابات

حضر منحنى يربط بين الامتصاص والتركيز وذلك برسم أفضل مستقيم يمر بين النقاط واحسب من امتصاص محلول الرماد تركيز المعدن في عينة الغذاء وفق المعادلة:

$$\frac{M}{W \times V} = \text{المعدن في الغذاء} \%$$

حيث:

M = جزء بالمليون للمعدن في محلول الرماد المخفف ويؤخذ من منحنى التعيير.

W = وزن الغذاء المستعمل ، ٤ جرام.

V = حجم محلول الرماد المخفف إلى ١٠٠ مل.

$$\frac{10^4 \times M}{W \times V} = \text{المعدن مقدراً بجزء بالمليون في الغذاء}$$