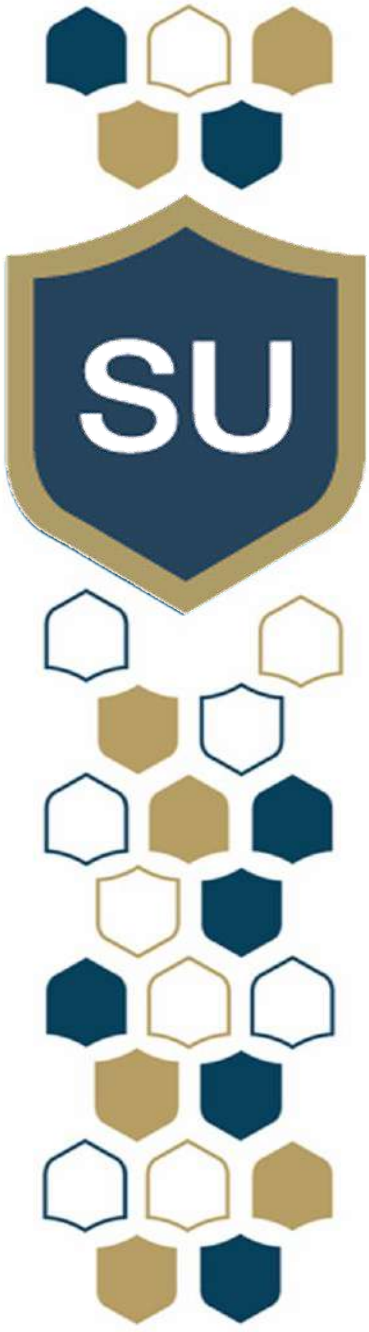
دار السعيد للطباعة والنشر
Al-Saeed Printing & Publishing House

جامعة السعيد
AL-SAEED UNIVERSITY



دليل التجارب المعملية في

الكيمياء التحليلية والفيزيائية

نيازي عبد المولى سلام العريقي
أحلام عبد الوهاب العلس
سامي النقيب

الطبعة الأولى
حقوق الطبع محفوظة لدى دار السعيد للطباعة والنشر
جامعة السعيد، تعز (2026)

دليل التجارب المعملية في الكيمياء التحليلية والفيزيائية

Laboratory Manual of Analytical & Physical Chemistry

نيازي عبد المولى سلام العريقي
أحلام عبد الوهاب العلس
سامي النقيب

الطبعة الأولى

حقوق الطبع محفوظة لدى دار السعيد للطباعة والنشر

جامعة السعيد،تعز (2026)

الفهـــــــرس

	رقم الصفحة
كلمة الؤلفين	1
قواعد وقوانين العمل في مختبر الكيمياء	2
إرشادات السلامة في مختبر الكيمياء	3
الإجراءات اللازم إتباعها في حالة الحرائق	4
طلـــــب إ قرار شخصي	5
الإستعدادات لتنفيذ الدروس العملية	6
تنفيذ التجارب العملية	
(1) التمهيد لإجراء التجربة	10
(2) قائمة الفحص في المختبر	11
إرشادات في كتابة التقارير العملية	14
التجارب العملية	
التجربة (1): تحضير و ضبط تركيز محاليل خام مائية لكواشف كيميائية مختلفة (مثل HCl و NaOH و $KMnO_4$ و EDTA ...إلخ).	16
التجربة (2): تعيين تركيز الكربونات بطريقة المعايرة في عينة لأحد محاليله او أملاحه.	30
التجربة (3): تعيين تركيز الكربونات و البيكربونات بطريقة المعايرة في عينة لأحد مخاليطهما.	39
التجربة (4): تعيين كمية كبريتات الحديدوز ($FeSO_4$) في عينة لأحد مستحضراته الصيدلانية (كبسولات او أقراص الفيوسبان®) بمعايرتها بمحلول قياسي من $KMnO_4$.	48
التجربة (5): تقدير عسر عينة من ماء الصنبور بطريقة معايرة تكوين المعقدات بواسطة أيثيلين ثنائي أمين رباعي خلات ثنائي الصوديوم (اديتا).	57
التجربة (6): دراسة العلاقة بين كمية المادة المذابة و نقطة التجمد: تعيين الكتلة المولية لمذاب ما بطريقة الانخفاض في نقطة انصهار الفانيلا.	65
التجربة (7): دراسة ذوبانية أزواج السوائل جزئية الامتزاج: مخطط الطور (علاقة التركيب – درجة الحرارة) لنظام الفينول– ماء.	75
التجربة (8): تقدير الضغط الإسموزي لمحلول و الكتلة المولية لمذاب ما مستخدما غشاء من السلوفان.	83
التجربة (9): التقدير الوزني لكمية الكلور في عينة من الملح الصخري ما بطريقة ترسيب كلوريد الفضة AgCl.	93
التجربة (10): تعيين التركيز الميسلي الحرج لأحدى المواد النشطة سطحيا في وسط مائي بطريقة التوصيل الكهربي.	102
التجربة (11): مقارنة كفاءة الفصل بالتقطير البسيط و التقطير التجزيئي و فصل خليط من سائلين ممتزجين.	111
التجربة (12): إختبار كفاءة الديلزة و فصل خليط من ثلاثة مكونات باحجام جزيئية مختلفة بواسطة أغشية الديلزة.	122
المـــــــــــراجع	125
الملحقـــــــــات	i

كلمة المؤلفين

الحمد لله رب العالمين، والصلاة والسلام على أشرف الأنبياء والمرسلين، وعلى آله وصحبه أجمعين.. وبعد:

يُسعدنا أن نضع بين يدي أبنائنا الطلبة والباحثين والمهتمين بالعلوم الكيميائية الطبعة الأولى من **"دليل التجارب المعملية في الكيمياء التحليلية والفيزيائية" (Laboratory Manual of Analytical & Physical Chemistry)**، والذي يأتي كإضافة علمية رصينة منبثقة من رحاب جامعة السعيد بتعز، ليكون رافداً أساسياً في مسيرة التعليم الأكاديمي والتدريب المعملي المتميز.

لقد استُهل هذا الدليل بتأصيل ثقافة السلامة والمسؤولية المهنية والأخلاقية في العمل المعملي؛ إذ أفردنا فصولاً متكاملة تستعرض قواعد وقوانين العمل في مختبر الكيمياء، وإرشادات السلامة الوقائية، وآليات التعامل مع الطوارئ كالحرائق، فضلاً عن تقديم نموذج الإقرار الشخصي، والخطوات التحضيرية المسبقة، وقوائم الفحص التي تضمن سلامة الباحث وتدعم جودة الأداء التجريبي. كما لم يغفل الدليل الجانب التوثيقي والبحثي، فخصصنا دليلاً إرشادياً متكاملاً يعين الطالب على صياغة التقارير العملية بطريقة أكاديمية منظمة تفصح عن نتائج تجاربه بدقة وموضوعية.

أما في الشق التطبيقي، فقد تم اختيار وتصميم اثنتي عشرة تجربة معملية بعناية فائقة لتغطي الركائز الأساسية للكيمياء التحليلية والفيزيائية وتطبيقاتهما الحديثة. وتتدرج هذه التجارب تباعاً لتسليح الطالب بالمهارات الآتية:

- **التأسيس وضبط الجودة المعملية:** عبر إتقان طرق تحضير وضبط تراكيز المحاليل المائية الخام للكواشف القياسية المختلفة (مثل: HCl، وNaOH، و$KMnO_4$، و EDTA).
- **التحليل الحجمي والوزني القياسي:** من خلال تجارب تعيين تراكيز الكربونات والبيكربونات في عينات ومخاليط مختلفة بطرق المعايرة، والتقدير الوزني للكلور في الملح الصخري بطريقة ترسيب كلوريد الفضة (AgCl).
- **الربط التطبيقي بالصناعة والبيئة:** عبر تقدير كفاءة وجودة المستحضرات الصيدلانية (كعيّنات كبسولات أو أقراص الفيوسبان®) بمعايرة كبريتات الحديدوز، وتقييم جودة المياه عبر تقدير عُسر ماء الصنبور بواسطة معايرات تكوين المعقدات.
- **دراسة الظواهر الفيزيائية والديناميكية الحرارية:** من خلال الغوص في الخواص المجمّعة للمحاليل لتعيين الكتلة المولية والانخفاض في نقطة التجمد، وقياس الضغط الإسموزي عبر الأغشية السلوفانية، بالإضافة إلى دراسة ذوبانية أزواج السوائل جزئية الامتزاج ورسم مخطط الطور لنظام (الفينول–ماء).
- **الظواهر السطحية وتقنيات الفصل الحديثة:** عبر تعيين التركيز الميسلي الحرج للمواد النشطة سطحياً بالتوصيل الكهربائي، ومقارنة كفاءة الفصل الكيميائي بالتقطير البسيط والتجزيئي، واختبار كفاءة الديلزة لفصل المكونات بناءً على الأحجام الجزيئية.

ختاماً، نتوجه بوافر الشكر والتقدير لجامعة السعيد بتعز، ولدار السعيد للطباعة والنشر على رعاية هذا العمل الأكاديمي وإخراجه في أبهى صورة. ونأمل من الله العلي القدير أن يجد فيه أبناؤنا الطلبة منبعاً ملهماً يفتح لهم آفاق البحث والابتكار، متطلعين دائماً بصدور رحبة إلى ملاحظات زملائنا الأكاديميين ومقترحاتهم البنّاءة التي تسهم في تطوير هذا العمل وتحديثه في طبعاته القادمة.

والله ولي التوفيق والسداد،،

المؤلفون:

نيازي عبد المولى سلام العريقي
أستاذ كيمياء وعلم المواد، قسم الكيمياء، جامعة تعز
أحلام عبد الوهاب العلس
أستاذ الكيمياء الفيزيائية، قسم الكيمياء، جامعة تعز
سامي النقيب
باحث كيميائي وخبير في إدارة المختبرات التعليمية، جامعة السعيد

تعز، 2026م

❖ قواعد وقوانين العمل في مختبر الكيمياء

Chemical Laboratory Rules and Regulations

(1) يجب على جميع الطلبة الحضور الى المختبر قبل الموعد المحدد بعشر دقائق وقد يمنع أي طالب يتأخر عن موعد الدرس من دخول المختبر .

(2) يمنع العمل في المختبر في غير الأوقات المحددة للدروس العملية، إلا بتصريح من عضو هيئة التدريس المشرف على المختبر و بمبررات مقنعة.

(3) يمنع التدخين بتاتاً في المختبر وحتى في الاماكن القريبة منه .

(4) المختبر الكيميائي ليس مسرحا للعب او المزاح ، لذا يمنع اجراء أي خطوات او تنفيذ أي تجارب قد تكون خطرة لم يتم ذكرها في هذا الدليل . كما يمنع منعاً باتاً المزاح داخل المختبر و الذي قد يهدد بأمن و سلامة المختبر و من فيه. و كل من وجد يرتكب هذه الأخطاء سوف يحرم من دخول المختبر و سيعتبر راسب في المقرر العملي .

(5) يجب على جميع الطلبة إرتداء معطف المختبر ابيض اللون ، و لن يسمح لأي طالب من حضور الدرس العملي ما لم يكن مرتدي المعطف .

(6) يمنع منعاً باتاً اخراج او ادخال مواد كيميائية و اجهزة من و الى المختبر وأي طالب يضبط بحوزته مادة كيميائية او جهاز سوف يفصل من الجامعة و يعرض نفسه للمسألة القانونية .

(7) يرجى عدم اصطحاب أي اشخاص او اصدقاء الى المختبر ليس له صلة بالدرس العملي و ان وجد أي طالب يفعل ذلك سوف يمنع من دخول المختبر و يعتبر غائب بدون عذر .

❖ إرشادات السلامة في مختبر الكيمياء

Occupational Safety Guidelines of Chemical Laboratory

(1) اقرأ المعلومات المكتوبة على العبوة جيدا.

(2) تأكد أنك تتعامل مع المادة المطلوبة.

(3) تأكد من تحذيرات وتصنيف السلامة المكتوب على العبوة.

(4) عدم وجود تحذيرات مكتوبة على العبوة لا يعني أنها ليست خطيرة.

(5) استعمل أدوات السلامة المناسبة (قفازات، نظارات،...الخ) للتعامل كل مادة.

(6) افتح العبوة بحذر.

(7) افتح العبوة في مكان جيد التهوية (في خزانة شفط الغازات).

(8) أنقل الكمية التي تريدها من العبوة بحذر، وبحيث يكون استنشاقها اقل مايمكن (كأن تكون في خزانة شفط الغازات، وباستخدام الكمامات).

(9) انقل الكمية التي تريدها من العبوة ، بحيث تضمن عدم إتصالها مع الجلد (أي باستخدام القفازات).

(10) انقل الكمية التي تريدها من العبوة بحيث تضمن عدم وصل أي شيء منها الى العين (البس النظارات).

(11) تجنب استعمال أو لمس الأدوات الملوثة بالكيماويات.

(12) يجب أن لا تستخدم القفازات الملوثة أثناء استعمال الأدوات المكتبية و لرد على الهاتف او ما شابه ذلك.

(13) استعمل قفازات نظيفة دائما

(14) اقفل العبوة جيداً بعد الانتهاء من استعمالها.

(15) لا تأكل او تشرب داخل المختبر.

(16) اغسل يديك دائماً بعد الإنتهاء من تنفيذ الانشطة العملية .

(17) أبق المساحات التي تعمل فيها أو عليها نظيفة ومرتبة دائما.

(18) استعمل أدوات نظيفة وغير ملوثة.

(19) في حالة انسكاب المادة استعمل الطريقة الصحيحة للتعامل معها.

(20) إذا تعرضت للمادة الخطرة استعمل الإسعافات الأولية المناسبة.

(21) لا تتخلص من بقايا التفاعلات الكيميائية الخطرة في أحواض التصريف العادية و انما في عبوات خاصة خارجية للتخلص منها بالطريقة المناسبة ، بحسب الإرشادات الموضحة على العبوة.

(22) ثبت اسطوانة الغاز بالطريقة الصحيحة ان وجدت .

(23) يفضل تصنيف الكيماويات التي لديك في قائمة حسب خطورتها وعلاج التعرض لها.

❖ الإجراءات اللازم إتباعها في حالة الحرائق

Precautional Orders in Event of Fire

(1) يجب على جميع الطلبة إيقاف التجارب مباشرة .

(2) قدر الامكان حاول فصل الأجهزة و غلق مفاتيح الكهرباء وصمامات الغاز القريبة منك .

(3) إستخدم جرس الانذار من أجل تنبيه الأخرين و طلب المساعدة من فريق إخماد الحرائق في

(4) الاستعداد لإخلاء المختبر (إذا لزم الأمر) الى اماكن لا تصل اليه اللسنة اللهب .

❖ طلـــــب إقرار شخصي

Acknowledgement Form

بســـــــــم الله الرحـــــــمن الرحيـــــــم

الجامعة :.....

الكلية : .....

القسم : .....

برنامج إعداد معلم العلوم و الرياضيات للتعليم الأساسي (4–9)

طلـــــب إقرار شخصي

أنا الطالب / الطالبة :..... في المستوى :..... و أحمل رقم قيد :..... أقر بأني على إطلاع وإدراك تام لكل ما تم التنويه عنه سلفا في كل من الوثيقتين :" *قواعد وقوانين العمل في مختبر الكيمياء* " و " *إرشادات السلامة في مختبر الكيمياء* ". و علاوة على ذلك ، فأنا على علم بأن مخالفة هذه القواعد و القوانين و التعليمات سوف تؤدي الى طردي من المختبر و أتحاذ عقوبات أكاديمية تبعا لما هو مشار اليها في تلك الوثيقتين.

كما أقر بأن التزم بأي قواعد او قوانين او تعليمات إضافية متصلة بالأمن و السلامة الكيميائية في المختبر سواءً ذكرت كتابيا في ملحق لهذا الدليل او ما يصدر منها شفهيا من قبل مدرس المقرر العملي او عضو هيئة التدريس المشرف على المختبر.

***التوقيع* :.....**

***التاريخ* :.....**

❖ الإستعدادات لتنفيذ الدروس العملية

Arrangements for Laboratory Sessions

(1) تاريخ و مواعيد الدروس العملية **Dates and Times for Practical Sessions**	• تحدد مواعيد الدروس العملية بحسب الجدول الذي يصدر من القسم للفصل الدراسي الثاني من كل عام . • كما سيعلن مع ذلك تقسيم المجموعات العملية و قوائم أسماء الطلبة في كل مجموعة.
(2) الحضور Attendance	• يجب على جميع الطلبة الحضور الى المختبر قبل الموعد المحدد بعشر دقائق و قد يمنع أي طالب يتأخر عن موعد الدرس من دخول المختبر وسيعتبر بذلك الطالب قد حصل على درجة صفر في التجربة العملية في ذلك الدرس. • إذا تغيب الطالب عن حضور ثلاث تجارب او اكثر بدون عذر فلن يسمح له بدخول المختبر الى نهاية و سيحرم من دخول الاختبار النهائي و سيعتبر بذلك راسبا في المقرر العملي .
(3) اللبس Dress	• يجب على الطالب ارتداء معطف المختبر الأبيض و النظارات الواقية طوال وجوده داخل المختبر . • يمنع ارتداء الأحذية المفتوحة (كالصندل او الشبشاب) و النظارات الشمسية وأغطية الرأس (كالقبعة او المشدة ...الخ) .
(4) الحوادث Accidents	• يجب أن يبلغ عضو هيئة التدريس المشرف مباشرا عن أي حادث عرضي قد يحدث داخل المختبر ، فهو المسئول عن كتابة التقرير و إجراء التحقيق حول أسباب الحادث . • أي طالب يخفي أي معلومات و يحاول تضليل التحقيق حول الحادث فلن يسمح له بدخول المختبر الى نهاية و سيحرم من دخول الاختبار النهائي و سيعتبر بذلك راسبا في المقرر العملي .

(5) حوادث الكسر **Breakages**	• يجب أن يبلغ مباشرا عن أي حوادث كسر في الأدوات الزجاجية او في أي من التجهيزات المعملية الى الفني المسئول. • سيقيد تكلفة ما يتم تعويضه من كسريات على حساب الطالب الذي تسبب في ذلك الحادث . • أي طالب يخفي أي كسريات ولم يبلغ عنها فلن يسمح له بدخول المختبر الى نهاية و سيحرم من دخول الاختبار النهائي و سيعتبر بذلك راسبا في المقرر العملي .
(6) التخلص من النفايات **Waste Disposal**	• يجب على جميع الطلبة الحفاظ على البنش نظيفا بعد الإنتهاء من عملهم . • يرجى تنفيذ توجيهات المدرس في كيفية التخلص من النفايات الناتجة من التجربة (تختلف طريقة التخلص من النفايات بحسب طبيعتها و المخاطر الناجمة عنها) . • أي مجموعة لم تحافظ على موقع عملها نظيفا او لم تلتزم بإرشادات المدرس في طريقة التخلص من نفايات التجربة قد تعرض جماعيا للعقوبة التي قد تصل الى الرسوب في درجات تلك التجربة .
(7) كراسة الملاحظات العملية **Laboratory Notebooks**	• يجب أن يدون كل طالب التقارير العملية في كراسة الملاحظات . • يجب أن يسجل كل طالب أسمه و رقم مجموعته على كراسة الملاحظات . • يجب على كل طالب إحضار كراسة الملاحظات في كل درس عملي ، حيث سيقوم المدرس بتصحيح تقرير التجربة التي اخذت في الدرس السابق . • إذا لم يحضر الطالب كراسة الملاحظات و سيحصل على درجة صفر في التقرير العملي لتلك التجربة .

(8) التحضير المسبق للدرس و إعداد قالب التقارير **Pre–practical Preparation and Report Formatting**	• تحضير الطالب مسبقا لموضوع التجربة التي سينفذها قبل قدومه الى المختبر يعد المفتاح الأساسي لفهم اهداف و خطوات التجربة و بالتالي يمكن ان يحصل على الاجابات الواضحة حول الكثير من التساؤلات الكثيرة التي قد تعترضه أثناء تنفيذ التجربة . • من خلال التحضير المسبق للتجربة ، يمكن للطالب ان يجيب على الأسئلة التي يطرحها المدرس او المشرف في المختبر قبل او أثناء اجراء التجربة . • أثناء قيام الطالب بالتحضير المسبق للدرس ، يمكن أيضا ان يعد قالب التقرير كتجهيز جدول جمع البيانات و النتائج و كذلك ورقة الرسم البياني .
(9) كتابة التقرير العملي و تسليمه **Writing Laboratory Report and Submission**	• يكتب كل تقرير عملي لكل تجربة في كراسة الملاحظات و باستخدام نمط قياسي ثابت كما سيتم توضيح مكوناته لاحقا. • يذكر في التقرير اليوم و التاريخ و رقم المجموعة. • يجب كتابة التقرير بالقلم الحبر ، فيما عدا الرسم البياني فيستخدم لذلك القلم الرصاص . كما يجب تفادي الشطب على الكلمات و الجمل عند كتابة التقرير. • يجب على كل طالب تسليم تقرير الدرس السابق الى المدرس في موعد الدرس التالي . حيث سيتم تقييم ووضع الدرجات لكل تقرير عملي على نحو منفرد . • لن يقبل تسليم التقرير بعد مضي الموعد المحدد له و سيحصل الطالب على درجة صفر في التقرير العملي عن تلك التجربة .
(11) الإنتحال و الغش **Plagiarism and Cheating**	• يعرف الإنتحال او السرقة الأدبية في كل من يقوم بالآتي: (أ) كتابة او استخدام معلومات في تقريرك دون الإشارة الى المرجع التي اخذت منه هذه المعلومات. (ب) كتابة نص ما في تقريرك دون وضعه في اقواس و الإشارة الى المرجع الذي اقتبس منه.

	(ج)استخدام معلومات من الانترنت في كتابة تقريرك دون ذكر عنوان الموقع (URL). • ويعرف الغش في كل من الحالات الآتية : (أ) تقديم بيانات او نتائج في تقريرك تم أخذها من تقارير عملية سبق تقديمها من طلبة السنوات السابقة او من تقارير لمجاميع عملية يعملون معك . (ب) تبدل او اخذ البيانات او النتائج لأحد زملائك بعلم او بدون علم و نسبها لنفسك في كتابة التقرير لاختبار عملي (نصفي او نهائي). (ج) استخدام نفس البيانات او النتائج المدونة مسبقا في تقريرك العملي وذلك في كتابة التقرير لاختبار عملي (نصفي او نهائي). • إذا وجد أي طالب متلبسا بأي من حالات الإنتحال او الغش المذكورة اعلاه ، سيطبق علية العقوبات المنصوص عليها في لائحة شؤون الطلبة و المتدرجة بين الرسوب في المقرر العملي الى الحرمان من دخول ثلاث من المقررات القادمة الى الفصل النهائي من الدراسة .

❖ تنفيذ التجارب العملية :

Experimental Working:

يجدر الإشارة الى أن التجارب الكيميائية تهدف الى تحقيق وتطبيق كثير من القوانين والعلاقات التي تحكم سلوك الانظمة الكيميائية . ويجب على كل طالب و هو يعمل في المختبر إدراك اولا أن أي تجربة لا تجرى إلا لتحقيق هدف منها ، لذا يجب على الطالب ان يعرف فكرة التجربة (نظرية التجربة) و يفهم اهدافها و ما هو مطلوب منه في نهاية التجربة. بعد ذلك يحدد الطالب ما يحتاجه لتنفيذ هذه

التجربة ، مثل الكيمياويات و الأدوات الزجاجية و الأجهزة المطلوبة . و من ثم يستطيع الطالب ان يقوم بإجراء خطوات العمل المتتالية و الموضحة في هذا الدليل. وبعد الإنتهاء من إجراء التجربة يصبح بين يدي الطالب ما يسمى بالنتائج ، وعليه أن يقوم بتحليلها و مناقشتها و أخيراً يمكنه ان يصيغ الاستنتاجات. و هنا كان يجب ان نوجه الطالب تدرجيا لفهم فكرة التجربة وتحقيق اهدافها و اكسابه المهارات العملية و الذهنية و هذا يمكن ان ينجز من خلال المرحلتين التاليتين:

(1) التمهيد لإجراء التجربة

Engagement in Laboratory Experiments

قبل البدء بالتجربة ، يجب على الطالب أن يطرح على نفسه الأسئلة التالية:

(أ) هل فهمت فكرة التجربة ؟
إذا كان الجواب **"لا"** ، يجب على الطالب العودة و قراءة التجربة كما هي موضح في هذا الدليل و للمزيد من التفاصيل النظرية حول التجربة يرجى الاطلاع على أي من المراجع المذكورة في نهاية الدليل العملي .
(ب) هل تعرف ما هي المتطلبات و التجهيزات اللازمة للتجربة ؟
إذا كان الجواب **"لا"** ، يجب على الطالب العودة و قراءة متطلبات التجربة المذكورة في هذا الدليل او أن يسأل مدرس المقرر العملي عنها و بعد ذلك يمكن أن يحصل عليها من امين المختبر او الفني المسئول عن التجهيزات .
(جـ) هل لديك كراسة ملاحظات عملية جاهزة ؟
إذا كان الجواب **"لا"** ، يجب أن يتذكر الطالب أن إحضار كراسة الملاحظات الخاصة به دائما معه الى المختبر مهما جدا ليس فقط لغرض التقييم ، بل لأجل تدوين جميع الملاحظات و الإرشادات حول التجربة و التي قد لا تكن مذكورة في دليل التجارب العملية و انما يعطيها المدرس او الاستاذ المشرف للطلاب في المختبر . حيث تساعد هذه الملاحظات و الإرشادات الطالب في التحكم في الزمن اللازم لتنفيذ التجربة وكتابة التقارير العملية على نحو صحصح و منهجي .

(2) قائمة الفحص في المختبر

In– Laboratory Checklist

و أثناء القيام بالتجربة ، يجب على الطالب أن يستعين بقائمة الفحص التالية:

(أ) هل كل التجهيزات و المستلزمات الضرورية لتنفيذ التجربة موجودة في المختبر ؟
☐ نعم ☐ البعض فقط غير موجود ☐ لا
(ب) كيف يمكنك أن تصل هذه الأدوات و البدء بالتجربة ؟
☐ بمفردي ☐ بالاشتراك مع زملائي في المجموعة ☐ بمساعدة المدرس / الفني
مدى السلامة في التجربة
(أ) في حالة ما إذا كانت التجربة تتطلب رفع درجة الحرارة، هل تعلم كيف ستقوم بعملية التسخين ؟
☐ مباشرة على اللهب ☐ في حمام مائي ☐ سخان كهربي
(ب) يجب التعامل بحذر مع الأحماض و القواعد، هل تستخدم في تجربتك :
☐ أحماض او قواعد قوية ؟ ☐ أحماض او قواعد ضعيفة ؟ ☐ قوية و ضعيفة معا ؟
(جـ) كيف أدرك مخاطر الكيمياويات التي تستخدمها في تجربتك ؟
☐ من المعلومات المدونة على العبوه ☐ من خلال ارشادات المدرس ☐ من معلوماتي السابقة ☐ كل ماسبق
(د) يجب تجنب إستنشاق الأبخرة المتصاعدة من التفاعلات ، هل يصاحب التفاعلات التي تجريها:

☐ أبخرة ملونة و عديمة الرائحة ؟ ☐ أبخرة عديمة اللون و ذو رائحة ؟ ☐ رائحة و بدون أبخرة ؟

جمع و تدوين البيانات/الملاحظات

(أ) ما هي طبيعة البيانات التي ستحصل عليها من التجربة؟

☐ قراءات رقمية فقط ☐ ملاحظات فقط ☐ قراءات رقمية و صور ☐ ملاحظات و صور

(ب) هل تكرار التجربة عند نفس الظروف العملية يؤدي الى :

☐ إختلاف كبير في البيانات ؟ ☐ إختلاف ضئيل في البيانات ؟ ☐ ثباتية في البيانات ؟

(جـ) هل تكرار التجربة عند احداث تغييرات بسيطة في الظروف العملية يؤدي الى :

☐ إختلاف كبير في البيانات ؟ ☐ إختلاف ضئيل في البيانات ؟ ☐ ثباتية في البيانات ؟

عند الإنتهاء من التجربة

(أ) هل تأكدت من فصل التيار الكهربي عن الأجهزة التي إستخدمتها؟

☐ نعم ☐ لا

(ب) هل قمت بتنظيف الزجاجيات و الأدوات التي إستخدمتها و اعدتها الى مكانها المخصص؟

☐ نعم ☐ لا

(جـ) هل قمت بتنظيف البنش الذي كنت تعمل عليه و أزلت المخلفات تبعا لإرشادات المدرس ؟

☐ نعم ☐ لا

(د) هل قدمت تقرير إنهاء الأداء للمدرس متضمن الملاحظاتك او المشاكل التي اعترضتك في ما سبق ذكره في (أ) و (ب) و (جـ) ؟
☐ نعم ☐ لا
تحليل البيانات
أولا : إذا كانت التجربة تعتمد على الملاحظة
(أ) هل ما شاهدته كان مطابقا لما سبق ذكره في الجانب النظري؟
☐ نعم ☐ يوجد إختلافات بسيطة ☐ يوجد إختلافات كبيرة ☐ لا
(ب) إذا ما شاهدته كان يختلف عن او لا يطابق ما ذكر في الجانب النظري ، هل علمت السبب في ذلك من :
☐ المدرس ؟ ☐ المصادر والمراجع ؟ ☐ زملائك ؟
(جـ) بعد أن علمت السبب في ذلك الإختلاف، هل قمت بإعادة التجربة و حصلت على نتيجة مطابقة ؟
☐ نعم ☐ لا
(د) عند تدوين ملاحظاتك في التقرير العملي ، هل عززت ذلك بـ :
☐ وصف النتيجة كما لاحظتها ؟ ☐ اضافة صور فوتوغرافية ؟ ☐ الوصف و الصور معا ؟
ثانيا : إذا كانت التجربة تعتمد على الحسابات و التمثيل البياني

(أ) هل حصلت على المعادلة التي ستستخدمها في الحسابات او التمثيل البياني من :
☐ دليل التجارب العملية ؟ ☐ المدرس ؟ ☐ المصادر والمراجع ؟
(ب) هل العلاقات بين المتغيرات المستقلة / المرتبطة التي لاحظتها من خلال التجربة (او الرسم البياني) يتماشى مع المعادلة ؟
☐ نعم ☐ يوجد إختلافات بسيطة ☐ يوجد إختلافات كبيرة ☐ لا
(جـ) إذا ما لاحظته من علاقات كان يختلف عن او لا يطابق ما تنص عليه المعادلة ، هل علمت السبب في ذلك من :
☐ المدرس ؟ ☐ المصادر والمراجع ؟ ☐ زملائك ؟
(د) بعد أن علمت السبب في ذلك الإختلاف ، هل قمت بـ :
☐ رفض النتائج و إعادة التجربة ؟ ☐ معالجة البيانات احصائيا ؟ ☐ قبلت النتائج و أعزيتها لأسباب مقنعة ؟

❖ إرشادات في كتابة التقارير العملية :

Guidelines for Writing Laboratory Reports:

بما يتناسب مع المستوى الدراسي للطالب في هذه المرحلة ، تم إعداد في نهاية كل تجربة قالب التقرير العملي بحسب طبيعة التجربة. و هنا نوضح للطالب بعض الإرشادات الهامة التي سوف تساعده في كتابة التقرير العملي للتجارب التي سينفذها في هذا المقرر و ذلك من خلال تقديم هذا القالب النموذجي :

(1) المعلومات الشخصية Identification	في البداية يجب على الطالب أن يكتب اسمه و اسماء الطلبة المشاركين معه في تنفيذ التجربة مع الإشارة الى رقم المجموعة و التاريخ و الزمن للدرس العملي وفقا لما ورد في الجدول و نلخص البيانات الضروري بالتالي :

	أسم الطالب :–..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة **Title of Experiment**	يكتب عنوان التجربة بخط واضح و كما هو مذكور في الدليل او بحسب ما يقترحه المشرف او المدرس من تعديل .
(3) الهدف او الغاية من التجربة **Objective or Purpose**	يكتب بما لا يزيد عن سطرين الهدف من التجربة و ليس من الضروري ان يكون نسخا من عنوان التجربة .

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

وهنا يختلف نمط وضع النتائج و تمثيلها بحسب طبيعة البيانات التي سيحصل عليها الطالب من التجربة و كذلك الهدف من التجربة . و عموما يمكن ان يطلب من الطالب أن يدون نتائج التجربة في جداول او ان يطبق عليها بعض الحسابات و المعالجات الرياضية او يعززها بالمعادلات الكيميائية الموزونة او من خلال استخدام الصور الفوتوغرافية او قد يطلب منه ايضا ان يمثل هذه النتائج بيانيا.

(أ) الجداول Tables

(ب) الحسابات Calculations

(جـ) المعادلات Chemical Equations

(د) الاشكال و الصور و المنحنيات Figures, Photos & Plots

(5) المناقشة Discussion

بعد ان تقديم النتائج و تمثيلها بوضوح في التقرير، يقوم الطالب بمناقشتها من حيث تقديم الدلائل التي تعزز من صحة هذه النتائج ، بالإضافة الى توضيح المعنى و الهدف من هذه النتائج و يفسرها على ضوء المبادئ و الاسس النظرية .

(6) الاستنتاج Conclusion

و هنا يلخص الطالب في ما لا يزيد ثلاثة اسطر أهم النتائج و الملاحظات التي حصل عليها. وقد يذكر ايضا الإختلافات في النتائج التي وجدت من خلال التجربة و يحاول أن يعزوها الى أسباب مقنعة.

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

و في نهاية كل تقرير ، يعطى الطالب مجموعة من الأسئلة المتنوعة (الكتابية و الحسابية) المتصلة بفكرة التجربة و عليه ان يجيب عليها بالاستعانة بالمراجع و المصادر. و يجب ان تكتب الإجابة بخط اليد في الحيز المخصص أدنى كل سؤال .

❖ التجارب العملية Experiments

التجربة (1): تحضير و ضبط تركيز محاليل خام مائية لكواشف كيميائية مختلفة (مثل HCl و NaOH و $KMnO_4$ و EDTA ...إلخ)

Lab.(1): Preparation and standardization of stock aqueous solutions of different chemical reagents (e.g., HCl, NaOH, $KMnO_4$, EDTA, etc.).

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - ما هي الوزن المكافئ ؟ كيف يمكن حساب الوزن المكافئ لكل من؟

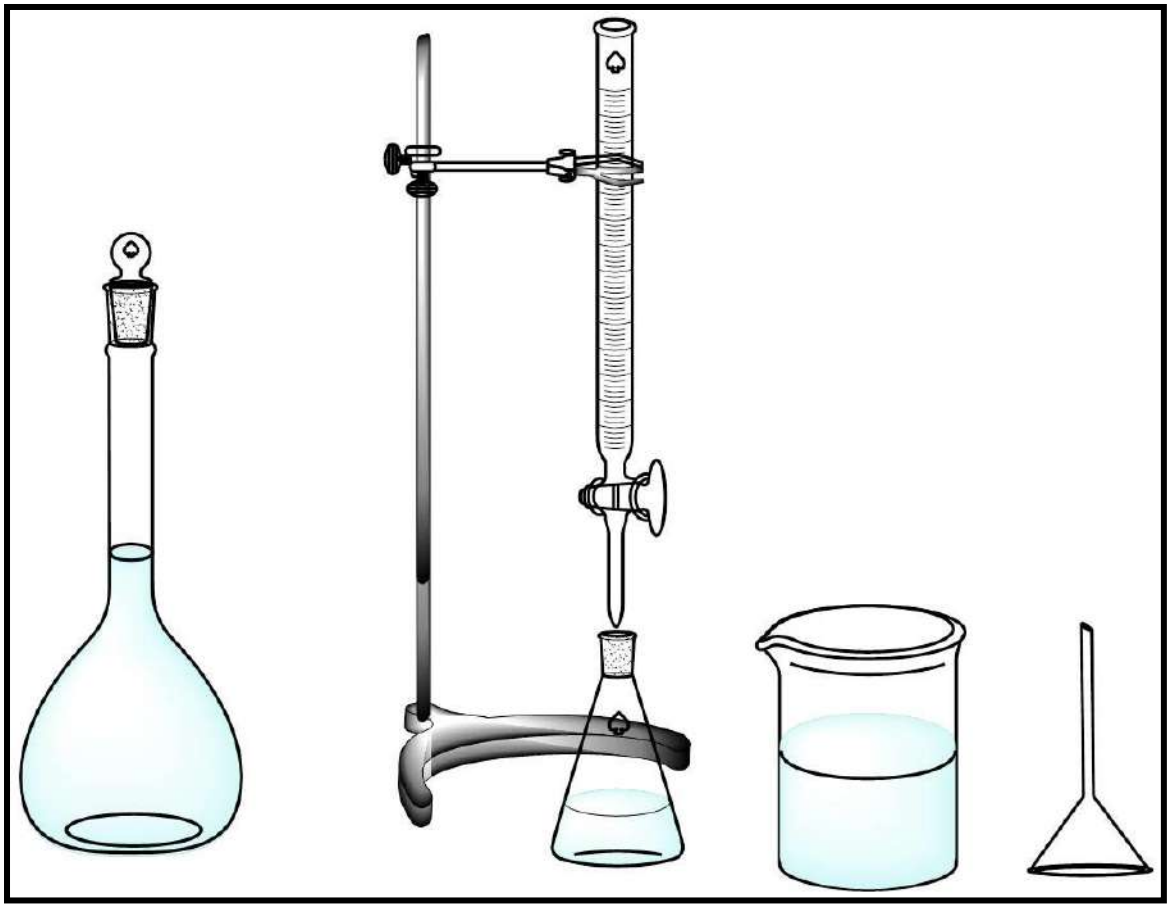
(أ) الحمض (ب) القاعدة (جـ) العامل المؤكسد (د) العامل المختزل (هـ) العامل المرسب

2 - ما الفرق بين معايرة الأحماض و القواعد و معايرة الأكسدة و الأختزال؟ و ضح إجابتك بمثال واحد لكل نوع.

3 - ما هي أدلة المعايرة؟ لماذا نستخدمها في عملية المعايرة؟

الأساس النظري:

في العديد من المختبرات قد تستدعي الحاجة الى تقدير تركيز أيون او مركب في عينة لمحلول ما. و في مثل هذه التحاليل، يتطلب تحضير محاليل قياسية لأحماض أو قواعد و عوامل مؤكسد او مختزلة و عوامل تعقيد مخلبية بتراكيز معلومة بدقة عالية. و لسهولة تحضير هذه المحاليل القياسية، يجب في البداية أن تحضر **محاليل خام (Stock solutions)** من تلك المواد سواءً في أوساط مائية (مذابة في الماء) او لامائية (مذابة في أي من المذيبات العضوية). و تحضر هذه المحاليل من مواد كيمياوية عالية في النقاوة سواءً كانت صلبة او سائلة. وتتميز المحاليل الخام بأن تراكيزها كبيراة نسبياً و لا تتغير بمرور الزمن حيث يظل تركيز المحلول الخام ثابتاً لعدة شهور او سنوات من تحضيره. و بحسب الحاجة يتم تخفيف هذه المحاليل الخام الى **محاليل قياسية مخففة (Dilute standard solutions)** لاستخدامها في التحاليل. لكن في الواقع قليل من المحلول الخام تبقى تراكيزها ثابتاً لفترة طوالة من الزمن، لذا فإن كثيراً منها يحتاج الى عملية **ضبط التركيز(Standardization)** قبل تحضير المحاليل القياسية منها. و تتم عملية ضبط تركيز المحاليل الخام بمعايرتها بمواد قياسية أولية، وبالتالي تحديد تركيزها بدقة قبل تخفيفها بالمذيب الى تراكيز أدنى للمحاليل القياسية المراد استخدامها لغرض التحليل او لإجراء تجربة لفحص عينة ما في المختبر. و في هذه التجربة سيقوم الطلبة بتحضير محاليل خام مائية لكواشف كيميائية مختلفة مثل حمض الهيدروكلوريك (HCl) و هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) و برمنجنات البوتاسيوم ($KMnO_4$) كعامل مؤكسد قوي و الأيثيلين ثنائي الأمين رباعي حمض الحليك (EDTA) و الذي يعتبر من أهم و أكثر العوامل المعقدة المخلبية استخداماً في تقدير الفلزات الأيونية. كما سيتمكن الطلبة من ضبط تراكيز هذه المحاليل الخام التي سبق تحضيرها و ذلك من خلال معايرتها بمواد قياسية أولية او ثانوية.



شكل (1): تجهيزات المعايرة الحجمية

- **مخـــرجات التعلـــــــــــــــم**

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادراً على أن:

1 - تحضير العديد من محاليل الكواشف الخام من موادها الصلبة او السائلة.

2 - تضبط تركيز المحاليل الكواشف الخام و المحاليل المخففة منها.

3 - تحضر المحاليل القياسية بتخفيف محاليلها الخامة و التعبير عن تراكيزها بوحدات مختلفة.

4 - تمييز بين المواد القياسية الأولية و الثانوية.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- دوارق قياسية (500 mL)
- كأس زجاجي (500 mL)

- ❖ مخبار مدرج (25 mL)
- ❖ زجاج ساعة
- ❖ سحاحة (50 mL)
- ❖ ماصة (10 mL) مزودة بشفاط مطاطي
- ❖ دورق مخروطي (250 mL)
- ❖ حامل لتثبيت السحاحة
- ❖ موقد بنزن
- ❖ قمع
- ❖ دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- ❖ حمض الهيدروكلوريك المركز Conc. HCl
- ❖ حمض الأوكساليك النقي $C_2H_2O_4.2H_2O$
- ❖ محلول حمض الكبريتيك بتركيز (9 M) H_2SO_4
- ❖ برمنجنات البوتاسيوم عالي النقاوة $KMnO_4$
- ❖ هيدروكسيد الصوديوم عالي النقاوة NaOH
- ❖ فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية (KHP) $C_8H_5O_4K$
- ❖ أيثيلين ثنائي أمين رباعي خلات ثنائي الصوديوم (الاديتا) (EDTA) $(C_{10}H_{18}N_2O_8Na_2)$
- ❖ نترات المغنسيوم $Mg(NO_3)_2$
- ❖ محلول الأمونيا NH_3 (aq) or NH_4OH
- ❖ دليل الفينولفثالين PhPh
- ❖ دليل الميثيل البرتقالي MO
- ❖ دليل الايروكروم بلاك– تي Erichrome black–T
- ❖ ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعليه يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين.
- برمنجنات البوتاسيوم ($KMnO_4$) من العوامل المؤكسد القوية و الذي قد يؤدي إتصالها المباشر بالمواد العضوية او حمض الكبريتيك المركز الى تكون مواد قابلة للإنفجار.
- يرجى التعامل بحذر مع الأحماض المركزة (HCl او H_2SO_4) عند نقل الكميات المطلوبة التي تريدها من الزجاجة و اضافتها الى المخبار المدرج ، بحيث تضمن عدم إتصالها مع الجلد و ذلك بارتداء قفازات اليدين. كمل يجب استخدام الشفاط المطاطي لنقل الحمض بواسطة الماصة لتفادي وصول الحمض الى الفم.
- يجب الإسراع في وزن هيدروكسيد الصوديوم و برمنجنات البوتاسيوم، وعدم ترك الزجاجة مفتوحة بل يجب غلقها. تستخدم زجاجة الساعة لوزن هيدروكسيد الصوديوم و برمنجنات البوتاسيوم و إرتداء قفاز اليدين عند التعامل مع هاتين المادتين.
- حمض الأوكساليك يعتبر ساما عند حرقة على اللهب، لذا يجب تفادي إتصاله المباشر مع اللهب كما يجب ارتداء الكمامات عند تسخين المحلول المحتوي على حمض الأوكساليك الذائب.
- يجب غسل الكأس الزجاجي و الماصة و المخبار المدرج قبل و بعد نقل أي سائل من الزجاجة لتجنب تلوث هذه السوائل ببعضها البعض.

خطوات العمل:

أولاً: تحضر و ضبط تركيز محلول مائى خام من هيدروكسيد الصوديوم

(1)حضر محلول مائي خام من هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 0.10 N

(أ) احسب وزن NaOH معبراً عنه بالجرام اللازم لتحضير محلول مائي تركيزه 0.10 N و ذلك باستخدام العلاقة التالية:

$$\text{Wt.(g)} = \frac{\text{N} \times \text{Eq. Wt.} \times \text{V}_{\text{mL}}}{10 \times (\text{w/w \%})}$$

حيث : Wt.(g) = وزن NaOH معبرا عنه بالجرام

Eq. Wt. = الوزن المكافئ للمادة (لهيدروكسيد الصوديوم NaOH و يساوي 40 جم/مول)

N = العيارية المطلوبة (تساوي 0.10 N)

(w/w %) = نقاوة حمض الهيدروكلوريك المركز (مذكور على ملصق الزجاجة)

V_{mL} = حجم المحلول القياسي المراد تحضيره من الحمض (و يساوي حجم الدورق القياسي المستخدم 500 mL)

(ب) إستخدم الميزان الحساس و في مكان جاف لوزن كمية هيدروكسيد الصوديوم المطلوبة ، ثم أذب هذه الكمية في 100 mL من الماء المقطر الموجود في الكأس الزجاجي.

(جـ) بعد الإنتهاء من الإذابة ، انقل المحلول الى دورق قياسي حجمه 500 mL . و من ثم اكمل بالماء المقطر حتى العلامة. تأكد من اغلاق الدورق بإحكام.

(2)أضبط تركيز المحلول الخام الذي حضرته من NaOH بمعايرة وزن معين من فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية (KHP) كمادة قياسية ثانوية

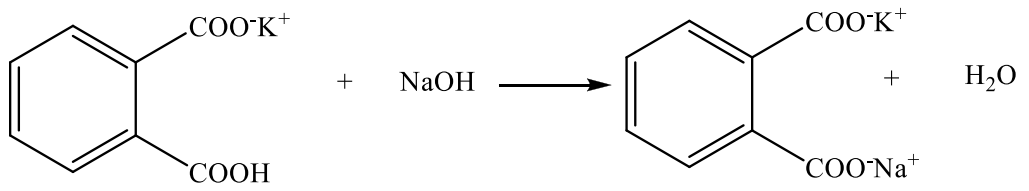
(أ) اغسل السحاحة بالماء العادي ثم بالماء المقطر مرتين أو ثلاثاً ثم اغسلها بمحلول هيدروكسيد الصوديوم الذي تم تحضيره و يراد ضبط تركيزه.

(ب) املأ السحاحة مستخدماً قمع بمحلول هيدروكسيد الصوديوم حتى يصل سطح المحلول أعلى العلامة، ثم افتح صمام التحكم السفلي للسحاحة لأنزال مستوى سطح حتى العلامة "صفر" و كذلك للتخلص من أي فقاعات هوائية قد تكن محتجزة عند صمام التحكم.

(جـ) اغسل دورق مخروطي سعته 250 mL بالماء المقطر، ثم ضع فيه وزن معين من فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية (KHP)، بحيث يكافيْ هذا الوزن ما لايزيد عن 10 mL من هيدروكسيد الصوديوم الذي قد يستهلك أثناء المعايرة (وليكن وزن الـKHP يساوي ***Wt.(g)*** *بالجرام*)

(د) اضف حوالي 50 mL من الماء المقطر الى الدورق المخروطي لإذابة فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية (KHP) على البارد او على الساخن بلطف إذا اضطر الامر لذلك.

(هـ) ضع قطرتين او ثلاث من دليل الفينولفثالين (phph) او دليل الميثيل البرتقالي (MO) على محلول KHP. بعد ذلك قم مباشرة بالمعايرة وذلك بإضافة هيدروكسيد الصوديوم (المحلول الموجود بالسحاحة) تدريجياً الى محلول الـ KHP الموجود في الدورق مع رج اللطيف و المستمر أثناء المعايرة حتى الوصول الى نقطة إنتهاء التفاعل (end point – e.p.) وهي النقطة التي يتفاعل عندها كل الكمية من الـKHP مع الحجم المسحح من NaOH (و ليكن ***V***) وفقاً للتفاعل التالي:



(KHP) (KNaP)

(و) كرر عملية المعايرة ثلاث مرات: أي كل الخطوة (2) من (أ) حتى (هـ) ، ثم خذ المتوسط.

ثانياً: تحضر و ضبط تركيز محلول مائي خام من حمض الهيدروكلوريك

(3)حضر محلول مائي من حمض الهيدروكلوريك بتركيز 0.10 N

(أ) احسب وزن حمض الهيدروكلوريك المركز معبراً عنه بالجرام اللازم لتحضير محلول مائي تركيزه 0.10 N و ذلك باستخدام العلاقة التالية:

$$\text{Wt. (g)} = \frac{\text{N} \times \text{ Eq. Wt.} \times \text{V}_{\text{mL}}}{10 \times (\text{w/w \%})}$$

حيث : Wt.(g) = وزن الحمض معبرا عنه بالجرام

Eq. Wt. = الوزن المكافئ للمادة (لحمض الهيدروكلوريك HCl و يساوي 36.5)

N = العيارية المطلوبة (تساوي 0.10 N)

(w/w %) = نقاوة حمض الهيدروكلوريك المركز (مذكور على ملصق الزجاجة)

V_{mL} = حجم المحلول القياسي المراد تحضيره من الحمض (و يساوي حجم الدورق القياسي المستخدم 500 mL)

(ب) إستخدم قيمة الكثافة (d) المدونة على زجاجة حمض الهيدروكلوريك HCl المركز لتحويل وزن الحمض بالجرام الى حجم معبرا عنه بالميلليتر.

(ج) بواسطة الماصة او المخبار المدرج انقل الحجم المطلوب من HCl المركز الى دورق قياسي سعته 500 mL. بعد ذلك خفف بالماء المقطر و اكمل حتى تصل للعلامة الموضحة في عنق الدورق و أغلق بعد ذلك الدورق بإحكام.

(4)أضبط تركيز المحلول الخام الذي حضرته من HCl بمعايرته بمحلول قياسي من NaOH

(أ) اغسل السحاحة بالماء العادي ثم بالماء المقطر مرتين أو ثلاثاً ثم اغسلها بمحلول حمض الهيدروكلوريك.

(ب) املأ السحاحة مستخدماً قمع بحمض الهيدروكلوريك HCl القياسي الاولي (الذي قمت بتحضيره و تركيزه لازال مجهولا وليكن N) حتى يصل سطح محلول الحمض أعلى العلامة الموضحة، بعد ذلك أفتح صمام التحكم السفلي بالسحاحة لإنزال مستوى سطح الحمض بالسحاحة حتى العلامة صفر.

(جـ) اغسل دورقا مخروطياً سعته 250 mL بالماء المقطر ثم بمحلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH القياسي.

(د) اغسل ماصة سعتها (10 mL) بالماء المقطر ثم بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (الذي قمت بضبط تركيزه مسبقاً وليكن N').

(هـ) اسحب بالماصة 10 mL من محلول هيدروكسيد الصوديوم ، ثم ضعها بالكامل في الدورق المخروطي .وإذا بقي شيء من المحلول في نهاية الماصة فإحرص على إنزاله في الدورق برطم نهايتها برفق بقاع الدورق المخروطي.

(و) اضف قطرتين او ثلاث من دليل الفينولفثالين (phph) او دليل الميثيل البرتقالي (MO) على محلول NaOH (المحلول بالدورق المخروطي).

(ز) اجري عملية المعايرة بإضافة حمض الهيدروكلوريك (HCl) الموجود بالسحاحة تدريجياً الى محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) الموجود بالدورق المخروطي مع رج الدورق المخروطي باستمرار أثناء المعايرة. عند نقطة النهاية و هي النقطة التي يتفاعل عندها جميع هيدروكسيد الصوديوم في الدورق المخروطي مع الحجم المسحح من الحمض (V) وفقاً للتفاعل التالي:

$$NaOH + HCl \rightarrow NaCl + H_2O$$

ثالثاً: تحضر و ضبط تركيز محلول مائي خام من برمنجنات البوتاسيوم

(5) حضر محلول مائي من برمنجنات البوتاسيوم بتركيز 0.10 N

كرر الخطوة **(1)** ولكن مستخدماً برمنجنات البوتاسيوم $KMnO_4$ بدلاً عن هيدروكسيد الصوديوم NaOH.

(6) أضبط تركيز المحلول الخام الذي حضرته من $KMnO_4$ بمعايرته بحمض الأوكساليك ($C_2H_2O_4$) كمادة قياسية أولية

(أ) اغسل السحاحة بالماء العادي ثم بالماء المقطر مرتين أو ثلاثاً ثم اغسلها بمحلول برمنجنات البوتاسيوم الذي تم تحضيره و يراد ضبط تركيزه.

(ب) املأ السحاحة مستخدماً قمع بمحلول برمنجنات البوتاسيوم حتى يصل سطح المحلول أعلى العلامة، ثم افتح صمام التحكم السفلي للسحاحة لإنزال مستوى سطح السائل حتى العلامة.

(جـ) اغسل دورق مخروطي سعته 250 mL بالماء المقطر، ثم ضع فيه وزن معين من حمض الأوكساليك ($C_2H_2O_4$)، بحيث يكافئ هذا الوزن تقريباً 10 mL من محلول برمنجنات البوتاسيوم الذي قد يستهلك أثناء المعايرة (وليكن وزن حمض الأوكساليك يساوي ***Wt.(g)*** بالجرام).

(د) اضف حوالي 50 mL من الماء المقطر الى الدورق المخروطي لإذابة حمض الأوكساليك.

(هـ) اضف ببطىء شديد و حذر 5 mL (على هيئة قطرات) من حمض الكبريتيك بتركيز 9 M، سخن المحلول بلطف على اللهب حتى تصل درجة حرارته الى 70 °C تقريباً. بعد ذلك قم بمعايرة المحلول الساخن ببرمنجنات البوتاسيوم مع الرج بلطيف و المستمر أثناء المعايرة حتى الوصول الى نقطة إنتهاء التفاعل (end point – e.p.) وهي النقطة التي يتفاعل عندها كل الكمية من حمض الأوكساليك مع الحجم المسحح من $KMnO_4$ (و ليكن ***V***) وفقاً للتفاعل التالي:

$$2\ KMnO_4 + 5\ C_2H_2O_4 + 8\ H_2SO_4 \rightarrow 2\ MnSO_4 + 10\ CO_2 + K_2SO_4 + 5\ K_2SO_4 + 8\ H_2O$$

(و) كرر عملية المعايرة ثلاث مرات، ثم خذ المتوسط.

رابعاً: تحضر و ضبط تركيز محلول مائى خام من أيثيلين ثنائى أمين رباعى خلات ثنائى الصوديوم 0.10 N (EDTA)($C_{10}H_{18}N_2O_8Na_2$)

(7) حضر محلول مائي خام من الـ EDTA بتركيز 0.10 N

كرر الخطوة **(1)** ولكن مستخدماً ملح الاديتا (EDTA) بدلاً عن هيدروكسيد الصوديوم NaOH.

(8) أضبط تركيز المحلول الخام الذي حضرته من الاديتا (EDTA) بمعايرته بنترات المغنسيوم ($Mg(NO_3)_2$) كمادة قياسية أولية

(أ) اغسل السحاحة جيداً كما في السابق، ثم املأها بمحلول الاديتا (EDTA) وجهزها لعملية المعايرة.

(ب) املأ السحاحة مستخدماً قمع بمحلول برمنجنات البوتاسيوم حتى يصل سطح المحلول أعلى العلامة، ثم افتح صمام التحكم السفلي للسحاحة لإنزال مستوى سطح السائل حتى العلامة.

(جـ) ضع في دورق مخروطي نظيف وزن معين من حمض ملح لنترات المغنسيوم، بحيث يكافيْ هذا الوزن تقريباً 10 mL من محلول الاديتا و الذي قد يستهلك أثناء المعايرة (وليكن وزن نترات المغنسيوم يساوي ***Wt.(g)*** بالجرام).

(د) اضف حوالي 50 mL من الماء المقطر الى الدورق المخروطي لإذابة نترات المغنسيوم.

(هـ) اضف 3–5 قطرات من محلول الامونيا 1 M، حتي يصبح المحلول قلوياً (أي يضبط الـpH للمحلول عند 10 تقريباً). بعد ذلك أضف 100 mg من دليل الايروكروم بلاك– تي (Erichrome black–T). لاحظ لون المحلول الناتج.

(و) اجري عملية المعايرة مع الرج المستمر حتى يتغير لون الدليل (ما هو لون الدليل عند نقطة إنتهاء التفاعل سجل الحجم المقابل، و ليكن ***V***.

(ز) كرر عملية المعايرة ثلاث مرات، ثم خذ المتوسط.

(9) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

(10) اغسل يديك جيداً بعد الإنتهاء من تنفيذ التجربة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية Identification	أسم الطالب :–..... اسماء الطلبة المشاركين :– (1).....(2)..... (3)..... المجموعة :.....الزمن :– من..... الى..... اليوم و التاريخ :–.....(...../...../..... 20)
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	تحضير و ضبط تركيز محاليل خام مائية لكواشف كيميائية مختلفة (مثل HCl و NaOH و $KMnO_4$ و EDTA ...إلخ)
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) ضبط تركيز حمض الهيدروكلوريك المحضر:

رقم المعايرة	وزن الـ KHP بالجرام (*Wt.(g)*)	الحجم المسحح من NaOH (*V'*)	عيارية HCl (*N*)
Titration 1			
Titration 2			
Titration 3			
المتوسط			

(2) ضبط تركيز هيدروكسيد الصوديوم المحضر:

رقم المعايرة	حجم NaOH بالمل (*V*)	الحجم المسحح من HCl (*V'*)	عيارية NaOH (*N*)
Titration 1			
Titration 2			
Titration 3			
المتوسط			

(3) ضبط تركيز برمنجنات البوتاسيوم المحضر:

رقم المعايرة	وزن $C_2H_2O_4$ بالجرام ($Wt.(g)$)	الحجم المسحح من $KMnO_4$ (V')	عيارية $KMnO_4$ (N)
Titration 1			
Titration 2			
Titration 3			
المتوسط			

(4) ضبط تركيز الـ EDTA المحضر:

رقم المعايرة	وزن $Mg(NO_3)_2$ بالجرام ($Wt.(g)$)	الحجم المسحح من الـ EDTA (V')	عيارية EDTA (N)
Titration 1			
Titration 2			
Titration 3			
المتوسط			

لضبط العيارية لكل من HCl و $KMnO_4$ و EDTA ، إستخدم العلاقة التالية:

$$N = \frac{\text{Wt. (g)} \times 1000}{\text{Eq. Wt.} \times V'}$$

و لضبط عيارية الـ NaOH، إستخدم العلاقة التالية:

$$N \times V = N' \times V'$$

(5) قارن بين العيارية المحسوبة نظريا و العيارية التي حسل عليها عمليا (بعد ظبط التركيز):

	عيارية NaOH (N)	عيارية HCl (N)	عيارية $KMnO_4$ (N)	عيارية EDTA (N)
نظريا				
عمليا				
الخطأ (الفرق)= نظري – عملي				
النسبة المئوية للخطأ				

(6) عبر عن تركيز المحاليل القياسية التي حضرتها بالوحدات الموضحة في الجدول:

CONC. UNIT	NaOH عيارية (*N*).....	HCl عيارية (*N*)	$KMnO_4$ عيارية (*N*)	EDTA عيارية (*N*) .....
M				
w/v%				
ppt				
ppm				

(5) المناقشة Discussion

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1) احسب وزن $KMnO_4$ اللازم لتحضير 40 mL من محلول له بتركيز 0.002 M.

(2) كم هو الحجم المتوقع تسحيحه من حمض الهيدروكلوريك تركيزه 0.2005 N الى دورق يحتوي 5 mL من هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 0.0997 N؟

(3) لماذا لم يستخدم دليل لوني للأستدلال على نقطة إنتهاء التفاعل في هذه المعايرة حمض الأوكساليك ببرمنجنات البوتاسيوم؟

(4) وضح بالخطوات كيف يمكن وزن معادلة تفاعل الأكسدة و الإختزال الأتية:

$$MnO_4^- + C_2O_4^{2-} + H^+ \rightarrow Mn^{2+} + CO_2 + H_2O$$

التجربة (2): تعيين تركيز الكربونات بطريقة المعايرة في عينة لأحد محاليله او أملاحه
Lab.(2): Titrimetric determination of carbonate concentration in a given sample of its solution/salt.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - لماذا تعد كربونات الصوديوم ملحاً قاعدياً في الوسط المائي؟

2 - أكمل المعادلات التالية:

(أ) $Na_2CO_3 + HCl \rightarrow$ ..... + ...

(ب) $Na_2CO_3 + H_2SO_4 \rightarrow$ ..... + ... +.....

(جـ) $2\ NaOH + CO_2 \rightarrow$ ..... + ...

3 - احسب الأس الهيدروجيني (pH) لمحلول تم تحضيره بإذابة 2.05 g من كربونات الصوديوم (Na_2CO_3) في 500 من الماء المقطر؟

الأساس النظري:

كربونات الصوديوم هو مركب كيميائي له الصيغة Na_2CO_3، ويدعى أيضاً بالإسم الشائع **رماد الصودا او صودا الغسيل**، يتواجد بالشكل العادي على شكل بودرة بيضاء، محاليله في الماء قلوية .يمكن أن يوجد طبيعياً كمعدن أو صناعياً. يدخل بشكل رئيسي في صناعة الزجاج و صناعة الصابون

والمنظفات المنزلية. و يستخدم في صناعة عجينة الورق. كما يدخل في مجال معالجة مياه المجاري. و في الكثير من التطبيقات الصناعية الذي تدخل فيها كربونات الصوديوم، يتطلب منا في بداية أن نقدر نقاوتها. وفي هذه التجربة، سوف يجرى الطالب تجربة في التحليل الكمي لتقدر نقاوة عينة من ملح كربونات الصوديوم بمعايرة محلول محضر منه بمحلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك. و يتفاعل حمض الهيدروكلوريك HCl مع كربونات الصوديوم Na_2CO_3 كما يلي:

$$2\ HCl + Na_2CO_3 \rightarrow CO_2 + 2\ NaCl + H_2O$$

وهذا يدل على أن مولين من HCl قد تفاعلا مع مول واحد منNa_2CO_3 لإنتاج المواد وفق المعادلة السابقة. ولكن هل تؤدي إضافة مول واحد من HCl الى مول واحد من Na_2CO_3 الى تفاعل هذا المول من HCl مع نصف مول فقط من Na_2CO_3 لإعطاء المواد الناتجة حسب المعادلة السابقة مع بقاء نصف مول من Na_2CO_3 بحالة غير متفاعلة؟ الإجابة :لا والسبب أن تكوين المواد الناتجة أعلاه يحصل على مرحلتين:

$$HCl + Na_2CO_3 \rightarrow NaHCO_3 + NaCl \quad \ldots\ldots\ (1)$$

أي أن جميع الكربونات تتحول أولاً الى بيكربونات .

$$HCl + NaHCO_3 \rightarrow CO_2 + NaCl + H_2O \ \ldots\ldots\ (2)$$

يتفاعل الهيدروكلوريك مع البيكربونات الناتجة من التفاعل الأول ليحولها الى ثاني أكسيد الكربون وماء بالإضافة الى كلوريد الصوديوم.و إذا تفاعل مولين من HCl مع مول من Na_2CO_3 فإنه يعطي التفاعل الكلي :

$$2\ HCl + Na_2CO_3 \rightarrow CO_2 + 2\ NaCl + H_2O$$

وجد أن الاستهلاك الكامل للكربونات وتحويلها الى بيكربونات تكون قيمة الأس الهيدروجيني pH لمحلول التفاعل تساوي (8.3)، وبإستمرار إضافة حمض الهيدروكلوريك HCl يشرع التفاعل الثاني في الحدوث، فإنه بإتمام هذا التفاعل أي استهلاك كامل للبيكربونات التي تكونت نتيجة التفاعل الأول تكون قيمة الأس الهيدروجيني لمحلول التفاعل تساوي (3.8). وهما المدى للأس الهيدروجيني الذي يتغير فيه لون كل دليل الفينولفثالين (8 – 10) ودليل الميثيل البرتقالي (3.1 – 4)، على التوالي.

▪ مخـــرجات التعلـــــــــــــــم

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادراً على أن:

1 - تقدر نقاوة عينات مختلفة من الأحماض و القواعد و الأملاح الحامضية و القاعدية.

2 - تحديد الدليل المناسب في معايرة الأحماض و القواعد.

3 - تحضر المحاليل القياسية بتخفيف محاليلها الخامة و التعبير عن تراكيزها بوحدات مختلفة.

4 - تمييز معايرة الأحماض و القواعد التي تتم بمرحلة واحدة او عدة مراحل و الحسابات الكيميائية المتصلة بها.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- دورق قياسي (500 mL)
- دوارق قياسية متنوعة السعة (100, 200 & 250 mL)
- كأس زجاجي (500 mL)
- كأس زجاجي (300 mL)
- مخبار مدرج (25 mL)
- سحاحة (50 mL)
- ماصة (10 mL) مزودة بشفاط مطاطي
- دورق مخروطي (250 mL)
- حامل لتثبيت السحاحة
- قمع
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- حمض الهيدروكلوريك المركز Conc. HCl
- كربونات الصوديوم Na_2CO_3
- هيدروكسيد الصوديوم عالي النقاوة NaOH
- فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية (KHP) $C_8H_5O_4K$
- دليل الفينولفثالين PhPh
- دليل الميثيل البرتقالي MO
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- ❖ هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعليه يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين.
- ❖ يرجى التعامل بحذر مع الأحماض المركزة (HCl) عند نقل الكميات المطلوبة التي تريدها من الزجاجة و اضافتها الى المخبار المدرج ، بحيث تضمن عدم إتصالها مع الجلد و ذلك بإرتداء قفازات اليدين. كمل يجب استخدام الشفاط المطاطي لنقل الحمض بواسطة الماصة لتفادي وصول الحمض الى الفم.
- ❖ يجب الإسراع في وزن هيدروكسيد الصوديوم، وعدم ترك الزجاجة مفتوحة بل يجب غلقها. كما يجب إستخدم زجاجة الساعة لوزن الكمية المطلوبة من هيدروكسيد الصوديوم و ارتداء قفاز اليدين عند التعامل مع هذه المادة القلوية.
- ❖ يجب غسل الكأس الزجاجي و الماصة و المخبار المدرج قبل و بعد نقل أي سائل من الزجاجة لتجنب تلوث هذه السوائل ببعضها البعض.

خطوات العمل:

(1) حضر محلول مائي خام من هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 0.10 N، ثم أضبط تركيزه بمعايرة كمية محددة او وزن معين من فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية (KHP) كمادة قياسية أولية (راجع التجربة (1)). إستخدم قانون التخفيف، لتحضير 200 mL من محلول مخفف من هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 0.010 N.

(2) حضر محلول مائي خام من حمض الهيدروكلوريك بتركيز 0.10 N، ثم إستخدم قانون التخفيف، لتحضير 200 mL من محلول مخفف منه بتركيز 0.010 N . بعد ذلك أضبط تركيزحمض الهيدروكلوريك المخفف بمعايرته بالمحلول القياسي المخفف من هيدروكسيد الصوديوم الذي تم تحضيره في الخطوة (1).

(3) زن جرام واحد تقريباً من عينة لكربونات الصوديوم و أنقلها الى كأس زجاجي يحتوي على 100 mL من الماء المقطر. أذب العينة تماماً في الماء المقطر، ثم أنقل المحلول الناتج الى

دورق قياسي سعتة 250 mL، وبعد ذلك اكمل بالماء المقطر حتى العلامة الموضحة في عنق الدورق.

(4) اغسل السحاحة جيدا، ثم املأها بمحلول حمض الهيدروكلوريك المخفف الذي تم تحضيره و ضبط تركيزه في الخطوة (2). بعد ذلك اعد السحاحة في وضع الجاهزية لعملية المعايرة.

(5) أنقل بالماصة 10 mL من محلول كربوناتت الصوديوم الذي تم تحضيره في الخطوة (3) الى دورق مخروطي نظيف و جاف، ثم اضف قطرتين او ثلاث من دليل الفينولفثالين (phph).

(6) عاير محلول العينة (محلول كربونات الصوديوم في الدورق)، بإضافة حمض الهيدروكلوريك (HCl) القياسي الموجود بالسحاحة تدريجياً مع رج الدورق بإستمرار حتى الوصول الى نقطة نهاية التفاعل. سجل الحجم المسحح من الحمض.

(7) كرر عملية المعايرة ثلاث مرات، أي الخطوتين (5) و (6).

(8) كرر الخطوات (5) و (6) و (7)، مع استخدام دليل الميثيل البرتقالي (MO) بدلاً عن دليل الفينولفثالين (phph).

(9) اغسل يديك جيداً بعد الإنتهاء من تنفيذ التجربة.

(10) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية Identification	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	**تعيين تركيز الكربونات بطريقة المعايرة في عينة لأحد محاليله او أملاحه**
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) الحجم المسحح من محلول حمض الهيدروكلوريك القياسي:

رقم المعايرة	الحجم المسحح من HCl	
	في حالة دليل الـphph (V_{phph})	في حالة دليل الـMO (V_{MO})
Titration 1		
Titration 2		
Titration 3		
المتوسط		

(2) حساب عيارية محلول عينة كربونات الصوديوم باستخدام قانون التعادل:

$$(N_1 \times V_1)_{HCl} = (N_2 \times V_2)_{Na2CO3}$$

(3) حساب قوة تركيز (S_{Na2CO3}) محلول عينة كربونات الصوديوم معبراً عنها بـ (g/L):

$$S_{Na2CO3} = N_2 \times Eq.Wt._{Na2CO3}$$

حيث $Eq.Wt._{Na2CO3}$ هو الوزن المكافئ لكربونات الصوديوم.

(4) حساب الوزن النقي بالجرام ($Wt.(g)_{Na2CO3}$) من كربونات الصوديوم في العينة:

$$Wt.(g)_{Na2CO3} = S_{Na2CO3} \times V(L)_{Na2CO3}$$

حيث $V(L)_{Na2CO3}$ يمثل حجم محلول عينة كربونات الصوديوم التي تم تحضيرها معبراً عنها باللتر.

(5) حساب نقاوة عينة كربونات الصوديوم في العينة معبراً عنها بالنسبة المئوية الوزنية (**w/w%**):

$$\text{w/w\% } Na_2CO_3 = \frac{\text{Wt.(g)Na2CO3}}{\text{Wt(g)}_{\text{sample}}} \times 100$$

حيث $Wt(g)_{sample}$ يساوي وزن عينة كربونات الصوديوم المذابة بالجرام.

(5) المناقشة Discussion

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1)لماذا حجم حمض الهيدروكلوريك المسحح مع الكربونات عند استخدام دليل الـphph يساوي نصف الحجم المسحح عند استخدام دليل الـ MO؟ وضح إجابتك بالمعادلات.

(2) عينة من كربونات البوتاسيوم تزن 3.089 g أذيبت في الماء المقطر وخففت الى حجم 500 mL. وعند معايرة 25 mL من المحلول الناتج بمحلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك 0.0544 N HCl، كان حجم الحمض اللازم للوصل الى نقطة إنتهاء المعايرة هو 18.97 mL في حالة استخدام دليل الميثيل البرتقالي. احسب نقاوة العينة معبراً عنها بـ K_2CO_3 % w/w.

التجربة (3): تعيين تركيز الكربونات و البيكربونات بطريقة المعايرة في عينة لأحد مخاليطهما
Lab.(3): Titrimetric determination of carbonate and bicarbonate concentration in a given sample of their mixture.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - ماذا يحدث عند تسخين بيكربونات الصوديوم في الأوساط الجافة او الأوساط المائية؟ وضح إجابتك بالمعادلات الكيميائية.

2 - عرف منحنى المعايرة؟ ارسم مخطط تقريبي يوضح منحنى معايرة محلول لكربونات الصوديوم بمحلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك.

الأساس النظري:

بالإضافة الى فوائد الصناعية لكربونات الصوديوم، هنالك تطبيقات واسعة و متنوعة لبيكربونات الصوديوم $NaHCO_3$ في مجالات الصناعات الغذائية و الطبية و في مستحضرات الصيدلانية و التجميل و غيرها. و يعتبر بيكربونات الصوديوم او ما يسمى **بصودا الخبز** أهم مشتقات كربونات الصوديوم، لذا عادةً ما يتواجد كل من الكربونات و البيكربونات على هيئة مخاليط بنسب متفاوتة منهما. وفي هذه التجربة، سيقوم الطالب بتقدر كمية كل من الكربونات و البيكربونات بمعايرة محلول محضر من أحد مخاليطهما بمحلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك. حيث تتم عملية المعايرة بمرحلتين:

(أ) المرحلة الأولى و يتم خلالها معايرة نصف كمية الكربونات بإستخدم دليل الفينولفثالين (phph) لتحديد نقطة نهاية معايرة.

$$Na_2CO_3 + HCl \rightarrow NaHCO_3 + NaCl \qquad (1)$$

(ب) المرحلة الثانية و يتم خلالها معايرة كل من الكربونات والبيكربونات في الخليط و ذلك باستخدام دليل الميثيل البرتقالي (MO).

$$Na_2CO_3 + 2\,HCl \rightarrow 2\,NaCl + H_2O + CO_2 \qquad (2)$$

$$NaHCO_3 + HCl \rightarrow NaCl + H_2O + CO_2 \qquad (3)$$

و بتحديد حجم HCl المسحح و الذي يكافىء كل من الكربونات و البيكربونات، يمكن حساب كمية كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم في خليط العينة.

▪ مخـــــرجات التعلـــــــــــــــــم

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادراً على أن:

1 -تقدر كمياً مكونات خليط يتألف من أملاح حامضية أو القاعدية او من حمض و ملح حامضي او قاعدة و ملح قاعدي.

2 -تعالج حجوم المادة المسححة رياضياً عند استخدام أدلة مختلفة وتجري الحسابات الكيميائية في معايرة المخاليط.

3 - تحضر المحاليل القياسية بتخفيف محاليلها الخامة و التعبير عن تراكيزها بوحدات مختلفة.

4 - تختار الأدلة المناسبة في التحليل الكمي لمكونات عينة خليط باستخدام طريقة معايرة التعادل.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ❖ ميزان حساس
- ❖ دورق قياسي (500 mL)
- ❖ دوارق قياسية متنوعة السعة (100, 200 & 250 mL)
- ❖ كأس زجاجي (500 mL)
- ❖ كأس زجاجي (300 mL)
- ❖ مخبار مدرج (25 mL)
- ❖ سحاحة (50 mL)

- ماصة (10 mL) مزودة بشفاط مطاطي
- دورق مخروطي (250 mL)
- حامل لتثبيت السحاحة
- قمع
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- حمض الهيدروكلوريك المركز Conc. HCl
- كربونات الصوديوم Na_2CO_3
- بيكربونات الصوديوم $NaHCO_3$
- هيدروكسيد الصوديوم عالي النقاوة NaOH
- دليل الفينولفثالين PhPh
- دليل الميثيل البرتقالي MO
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- هيدروكسيد الصوديوم مادة كاوية لها تأثير كاوي على الجسم وعليه يجب الحذر من ملامستها للجسم أو العينين.
- يرجى التعامل بحذر مع الأحماض المركزة (HCl) عند نقل الكميات المطلوبة التي تريدها من الزجاجة و اضافتها الى المخبار المدرج ، بحيث تضمن عدم إتصالها مع الجلد و ذلك بارتداء قفازات اليدين. كمل يجب استخدام الشفاط المطاطي لنقل الحمض بواسطة الماصة لتفادي وصول الحمض الى الفم.
- يجب الإسراع في وزن هيدروكسيد الصوديوم، وعدم ترك الزجاجة مفتوحة بل يجب غلقها. كما يجب إستخدم زجاجة الساعة لوزن الكمية المطلوبة من هيدروكسيد الصوديوم و ارتداء قفاز اليدين عند التعامل مع هذه المادة القلوية.
- يجب غسل الكأس الزجاجي و الماصة و المخبار المدرج قبل و بعد نقل أي سائل من الزجاجة لتجنب تلوث هذه السوائل ببعضها البعض.

خطوات العمل:

(1) حضر محلول مخفف من هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 0.010 N (راجع التجربة (2)).

(2) حضر محلول مائي خام من حمض الهيدروكلوريك بتركيز 0.10 N، ثم إستخدم قانون التخفيف، لتحضير 200 mL من محلول مخفف منه بتركيز 0.010 N . بعد ذلك أضبط تركيزحمض الهيدروكلوريك المخفف بمعايرته بالمحلول القياسي المخفف من هيدروكسيد الصوديوم الذي تم تحضيره في الخطوة (1).

(3) زن جرام واحد تقريباً من عينة لخليط يتألف من كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم و أنقلها الى كأس زجاجي يحتوي على 100 mL من الماء المقطر. أذب العينة تماماً في الماء المقطر، ثم أنقل المحلول الناتج الى دورق قياسي سعتة 250 mL، وبعد ذلك اكمل بالماء المقطر حتى العلامة الموضحة في عنق الدورق.

(4) اغسل السحاحة جيدا، ثم املأها بمحلول حمض الهيدروكلوريك المخفف الذي تم تحضيره و ضبط تركيزه في الخطوة (2). بعد ذلك اعد السحاحة في وضع الجاهزية لعملية المعايرة.

(5) أنقل بالماصة 10 mL من محلول الخليط الذي تم تحضيره في الخطوة (3) الى دورق مخروطي نظيف و جاف، ثم اضف قطرتين او ثلاث من دليل الفينولفثالين (phph).

* **ملاحظة:** يجب عدم النفخ في الماصة لإنزال ما تبقى من محلول الخليط وأكتفي برطم فوهة الماصة بلطف شديد على الجدار الداخلي للدورق. كما يجب تفادي تسخين محلول العينة قبل او أثناء المعايرة.

(6) عاير محلول الخليط، بإضافة حمض الهيدروكلوريك (HCl) القياسي الموجود بالسحاحة تدريجياً مع رج الدورق بإستمرار حتى الوصول الى نقطة نهاية التفاعل. سجل الحجم المسحح من الحمض.

(7) كرر عملية المعايرة ثلاث مرات، أي الخطوتين (5) و (6).

(8) كرر الخطوات (5) و (6) و (7)، مع استخدام دليل الميثيل البرتقالي (MO) بدلاً عن دليل الفينولفثالين (phph).

(9) اغسل يديك جيداً بعد الإنتهاء من تنفيذ التجربة.

(10) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية **Identification**	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة **Title of Experiment**	**تعيين تركيز الكربونات و البيكربونات بطريقة المعايرة في عينة لأحد مخاليطهما**
(3) الهدف او الغاية من التجربة **Objective or Purpose**	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) الحجم المسحح من محلول حمض الهيدروكلوريك القياسي:

رقم المعايرة	الحجم المسحح من HCl	
	في حالة دليل الـphph (V_{phph})	في حالة دليل الـMO (V_{MO})
Titration 1		
Titration 2		
Titration 3		
المتوسط		

خذ بعين الإعتبار أن الحجم المسحح من HCl في حالة استخدام دليل الـ phph يكافئ نصف كمية الكربونات الموجودة في الخليط، أي أن:

$$V_{phph} \equiv \frac{1}{2}\ Na_2CO_3$$

و أن الحجم المسحح من HCl في حالة استخدام دليل الـ MO يكافئ كل الكمية من الكربونات و البيكربونات الموجودة في الخليط:

$$V_{MO} \equiv\ Na_2CO_3 + NaHCO_3$$

(2) حساب عيارية كربونات الصوديوم في محلول الخليط باستخدام قانون التعادل:

$$(N_1 \times V_1)_{HCl} = (N_2 \times V_2)_{mix}$$

حيث V_2 يمثل حجم الخليط الذي تم معايرته و V_1 هو حجم HCl المكافئ لكربونات الصوديوم في الخليط، أي أن ($V_1 = 2\ V_{phph}$).

(3) حساب عيارية بيكربونات الصوديوم في محلول الخليط باستخدام قانون التعادل:

$$(N'_1 \times V'_1)_{HCl} = (N'_2 \times V'_2)_{mix}$$

حيث V'_1 هو حجم HCl المكافئ لبيكربونات الصوديوم في الخليط، أي أن

($V'_1 = V_{MO} - 2\ V_{phph}$)

(4) حساب قوة تركيز كل من كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم في المحلول معبراً عنها بـ (g/L):

$$S_{Na2CO3} = N_2 \times Eq.Wt._{Na2CO3}$$

حيث $Eq.Wt._{Na2CO3}$ هو الوزن المكافئ لكربونات الصوديوم.

$$S_{NaHCO3} = N'_2 \times Eq.Wt._{NaHCO3}$$

حيث $Eq.Wt._{NaHCO3}$ هو الوزن المكافئ لبيكربونات الصوديوم.

(5) حساب الوزن النقي بالجرام لكل من كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم في العينة:

$$Wt.(g)_{Na2CO3} = S_{Na2CO3} \times V(L)_{mix}$$

$$Wt.(g)_{NaHCO3} = S_{NaHCO3} \times V(L)_{mix}$$

حيث $V(L)_{mix}$ يمثل حجم محلول عينة الخليط التي تم تحضيرها معبراً عنها باللتر.

(6) حساب النسبة المئوية الوزنية (**w/w%**) لكل من كربونات الصوديوم و بيكربونات الصوديوم في العينة:

$$\mathbf{w/w\%\ Na_2CO_3} = \frac{\mathbf{Wt.(g)Na2CO3}}{\mathbf{Wt(g)_{sample}}} \times \mathbf{100}$$

$$\mathbf{w/w\%\ NaHCO_3} = \frac{\mathbf{Wt.(g)NaHCO3}}{\mathbf{Wt(g)_{sample}}} \times \mathbf{100}$$

حيث $Wt(g)_{sample}$ يساوي وزن عينة خليط الكربونات و اليكربونات المذابة بالجرام.

(5) المناقشة Discussion

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1) ما الخطأ التقديري الذي سينجم عندما يتم نفخ الهواء من الفم خلال الماصة في محلول خليط الكربونات و البيكربونات قبل إجراء المعايرة بمحلول حمض الهيدروكلوريك؟ هل سيتغير تركيز الكريونات ام البيكربونات؟ و لماذا؟ عزز إجابتك بالمعادلات.

(2) ما الخطأ التقديري الذي سينجم عندما يتم تسخين محلول خليط الكربونات و البيكربونات قبل او أثناء المعايرة بمحلول حمض الهيدروكلوريك؟ هل سيتغير تركيز الكريونات ام البيكربونات؟ و لماذا؟ عزز إجابتك بالمعادلات.

(3) عينة تحتوي على كربونات البوتاسيوم (K_2CO_3) و بيكربونات الليثيوم ($LiHCO_3$) و كلوريد الصوديوم (NaCl) فقط تزن 4.050 g، أذيبت في الماء المقطر وخففت الى حجم 500 mL. وعند معايرة 20 mL من المحلول الناتج بمحلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك 0.0256 N HCl، كان حجم الحمض اللازم للوصل الى نقطة إنتهاء المعايرة هو 7.5 mL في حالة استخدام دليل الميثيل البرتقالي 22.80 mL. احسب النسبة الوزنية لمكونات العينة.

التجربة (4): تعيين كمية كبريتات الحديدوز ($FeSO_4$) في عينة لأحد مستحضراته الصيدلانية (كبسولات او أقراص الفيوسبان®) بمعايرتها بمحلول قياسي من $KMnO_4$.

Lab.(4): Titrimetric determination of ferrous sulphate ($FeSO_4$) content in a given sample of its pharmaceutical forms (Feospan® capsules/tablets) using a standard solution of $KMnO_4$ as a titrant.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - عرف رقم التأكسد و احسب رقم التأكسد للذرات المركزية للمواد التالية:

^{-}Na , OF_2, NaH, PO_4^{3-}, Cr_3O_{10}, $S_2O_3^{2-}$, $Cr_2O_7^{2}$

2 - زن معادلاتي الأكسدة و الإختزال التاليتين. حدد العامل المؤكسد و العامل المختزل، ثم احسب الوزن المكافيء لهما:

(أ) $^{-}Cr + ClO_4^{-} \rightarrow CrO_2^{-} + ClO_3$

(ب) $Mn^{2+} + BiO_3^{-} \rightarrow MnO_4^{-} + Bi^{3+}$

3 - اكتب معادلة نرنست لكل من التفاعلات في السؤال (2).

الأساس النظري:

تناول الأطعمة الغنية بالحديد هو جزء رئيسي من علاج فقر الدم الناجم عن انخفاض مستويات الحديد و لكن قد تحتاج الحالة الى أخذ مكملات غذائية محتوية على عنصر الحديد وكذلك لإعادة بناء مخازن الحديد في الجسم. فيمكن أن تكون المكملات على هيئة كبسولات او أقراص او شراب او حقن. و جدير بالذكر أن الكمية الأكثر شيوعا و التى تكون فى كل وحدة من الدواء هي 325 mg (كبريتات الحديدوز $FeSO_4$)، بمعنى أن القرص الواحد او الكبسولة الواحد فى العادة ما تحتوى على 325 mg من كبريتات الحديدوز. وتباع هذه الأقراص او الكبسولات بالاسم التجاري لكبريتات الحديدوز و المعروف **بالفيوسبان Feospan.** و في هذه التجربة سيقوم الطالب بتقدر كمية كبريتات الحديدوز في عينة من أقراص او كبسولات صيدلانية وذلك بمعايرة محلول محضر منها بمحلول قياسي من برمنجنات البوتاسيوم في وسط حامضي. حيث يتأكسد أيون الحديدوز (Fe^{2+}) الى أيون الحديديك (Fe^{3+}) أثناء تبعاً لمعادلة تفاعل الأكسدة و الإختزال التالية:

$$MnO_4^- + 5\ Fe^{2+} + 8\ H^+ \rightarrow Mn^{2+} + 5\ Fe^{3+} + 4\ H_2O$$

و عند نقطة إنتهاء التفاعل يتلون لون المحلول بلون البرمنجنات (الوردي) و الذي من خلاله يمكن الإستدلال عن نقطة نهاية المعايرة. لذا لا نحتاج لاستخدام دليل خارجي في هذا النوع من معايرة الأكسدة و الإختزال.

- **مخـــــرجات التعلـــــــــــــــــم**

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادراً على أن:

1 - تجري معايرة الأكسدة و الإختزال في التحليل الكمي لمادة ما في عينة تسلك كعامل مؤكسد او عامل مختزل.

2 -تستخلص المواد الفعالة من مستحضراتها الصيدلانية و تحضر محلول متجانس منها لعملية التحليل الكمي.

3 - تحضر المحاليل القياسية بتخفيف محاليلها الخامة و التعبير عن تراكيزها بوحدات مختلفة.

4 - حساب الوزن المكافئ و عيارية المواد التي تدخل في معايرة الأكسدة و الإختزال.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- دورق قياسي (500 mL)
- دوارق قياسية متنوعة السعة (100, 200 & 250 mL)
- كأس زجاجي (500 mL)
- كأس زجاجي (300 mL)
- مخبار مدرج (25 mL)
- سحاحة (50 mL)
- ماصة (10 mL) مزودة بشفاط مطاطي
- دورق مخروطي (250 mL)
- حامل لتثبيت السحاحة
- قمع
- أوراق ترشيح وتمان
- دورق غسيل
- موقد بنزن

الكواشف المطلوبة:

- حمض الأوكساليك النقي $C_2H_2O_4.2H_2O$
- محلول حمض الكبريتيك بتركيز (9 M) H_2SO_4
- برمنجنات البوتاسيوم عالي النقاوة $KMnO_4$
- أقراص او كبسولات من الفيوسبان Feospan®
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- ❖ برمنجنات البوتاسيوم ($KMnO_4$) من العوامل المؤكسد القوية و الذي قد يؤدي إتصالها المباشر بالمواد العضوية او حمض الكبريتيك المركز الى تكون مواد قابلة للإنفجار.
- ❖ يرجى التعامل بحذر مع الأحماض المركزة (H_2SO_4) عند نقل الكميات المطلوبة التي تريدها من الزجاجة و اضافتها الى المخبار المدرج ، بحيث تضمن عدم إتصالها مع الجلد و ذلك بإرتداء قفازات اليدين. كما يجب استخدام الشفاط المطاطي لنقل الحمض بواسطة الماصة لتفادي وصول الحمض الى الفم.
- ❖ يجب الإسراع في نقل برمنجنات البوتاسيوم، وعدم ترك الزجاجة مفتوحة بل يجب غلقها. تستخدم زجاجة الساعة لوزن برمنجنات البوتاسيوم مع إرتداء قفاز اليدين عند التعامل معا.
- ❖ حمض الأوكساليك يعتبر ساماً عند حرقة على اللهب، لذا يجب تفادي إتصاله المباشر مع اللهب كما يجب ارتداء الكمامات عند تسخين المحلول المحتوي على حمض الأوكساليك الذائب.
- ❖ يجب غسل الكأس الزجاجي و الماصة و المخبار المدرج قبل و بعد نقل أي سائل من الزجاجة لتجنب تلوث هذه السوائل ببعضها البعض.

خطوات العمل:

(1) حضر محلول مائي خام من برمنجنات البوتاسيوم بتركيز 0.10 N، ثم أضبط تركيزه بمعايرة وزن معين من حمض الأكساليك ($C_2H_2O_4.2H_2O$) كمادة قياسية أولية– (راجع التجربة (1)). إستخدم قانون التخفيف، لتحضير 200 mL من محلول قياسي مخفف من برمنجنات البوتاسيوم بتركيز 0.010 N.

(2) قم بسحق خمسة أقراص او كبسولات موزونة من الفيوسبان على الهون، ثم اخلط المسحوق جيدا. زن 3 g تقريباً من مسحوق العينة و أنقلها الى كأس زجاجي يحتوي على 100 mL من الماء المقطر. أذب العينة تماماً بتسخينها بلطف على اللهب.

(3) رشح المحلول الناتج، بحيث يجمع الراشح في دورق قياسي سعتة 250 mL، وبعد ذلك أكمل بالماء المقطر حتى العلامة الموضحة في عنق الدورق.

(4) اغسل السحاحة جيدا، ثم املأها بمحلول برمنجنات البوتاسيوم المخفف بتركيز 0.010 N الذي تم تحضيره و ضبط تركيزه في الخطوة (1). بعد ذلك اعد السحاحة في وضع الجاهزية لعملية المعايرة.

(5) أنقل بالماصة 10 mL من محلول العينة الذي تم تحضيره في الخطوة (2 و3) الى دورق مخروطي نظيف و جاف، ثم اضف ببطىء شديد و حذر 5 mL (على هيئة قطرات) من حمض الكبريتيك بتركيز 9 M. بعد ذلك قم بمعايرة المحلول ببرمنجنات البوتاسيوم مع الرج بلطيف و المستمر أثناء المعايرة حتى الوصول الى نقطة إنتهاء التفاعل. سجل الحجم المسحح من برمنجنات البوتاسيوم.

(6) كرر عملية المعايرة ثلاث مرات، أي الخطوة (5).

(7) اغسل يديك جيداً بعد الإنتهاء من تنفيذ التجربة.

(8) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية Identification	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	**تعيين كمية كبريتات الحديدوز ($FeSO_4$) في عينة لأحد مستحضراته الصيدلانية (كبسولات او أقراص الفيوسبان®) بمعايرتها بمحلول قياسي من $KMnO_4$.**
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) الحجم المسحح من محلول برمنجنات البوتاسيوم القياسي:

رقم المعايرة	الحجم المسحح من $KMnO_4$
Titration 1	
Titration 2	
Titration 3	
المتوسط	

(2) حساب عيارية كبريتات الحديدوز في محلول العينة باستخدام قانون التعادل:

$$(N_1 \times V_1)_{KMnO4} = (N_2 \times V_2)_{FeSO4}$$

حيث V_2 يمثل حجم محلول العينة الذي تم معايرته و V_1 هو متوسط حجم برمنجنات البوتاسيوم المكافئ.

(3) حساب قوة تركيز كل من كبريتات الحديدوز في المحلول معبراً عنها بـ (***g/L***):

$$S_{FeSO4} = N_2 \times Eq.Wt._{FeSO4}$$

حيث $Eq.Wt._{FeSO4}$ هو الوزن المكافئ لكبريتات الحديدوز.

(3) حساب الوزن النقي بالمليجرام لكبريتات الحديدوز في العينة:

$$Wt.(mg)_{FeSO4} = S_{FeSO4} \times V(mL)_{sample}$$

حيث $V(mL)_{sample}$ يمثل حجم محلول عينة الخليط التي تم تحضيرها معبراً عنها بالمليلتر.

(4) حساب متوسط وزن القرص او الكبسولة من الفيوسبان®:

رقم القرص او الكبسولة	وزن القرص او الكبسولة بالجرام
1	
2	
3	
4	
5	
مجموع وزن القرص او الكبسولة $Wt.(g)_{Total}$	
متوسط وزن القرص او الكبسولة $Wt.(g)_{Avg}$	

(5) حساب الوزن النقي بالمليجرام من كبريتات الحديدوز لكل قرص او كبسولة:

$$Wt.(mg)_{FeSO4}/\text{tablet(capsule)} = \frac{Wt.(mg)FeSO4 \times Wt.(g)Avg}{Wt.(g)_{Total}}$$

(5) المناقشة Discussion

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1)ما الخطأ التقديري الذي سينجم إذا كانت كمية حمض الكبريتيك المضافة الى محلول العينة غير كافية قبل إجراء المعايرة بمحلول برمنجنات البوتاسيوم؟ هل سيتغير تركيز كبريتات الحديدوز المقدر؟ و لماذا؟ عزز إجابتك بالمعادلات.

(2) عند معايرة 271 mg من أوكسالات الصوديوم ($Na_2C_2O_4$) بمحلول قياسي من برمنجنات البوتاسيوم $KMnO_4$ ، كان حجم البرمنجنات المسحح و اللازم للوصول الى نقطة النهاية يساوي 40.21 mL. احسب عيارية محلول برمنجنات البوتاسيوم.

(3) عينة من خام الهيماتيت تزن 0.497 g أذيبت في حمض الهيدروكلوريك (HCl) المركز، ثم اختزل الحديديك (Fe^{3+}) الى الحديدوز (Fe^{2+})بواسطة كلوريد القصديروز ($SnCl_2$). بعد ذلك تم معايرة المحلول الناتج بمحلول برمنجنات البوتاسيوم ذات التركيز 0.1075 N. فإذا تطلبت هذه العينة 47.35 mL من محلول البرمنجنات للوصول الى نقطة النهاية، احسب النسبة المئوية لأكسيد الحديديك (Fe_2O_3) في عينة خام الهيماتيت.

التجربة (5): تقدير عسر عينة من ماء الصنبور بطريقة معايرة تكوين المعقدات بواسطة أيثيلين ثنائي أمين رباعي خلات ثنائي الصوديوم (اديتا).

Lab.(5): Complexometric determination of the degree of hardness of a municipal water sample by reacting it with a solution of disodium ethylenediamine tetraacetate (EDTA).

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - أرسم التركيب البنائي لكل من جزيىء الاديتا (EDTA) و جزيىء دليل الايروكروم بلاك– تي (Erichrome black–T). حدد عليهما المواقع او الذرات التي يمكن أن تكون ورابط تناسقية (مخلبية) مع الأيون الفلزي، و ليكن M^{n+}.

2 - لماذا معايرة تكوين المعقدات بواسطة الاديتا (EDTA) تجرى دائماً في وسط قلوي (pH~10)؟

الأساس النظري:

عسر الماء (او قساوة الماء) هو تعبير يستخدم لوصف حالة الماء عندما تكون نسبة الأملاح المعدنية فيه عالية، والتي غالباً ما تكون أملاح الكالسيوم (Ca^{+2}) والمغنسيوم (Mg^{+2}) ، بالإضافة الى بعض الأملاح المنحلة من البيكربونات والكبريتات .يوجد الكالسيوم في المياه العسرة على شكل كربونات الكالسيوم) ($CaCO_3$) حجر جيري (أو كبريتات الكالسيوم .($CaSO_4$) أما المغنسيوم فيأتي على شكل معدن الدولوميت .والماء العسر هو عادة غير ضار بالصحة ولكن يمكن أن يتسبب بمشاكل خطيرة في البيئات الصناعية ، حيث يتم رصد عسر المياه لتجنب حدوث أعطال مكلفة في المراجل وأبراج التبريد، وغيرها من المعدات التي تعالج المياه.

أقسام العسر

العسر المؤقت

ويعود لوجود أملاح البيكربونات وسمي بالعسر المؤقت لسهولة التخلص منه، ويمكن إزالة عسر الماء في هذه الحالة وتحويله الى ماء يسر بغلي الماء او تسخينه فينطلق غاز ثاني أكسيد الكربون وتترسب كربونات الكالسيوم مكونة طبيقة بيضاء على سطح غلاية الماء.

العسر الدائم

ويعود لوجود أملاح كبريتات وكلوريدات المغنسيوم والكالسيوم ذائبة في الماء، وسمي عسراً دائماً لأن أملاح هذه الأيونات لا تترسب بعملية التسخين البسيطة، وإنما تحتاج الى معالجات كميائية.

الأضرار الناتجة عن استعمال الماء العسر: (1) في الغلايات والمواسير: يؤدي استعمال الماء العسر بنوعيه المؤقت والدائم في الغلايات الى ترسيب أملاح الكالسيوم والمغنسيوم بالحرارة وزيادة تركيزها، ويؤدي وجود تلك الطبقات المترسبة الى أضرار كثيرة منها: (أ) تقليل التوصيل الحراري في مختلف الأوعية الحرارية. (ب) صعوبة وعدم وصول الحرارة الى السائل المسخن وبالتالي فقد وزيادة استهلاك الوقود. (ج) يؤدي وجود تلك الطبقات المترسبة الى تكون طبقة عازلة مما يؤدي الى عدم تبريد الأجزاء الملامسة للهب تبريداً نسبياً، وبالتالي الى ارتفاع درجة حرارة تلك الأجزاء بشكل خطر قد يؤدي الى انفجار الغلايات. (د) قد يؤدي الترسيب المتزايد الى انسداد مواسير الغلاية وانفجارها. (2) في الغسيل: يسبب استعمال الماء العسر استهلاكاً كبيراً في الصابون المعدني غير الذائب والذي يرسب على الأسطح المراد غسلها. (3) في صناعة الغزل والنسيج: تترسب أملاح الحديدوز والمنجنيز على الأنسجة ثم تتأكسد الى أملاح الحديدك التي تكون بقع سمراء على الأنسجة يصعب إزالتها. (4) تكون الصدأ وتأكل المعدن.

و في هذه التجربة سيقوم الطالب بتقدير عسر عينة من ماء الصنبور باستخدام معايرة تكوين المعقدات بواسطة الاديتا (EDTA). حيث يتفاعل الملح الصوديومي للاديتا (EDTA) مع أملاح الكالسيوم والمغنسيوم مكونة معقدة ثابتة:

$$CaSO_4 + Na_2[H_2EDTA] \leftrightarrow Na_2[CaEDTA] + H_2SO_4$$

$$MgSO_4 + Na_2[H_2EDTA] \leftrightarrow Na_2[MgEDTA] + H_2SO_4$$

وهذا التفاعل يميل الى الجهة اليمنى وذلك بإضافة مادة قلوية تتفاعل مع حامض الكبريتيك المتكون أما عند pH حامضية فسوف يسير التفاعل الى الجهة اليسرى. ولذلك يستخدم محلول منظم عند pH = 10 . وهذه الطريقة مناسبة ودقيقة، وفيها يتم أخذ عينة من ماء الصنبور ويضاف اليها المحلول المنظم او محلول الأمونيا المائي (NH_4OH) لجعل الوسط قلوي ثم تعاير بمحلول الاديتا في وجود دليل الايروكروم بلاك تي (Erichrome black– T) الذي يعطي لون أحمر عنابي في وجود الكالسيوم والمغنيسيوم لتكوينه معقد مع أيونات الكالسيوم والمغنيسيوم:

$$Ca^{2+} + In^{n-}\ (\text{لون أزرق}) \leftrightarrow CaIn^{2+n-}\ (\text{لون أحمر عنابي})$$

$$Ca^{2+} + In^{n-}\ (\text{لون أزرق}) \leftrightarrow CaIn^{2+n-}\ (\text{لون أحمر عنابي})$$

ونظراً لكون هذا المعقد أقل ثباتا من معقد الاديتا مع هذه الأيونات لذلك فإنه عند المعايرة يتكون معقد الاديتا مع الكالسيوم والمغنيسيوم تاركة الدليل الذي يصبح لونه أزرق و بالتالي يمكن حساب العسر الكلي لعينة الماء. أما لتقدير العسر الدائم فإنه يتطلب غلي الماء و ترشيحه لإزالة العسر المؤقت (الراسب المتكون من كربونات الكالسيوم و المغنسيوم) و من ثم إجراء عملية المعايرة بالاديتا كما في السابق.

- **مخـــــرجات التعلـــــــــــــــــم**

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادراً على أن:

1 - تستخدم معايرة تكوين المعقدات بواسطة الاديتا في تقدير تراكيز الكثير من العناصر الفلزية.

2 - تعين العسر الكلي و الدائم و المؤقت لعينة من الماء و تحديد مدى جودة هذه العينة من المياه.

3 - تحديد الدليل المناسب او الطريقة الملائمة او إجراءت الصائبة في معايرة تكوين المعقدات.

4 - تقوم بالحسابات الكيميائية المتعددة للتعبير عن خصائص المياه بحسب الوحدات المتعارف عليها دولياً.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- دورق قياسي (500 mL)
- دوارق قياسية متنوعة السعة (100, 200 & 250 mL)
- كأس زجاجي (500 mL)
- مخبار مدرج (25 mL)
- سحاحة (50 mL)
- ماصة (10 mL) مزودة بشفاط مطاطي
- دورق مخروطي (250 mL)
- حامل لتثبيت السحاحة
- قمع
- أوراق ترشيح وتمان
- لهب بنزن
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- أيثيلين ثنائي أمين رباعي خلات ثنائي الصوديوم (EDTA) ($C_{10}H_{18}N_2O_8Na_2$)
- نترات المغنسيوم $Mg(NO_3)_2$
- دليل الايروكروم بلاك– تي Erichrome black–T
- محلول الأمونيا NH_3 (aq) or NH_4OH
- ماء مقطر
- ماء صنبور

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- عند غلي الماء لا تجعل الكأس الزجاجي باتصال مباشر على اللهب بل حافظ على أن يكون أعلى اللهب بمسافة مناسبة.

❖ يجب غسل الكأس الزجاجي و الماصة و المخبار المدرج قبل و بعد نقل أي سائل من الزجاجة لتجنب تلوث هذه السوائل ببعضها البعض.

خطوات العمل:

(1) حضر محلول مائي خام من الاديتا (EDTA) بتركيز 0.10 N، ثم أضبط تركيزه بمعايرة كمية محددة او وزن معين من نترات الماغنسيوم ($Mg(NO_3)_2$) كمادة قياسية أولية (راجع التجربة (1)). إستخدم قانون التخفيف، لتحضير 200 mL من محلول مخفف من الاديتا بتركيز 0.010 N.

(2) اغسل السحاحة جيدا، ثم املأها بمحلول الاديتا المخفف الذي تم تحضيره و ضبط تركيزه في الخطوة (1). بعد ذلك اعد السحاحة في وضع الجاهزية لعملية المعايرة.

(3) أنقل بالماصة 50 mL من ماء الصنبور الى دورق مخروطي نظيف و جاف، ثم اضف اليه 2–3 mL من محلول الأمونيا حتى يصبح الوسط قلوي (pH~10)، بعد ذلك اضف قطرتين او ثلاث من دليل الايروكروم بلاك – تي (Erichrome black – T).

(4) عاير محلول عينة ماء الصنبور، بإضافة محلول الاديتا القياسي تدريجياً مع رج الدورق بإستمرار حتى الوصول الى نقطة نهاية التفاعل. سجل الحجم المسحح من الحمض.

(5) كرر عملية المعايرة ثلاث مرات، أي الخطوتين (3) و (4).

(6) خذ في كأس زجاجي نضيف و جاف حوالى 250 mL من ماء الصنبور، ثم قم بغليه على اللهب لبضع دقائق.

(7) اترك الماء ليبرد. بعد ذلك رشح ماء الصنبور على البارد. تخلص من الراسب و احتفض بالرشيح.

(8) عاير الراشيح بمحلول الاديتا المخفف كما في السابق، أي كرر الخطوات (3) و (4) و (5).

(9) اغسل يديك جيداً بعد الإنتهاء من تنفيذ التجربة.

(10) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية Identification	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	**تقدير عسر عينة من ماء الصنبور بطريقة معايرة تكوين المعقدات بواسطة أيثيلين ثنائي أمين رباعي خلات ثنائي الصوديوم (اديتا).**
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) الحجم المسحح من محلول الاديتا (EDTA) القياسي:

رقم المعايرة	الحجم المسحح من الـ EDTA	
	قبل الغليان (V_C)	بعد الغليان (V_H)
Titration 1		
Titration 2		
Titration 3		
المتوسط		

(2) حساب عيارية ماء الصنبور على هيئة كربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) قبل الغليان و بعد الغليان:

$$(N_1 \times V_1)_{EDTA} = (N_2 \times V_2)_{CaCO3}$$

حيث $V_C = V_1$ (لحساب العيارية قبل الغليان) و $V_H = V_1$ (لحساب العيارية بعد الغليان).

(3) حساب العسر الكلي **(*Total hardness*)** للماء معبرا عنه بالميليجرام من كربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) لكل لتر من الماء:

$$\textbf{\textit{Total hardness (TH),}}[\textbf{\textit{CaCO}}_3\,\textbf{\textit{(mg/L)}}] = \textbf{\textit{N}}_2 \times \textbf{\textit{Eq.Wt.}}_{\textbf{\textit{CaCO3}}} \times \textbf{\textit{1000}}$$

حيث N_2 هي العيارية لكربونات الكالسيوم على البارد (قبل الغليان) و $Eq.Wt._{CaCO3}$ هو الوزن المكافئ لكربونات الكالسيوم.

(4) حساب العسر الدائم **(*Permanent hardness*)** للماء معبرا عنه بالميليجرام من كربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) لكل لتر من الماء:

$$\textbf{\textit{Permanent hardness (PH),}}[\textbf{\textit{CaCO}}_3\,\textbf{\textit{(mg/L)}}] = \textbf{\textit{N}}_2 \times \textbf{\textit{Eq.Wt.}}_{\textbf{\textit{CaCO3}}} \times \textbf{\textit{1000}}$$

حيث N_2 هي العيارية لكربونات الكالسيوم بعد الغليان و $Eq.Wt._{CaCO3}$ هو الوزن المكافئ لكربونات الكالسيوم.

(5) حساب العسر المؤقت **(*Impermanent hardness*)** للماء معبرا عنه بالميليجرام من كربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) لكل لتر من الماء:

$$\textbf{\textit{Impermanent hardness (IH),}}[\textbf{\textit{CaCO}}_3\,\textbf{\textit{(mg/L)}}] = \textbf{\textit{TH} – \textit{PH}}$$

(5) المناقشة Discussion

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1) مالمقصود بالمعايرة الرجعية؟ وضح بمثال كيف يمكن استخدام هذا النوع من المعايرة في تفاعلات تكوين المعقدات بواسطة الاديتا.

(2) لماذا تم تجاهل وزن الراسب بعد الغليان بالرغم أنه يمثل العسر المؤقت وكان هذا سيغنينا بطريقة غير مباشرة عن تقدير العسر الدائم بإجراء المعايرة على الرشيح؟

التجربة (6): دراسة العلاقة بين كمية المادة المذابة و نقطة التجمد: تعيين الكتلة المولية لمذاب ما بطريقة الانخفاض في نقطة انصهار الفانيللا.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - ما العلاقة بين كمية المادة المذابة و نقطة تجمد المحلول؟

2 - محلول تم تحضيره بخلط 0.30 g من حمض اللوريك ($C_{12}H_{24}O_2$) بـ 1.2 g من الفانيللا ($C_8H_8O_3$). أي من هاتين المادتين تمثل المذاب و المذيب؟ و لماذا؟ احسب التركيز المولالي للمذاب في هذا المحلول.

الأساس النظري:

درجة حرارة التجمد (freezing point) هي خاصية فيزيائية لأي مركب او خليط. فالماء النقي مثلاً يتجمد (او ينصهر) عند درجة حرارة الصفر المئوي (0 °C). فإذا تحولت المادة من الحالة السائلة الى الحالة الصلبة نطلق على هذا التحول الفيزيائي بالتجمد، بينما تحول الصلب الى سائل نطلق على هذه العملية بالانصهار. و في حقيقة الأمر كل من عمليتي التجمد و الانصهار تحدثان ضمن مدى معين من درجة الحرارة. فنقطة الانصهار تمتد من درجة الحرارة التي يبدءا عندها أول جزء من البلورة بالتحول الى سائل الى درجة الحرارة التي تنصهر فيها أخر جزء من البلورة الصلبة. كما تمتد نقطة التجمد من درجة الحرارة التي يبدءا عندها تكوين أول جزء من البلورة الى درجة الحرارة التي يحدث عنها تصلب تام للمادة. فمدى نقطة الانصهار و مدى نقطة التجمد دائما ما يكونا صغيرين و متساوين تماماً الى حد ما في الأنظمة المتجانسة. و مع ذلك هنالك بعض الأنظمة التي تكون بطيئة في عملية التبلور. و هذا يعني

بأن هذه المواد تميل الى تكوين سوائل فوق المبردة (Super–cooled liquids) و التي لا تتبلور إلا إذا اضيف اليها جزء صغير من بلورة نفس المادة و التي يطلق عليها بذرة البلورة. و بسبب خاصية فوق التبريد لمعظم السوائل، أحياناً يتم اعتبار نقطة الانصهار المقاسة على أنها نقطة التجمد. و في الحقيقة نقطة التجمد الي سوف يقوم الطالب بقياسها في هذه التجربة هي نقطة وسطى ضمن مدى نقطة انصهار المادة.

و في هذه التجربة سيقوم الطالب بتحضير ثلاث أنابيب تقدير نقطة التجمد لكل من الفانيللا النقية و خليط من الفانيللا و حمض اللوريك و خليط من الفانيللا و مركب مجهول. سيتم صهر محتويات الأنابيب الثلاث بعدها سيتم تبريدها ببطء وبعدها سيتم أخذ درجة حرارة التجمد. و من خلال تعيين الانخفاض في نقطة تجمد الفانيللا و كذلك باستخدام العلاقة بين كمية المادة المذابة و الانخفاض في نقطة التجمد، فإنه يمكن حساب الكتلة المولية لكل من حمض اللوريك (كمادة مرجعية) و المركب المجهول (عينة قياس).

- **مخـــــرجات التعلـــــــــــــــــم**

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادرا على أن:

1 - تقدر نقطة تجمد او انصهار المركبات الكيميائية عمليا.

2 - تعيين الكتلة المولية لمركب ما من خلال العلاقة بين كمية المادة المذابة و الانخفاض في نقطة التجمد.

3 - تحكم على ما إذا كان مركبا ما نقيا بدرجة معقولة او يحتوي على مستوى كبير من الشوائب.

4 - تميز بين أيزومرات مركبا ما او اطواره التأصلية في الحالة الصلبة باستخدام الإختلاف في نقطة التجمد.

5 - تحدد ما إذا كان مركبا ما موجود منفردا او مخلوط مع مركبات اخرى في العينة المقاسة.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- ترمومتر مدرج بالدرجة المئوية وبدقة قياس 0.1 ^{o}C
- حامل لتثبيت الترمومتر و الحمام المائي (دورق مملوء بالماء)
- أنابيب قياس نقطة الانصهار طولها (10 cm) و بقطر (6–10 mm) او أنابيب توصيل طويلة و بقطر داخلي (6–10 mm)

- دورق مخروطي سعته 500 mL
- رباط مطاطي
- ملاعق مختبرية صغيرة Spatulas
- موقد بنزن
- قصاصات ورقية ناعمة بمقاس (4 cm × 6 cm)
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

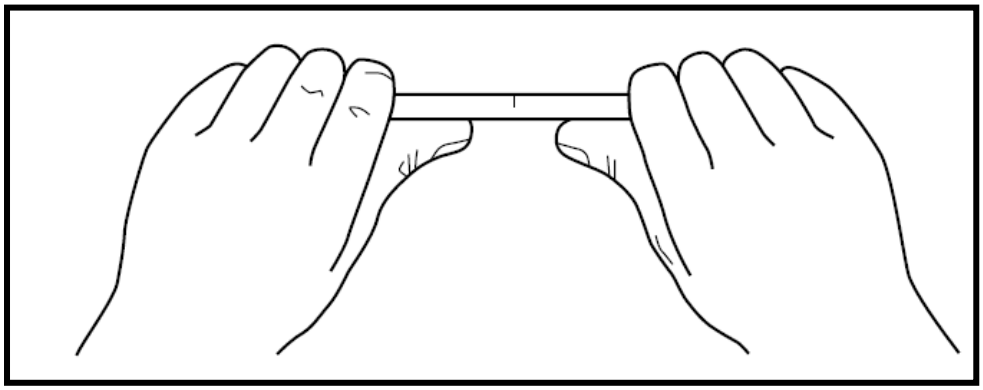
- فانيللا $C_8H_8O_3$
- حمض اللوريك $C_{12}H_{24}O_2$
- عينة المركب المجهول و المراد تعيين وزنه الجزيئي (تأخذ من مدرس العملي)
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- يجب أن تكون مرتدياً لقفازات اليدين و استخدم قطعة قماش عندما تقوم بكسر جزء معين من أنابيب التوصيل لتحمي يديك من أن تتعرض للوغز او أن تجرح يديك و أنت تتعامل مع الأنابيب الزجاجية.
- يجب أن تكون مرتديا لقفازات اليدين عندما تقوم بتعبئة الأنابيب بمسحوق المادة لتضمن عدم إتصال هذه المواد مع الجلد مباشرةً.
- تعامل مع الترمومتر المدرج برفق و تجنب خدش او رطم مستودع الزئبق، لأن ذلك سيؤدي الى كسر الترمومتر و خروج الزئبق.
- ارتدي نظارات واقية للعين و جعل عينيك على بعد 20 cm من الأشياء الحارة و أنت تراقب عملية التسخين في الأنبوبة.
- لا تحمل موقد بنزن بيديك او تحركه من موقعه المخصص له على المنضدة، و لكن تحكم في تحريك الحامل إذا كنت تريد أن تجعل اللهب قريبا او بعيداً عن الأنبوبة.

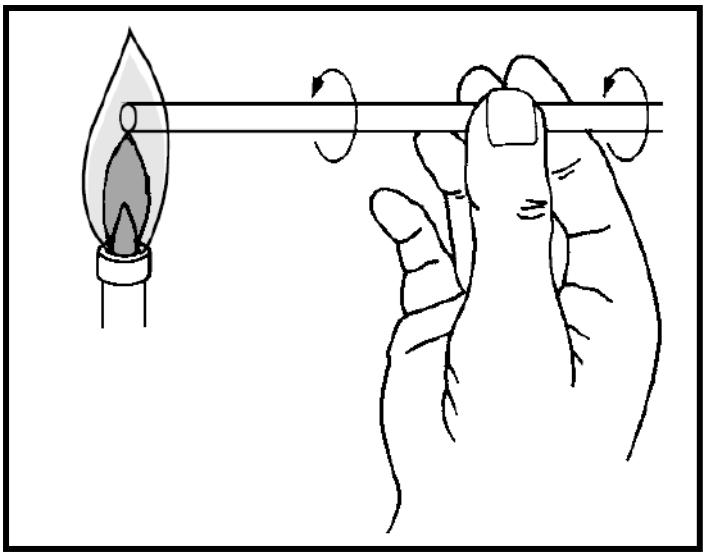
خطوات العمل:

(1)خذ أنبوبة توصيل و حدد عند طول مناسب (تقريبا 5 cm–4) بعمل خدش على محيطها بواسطة آلة مسننة. قم بكسر الأنبوبة بوضع أبهمي يديك على جانبي الخدش مع دفعهما الى الأمام كما في **شكل (2)** (يجب أن تكون مرتدياً للقفازات و مستخدماً قطعة قماش).



شكل (2): الوضع المناسب لليدين أثناء كسر أنبوبة التوصيل (يجب أن تكون مرتدياً للقفازات و مستخدماً قطعة قماش).

(2)عرض أحد طرفي الأنبوبة التي قمت بكسرها للهب مع تدويرها ببطء مستمر، بحيث يكون طرف الأنبوبة في المنطقة الزرقاء من اللهب (**شكل (3)**) . إستمر بدوير الأنبوبة حتى يغلق طرفها تماماً. اترك الأنبوبة بعد ذلك لتبرد في الهواء.

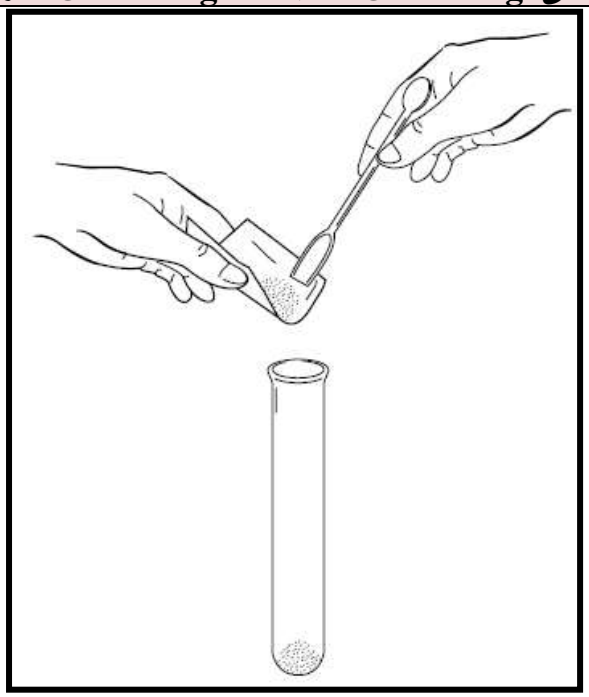


شكل (3): استخدام اللهب لغلق طرفي أنبوبة التوصيل.

(3) كرر الخطوتين (1) و (2) ثلاث مرات للحصول على ثلاث أنابيب مغلق أحد أطرافها بأحكام. إذا كانت مثل هذا النوع من الأنابيب متوفرة في المعمل، لا داعي لإجراء الخطوتين السابقتين و أنتقل مباشرةً للخطوة التالية، أي الخطوة (3).

(4) استخدم القصاصات الورقية لوزن كميات محددة من مساحيق المواد الثلاثة (فانيللا و حمض اللوريك و المركب المجهولة او العينة). انقل هذه الكميات الى الأنابيب الثلاثة (**A** و **B** و **C**)، تبعاً لما هو موضح في الجدول أدناه. استخدم ملعقة المختبر (spatula) كما هو موضح في **شكل (4)**. لتسهيل إنزلاق المسحوق و كذلك لتفتيت الحبيبات الكبيرة التي قد تتواجد في المسحوق داخل الأنبوبة. كما يمكنك ضرب الطرف المغلق من الأنبوبة على غلاف كتاب ما لزيادة مزج و تجانس الخليط.

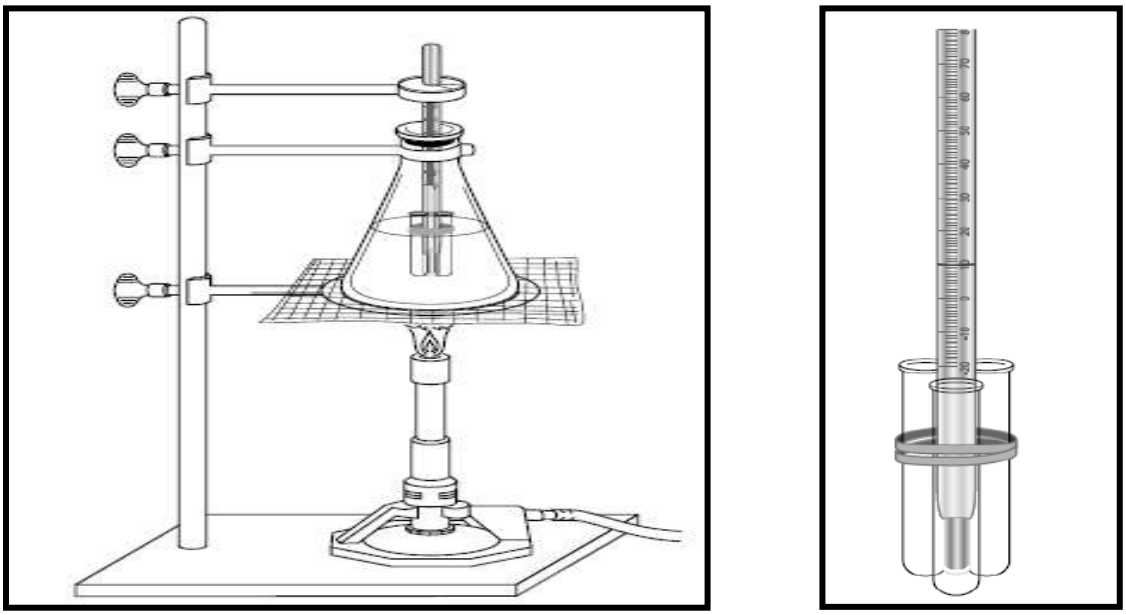
الأنبوبة (A): تحتوي على 1200 mg من الفانيللا فقط
الأنبوبة (B): تحتوي على 900 mg من الفانيللا + 300 mg من حمض اللوريك
الأنبوبة (C): تحتوي على 900 mg من الفانيللا + 300 mg من المركب المجهول (العينة)



شكل (4): الطريقة المثلى لنقل مسحوق الى أنبوبة قياس.

(5) استخدم الرباط المطاطي لإلصاق الأنابيب الثلاث بإحكام الى الترمومتر (**شكل 5**– أ). ضع الأنابيب في كأس زجاجي مملوء بحوالي 400 mL ماء مقطر و الذي يلعب دور الحمام المائي. لاحظ أن مستودع الزئبق لترمومتر يجب أن يكون مغموراً تماما في الماء (**شكل 5**– **ب**).

(ب) (أ)



شكل (5): ربط الأنابيب حول الترمومتر (أ) و غمرها في الحمام المائي (ب)

(6) استخدم لهب صغير من موقد بنزن لتسخين الماء في الدورق الزجاجي، بحيث لا يتجاوز معدل التسخين 2–3 °C/min. و عندما تصل درجة الحرارة 50 °C، اخفض معدل التسخين بخفض مستوى اللهب و بعدها راقب المخاليط في الأنابيب الثلاث مع الزيادة البطيئة في درجة الحرارة ثم دون درجة الحرارة التي تبداء عندها المادة الانصهار في كل أنبوبة (أي حدوث تميع في قوام المادة)، و لتكن درجة الحرارة المقابلة هي (T_1).

*__ملاحظة:__ يجب أن لا تزيد درجة الحرارة أثناء التسخين عن 85 °C، حتى لا يحدث تسامي للفانيللا.

(7) إستمر بالتسخين حتى تتحول المادة كلياً الى سائل. بعد ذلك ازل اللهب و اترك الماء ليبرد مع مراقبة حالة السائل في الأنابيب الثالثة معا مع الانخفاض في درجة الحرارة حتي يبداء حدوث التغبش (أي ظهور العكارة في كل أنبوبة و هي أول مرحلة في عملية التجمد). دون درجة حرارة التغبش و لتكن (T_2).

(8) كرر الخطوتين (6) و (7) ثلاث الى خمس مرات مع تسجيل قيم درجة الحرارة (T_1 و T_2).

(9) اغسل يديك جيداً بعد أن تنتهي من إجراء التجربة.

(10) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية Identification	أسم الطالب :-..... اسماء الطلبة المشاركين :- (1).....(2)..... (3)..... المجموعة :.....الزمن :- من..... الى..... اليوم و التاريخ :-.....(...../...../..... 20)
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	دراسة العلاقة بين كمية المادة المذابة و نقطة التجمد: تعيين الكتلة المولية لمذاب ما بطريقة الانخفاض في نقطة انصهار الفانيللا.
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) دون في الجدول التالي درجة حرارة التي يبداء عندها تكوين السائل (T_1) و درجة حرارة التي يبداء عندها التغبش (T_2) التي قمت بقياسها لمحتويات كل أنبوبة. احسب المتوسط ثم اوجد نقطة نقطة التجمد (T_f):

نقطة التجمد المقاسة (درجة مئوية ^oC) لمحتويات الأنابيب الثلاث:

أنبوبة (A)	التكرار	1	2	3	4	5	المتوسط	T_f
Vanillin	T_1							
	T_2							
أنبوبة (B)	التكرار	1	2	3	4	5	المتوسط	T_f
Vanillin +Lauric acid	T_1							
	T_2							
أنبوبة (C)	التكرار	1	2	3	4	5	المتوسط	T_f
Vanillin + Unknown	T_1							
	T_2							

(2) احسب الانخفاض في نقطة التجمد (ΔT_f) للفينيلالا بعد إضافة حمض اللوريك و المركب المجهول:

(أ) الانخفاض في نقطة التجمد بعد إضافة حمض اللوريك $\Delta T_f(LA)$ و يعطى بالفرق في نقطتي التجمد بين الفينيلالا النقي (الأنبوبة A) و خليط الفينيلالا مع حمض اللوريك (الأنبوبة B):

$$\Delta T_f(LA) = T_f(LA) - T_f(Val)$$

(ب) الانخفاض في نقطة التجمد بعد إضافة المركب المجهول $\Delta T_f(Unk)$ و يعطى بالفرق في نقطتي التجمد بين الفينيلالا النقي (الأنبوبة A) و خليط الفينيلالا مع المركب المجهول (الأنبوبة C):

$$\Delta T_f(Unk) = T_f(Unk) - T_f(Val)$$

(3) احسب الكتلة المولية (MW) لكل من حمض اللوريك و المركب المجهول:

(أ) الكتلة المولية لحمض اللوريك $MW(LA)$ و يعطى بالعلاقة التالية:

$$MW(LA) = -\frac{Wt.(LA) \times k_f \times 1000}{Wt.(Val) \times \Delta T_f(LA)}$$

حيث Wt.(LA) و Wt.(Val) يعبرا عن وزن كل من حمض اللوريك و الفنيلالا في الخليط (الأنبوبة B)، على التوالي. k_f هو ثابت الانخفاض في نقطة تجمد الفنيلالا و يساوي 9.76 $^oC/molal$.

(ب) الكتلة المولية للمركب المجهول **MW(Unk)** و يعطى بالعلاقة التالية:

$$MW(Unk) = -\frac{Wt.(Unk) \times k_f \times 1000}{Wt.(Val) \times \Delta T_f\,(Unk)}$$

حيث Wt.(Unk) و Wt.(Val) يعبرا عن وزن كل من المركب المجهول و الفنيلا في الخليط (الأنبوبة C)، على التوالي. k_f هو ثابت الانخفاض في نقطة تجمد الفنيلا.

(5) المناقشة Discussion

ركز في مناقشتك على مقارنة الكتلة المولية المحسوبة و الفعلية لحمض اللوريك (عيّن نسبة الخطأ). بإلاضافة الى مقارنة الكتلة المولية المحسوبة لكل من حمض اللوريك و المركب المجهول.

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1)إذا علمت بأن المركب المجهول الذي قدرت كتلته المولية في هذه التجربة قد يكون إما حمض البنزويك ($C_7H_6O_2$) او حمض البالمتيك ($C_{16}H_{32}O_2$)، فأي من هذين المركبين ترجح أن يكون المركب المجهول المعطى لك؟ كم هي نسبة الخطأ إذا ما اخترته هو المركب الصحيح؟

(2)يتجمد الماء النقي عند 0 °C . فماهي نقطة تجمد محلول مائي حضر بإذابة 50 g من السكروز ($C_{12}H_{22}O_{11}$) في لتر واحد من الماء .احسب درجة الحرارة المتوقع أن يتجمد عندها هذا المحلول المائي للسكروز (للماء النقي $k_f = 1.86\ ^oC/m$).

(3)عند أذابة عينة من مركب مجهول يزن 0.0182 g في 2.135 g من النفثالين اخفض نقطة انصهارمقارنة بالنفثالين النقي بخمس درجات مئوية. احسب الوزن المولي للمركب المجهول (للنفثالين النقي $k_f = 6.90\ ^oC/m$).

التجربة (7): دراسة ذوبانية أزواج السوائل جزئية الامتزاج: مخطط الطور (علاقة التركيب – درجة الحرارة) لنظام الفينول– ماء.

Lab.(7): Investigation of the solubility of partially miscible liquid pairs: Phase (composition– temperature) diagram of phenol–water system.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - عرف الطور. و ما المقصود بعدد درجات الحرية للنظام؟

2 - اكتب التعبير الرياضي لقاعدة الطور لجبس. اوجد عدد درجات الحرية لنظام يتألف من حمض الخليك المذاب في الماء.

الأساس النظري:

محاليل أزواج السوائل تنشأ من مزج سائلين مع بعضها البعض وتنقسم الي ثلاث اقسام:

(1) أزواج السوائل تامة الامتزاج: و هذه الأزواج من السوائل تمتزج مع بعضها البعض بشكل تام مكونتا طور واحد و عند أي نسبة وتحت أي ظروف مثل الماء والكحول

(2) أزواج السوائل جزئية الامتزاج: هذه الأزواج من السوائل تمتزج مع بعضها البعض بشكل جزئي و تحت ظروف محددة، أي يحدث امتزج للسائلين معا عند تركيب معين و درجة حرارة معينة وإذا تغيرت الظروف، كتغير تركيز أحدهما او تغير درجة الحرارة يؤدي ذلك الي انفصال السائلين وتكوين طبقتين، مثل الفينول والماء او الأنيلين والهكسان. و في حالة هذا النوع من الأنظمة فإن ذوبانية السائلين في بعضهما البعض إما أن يزيد برفع درجة الحرارة حيث تصل الي نهاية عظمي

تعرف درجة الحرارة عندها بالدرجة الحرجة للمحلول مثل نظام الفينول و الماء أو تقل مع زيادة درجة الحرارة حتى تصل الي نهاية صغري مثل نظام الايثر والماء.

(3) أزواج السوائل عديمة الامتزاج: و هذه الأزواج من السوائل لا تمتزج مع بعضها البعض عند أي ظروف كانت، أي انها دائما تكون طبقتين منفصلتين عند أي نسبة وتحت أي ظروف، مثل ثنائي كبريتد الكربون والماء او الزئبق والماء.

و في هذه التجربة سيقوم الطالب بدراسة تأثير التركيب و درجة الحرارة على ذوبانية محلول يتألف من الفينول و الماء كزوج سائل جزئي الامتزاج. فعند أضافة الفينول الى الماء في أنبوبة إحتبارعند أي نسبة تركيبية. سيلاحظ الطالب تكون طبقتين: الطبقة العليا من الفينول مشبعة بالماء و الطبقة السفلى من الماء المشبعة بالفينول. و عند وضع الخليط في حمام مائي و ترتفع درجة حرارته الى حد معين تختفي الطبقتين و بتغيير التركيب و تعيين درجة الحرارة التى يحدث عندها الامتزاج يمكن للطالب من رسم مخطط الطور (علاقة التركيب و درجة الحرارة) لنظام الفينول – ماء. و من ثم سيتمكن الطالب من تحديد درجة الحرارة الحرجة و التركيب الحرج لنظام الفينول– ماء وتعتبر درجة الحرارة الحرجة مميزة للنظام الواحد وتعرف درجة الحرارة الحرجة لنظام الفينول – ماء بأنها درجة الحرارة العظمى التي فوقها يصبح سائلين الفينول و الماء تامي الامتزاج والتركيب المقابل للدرجة الحرجة يسمي تركيب محلول المخلوط الحرج.

▪ مخـــــرجات التعلـــــــــــــــــــم

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادرا على أن:

1 - تفحص العوامل المؤثرة على ذوبانية أزواج السوائل جزئية الامتزاج.

2 - تحدد درجة الحرارة الحرجة و التركيب الحرج لأزواج السوائل جزئية الامتزاج.

3 - تطبق قاعدة الطور و تتحقق منها عملياً.

4 - تتابع التغييرات في الطور في أنظمة السوائل المختلفة.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- ترمومتر مدرج بالدرجة المئوية وبدقة قياس 0.1 °C
- أنبوبة بيريكس كبيرة و واسعة سعتها 50–100 mL مزودة بسداد من فيليني بمنفذين على الأقل

- حامل لتثبيت الأنبوبة الكبيرة
- كأس زجاجي سعته 500 mL
- مخبار زجاجي مدرج
- ماصة مزودة بشفاط مطاطي
- سخان طبقي كهربائي (Hot plate)
- فرن تجفيف
- سلك معدني للخلط
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- فينول C_6H_6O
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- الفينول من أشهر خصائصه أنه مادة أكالة للجلد وفي حالة التعرض لتركيز عالي منه يسبب حروق خطيرة. لذلك لابد من ارتداء اللباس المخبري و قفازات اليدين أثناء التعامل مع الفينول.
- تعامل مع الترمومتر المدرج برفق و تجنب خدش او رطم مستودع الزئبق، لأن ذلك سيؤدي الى كسر الترمومتر و خروج الزئبق.
- يجب التأكد من غلق الأنبوبة بسداد الفيلين قبل وضعها في الحمام المائي. كما يجب أن لا تتجاوز درجة الحرارة 100 ^oC لتجنب خروج الفينول المندفع مع بخار الماء من الأنبوبة.
- ارتدي نظارات واقية للعين و جعل عينيك على بعد 20 cm من الأشياء الحارة و أنت تراقب عملية التسخين في الأنبوبة.

خطوات العمل:

(1) اغسل أنبوبة كبيرة و واسعة جيداً و احفظها في فرن لتجف تماماً.

(2) زن بدقة 6 g من الفينول و ضعها في الأنبوبة، ثم اضف اليها حجم مناسب من الماء المقطر كما هو موضح في الجدول أدناه للحصول على نسب مختلفة من الفينول و الماء (مثلاً لتحضير المحلول **(a)** اضف تماماً 2.6 mL من الماء المقطر).

S.No.	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)
Phenol (g)	6	6	6	6	6	6	6
H_2O (mL)	2.6	4	6	9	14	24	31

*__**ملاحظة:**__ لتحضير المحاليل الأخرى لا تقم بوزن كمية اخرى من الفينول وتضعها في أنبوبة جديدة بل أكتفي و حسب بإضافة الفارق في حجم الماء المقطر الى المحتوى السابق في الأنبوبة. على سبيل المثال عند الإنتقال من المحلول **(a)** الى المحلول **(b)**، اضف فقط 1.4 mL من الماء المقطر الى المحلول السابق **(a)** و هكذا.

(3) غطي فوهة الأنبوبة بسداد الفيلين يمرر الترمومتر من احد منافذه بينما يدخل سلك معدني لتحريك الخليط من المنفذ الأخر. ضع الأنبوبة في كأس زجاجي مملوء بحوالي 400 mL ماء مقطر و الذي يلعب دور الحمام المائي. لاحظ أن مستودع الزئبق لترمومتر يجب أن يغمر تماما في المحلول الموجود في الأنبوبة **(شكل 6)**.

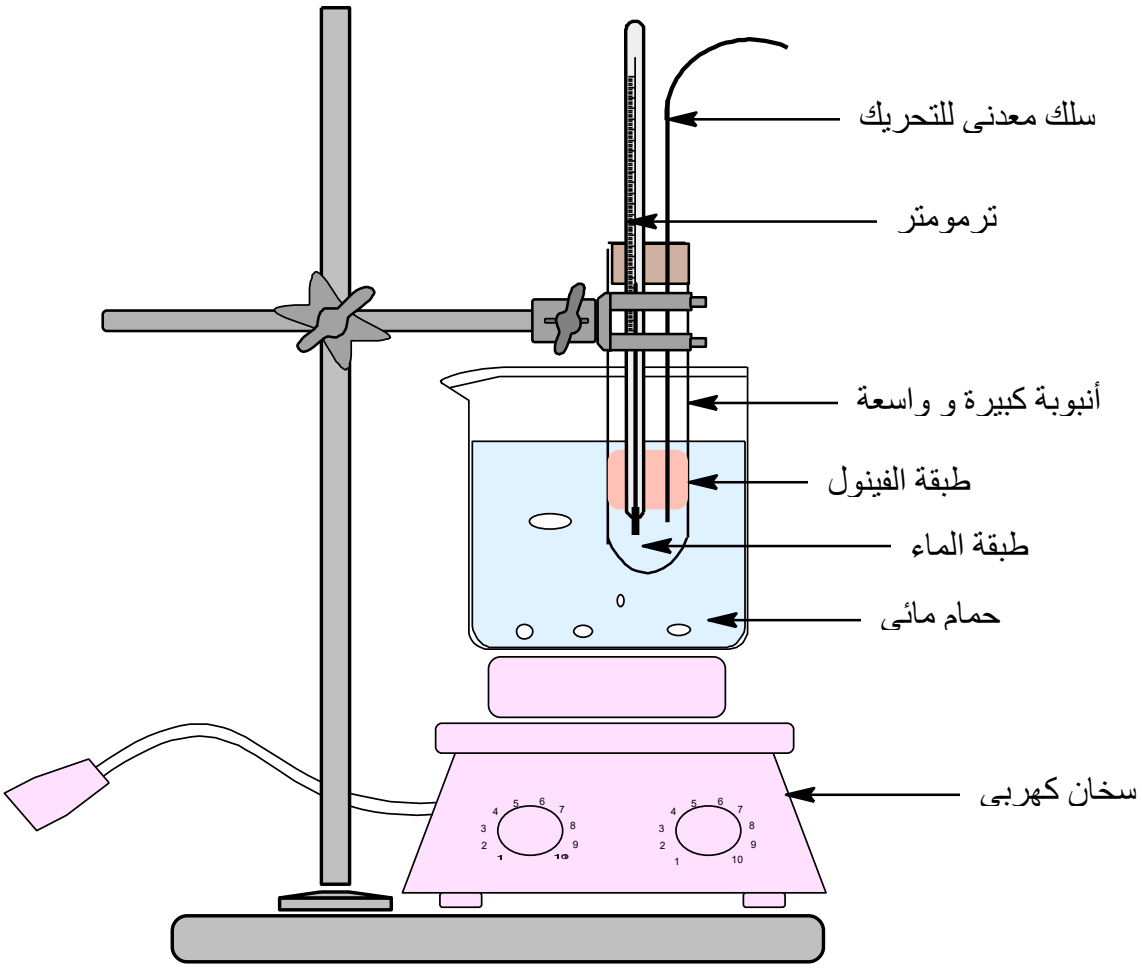
(4) سخن الحمام المائي، بحيث لا يتجاوز معدل التسخين 2–3 °C/min. بعدها راقب الخليط في الأنبوبة وسجل درجة الحرارة (T_1) التي عندها تختفي الطبقتين (طبقة الفينول و طبقة الماء) ويصبح محلول متجانس.

(5) اخرج الأنبوبة من الحمام المائي و راقب الخليط في الأنبوبة مع الانخفاض في درجة الحرارة، ثم سجل درجة الحرارة (T_2) التي عندها تنفصل الطبقتين من جديد (أي عند بداية ظهور عكارة بيضاء في المحلول).

(6) كرر الخطوتين (4) و (5) مع بقية المخاليط الأخرى (**(b)** حتى **(g)**)، مسجلاً قيم درجة الحرارة (T_1 و T_2).

(7) اغسل يديك جيداً بعد أن تنتهي من إجراء التجربة.

(8) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.



شـــكل (6): التجهيزات العملية لدراسة تأثير درجة الحرارة و التركيب على الذوبانية في نظام الفينول – ماء.

التقرير العملي:

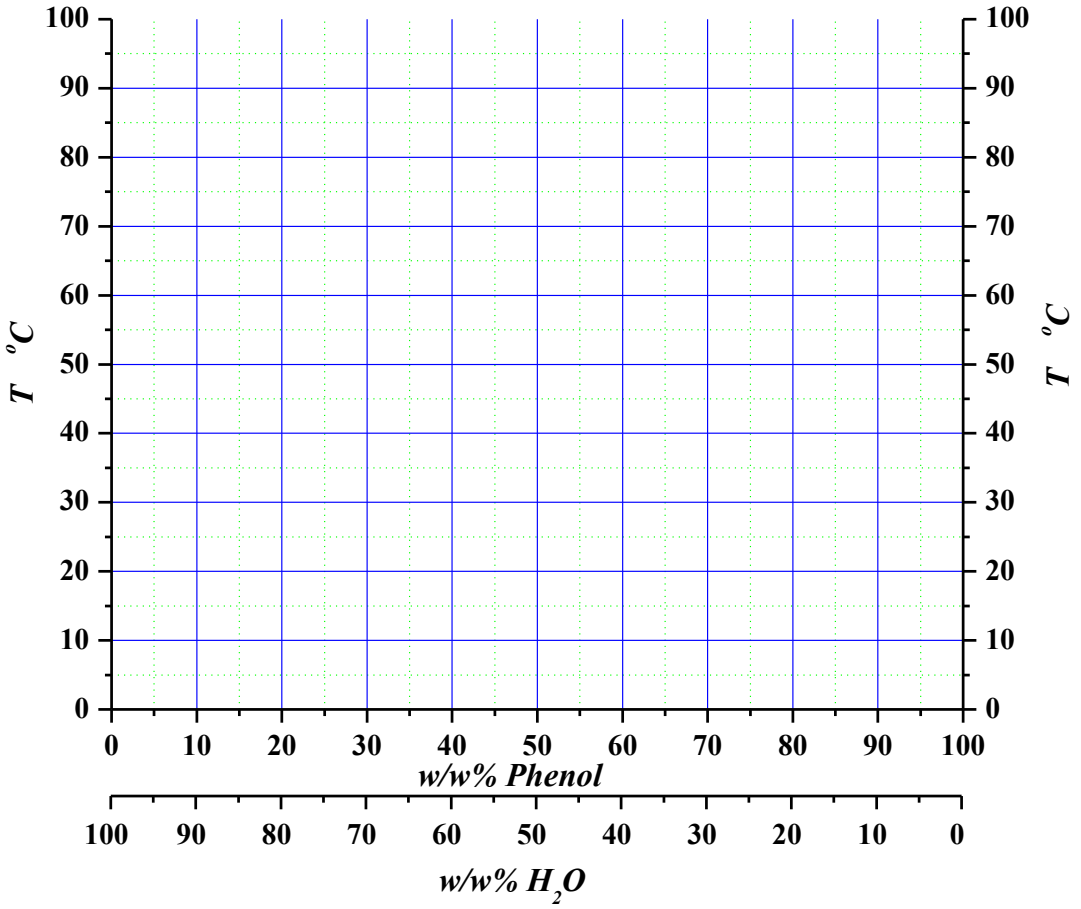
(1) المعلومات الشخصية Identification	أسم الطالب :-..... اسماء الطلبة المشاركين :- (1).....(2)..... (3)..... المجموعة :.....الزمن :- من..... الى..... اليوم و التاريخ :-.....(...../...../..... 20)
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	دراسة ذوبانية أزواج السوائل جزئية الامتزاج: مخطط الطور (علاقة التركيب – درجة الحرارة) لنظام الفينول– ماء.
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) دون في الجدول التالي درجة الحرارة التي عندها تختفي الطبقتين (T_1) و درجة حرارة التي تبداء عندها الطبقتين بالظهور (T_2). احسب المتوسط (T) ثم اوجد النسبة المئوية الوزنية للفينول و الماء:

S.No.	*Wt. Phenol (g)*	*Wt. H_2O (g)*	*w/w% Phenol*	*w/w% H_2O*	*T_1*	*T_2*	*$T=(T_1+T_2)/2$*
(a)							
(b)							
(c)							
(d)							
(e)							
(f)							
(g)							

(2) في المخطط أدناه ارسم العلاقة بين درجة الحرارة (**T**) وتركيب النظام (***w/w% Phenol*** او ***w/w%*** ***H_2O***):



(3) اوجد درجة الحرارة الحرجة القصوى ($\mathbf{T_c}$) و التركيب المقابل في نظام الفينول– ماء.

(4) طبق قاعدة الطور على ثلاث نقاط أفتراضية، و لتكن كالتالي:

(أ) نقطة أسفل المنحنى:

(ب) نقطة على المنحنى:

(جـ) نقطة أعلى المنحنى:

(5) المناقشة Discussion

ركز في مناقشتك على درجة الحرارة الحرجة القصوى (T_c) و التركيب المقابل و كذلك النتائج التي حصلت عليها من تطبيق قاعدة الطور في نظام الفينول– ماء.

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1)اوجد عدد درجات الحرية لنظام الفينول – ماء عند درجة الحرارة الحرجة للنظام. وضح المعنى الفيزيائي لعدد درجات الحرية التي حصلت عليها.

(2)ارسم مخطط الطور (درجة الحرارة – التركيب) لنظام النيكوتين – ماء. ما الفرق بين نظامي النيكوتين – ماء و الفينول – ماء.

(3)ما التغييرات المتوقع أن تطرأ على مخطط الطور لنظام الفينول – ماء، في الحالاتين التاليتين:

(أ) وجود شوائب من هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) في الماء.

(ب) وجود بقايا من الصابون في الأنبوبة قبل تحضير الخليط.

التجربة (8): تقدير الضغط الإسموزي لمحلول و الكتلة المولية لمذاب ما مستخدما غشاء من السلوفان.
Lab.(8): Determination of the osmotic pressure of a solution and the molar mass of a given solute using cellophane membrane.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - استخدم القانون العام للغازات المثالية لتوضح العلاقة بين الضغط الإسموزي لمحلول مادة لا إلكتروليتية و تركيزها المولاري. عند أي مدى من التركيز المولاري يمكن تطبيق هذه العلاقة؟

2 - ما العوامل المؤثرة على الضغط الإسموزي لمحلول مادة لا إلكتروليتية؟

3 - اذكر ثلاث تطبيقات عملية لظاهرة الانتشار الإسموزي.

الأساس النظري:

الإسموزية هى انتشار المواد (المذيب) خلال غشاء شبه منفذ نتيجة لاختلاف الضغط الانتشارى لهذه المادة (المذيب) على جانبى الغشاء .وتحدث الإسموزية حينما يكون هناك محلولين فيهما المذيب مشترك وضغط الانتشار للمذيب فى كلا الجانبين والمحلولين منفصلين عن بعضهما بواسطة غشاء شبه منفذ. فمثلاً عند مليء غشاء شبه منفذ (على شكل كيس) بمحلول ملحى أو سكرى ثم ربط هذا الكيس ووضعه فى ماء نقى يلاحظ بعد فترة امتلاء هذا الكيس ويحدث هذا الانتفاخ ضغطاً على جدار الكيس من الداخل . وهذا الضغط ينشأ نتيجة لدخول الماء إلى المحلول عن طريق الإسموزية .وفى هذه الحالة يجب مراعاة أن الغشاء المستخدم لابد وأن يكون شبه منفذ أى يكون منفذاً للماء دون المادة المذابة.

وتنقسم الأغشية تبعاً لخاصية النفاذية إلى:

(1) أغشية منفذة: أى تسمح لكل من المذيب والمذاب بالنفاذ خلالها مثل ورق الترشيح.

(2) أغشية غير منفذة: لا تسمح لأى من المذاب والمذيب بالنفاذ مثل الزجاج.

(3) أغشية شبه منفذة: تسمح للمذيب فقط دون المذاب بالنفاذ خلالها.

إذا ما وضعنا محلولاً في قمع ثيسيل المغطى بغشاء شبه منفذ ووضع القمع فى كأس به ماء فإننا نلاحظ ارتفاع عمود الماء فى ساق القمع ويثبت الارتفاع بعد فترة عند حد معين. وبالتالي فإن ثقل عمود المحلول يساوى مقدار الضغط اللازم وضعة على جدران الغشاء الداخلى لمعادلة قوة دخول الماء إلى داخل القمع . وهذه القوة تساوى الضغط الإسموزى للمحلول. ويعرف الضغط الإسموزى بأنه يساوى قيمة أعلى ضغط ناتج عن ثقل عمود المحلول ويلزم استمرار حدوث الإسموزية خلال غشاء شبه منفذ و يمكن الحصول على الضغط الإسموزي (π) من العلاقة التالية:

$$\pi = h\,\rho\,g$$

حيث h يمثل ارتفاع عمود السائل و ρ كثافة المحلول و g عجلة الجاذبية الأرضية.

و في هذه التجربة سيستخدم الطالب أوراق السلوفان كغشاء شبة منفذ لقياس الضغط الإسموزي لسلسلة من المحاليل المخففة من سكر (السكروز). كما سيعطى للطالب عينة لمركب عضوي لا إلكتروليتي يذوب في الماء و سيطلب منه تقدير الكتلة المولية له من خلال قياسات الضغط الإسموزي لمحلول محضر منه.

- **مخـــــرجات التعلـــــــــــــــــم**

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادرا على أن:

1 - تمييز بين الأغشية شبة المنفذة و الأغشية المنفذة و غير المنفذة.

2 - تقيس الضغط الإسموزي لمحلول مادة لا إلكتروليتية.

3 - تعيين الوزن الجزيئي للمواد التي لا تنحل إلكتروليتياً في المذيب.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- دوارق قياسية بسعات مختلفة (500 mL, 250 mL, 100 mL)
- أوراق سلوفان او أوراق البرشمان (8 cm × 10 cm)
- أنبوبة او قمع ثيسيل (Thistle tube) سعتها 50–100 mL و قطر فوهتها (5 cm) و قطر أنبوبي لا يتجاوز (5 mm)
- حامل لتثبيت أنبوبة ثيسيل
- كأس زجاجي سعته 1L
- مخبار مدرج
- مسطرة مدرجة
- ماصة مزودة بشفاط مطاطي
- رباط مطاطي
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- سكر (سكروز) $C_{12}H_{22}O_{11}$
- عينة من المركب المجهول (المرد تعيين كتلته المولية)
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- ❖ لا تتساهل و تعتبر أن عينة المركب المجهول المعطى لك غير خطرة كعينة السكروز، لذا يجب أن تأخذ بعين الإعتبار جميع إحتياطات الأمن و السلامة عند التعامل مع العينة سواءً في حالتها الصلبة او مذابة في محاليلها.

خطوات العمل:

(1) حضر محلول مائي خام للسكر بتركيز 0.10 M (زن بدقة 8.55 g من السكروز و أذبها بالماء المقطر، ثم خففها الى حجم نهائي 500 mL).

(2) خفف المحلول الخام للسكر لتحضير سلسلة من المحاليل المخففة بتركيز 0.08 M و 0.06 M و 0.04 M و 0.02 M (استخدم قانون التخفيف بحيث يكون الحجم النهائي لكل محلول 250 mL).

(3) بالمثل حضر محلول مائي خام للمركب المجهول بتركيز 20 g/L (زن بدقة 10 g من المركب و أذبها بالماء المقطر، ثم خففها الى حجم نهائي 500 mL).

(4) حضر سلسلة من المحاليل المخففة للمركب المجهول بتركيز 8 g/L و 6 g/L و 4 g/L و 2 g/L.

(5) خذ أنبوبة او قمع ثيسيل نظيفة و جافة، ثم اغلق فوهتا بورقة سلوفان بإحكام بواسطة رباط مطاطي.

(6) ثبت قمع ثيسيل بوضع مقلوب على الحامل كما هو موضح في **شكل 7** . من خلال الأنبوبة الضيقة أملأ انتفاخ القمع حتى العلامة بمحلول مخفف من السكر بتركيز 0.02 M.

(7) اغمر القمع تماماً في الكأس الزجاجي المملوء بالماء المقطر ولاحظ ارتفاع السائل في الانبوبة حتى يصل الى حالة إستقرار (يتوقف صعود السائل في الأنبوبة). سجل الارتفاع في عمود السائل بالسنتيمتر.

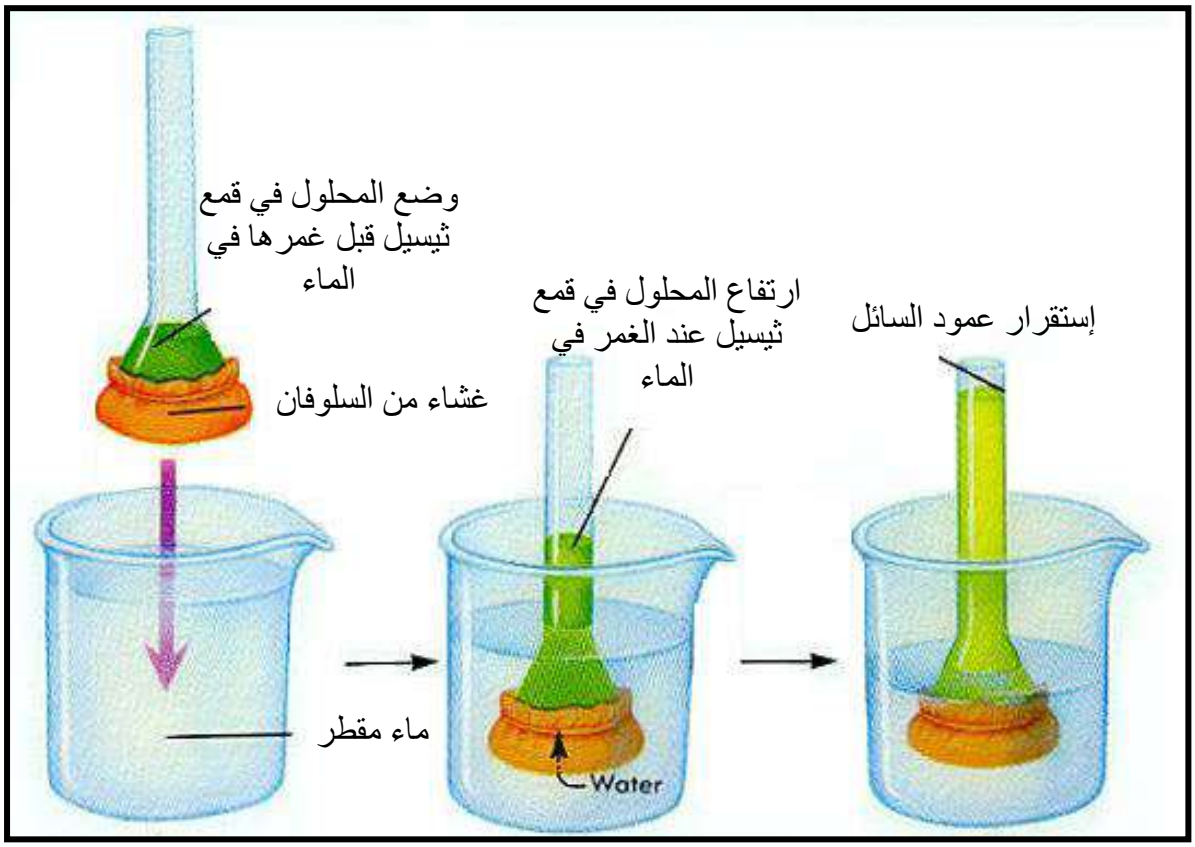
(8) كرر الخطوات من (5) الى (7) مع بقية المحاليل المخففة الأخرى من السكر.

***ملاحظة:** يجب أن تتسلسل في قياس المحاليل المخففة من التركيز الأدنى فالأعلى، إذا استحدمت نفس الغشاء. كما يجب تغيير الماء المقطر في كل مرة.

(9) كرر الخطوات من (5) الى (8) مع المحاليل المخففة المحضرة من المركب المجهول.

(10) اغسل يديك جيداً بعد أن تنتهي من إجراء التجربة.

(11) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.



شـــكل (7): التجهيزات العملية لقياس الضغط الإسموزي لمحلول.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية **Identification**	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة **Title of Experiment**	**تقدير الضغط الإسموزي لمحلول و الكتلة المولية لمذاب ما مستخدما غشاء من السلوفان.**
(3) الهدف او الغاية من التجربة **Objective or Purpose**	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) دون في الجدول التالي ارتفاع عمود السائل بالسنتمتر (***h(cm)***) مقابل كل تركيز مولاري من محلول السكر (***M***). ثم اوجد الضغوط الإسموزية المقاسة و المحسوبة معبراً عنها بالأتموسفير(ضغط جو atm):

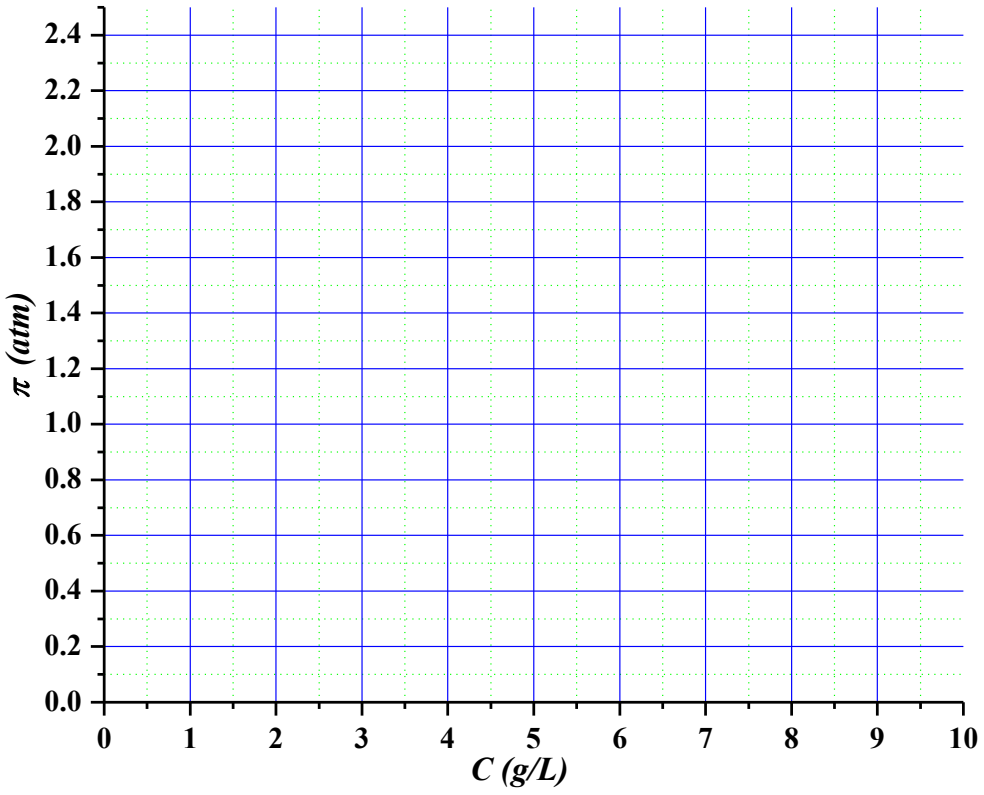
S.No.	*التركيز المولاري* ***(M)***	***h(cm)***	*الضغط الإسموزي المقاس* $\pi(atm) = \frac{h\,\rho\,g}{10^4}$	*الضغط الإسموزي المقاس* $\pi'(atm) = MRT$
1				
2				
3				
4				

حيث ρ=تمثل كثافة المحلول و يساوي تقريبا كثافة الماء ($\rho = 1\ g\ cm^{-3}$) و g عجلة الجاذبية الأرضية و تساوي $981\ cm\ s^{-2}$ و R هو الثابت العام للغازلت المثالية و يساوي 0.0821 $L.atm.K^{-1}mol^{-1}$ و يعبر عن درجة حرارة الغرفة بالكلفن (T)=

(2) دون في الجدول التالي ارتفاع عمود السائل بالسنتمتر (***h(cm)***) مقابل كل تركيز من محلول المركب المجهول معبر عنه بالجرام لكل لتر (***C(g/L)***). ثم اوجد الضغوط الإسموزية المقاسة معبراً عنه بالأتموسفير(ضغط جو atm):

S.No.	*تركيز محلول المركب المجهول* ***C(g/L)***	***h(cm)***	*الضغط الإسموزي المقاس* $\pi(atm) = \frac{h\,\rho\,g}{10^4}$
1			
2			
3			
4			

(3) في المخطط أدناه ارسم العلاقة بين الضغط الإسموزي (**π**) وتركيز المحلول (***C(g/L)***) من البيانات المدونة في الجدول أعلاه، ثم اوجد قيمة ميل المنحنى (slope):



(4) احسب الكتلة المولية او الوزن الجزيئي (MW) للمركب المجهول من العلاقة التالية:

$$MW = \frac{RT}{(slope)}$$

(5) المناقشة Discussion

ركز في مناقشتك على سبب التباين بين الضغط الإسموزي المحسوب و المقاس لمحلول السكر، ثم تنبأ عن هوية المركب المجهول إن أمكن لك ذلك.

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1)بإختصار صف ما يحدث عند وضع غشاء شبه منفذ في الحالتين التاليتين:

(أ) بين محلول و مذيبه النقي.

(ب) بين محلولين أحدهما مركز والآخر مخفف.

(2)احسب الضغط الإسموزي عند درجة حرارة 27 °C لمحلول حجمه 100 mL و يحتوي 0.15 g من اليوريا $CO(NH_2)_2$ مذابة فيه.

(3)إذا علمت أن الضغط الإسموزي للدم هو 7.65 atm عند درجة حرارة 30 °C. احسب وزن الجلوكوز $C_6H_{12}O_6$ لكل لتر و التي تلزم استخدامها للحقن في الوريد بحيث يكون لها نفس الضغط الإسموزي للدم.

التجربة (9): التقدير الوزني لكمية الكلور في عينة من الملح الصخري ما بطريقة ترسيب كلوريد الفضة AgCl.

Lab.(9): Gravimetric determination of Cl content in a given sample of rock salt by the precipitation of AgCl.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - عرف حاصل الإذابة. اكتب تعبير حاصل الإذابة للرواسب التالية:

$BaSO_4$, $pbCl_2$, $Fe(OH)_3$

2 - اوجد المعامل الوزني للكلوريد في كل من الرواسب التالية:

AgCl , $pbCl_2$, Hg_2Cl_2

3 - عينة غير نقية من ملح الطعام تزن 0.6543 g أذيبت في الماء المقطر و تم بعد ذلك بمعالجتها بكمية فائضة من محلول نترات الفضة ، حيث تكون راسب من كلوريد الفضة (AgCl) يزن 1.258 g. بفرض أن جميع الكلوريد المترسب كان على هيئة NaCl، احسب نقاوة عينة ملح الطعام معبراً عنها بالنسبة المئوية الوزنية لـ NaCl.

الأساس النظري:

التحليل الوزني هو احد طريق التحليل الكمي الذي يعتمد على تقدير المكونات بالوزن وتوجد طرق مختلفة للتحليل الوزني.

(1) **طريقة الترسيب الكيميائي:** في هذه الطريقة يتم ترسيب المادة المراد تعيينها بإستخدام كاشف مناسب ويرشح الراسب ويغسل ويجفف ويوزن ومن الوزن يمكن تقدير المادة المراد تعيينها.

(2) **طريقة التبخير:** في هذه الطريقة تقدر كمية النقص في الوزن للمركب المراد دراسته نتيجة لفقدان عنصر معين أو ماء التبلر وذلك بالتسخين عند درجة حرارة معينة .مثل تقدير ماء التبلر في كلوريد الباريوم.

(3) **طريقة الترسيب الكهربائي:** في هذه الطريقة تقدر الزيادة في وزن القطب الكهربائي بعد عملية ترسيب العنصر كهربائياً.

(4) **طريقة التحليل الوزني الحراري:** في هذه الطريقة يتم وزن العينة المراد تحليلها عند درجات حرارة مختلفة تصل إلى ألف درجة مئوية والنقص عند درجات حرارة معينة يدل على وجود مادة معينة مثل مجموعات الهيدروكسيل وتقدر كميتها بالنقص في الوزن.

و هنا سوف يتم التركيز على طرق الترسيب الكيميائي وهي من أكثر الطرق استخداماً في التحليل الوزني وفيها يتم ترسيب المادة المراد تعيينها على هيئة راسب تتوفر فيه الشروط التالية:

(1) أن تكون ذوبانيته ضئيلة جداً (أي يمتلك حاصل إذبة أقل).

(2) أن يكون سهل الترشيح والغسيل.

(3) أن يكون الراسب خالياً من الشوائب وتكون حبيباته كبيرة.

(4) أن يكون الراسب ثابت عند درجات الحرارة العالية او يمكن تحويله الى صورة ثابتة بالحرق.

و في هذه التجربة سيقوم الطالب بتقدير الكلوريد في عينة من الملح الصخري وزنياً باستخدام طريقة الترسيب. فعند اضافة محلول لنترات الفضة بكمية فائضة الى محلول الملح الصخري المحتوي على كلوريد الصوديوم، يترسب كلوريد الفضة (AgCl) تبعا للمعادلة التالية:

$$NaCl + AgNO_3 \rightarrow AgCl\downarrow + NaNO_3$$

حيث يعتبر كلوريد الفضة من الرواسب شحيحة الذوبان ($K_{sp}=1.8 \times 10^{-10}$ at 25°C) و له صورة ثابتة عند درجة حرارة مناسبة عمليا. كما أن راسب كلوريد الفضة يتخثر بالتسخين ليعطي حبيبات كبيرة

و هذا ما يجعل من السهل تجميع و فصل الراسب بالترشيح. و من وزن الراسب بعد التجفيف يمكن حساب كمية الكلوريد المتمثل في عينة الملح الصخري و الذي يعبر عن نقاوة كلوريد الصوديوم في العينة.

- **مخـــرجات التعلـــــــــــــــم**

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادراً على أن:

1 - تجري التحليل الكمي الوزني لمادة ما في عينة بطريقة الترسيب.

2 -تحدد الظروف القياسية و تتوقع الأخطأ التي قد تنجم في التحليل الوزني بالترسيب.

3 -تختار عوامل الترسيب المناسبة للحصول على صور ثابتة للرواسب يمكن فصلها و وزنها بدقة.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- فرن تجفيف كهربي
- مجفف (وعاء لإزالة الرطوبة و التجفيف Desiccator)
- هون من السيراميك للطحن (Mortar and pestle)
- دورق قياسي (250 mL)
- كأس زجاجي (500 mL)
- كأس زجاجي (200 mL)
- مخبار مدرج (25 mL)
- بوتقات ترشيح زجاجية (بوتقات جووش Gooch crucibles)
- ماصة (10 mL) مزودة بشفاط مطاطي
- ساق زجاجية للخلط
- مضخة خلخلة الهواء Vacuum pump
- دورقي ترشيح (بمنفذ جانبي)
- دورق غسيل
- موقد بنزن

الكواشف المطلوبة:

- حمض نتريك مركز Conc. HNO_3
- ملح نترات الفضة عالي النقاوة $AgNO_3$
- محلول غسيل الراسب (2mL من حمض نتريك مركز + 100 mL ماء مقطر)
- عينة من الملح الصخري
- محلول أمونيا مركز $NH_3(aq)$
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- يرجى التعامل بحذر مع الأحماض المركزة (HNO_3) و سوائل القواعد المركزة (الامونيا المركزة) عند نقل الكميات المطلوبة التي تريدها من الزجاجة و اضافتها الى المخبار المدرج ، بحيث تضمن عدم إتصالها مع الجلد و ذلك بإرتداء قفازات اليدين. كمل يجب استخدام الشفاط المطاطي لنقل هذه السوائل المركزة بواسطة الماصة لتفادي وصولها الى الفم.
- يجب ان يتوسط دورق ترشيح دورق آخر بين دورق الترشيح المتصل ببوتقة جووش و مضخة خلخلة الهواء لتجنب دخول الماء للمضخة و الذي قد يؤدي الى إتلافها او حدوث شرر كهربي في المختبر.
- يجب غسل الكأس الزجاجي و الماصة و المخبار المدرج قبل و بعد نقل أي سائل من الزجاجة لتجنب تلوث هذه السوائل ببعضها البعض.

خطوات العمل:

(1) حضر محلول من نترات الفضة بتركيز 0.2 M، وذلك بإذابة وزن محسوب من نترات الفضة بالماء المقطر و ليكن الحجم النهائي للمحلول يساوي 250 mL.

(2) حضر محلول اخر من حمض النتريك بتركيز 6M ، وذلك بتخفيف حجم محسوب من حمض النتريك المركز بالماء المقطر و ليكن الحجم النهائي للمحلول يساوي 250 mL.

(3) قم بسحق كمية مناسبة من الملح الصخري على الهون. اخلط المسحوق جيدا، ثم خذ عينة موزونة منه (حوالي نصف جرام و ليكن $\mathbf{Wt_{Samp}}$) و أنقلها الى كأس زجاجي يحتوي على

100 mL من الماء المقطر. أذب العينة تماماً، ثم اضف بحذر 5 mL من حمض النتريك المركز. سخن المحلول الناتج بلطف على اللهب عند درجة حرارة 80 °C.

(4) اضف 15 mL من محلول نترات الفضة 0.2 M (ليس كدفعة واحدة و لكن على هيئة 4 او 5 أجزاء متقطعة) الى محلول العينة على الساخن مع التحريك المستمر بالساق الزجاجية. بعد تكوين راسب ابيض سخن المحلول مرة آخرى عند درجة حرارة 80 °C. استمر بالتحريك بالساق الزجاجية، فهذه العملية مهمة جداً في زيادة حجم حبيبات الراسب و من ثم الإسراع في عملية الترشيح اللاحقة.

(5) غطي الكأس بزجاج الساعة، ثم احفظ المحلول في مكان مظلم لمدة ساعة على الأقل وذلك لإتمام عملية هضم الراسب في محلول الأم.

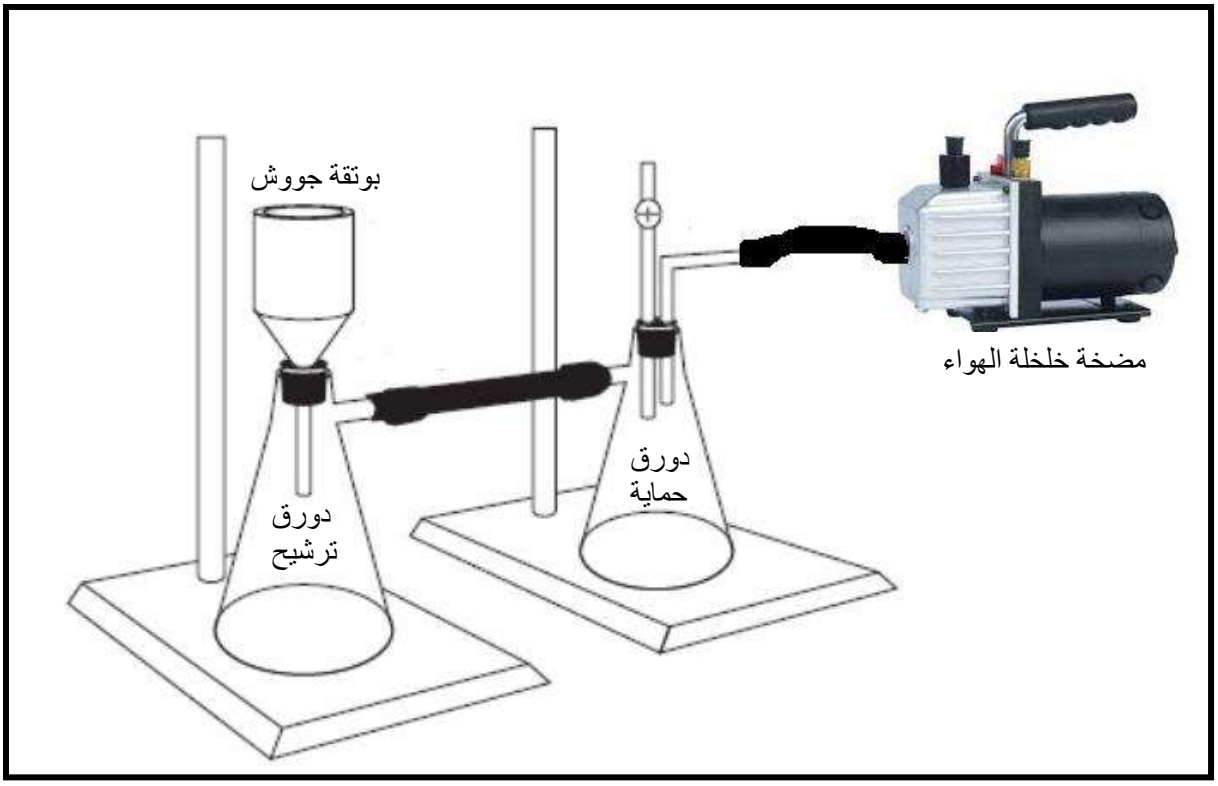
(6) بعد عملية الهضم اختبر تمام الترسيب بإضافة قطرات على جدار الكأس الزجاج. فإذا ظهرت عكارة عند الحد الفاصل بين المحلولين، فهذا يدل على عدم تمام الترسيب. عندها قم بإضافة كمية قليلة آخرى من محلول نترات الفضة مع إتباع الإجراءات كما في الخطوتين (4) و (5). إما في حالة عدم ظهور عكارة بيضاء، فهذا دليل على تمام الترسيب و عندها يمكنك الإنتقال الى الخطرات اللاحقة بإطمئنان.

(7) ثبت بوتقة جووش على دورق الترشيح مملوء بالماء حوالي (200 mL)، كما هو موضح في **الشكل (8)**. انقل بحذر 5 mL من حمض النتريك المركز الى البوتقة و اتركها لمدة 10 دقائق. بعد ذلك شغل المضخة لسحب الحمض من البوتقة، ثم قم بإضافة 20–30 mL من الماء المقطر الى البوتقة و المضخة في وضع التشغيل.

(8) كرر الخطوة (7)، مستخدما محلول الأمونيا المركزة بدلاً من حمض النتريك المركز. بعد ذلك انقل البوتقة الى الفرن لتجف عند درجة حرارة 110 °C لمدة لا تقل عن ساعتين.

(9) اخرج البوتقة من الفرن و اتركها لتبرد في المجفف لمدة 10 دقائق تقريبا، ثم خذ وزن البوتقة و هي فارغة (**Wt_1**).

(10) ثبت البوتقة على دورق الترشيح كما في السابق، ثم قم بترشيح الراسب بعد الإنتهاء من عملية الهضم. يفضل الإستعانة بالساق الزجاجية لصب السائل الى البوتقة مع تجنب تجاوز السائل في البوتقة ثلثي حجمها.



شـــكل (8): التجهيزات العملية لإجراء الترشيح بخلخلة الهواء.

(11) اغسل الراسب بمحلول الغسيل (20 mL على هيئة 5 الى 6 أجزاء متقطعة) ثم بالماء المقطر (20 mL على هيئة 5 الى 6 أجزاء متقطعة). انقل البوتقة الى الفرن لتجفيف الراسب عند درجة حرارة 110 ^{o}C.

(12) اخرج البوتقة من الفرن و اتركها لتبرد في المجفف لمدة 10 دقائق تقريبا، ثم خذ وزن البوتقة مع الراسب و لتكن (**Wt_2**).

(13) كرر الخطوات من (3) الى (12) ثلاث مرات.

(14) اغسل يديك جيداً بعد الإنتهاء من تنفيذ التجربة.

(15) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية Identification	أسم الطالب :-..... اسماء الطلبة المشاركين :- (1).....(2)..... (3)..... المجموعة :.....الزمن :- من..... الى..... اليوم و التاريخ :-.....(...../...../..... 20)
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	التقدير الوزني لكمية الكلور في عينة من الملح الصخري ما بطريقة ترسيب كلوريد الفضة AgCl
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) حساب المعامل الوزن (GF) للكلور في راسب كلوريد الفضة:

$$GF\ of\ Cl = \frac{\text{Atomic Wt.(Cl)}}{\text{Mol.Wt.(AgCl)}}$$

(2) حساب وزن الراسب و وزن الكلور و النسبة المئوية الوزنية للكلور في عينة الملح الصخري:

	تجربة (1) Trial (1)	تجربة (2) Trial (2)	تجربة (3) Trial (3)
وزن العينة المأخوذة من الملح ($Wt._{Samp}$)			
وزن البوتقة فارغة ($Wt._1$)			
وزن البوتقة + وزن AgCl ($Wt._2$)			

وزن AgCl ($Wt._{AgCl}$)			
وزن Cl في العينة ($Wt._{Cl}$) $Wt._{Cl} = GF \times Wt._{AgCl}$			
النسبة الوزنية للكلور في العينة $w/w\%\ Cl = \frac{Wt._{Cl}}{Wt._{Samp}} \times 100$			
المتوسط			
الإنحراف المعياري			

(5) المناقشة Discussion

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1) ما الخطأ التقديري الذي قد ينجم مما يلي على النتيجة النهائية للتحليل الذي ستحصل عليها؟

(أ) لم تقم بالتجفيف التام لراسب AgCl في الفرن.

(ب) كمية نترات الفضة لم تكن كافية لترسيب كل الكمية الكلوريد الموجودة في محلول العينة.

(جـ) عرضت راسب AgCl للضوء أثناء عملية الهضم.

(د) و جود شوائب من $Pb(NO_3)_2$ في عينة الملح الصخري.

(2) يمكن تحليل الباريوم (Ba) بترسيبه على هيئة راسب من كبريتات الباريوم ($BaSO_4$). عينة نقية من مركب يحتوي على الباريوم تزن 0.2005 g عند معالجتها بكمية فائضة من حمض الكبريتيك اعطت 0.121 g من راسب كبريتات الباريوم. احسب النسبة الوزنية للباريوم في هذا المركب.

التجربة (10): تعيين التركيز الميسلي الحرج لأحدى المواد النشطة سطحيا في وسط مائي بطريقة التوصيل الكهربي.

Lab.(10): Determination of the critical micelle concentration (CMC) of a given surfactant in aqueous medium by electrical conductivity method.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - ما هو المحلول الغروي؟ اذكر أهم خصائص المحاليل الغروية.

2 - اكتب التعبير الرياضي و المعنى الفيزيائي للتوصيلية الكهربية النوعية.

الأساس النظري:

منشطات السطح او المواد النشطة سطحياً او المنشطات السطحية (بالإنجليزية: Surfactants) و التي أتى اسمها من أوائل حروف (Surface acting agent) و تعرف بأنها مركبات قطبية عضوية ذات جزء او ذيل كارهة للماء وزمرة او رأس محب للماء. و تدخل المواد النشطة سطحياً في صناعة المنظفات و المستحضرات الدوائية و المستحلبات و زيوت المحركات وغيرها. و تصنف المنشطات السطحية بحسب الشحنة الموجودة على الرأس المحب للماء:

(1) منشطات سطحية أنيونية: عادة ما تكون كبريتات عضوية وسلفونات عضوية.

(2) منشطات سطحية كتيونية: كاتيون أمونيوم رابعي وأملاح البيريدينيوم.

(3) منشطات سطحية غير أيونية: تحتوي سلاسل قطبية من أكسيد البولي إيثيلين.

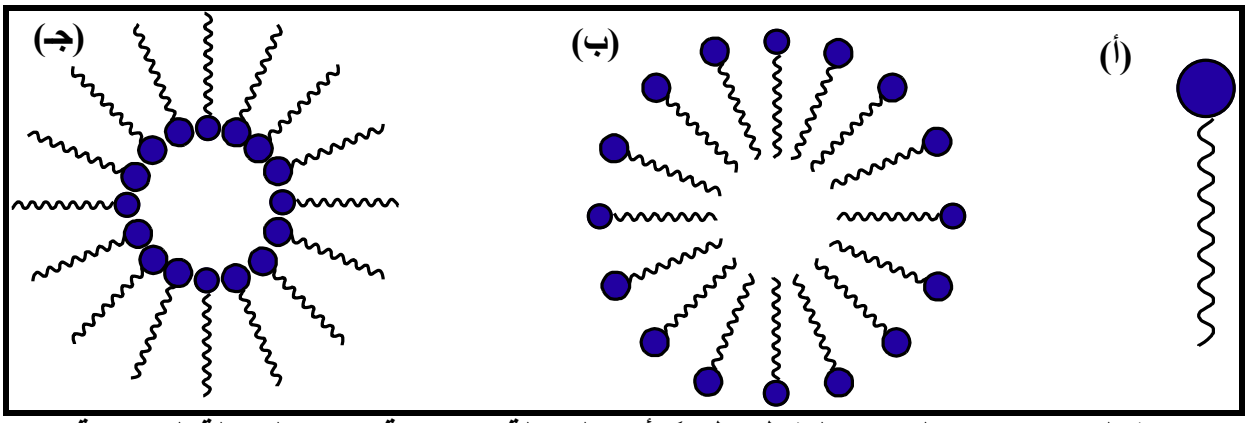
(4) منشطات سطحية متذبذبة: تتضمن مواقع أيونية وكاتيونية.

تعمل المنشطات السطحية على تقليل التوتر السطحي للسائل او الغاز عن طريق إمتزازها على السطح الفاصل بين السائل و الغاز (كالماء و الهواء)، كما تقلل التوتر البيني عن طريق إمتزازها على السطح الفاصل بين سائل وسائل اخر (كالزيت والماء مثلاً). و بسبب ذوبانيتها المحدودة في المذيبات المائية و اللامائية يمكن لكثير من جزيئات هذه المواد أن تشكل تجمعات كبيرة في المحاليل تدعى بالميسلات (Micelles). و يمكن تمثيل تكوين الميسلات بالاتزان الديناميكي كما في المعادلة التالية:

$$n\ S \leftrightarrow S_n$$

حيث n هو عدد جزيئات المنشطات السطحية المفردة (S) التي تتجمع مع بعضها البعض لتكوين ميسلة واحدة (S_n).

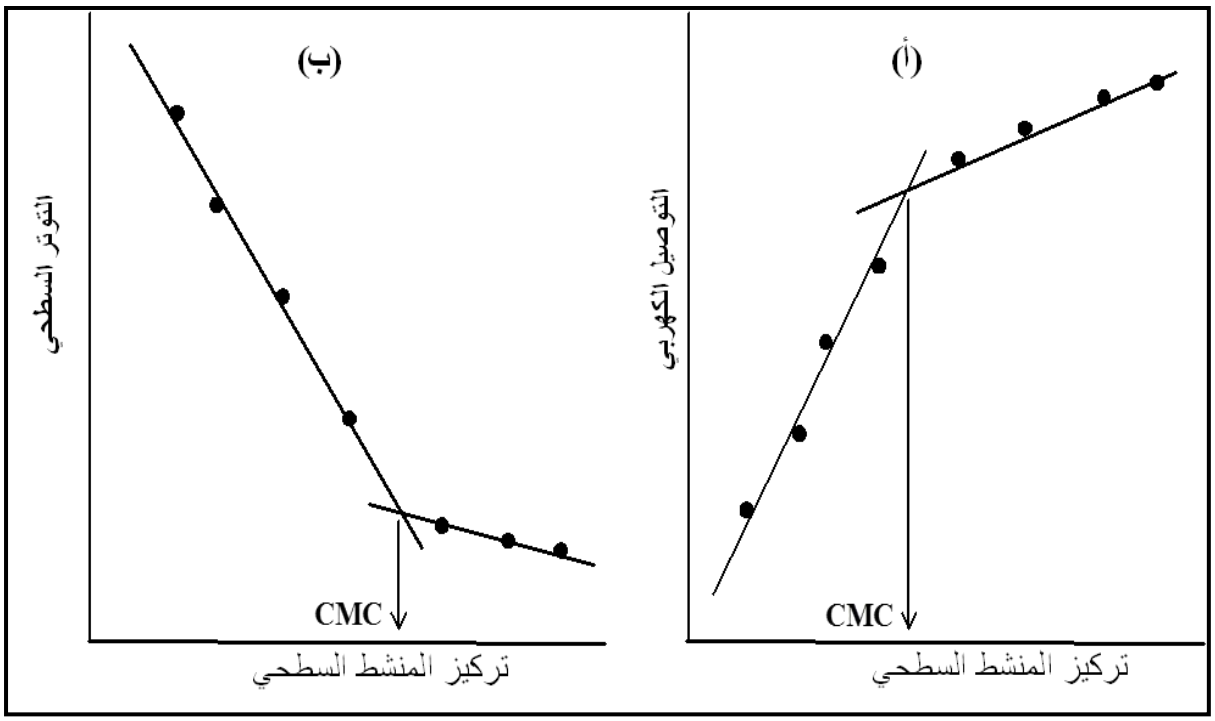
ومن الجدير بالذكر أنه عندما تتكون الميسلات في الماء فان ذيل الجزيء يتجه نحو الداخل لتوقف عمل الزيت الاعتيادي، ويبقى الرأس المحب للماء متجه نحو الخارج (أي على سطح الميسلة) متصلاً مع الماء كما في **الشكل (9)**، لكن إذا تجمع جزيئات المواد النشطة سطحياً في الزيت فإن شكلها يكون معاكساً حيث أن رأس الجزيء يكون في الداخل والذيل متصلاً مع الزيت.



شكل (9): تركيب الجزيء النشط سطحياً (أ) و الميسلة الاعتيادية (ب) و الميسلة المعكوسة (جـ).

و يعرف تركيز المادة النشطة سطحياً و الذي تبدأ عنده جزيئاتها بالتجمع لتكون تراكيب ميسلية **بالتركيز الميسلي الحرج** Critical micelle concentration (CMC). و يمكن تحديد التركيز

الميسلي الحرج للمنشطات السطحية من خلال قياس التغيير في أي من الخواص الشاملة للمحلول كدالة في تركيز المنشط السطحي. فمثلاً يزداد التوصيلية الكهربية او ينخفض التوتر السطحي للمحلول مع زيادة تركيز المنشط السطحي (**شكل (10)**)، بحيث يكون التغيير في أي من هاتين الخاصيتين للمحلول قبل تكوين الميسلات مختلفاً تماماً عن التغيير بعد تكوين الميسلات. و بالتالي عند نقطة الاختلاف في ميل المنحنى يمكن أن نحصل على قيمة التركيز الميسلي الحرج (CMC).



شكل (10): التغيير في التوصيلية الكهربية (أ) و التوتر السطحي (ب) للمحلول مع تركيز المنشط السطحي.

و في هذه التجربة سيقوم الطالب بتقدير التركيز الميسلي الحرج لدوديسيل كبريتات الصوديوم Sodium dodecyl sulphate (SDS) كمثال لمنشط سطحي أنيوني في محلول مائي منه.

$$CH_3–(CH_2)_{11}–OSO_3^- Na^+ \quad \textbf{(SDS)}$$

حيث سيتم تحضير تراكيز مختلفة من الـ SDS و من ثم قياس التوصيلية الكهربية. و برسم العلاقة بين قيم التوصيلية النوعية و التركيز كما في **الشكل(10أ)**، يمكن الحصول على قيمة التركيز الميسلي الحرج.

▪ مخـــــرجات التعلـــــــــــــــــم

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادرا على أن:

1 - تقدر التركيز الميسلي الحرج للأنواع المختلفة من المنشطات السطحية.

2 - تقيس التوصيل الكهربي للمحاليل الإلكتروليتية و الغروانية.

3 - تمييز بين الميسلات الاعتيادية و المعكوسة من حيث ضروف تكوينها.

4 - تدرس العوامل المؤثرة على تكوين الميسلات و التركيز الميسلي الحرج.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ❖ ميزان حساس
- ❖ جهاز قياس التوصيل الكهربي Conductivity bridge
- ❖ دوارق قياسية متعددة السعة (500 mL, 250 mL, 100 mL)
- ❖ كأس زجاجي سعته 500 mL
- ❖ مخبار زجاجي مدرج
- ❖ ماصة مزودة بشفاط مطاطي
- ❖ دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- ❖ دوديسيل كبريتات الصوديوم (SDS) $C_{12}H_{25}OSO_3Na$
- ❖ ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- ❖ عند ذوبان مادة الدوديسيل كبريتات الصوديوم (SDS) في الماء تكون محلول غروي شبيه بمحلول الصابون. لذ تفادى كب المحلول على أرضية المختبر لأن ذلك قد يتسبب في خطر الانزلاق لزملائك و العاملين في المختبر.

خطوات العمل:

(1) حضر محلول قياسي من دوديسيل كبريتات الصوديوم (SDS) بتركيز 0.020 M (اذب 2.88 g من SDS في الماء المقطر و أكمل حتى العلامة في دورق قياسي سعته 500 mL).

(2) خفف المحلول القياسي المحضر سابقاً من الـ SDS بالماء المقطر (في حجم نهائي 250 mL) لتحصل على سلسلة من التراكيز المنخفضة كما هي مدونة في الجدول أدناه.

S.No.	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)
SDS ($M \times 10^{-3}$)	17	15	12	10	8	6	4	2

***ملاحظة:** جميع التراكيز مضروبة بالأس (10^{-3}) و لتحضير المحاليل المتتالية، أكتفي و حسب بتخفيف المحلول السابق بالماء المقطر و هكذا.

(3) شغل جهاز قياس التوصيل الكهربي، ثم اغمر قطب في المحلول وراقب القراءة على الشاشة حتى تثبت. بعد ذلك سجل القراءة (قيمة التوصيلية النوعية (κ) معبراً عنها بالسيمينز لكل سنتمتر ($S.\ cm^{-1}$)).

***ملاحظة:** اتبع كتاب الإرشادات او استعين بالفني المختص عند تشغيل الجهاز. كما يجب التعامل بلطف و حذر مع جهاز قياس التوصيل الكهربي و يجب أن يعاد القطب الى الكأس المحتوي على الماء المقطر بعد وضعه في المحلول المراد قياسه.

(4) اغسل يديك جيداً بعد أن تنتهي من إجراء التجربة.

(5) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

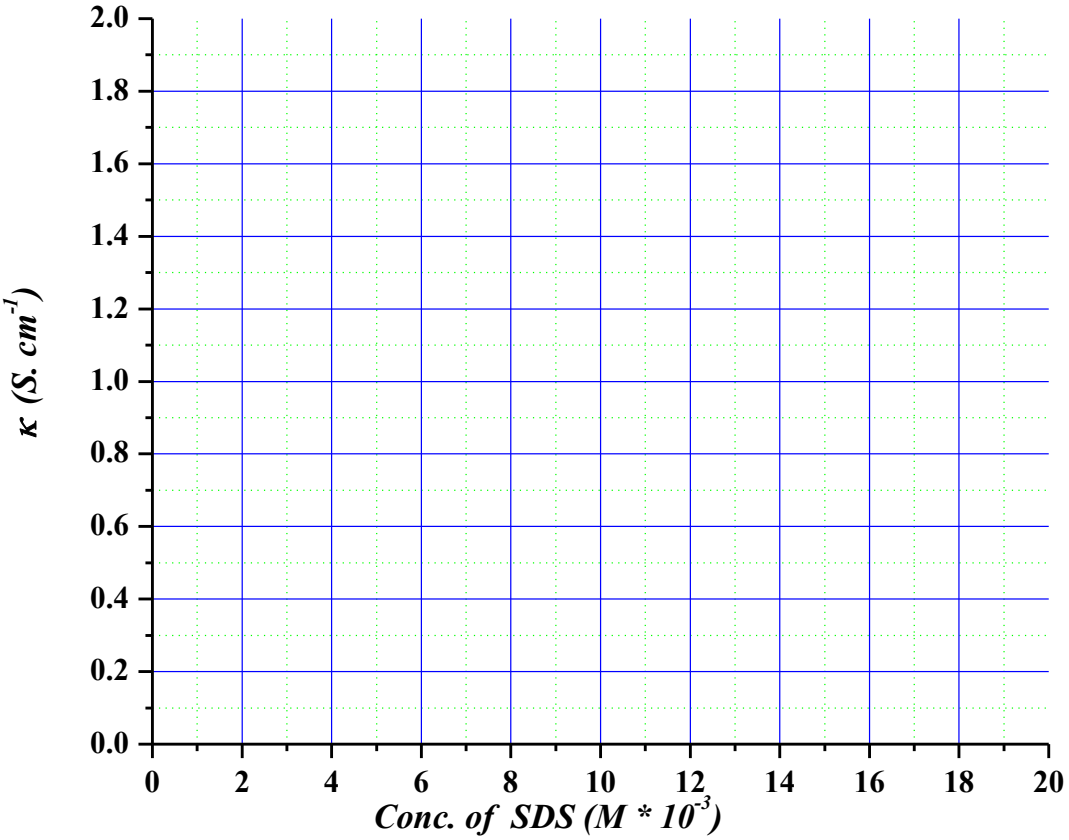
(1) المعلومات الشخصية **Identification**	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة **Title of Experiment**	**تعيين التركيز الميسلي الحرج لأحدى المواد النشطة سطحيا في وسط مائي بطريقة التوصيل الكهربي.**
(3) الهدف او الغاية من التجربة **Objective or Purpose**	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

(1) دون في الجدول التالي التركيز المولاري لمحاليل الـ SDS و قيمة التوصيلة النوعية (κ) المقابلة:

S.No.	التركيز المولاري لـ SDS $(M\times10^{-3})$	التوصيلة النوعية $(\kappa, S.cm^{-1})$
(1)		
(2)		
(3)		
(4)		
(5)		
(6)		
(7)		
(8)		

(2) في المخطط أدناه ارسم المنحنى الذي يمثل التوصيلية النوعية (κ) كدالة في التركيز المولاري لمحلول الـ SDS.



(3) اوجد التركيز الميسلي الحرج (**CMC**) لـ SDS معبراً عنه بالمول/ لتر.

(5) المناقشة Discussion

ركز في مناقشتك على مقارنة قيمة الـ CMC التي حصلت عليها عملياً مع القيمة الفعلية لـ SDS.

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(l)ماذا تتوقع أن يحدث في قيمة التركيز الميسلي الحرج لـ SDS في كل من الحالات التالية (تزداد او تقل او لا تتغير) ؟ و لماذا؟

(أ) وجود ملح كلوريد الصوديوم مذاب مع الـ SDS في المحلول قبل قياس التوصيلية الكهربية.

(ب) اضفت قطرات من الزيت في المحاليل قبل قياس التوصيلية الكهربية.

(جـ) قمت بقياس التوتر السطحي للمحاليل عوضاً عن قياس التوصيلية الكهربية.

(2)أيهما أعلى قيمة التركيز الميسلي الحرج لـ SDS و هو مذاباً في الماء أم مذاباً في الزيت؟ و لماذا؟

(3)ما العوامل التي تؤثر على قيمة التركيز الميسلي الحرج؟

(4)اذكر الأشكال المختلفة التي قد تتخذها الميسلات. ما العوامل التي تحكم هذه الأشكال؟

التجربة (11): مقارنة كفاءة الفصل بالتقطير البسيط و التقطير التجزيئي و فصل خليط من سائلين ممتزجين.

Lab.(11): Comparison of separtation efficiencies of simple and fractional distillation and separtation of two– miscible liquid mixture.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

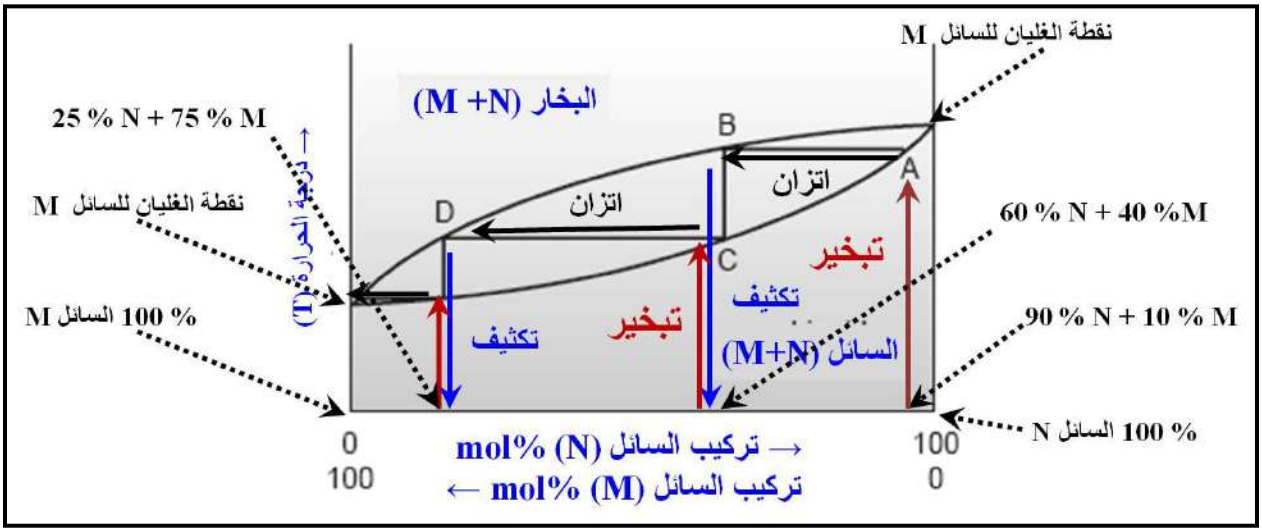
1 - اكتب التعبير الرياضي و المعنى الفيزيائي لـ (أ) قانون دالتون للضغوط الجزيئية للغازات المثالية و (ب) قانون راؤولت للمحاليل المثالية.

2 - اذكر أهم خصائص المحاليل المثالية.

3 - افترض أن مزيجاً من الهبتان (C_7H_{16}) و الأوكتان (C_8H_{18}) يشكلان محلولاً مثالياً. فإذا مزج 3 mol من الهبتان مع 5 mol من الأوكتان عند درجة حرارة 40 °C، فما الضغط البخاري للمحلول إذا كان الضغط البخاري لكل من الهبتان و الأوكتان عند درجة حرارة 40 °C يساوي 0.121 atm و 0.041atm ، على التوالي.

الأساس النظري:

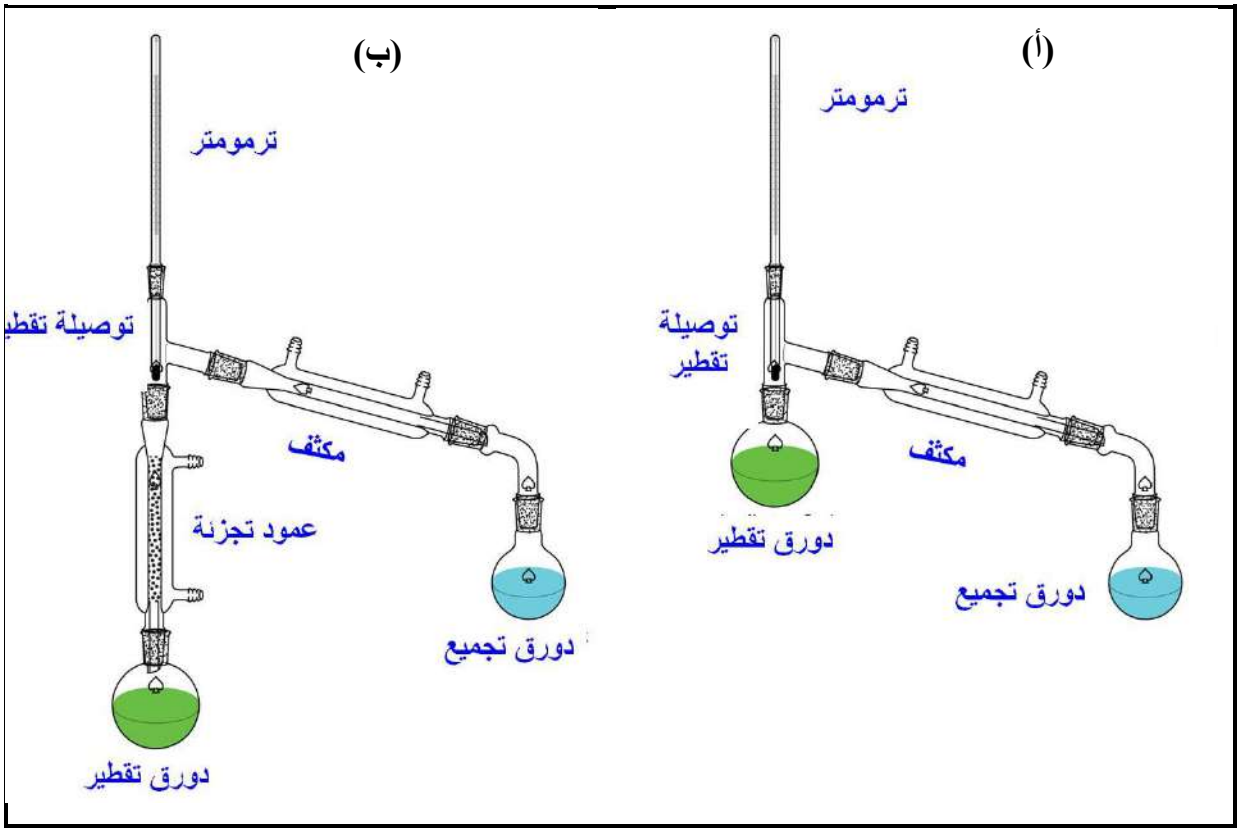
باعتبار M و N سائلين تامي الامتزاج ، فإنه من الممكن فصلهما عن بعضهما البعض عن طريق التقطير إذا كان هنالك اختلاف مقبول في نقطتي غليانهما. و يمكن تتبع مجريات عملية التقطير في **الشكل (11)** و الذي يظهر منحنى درجة الحرارة مقابل تركيب طور البخار (الى الأعلى) و تركيب طور السائل (الى الأسفل) للسائلين M و N لهما نقطة غليان عليا و نقطة غليان دنيا ، على التوالي. حيث يقال بأن السائل N أكثر تطايراً من السائل M.



شكل (11): منحنيات نقطة الغليان و التركيب لأزواج السوائل تامة الامتزاج.

الآن بفرض أن الخليط قبل بدء التقطير عند النقطة (A على المنحنى السفلي) و التي يكون عندها تركيب السائلين M و N يساوي % 10 و % 90 (بالنسبة المئوية المولية)، على التوالي. و عند غليان هذا الخليط الى نقطة الغليان يصبح بخار هذا الخليط في حالة اتزان مع السائل، أي عند النقطة B (على المنحنى العلوي). و عند تكثيف البخار الى سائل (انتقال من النقطة B الى C) نحصل على سائل بتركيب جديد (% 40 من السائل M و % 60 من N). و عند غليان خليط السائل الجديد (الى النقطة D) و اتزانه مجدداً مع بخاره الجديد عند النقطة D و من ثم تكثيفه نحصل على تركيب جديد من السائل تقل فيه نسبة السائل N مقابل الزيادة في المكون M (% 75 من M و % 25 من N). و بتكرار هذه العملية (تبخير و تكثيف) يمكن أن نفصل في النهاية السائلين M و N بصورتهما النقية. و يعرف هذا النوع من التقطير **بالتقطير البسيط Simple distillation**، حيث يتطلب فقط وجود مكثف عادي لإجراء عملية التقطير كما في **الشكل (12أ)** و لكن تكرار عملتي التبخير و التكثيف و تغيير درجة الحرارة قد يطيل من الوقت و لتفادي ذلك يمكن استخدام التقطير التجزيئي **Fractional**

distillation. و في هذا الفصل يتم فيها تجزئه التقطير في الجهاز بدلاً من الإعدادات المتكررة للتقطير، ويتم ذلك باستخدام عمود تجزئة يتوافر في سطحه الداخلي صفائح وبروزات ، ويمكن استخدام عمود مملوء بقطع من الزجاج او الفولاذ وترجع فاعلية العمود الى أنه يوفر سطحا كبيراً يحصل فيه التوازن بين السائل الصاعد والسائل الهابط (**شكل (12ب)**).



شكل (12): التجهيزات المعملية للتقطير البسيط (أ) و التقطير التجزيئي (ب)

في هذه التجربة سيدرس الطالب كفاءة الفصل بالتقطير البسيط و التقطير التجزيئي لخليط محدد التركيب من الماء و الأسيتون كمثال لأزواج السوائل تامة الامتزاج. و حيث أن نقطة غليان الماء (100 ^{o}C) أعلى بكثير من نقطة غليان الأسيتون (56.2 ^{o}C)، يمكن تمثيل الماء و الأسيتون بالمكونين M و N ، على التوالي، كما هو موضح في **الشكل (11)**. و بالتالي يكون الأسيتون هو السائل الأكثر تطاير و الذي يفصل و يكثف أولاً في دورق التجميع. ويمكن تحديد كفاءة التقطير برسم العلاقة بين درجة الحرارة و حجم المقطر (Distillate) أثناء اجراء عملية التقطير للخليط. كما سيعطى للطالب خليط من الماء و الأسيتون مجهول التركيب و سيطلب منه فصل مكونات هذا الخليط، مستخدما التقطير البسيط و التقطير التجزيئي و من ثم تحديد تركيب هذا الخليط.

- **مخـــرجات التعلـــــــــــــــــم**

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادرا على أن:

1 - تقارن بين كفاءاتي التقطير البسيط و التقطيرالتجزيئي.

2 - تركب جهاز التقطير من وحداته المختلفة و تمييز دورها العملي.

3 - تفصل و تحدد تركيب خليط من سوائل تامة الامتزاج بواسطة التقطير البسيط او التقطيرالتجزيئي.

4 - تعيين نقطة غليان محاليل السوائل تامة الامتزاج و حساب ضغوطها البخارية.

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ترمومتر مدرج بالدرجة المئوية وبدقة قياس 0.1 ^{o}C
- سخان دوارق كهربي Electric flask heater
- دورق دائري سعة 250 mL Round– bottom flask
- كأس زجاجي سعته 500 mL
- مكثف زجاجي بسيط
- عمود تجزئة زجاجي ذو انتفاخات عديدة
- حبيبات من الزجاج أو الألمنيوم
- احجار او رقائق الغليان
- توصيلات زجاجية
- سدادات من الفلين
- مخبار زجاجي مدرج 100 mL
- حامل لتثبيت المكثفات
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- أسيتون نقي C_3H_6O
- ماء مقطر
- خليط ماء – أسيتون مجهول التركيب

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

- ❖ الأسيتون يسبب تحسس للعين، لذا يجب إرتداء النظارات. كما أنه مادة متطايرة و سريعة الاشتعال لذا ينبغي حفظها مسدودة بإحكام ويجب استخدام السخان الكهربي للدوارق و عدم تعريضها للهب المباشر (أي لا تستخدم موقد بنزن في التسخين).
- ❖ لا تضيف احجار او رقائق الغليان الى الخليط و هو ساخن، لأن ذلك سوف يؤدي الى حدوث غليان سريع و اندفاعي للسائل داخل دورق التقطير.
- ❖ تعامل مع الترمومتر المدرج برفق و تجنب خدش او رطم مستودع الزئبق، لأن ذلك سيؤدي الى كسر الترمومتر و خروج الزئبق.
- ❖ اجعل عينيك على بعد 20 cm من الأشياء الساخنة و أنت تراقب عملية الغليان.

خطوات العمل:

(1) حضر في كأس زجاجي خليط من الماء و الأسيتون بنسبة (1:1) و ذلك بمزج 25 mL من الأسيتون مع 25 mL من الماء المقطر.

(2) ركب جهاز التقطير البسيط من الأدوات المذكورة أعلاه كما في **الشكل (12أ)**، مع استبدال دورق التجميع بالمخبار المدرج. ضع في الدورق الدائري كمية قليلة من احجار او رقائق الغليان. ما الغرض من إضافة احجار او رقائق الغليان؟

(3) اضف خليط الماء و الأسيتون المسبق تحضيره في الخطوة (1) الى الدورق الدائري ثم اعد توصيله بإحكام بالجهاز.

ملاحظة: (أ) يجب ان لا يتجاوز حجم الخليط نصف سعة دورق الفصل.

(ب) اجعل مدرسك او الفني المختص في المختبر يتأكد من أن جميع المفاصل مسدودة بإحكام وأن الجهاز في وضعه الصحيح قبل اجراء عملية التقطير.

(4) ضع قاعدة الدورق الدائري لجهاز التقطير في مركز السخان و اسمح للماء بالمرور في المكثف الزجاجي. سخن الخليط تدريجياً و اضبط معدل التسخين بحيث لا يتجاوز قطرتين الى ثلاث قطرات من السائل المقطر لكل ثانية. استمر في التسخين مع تسجيل حجم السائل المقطر الذي يجمع في المخبار المدرج مقابل درجة الحرارة.

ملاحظة: يجب أن لا تزيد درجة الحرارة عن 100 ^{o}C. كما لا يجب الاستمرار في التسخين حتى الجفاف التام للخليط ، و لكن حافظ على أن يتبقى جزء قليل من الخليط في دورق الفصل (حوالى 5 mL) عندها اوقف التسخين.

(5) ركب جهاز التقطير التجزيئي كما في **الشكل (12ب)**، مع استبدال دورق التجميع بالمخبار المدرج. ضع في الدورق الدائري كمية قليلة من احجار او رقائق الغليان.

ملاحظة: يجب أن يملأ عمود التجزئة بحبيبات من الزجاج أو الألمنيوم.

(6) كرر الخطوتين (3) و (4) مع إتباع الملاحظات السابقة.

(7) ضع 50 mL من خليط الماء – أسيتون مجهول التركيب في جهاز التقطير البسيط و سخن الخليط عند معدل ثابت بحيث تكون درجة الحرارة في مدى نقطة الغليان للأسيتون، أي لا تقل عن 55 ^{o}C و لا تتجاوز 60 ^{o}C. استمر في التسخين عند هذا المعدل حتى يتوقف التقطير ثم قس حجم الأسيتون المقطر و حجم الماء المتبقي في الدورق.

(8) كرر نفس الخطوة السابقة (7) و لكن باستخدام جهاز التقطير التجزيئي.

(9) اغسل يديك جيداً بعد أن تنتهي من إجراء التجربة.

(10) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

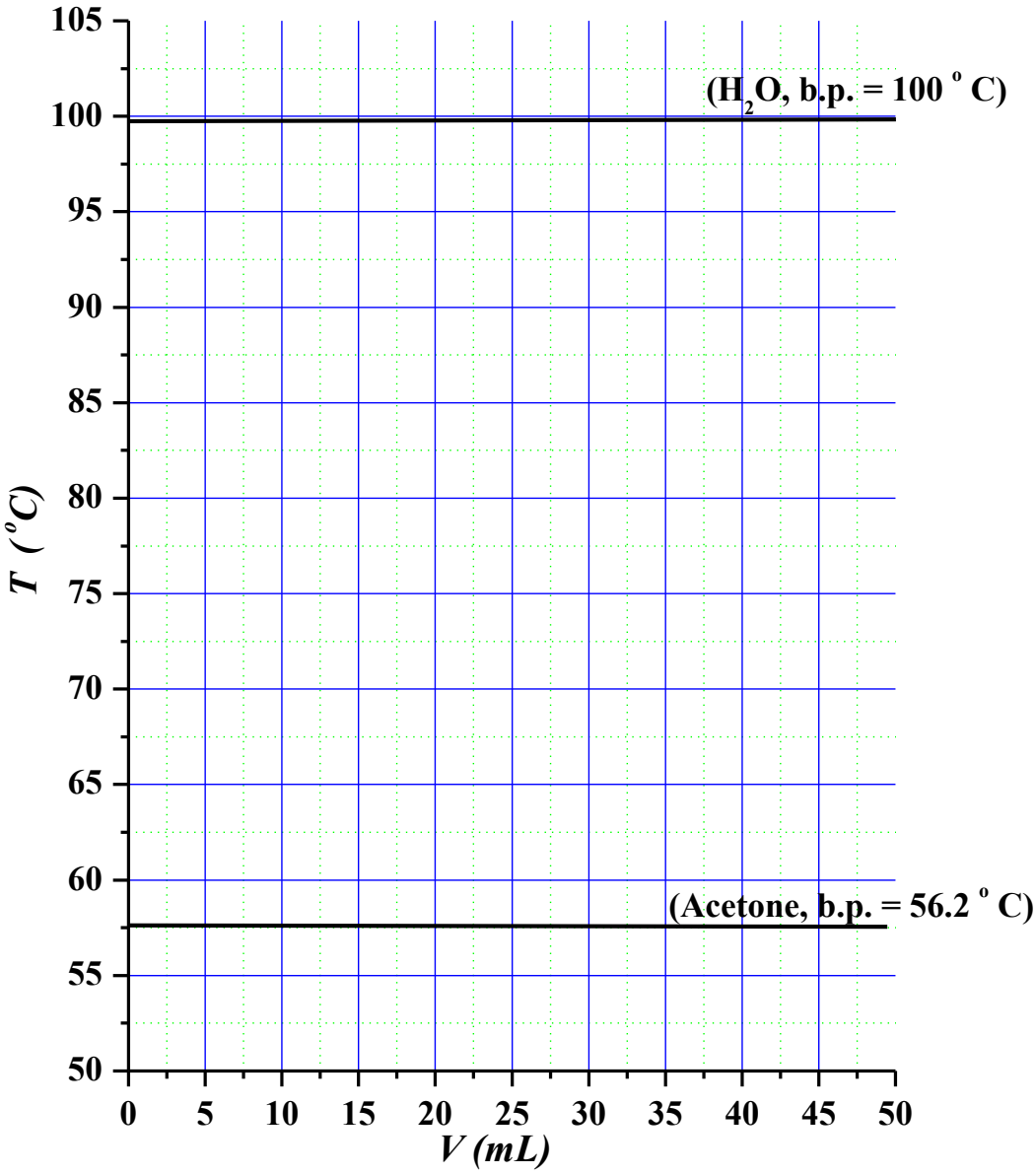
(1) المعلومات الشخصية **Identification**	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة **Title of Experiment**	**مقارنة كفاءة الفصل بالتقطير البسيط و التقطير التجزيئي و فصل خليط من سائلين ممتزجين.**
(3) الهدف او الغاية من التجربة **Objective or Purpose**	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

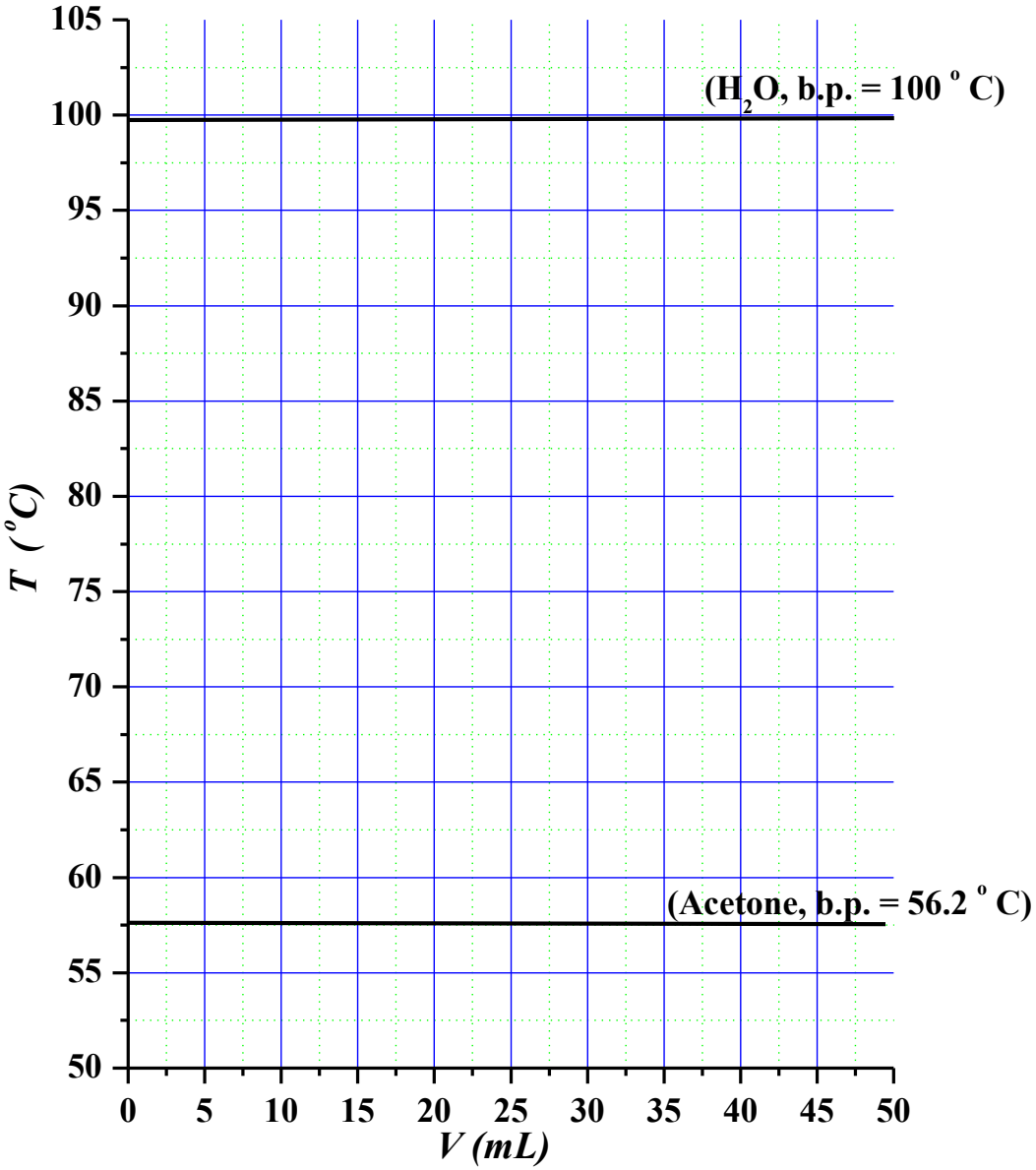
(1) دون في الجدول التالي درجة الحرارة (**T**) و حجم السائل المقطر (**V**) في كل من التقطير البسيط و التقطير التجزيئي:

	التقطير البسيط									
T (°C)										
V (mL)										
	التقطير التجزيئي									
T (°C)										
V (mL)										

(2) في المخطط أدناه ارسم العلاقة بين درجة الحرارة (T) وحجم السائل المقطر (*V*) للتقطير البسيط:



(3) في المخطط أدناه ارسم العلاقة بين درجة الحرارة (T) وحجم السائل المقطر (*V*) للتقطير التجزيئي:



(4) في الجدول أدناه احسب النسبة الحجمية للأسيتون و الماء في الخليط مجهول التركيب من النتائج التي حصلت عليها في التقطير البسيط و التجزيئي:

التقطير البسيط				
v/v% Water	v/v% Acetone	الحجم الكلي (V_{tot})	حجم الماء (V_{Water})	حجم الأسيتون ($V_{Acetone}$)

التقطير التجزيئي				
v/v% Water	v/v% Acetone	الحجم الكلي (V_{tot})	حجم الماء (V_{Water})	حجم الأسيتون ($V_{Acetone}$)

(5) المناقشة Discussion

ركز في مناقشتك على مقارنة كفاءة الفصل و تركيب الخليط باستخدام التقطير البسيط و التقطير التجزيئي.

(6) الاستنتاج Conclusion

(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions

(1) و ضح مع الرسم الفرق بين الحيود الايجابي و الحيود السلبي عن سلوك المحاليل المثالية.

(2) محلول تم تحضيره بخلط 25 mL من الأسيتون (C_3H_6O) مع 50 mL من الماء. احسب الضغط البخاري للمحلول باعتبار ظروف مثالية، علماً بأن الضغوط البخارية للماء و الأسيتون النقيين هي 760 mmHg و 987 mmHg، على التوالي و كثافة الأسيتون تساوي 0.792 g/mL.

التجربة (12): إختبار كفاءة الديلزة و فصل خليط من ثلاثة مكونات باحجام جزيئية مختلفة بواسطة أغشية الديلزة.

Lab.(12): Investigation of efficiency of dialysis and separtation of three–component mixture of varying molecular sizes by dialysis membrane.

أسئلة يجاب عليها قبل الحضور الى المختبر:

1 - عرف ظاهرة الانتشار. أيهما أسرع انتشاراً عبر غشاء شبه منفذ جزي الجلوكوز أم كلوريد الصوديوم؟ و لماذا؟

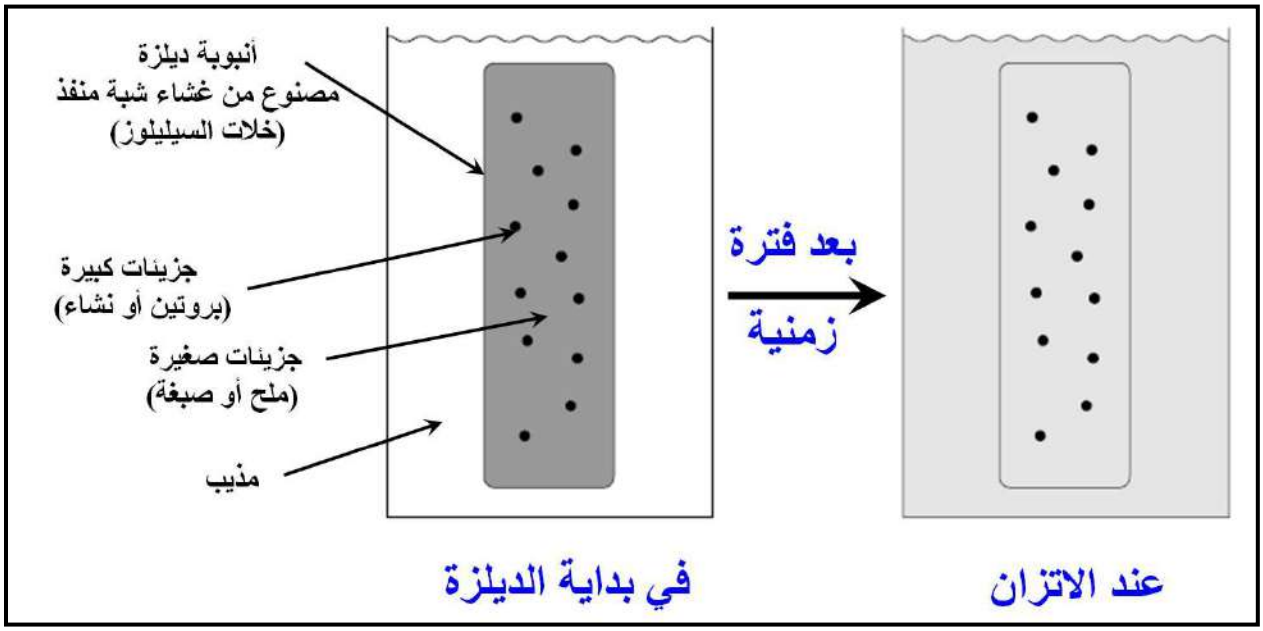
2 - بتفاعل كيميائي واحد، وضح كيف يمكن تحويل النشاء الى جلوكوز.

3 - اذكر اختبار او كاشف كيميائي يمكن استخدامه للتمييز عملياً بين النشاء و الجلوكوز.

الأساس النظري:

تعرف الديلزة (Dialysis) بأنها عملية فصل الجزيئات في المحلول عن طريق الفرق في معدل انتشار هذه الجزيئات خلال غشاء سبة منفذ يعرف بغشاء الديلزة (Dialysis membrane). فالجزيئات الصغيرة تنتشر عبر الثقوب الضيقة للغشاء اسرع بكثير من الجزيئات الكبيرة، انظر **الشكل (13)**. بالإضافة الى حدوث عملية الديلزة في خلايا الكائنات الحية، فإن هذه العملية تعد من أهم التقنيات المعملية

المستخدمة في ابحاث علوم الحياة. و من أكثر الاستخدامات في هذا المجال يتركز في تنقية الجزيئات الحيوية كالبروتينات و الأحماض النووية و السكريات العديدة و ذلك بإزالة الجزيئات الصغيرة و غير المرغوب فيها كالأملاح و الأصباغ و العوامل المختزلة. كما أن لتقنية الديلزة أهمية بالغة في دراسة ميكانيكية ايصال و عمل الدواء.



شكل (13): الفصل بتقنية الديلزة.

و يمكن التحكم في حجم الثقوب المجودة في الغشاء أثناء تصنيعه و ذلك بتحديد مدى او متوسط الأوزان الجزيئية للمواد التي يمكنها المرور خلال الغشاء (molecular–weight cutoff (MWCO limits) اثناء عملية الديلزة. فمثلاً إذا ذكر على غشاء الديلزة هذه الشفرة (10kMWCO)، فهذا يعني بأن الغشاء عملياً لا يتيح لقرابة % 90 من الجزيئات التي تزيد أوزانها الجزيئية عن 10 kD (10 kilo Dalton، أي 10,000 جرام لكل مول) بالمرور خلال ثقوب الغشاء. و بالتالي قيمة الـ MWCO للغشاء ليست مطلقة حيث يمكن للجزيئات التي تمتلك أوزان جزيئية في حدود هذه القيمة أن تنتشر خلال ثقوب الغشاء و لكن ببطء شديد مقارنة الجزيئات الصغيرة التى تمتلك أوزان جزيئية أقل من قيمة الـ MWCO.

و على الرغم من أن تقنية الفصل بأغشية الديلزة تبدو من الناحية العملية سهلة نسبياً معملياً، إلا أنه لا توجد خطوات عمل شاملة و ثابتة لكل تطبيقات الفصل نتيجة للمتغيرات التالية:

(1) حجم محلول العينة.

(2) حجم مذيب الديلزة (Dialysate) او المحلول المنظم المستخدم في الديلزة.

(3) مدى حجم الجزيئات المراد فصلها.

(4) نوع غشاء الديلزة و مدى نفاذيته.

(5) الشكل الهندسي للغشاء و الذي قد يؤثر على معدل الانتشار.

و بالتالي فإن تعزيز كفاءة الديلزة و تحديد نقطة نهاية الديلزة يخضع لإجراء العديد من الاختبارات الأولية. فقد وجد بأن حجم محلول العينة و حجم المذيب او المحلول المنظم هما من يحددان تركيز الاتزان للجزيئات الصغيرة بين جانبي الغشاء. و باستخدام حجم مناسب من مذيب الديلزة و زيادة عدد مرات التبديل لمذيب الديلزة يمكن التقليل من تركيز الشوائب الصغيرة في محلول العينة الى حد مهمل تقريباً. كما أن استخدام احجام صغيرة من محلول العينة يعزز من كفاءة الديلزة. فعلى سبيل المثال، عند ديلزة 1 mL من محلول العينة في 200 mL من مذيب الديلزة لمرة واحدة سوف يقلل من تركيز الشوائب في محلول العينة عند الاتزان الى 200 مرة مقارنة بتركيزها قبل الديلزة. و إذا تم تبديل نفس الحجم لمذيب الديلزة لمرتين متتاليتين، فأن تركيز الشوائب بذلك سوف يقل بمعامل 8×10^6 (أي $200 \times 200 \times 200$).

و في هذه التجربة سوف يتعلم الطالب اتجاه حركة الجزيئات المختلفة في اوزانها الجزيئية، الكبيرة منها كالنشاء و السكروز و الجزيئات الصغيرة كالماء و الجلوكوز و كلوريد الصوديوم و اليود عبر غشاء الديلزة. و سيختبر الطالب تأثير حجم محلول العينة و حجم مذيب الديلزة (الماء) و عدد مرات تغيير مذيب الديلزة على كفاءة الديلزة. كما سيقوم الطالب بتنقية النشاء في خليط منه مع شوائب من الجلوكوز و كلوريد الصوديوم.

▪ مخـــرجات التعلـــــــــــــــم

بعد دراستك لهذه التجربة، يتوقع منك أن تكون قادرا على أن:

1 - تختبر العوامل المؤثرة على كفاءة تقنية الديلزة في فصل او تنقية المواد.

2 - تعيين الظروف المناسبة و الخطوات العملية المثلى في إجراء تجارب الديلزة.

3 - تطبق تقنية الديلزة عملياً لفصل او تنقية مكون واحد او أكثر في خليط ما تبعاً للفرق في احجامها الجزيئية (أوزانها الجزيئية).

الأدوات و الأجهزة المستخدمة:

- ميزان حساس
- حزمة اشرطة طويلة من أنابيب او أكياس الديلزة بقطر 20–30 mm
- مخبار زجاجي مدرج سعة 500 mL (عدد 3)
- رباط مطاطي
- خيوط قطنية
- قلم علامة
- ماصة مدرجة سعة 10 mL
- مخبار زجاجي مدرج سعة 50 mL
- دورق قياسي سعة 100 mL (عدد 3)
- أوراق تجفيف
- أنبوبة اختبار
- قمع
- كأس زجاجي سعته 500 mL
- دورق غسيل

الكواشف المطلوبة:

- نشاء
- جلوكور $C_6H_{12}O_6$
- ملح كلوريد الصوديوم عالي النقاوة NaCl
- خليط المراد فصله (محلول مائي من النشاء و الجلوكوز و كلوريد الصوديوم)
- كاشف لوجول Lugol's reagent (محلول 5 % منه يحضر بخلط اليود I_2 5 w/v % مع ملح يوديد البوتاسيوم KI 10 w/v في الماء المقطر)
- كاشف بندكت Benedict's reagent (يحضر بإذابة 100 g من كربونات الصوديوم اللامائية Na_2CO_3 و 173 g من سترات الصوديوم $Na_3C_6H_5O_9$ و 17.3 g من كبريتات النحاسيك المائية $CuSO_4.H_2O$ في الماء المقطر و يخفف الى حجم نهائي 1 L)
- نترات الصوديوم $AgNO_3$
- ماء مقطر

المخاطر المتوقعة من هذه التجربة:

❖ تقريباً لا توجد مخاطر من المواد الكيمائية المستخدمة في هذه التجربة. و مع ذلك يجب إتباع ارشادات الأمن و السلامة العامة عند التعامل معها.

خطوات العمل:

(1) حضر محاليل مائية لكل من النشاء و كلوريد الصوديوم و الجلوكوز بتركيز 3 w/v % (اذب 3 g من كل مادة في الماء المقطر و أكمل حتى العلامة في دورق سعته 100 mL. يجب غلي الماء عند تحضير محلول النشاء).

(2) اقطع ثلاثة اشرطة من أنابيب الديلزة بطول 15 cm تقريباً. استخدم قلم العلامة لترقيم الأنابيب بالأحرف اللاتينية الصغيرة **(a)** و **(b)** و **(c)**، ثم اغلق احد طرفي كل أنبوبة إما بثنيها و ربطها او اغلقها بالرباط المطاطي بإحكام. املأ الأنابيب الثلاث بـ 20 mL من كل محلول قمت بتحضيرها في الخطوة (1) و كما هو مبين في الجدول التالي. بعد ذلك اغلق الطرف الاخر ثم اربط احد طرفي الأنبوبة بخيط قطني طويل نسبيا.

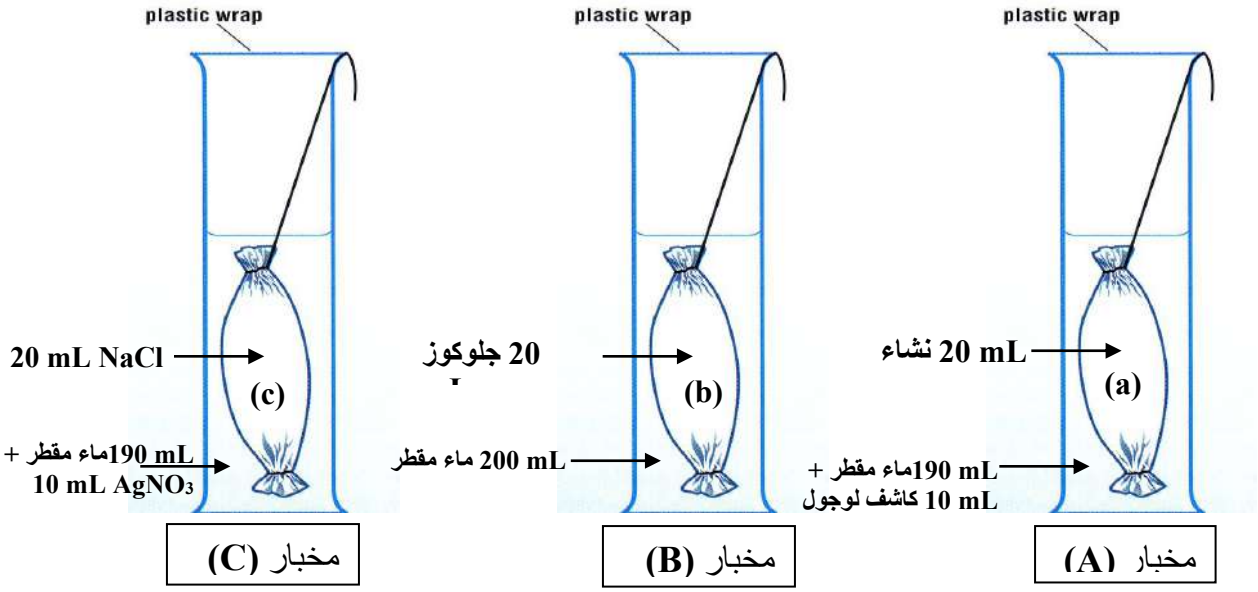
رقم الأنبوبة	(a)	(b)	(c)
نوع المحلول	20 mL من محلول النشاء	20 mL من محلول الجلوكوز	20 mL من محلول كلوريد الصوديوم

(3) اضف الماء المقطر الى ثلاثة مخابر مدرجة كبيرة و مرقمة بالأحرف اللاتينية الكبيرة **(A)** و **(B)** و **(C)**. لاحظ أن محلول اليود (كاشف لوجول) يضاف للمخبار **(A)** و محلول نترات الفضة للمخبار **(C)**، كما في الجدول أدناه.

رقم المخبار	(A)	(B)	(C)
كاشف لوجول	10 mL	_____	_____
محلول نترات الفضة $AgNO_3$ (1 w/v %)	_____	_____	10 mL
ماء مقطر	190 mL	200 mL	190 mL

(4) اغمر أنابيب الديلزة الثلاث تماماً في السائل الموجود في المخابر المدرجة، بحيث يكون رقم الأنبوبة متماشياً مع رقم المخبار (أي الأنبوبة **(a)** في المخبار **(A)** و هكذا)، انظر **الشكل**

(14). اترك الأنابيب مغمورة لمدة ساعة لإتمام الديلزة و إحراز الاتزان. ماذا تلاحظ من تغيرات في المحاليل داخل و خارج أنابيب الديلزة الثلاث.



شكل (14): التجهيزات المعملية لأجراء الديلزة في المختبر

(5)بعد مرور ساعة، اخرج الأنابيب و جففها بأوراق التجفيف، ثم قس حجم المحلول داخلها. أيضاً قم بقياس حجم المحاليل المتبقية في كل مخبار مدرج.

(6)انقل بالماصة 10 mL من المحلول الموجود في المخبار **(B)** الى أنبوبة اختبار تحتوي على 5 mL من كاشف بندكت. سخن أنبوبة الاختبار بلطف على اللهب. ما الذي تلاحظه؟ و على ما يدل؟

(7) كما في السابق حضر في ثلاث أنابيب ديلزة المحاليل التالية:

رقم الأنبوبة	(i)	(ii)	(iii)
محلول النشاء	9 mL	18 mL	27 mL
كاشف لوجول	1 mL	2 mL	3 mL

(8) اغمر كل أنبوبة ديلزة في مخبار مدرج يحتوي على 200 mL من الماء المقطر و لمدة 20 دقيقة. كرر هذه الحظوة عدة مرات مع تغيير الماء المقطر كل 20 دقيقة حتى يزول لون الكاشف. دون عدد المرات التي غيرت فيها الماء المقطر في حالة كل أنبوبة.

(9) أيضاً حضر في ثلاث أنابيب ديلزة، بحيث تحتوي كل أنبوبة على 18 mL من محلول النشاء و 2 mL من كاشف لوجول. اغمر كل أنبوبة في مخبار مدرج يحتوي على احجام مختلفة من الماء المقطر كما هو موضح في الجدول أدناه و لمدة 20 دقيقة. كرر هذه الحظوة عدة مرات مع تغيير الماء المقطر كل 20 دقيقة و بنفس الحجم السابق حتى يزول لون الكاشف. دون عدد المرات التي غيرت فيها الماء المقطر في كل حالة.

رقم المخبار	(I)	(II)	(III)
حجم الماء المقطر	100 mL	200 mL	400 mL

(10) انقل في أنبوبة ديلزة جديدة 20 mL من الخليط المراد فصله. اغلق الأنبوبة جيداً ثم اغمرها في مخبار مدرج يحتوي على 200 mL من الماء المقطر و لمدة 20 دقيقة. اجري كشف نترات الفضة و أختبار بندكت على الماء في المخبار المدرج. كرر هذه الحظوة عدة مرات مع تغيير الماء المقطر كل 20 دقيقة حتى يعطيان كشف نترات الفضة و أختبار بندكت نتائج سلبية. دون عدد المرات التي غيرت فيها الماء المقطر.

(11) في مخبار مدرج يحتوي على 200 mL من الماء المقطر و لمدة 20 دقيقة. كرر هذه الحظوة عدة مرات مع تغيير الماء المقطر كل 20 دقيقة حتى يزول لون الكاشف. دون عدد المرات التي غيرت فيها الماء المقطر في حالة كل أنبوبة.

رقم الأنبوبة	(i)	(ii)	(iii)
محلول النشاء	9 mL	18 mL	27 mL
كاشف لوجول	1 mL	2 mL	3 mL

(12) اغمر كل أنبوبة ديلزة في مخبار مدرج يحتوي على 200 mL من الماء المقطر و لمدة 20 دقيقة. كرر هذه الحظوة عدة مرات مع تغيير الماء المقطر كل 20 دقيقة حتى يزول لون الكاشف. دون عدد المرات التي غيرت فيها الماء المقطر في حالة كل أنبوبة.

(13) اغسل يديك جيداً بعد أن تنتهي من إجراء التجربة.

(14) دون كل ملاحظاتك في الجدول و اجري جميع الحسابات المطلوبة.

التقرير العملي:

(1) المعلومات الشخصية Identification	**أسم الطالب :–**..... **اسماء الطلبة المشاركين** :– **(1)**.....**(2)**..... **(3)**..... **المجموعة :**.....**الزمن** :– من..... الى..... **اليوم و التاريخ** :–.....**(...../...../..... 20)**
(2) عنوان التجربة Title of Experiment	**إختبار كفاءة الديلزة و فصل خليط من ثلاثة مكونات باحجام جزيئية مختلفة بواسطة أغشية الديلزة.**
(3) الهدف او الغاية من التجربة Objective or Purpose	

(4) النتائج و الحسابات Results and Calculations

دون ملاحظاتك، ثم أجري الحسابات المطلوبة في كل من الحالات التالية:

(1) اختلاف محتويات أنابيب الديلزة الثلاث **(a)** و **(b)** و **(c)**.

رقم أنبوبةالديلزة	**(a)**	**(b)**	**(c)**
محتويات الأنبوبة			
رقم المخبار المدرج	**(A)**	**(B)**	**(C)**
محتويات المخبار المدرج			
اسم الإختبار (او الكاشف)			
الملاحظةة			

(2) اختلاف حجم العينة أنابيب الديلزة الثلاث **(i)** و **(ii)** و **(iii)**.

رقم أنبوبةالديلزة	(i)	(ii)	(iii)
حجم محلول النشاء (3 w/v%)			
حجم كاشف لوجول (5 w/v%)			
الحجم الكلي لمحلول العينة			
تركيز النشاء في محلول العينة			
تركيز اليود في محلول العينة			
رقم المخبار المدرج			
حجم الماء المقطر في المخبار المدرج			
عدد مرات تغيير الماء المقطر			

(3) اختلاف حجم مذيب الديلزة (الماء المقطر) في المخابر الثلاثة **(I)** و **(II)** و **(III)**.

رقم المخبار المدرج	(I)	(II)	(III)
حجم الماء المقطر في المخبار المدرج			
الحجم الكلي لمحلول العينة في كل أنبوبة			
عدد مرات تغيير الماء المقطر			

(4) ديلزة خليط العينة (نشاء + جلوكوز + NaCl).

الحجم الكلي لمحلول العينة	
حجم الماء المقطر في المخبار المدرج	
عدد مرات تغيير الماء المقطر حتى الوصول الى نتيجة سلبية مع إختبار $AgNO_3$	
عدد مرات تغيير الماء المقطر حتى الوصول الى نتيجة سلبية مع كاشف بندكت	

(5) المناقشة Discussion
ركز في مناقشتك على (أ) تحديد إتجاه انتشار الجزيئات عبر غشاء الديلزة و (ب) تأثير حجم محلول العينة و حجم مذيب الديلزة على كفاءة الفصل و (جـ) علق أيضاً على نتائج ديلزة خليط العينة المراد فصله.
(6) الاستنتاج Conclusion
(7) الأسئلة اللاحقة Post– Laboratory Questions
(1) ما الفرق الجوهري بين الديلزة و الإسموزية ؟

(2) خليط يتألف من هذه المكونات (ماء– سكروز – جلسرول – KCl – DNA— يوريا– بروتين– H_2S– حمض خليك). رتب خروج جزيئات هذه المكونات عبر غشاء شبه منفذ (MWCO = 1kDa) بحسب زيادة سرعة انتشارها عند ديلزة عينة من هذا الخليط في الماء المقطر. و ضح أي من هذه المكونات سوف يبقى داخل أنبوبة الديلزة عند الاتزان. و لماذا؟

(3) على ضوء ما تعلمته من هذه التجربة، وضح كيف استغلت ظاهرة الديلزة في العلاج الطبي لمرضى الفشل الكلوي.

المـــــراجع

[1] P. W. Atkins, (2002), Physical Chemistry, Oxford University Press, 7th Ed. (with Julio de Paula).

[2] R. Stephen Berry, Stuart A. Rice, and John Ross, (2000), Physical Chemistry, Oxford University Press, 2nd Ed.

[3] D. Harvey, (2000), Modern Analytical Chemistry, McGraw Hill.

[4] V. Williamson, L. Peck, (2009), Experiments in General Chemistry: Inquiry and Skill Building, Australia, Brooks/Cole, Cengage Learning.

[5] V. Williamson and L. Peck (2009), Experiments in General Chemistry: Inquiry and Skill Building, Books/Cole, USA.

[6] J. Burgess, (1998) Ions in Solution: Basic Principles of Chemical Interactions, Chichester, John Wiley & Sons.

[7] D. A. Ucko, (1982), Basics of Chemistry, New York, Academic Press, Inc.

[8] J.D. Brady, (2000), General Chemistry Principles & Structures, Seventh Edition, New York, John Wiley & Sons.

[9] W.S. Warren, (2001), The Physical Basis of Chemistry, Second Edition, Princeton, Harcourt Academic Press.

[10] Mojca Slemnik, (2011), Experiments in Physical Chemistry; Poskusi v fizikalni kemiji–, zbrano gradivo za tuje študente, Maribor, marec. (http://atom.uni–mb.si/stud/egradiva.php).

[11] R. Myers, (2003),The Basics of Chemistry, London, Boston, Greenwood Press.

[12] G.D. Christian, (1994), Analytical Chemistry, 5th edition, John Wiley &Sons, Inc, International edition.

[13] G.H. Jeffrey, (1989), J. Bassett, J. Mendham, R.C. Denney: Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis, 5th edition, Longman Scientific & Technical.

[14] D.A. Skoog, D.M. West and F.J. Holler, (1994), Analytical Chemistry – An Introduction, Saunders College Publishing 6th edition, International edition.

[15] ابراهيم زامل الزامل ، محمد عبد العزيز الحجاجي ، سعيد عبد العزيز الطمرة و محمود محمد بان (1419هـ) ، الكيمياء التحليلية (التحليل الحجمي و الوزني) ، الطبعة الثالثة ، دار الخريجي للنشر و التوزيع.

[16] عوض الحصادي ، سهل النقاش ، بدر الدين ابراهيم أحمد ، عبد المنعم عبد الرؤوف ، محمد المختار عبد العزيز و مرعي العجيلي، (1994 م) ، الأساس النظري و العملي لتحليل النوعي، الطبعة الأولى، جامعة قار يونس، بنغازي.

[17] ابراهيم زامل الزامل ، (1998 م)، الكيمياء التحليلية – التحليل الحجمي ، الطبعة الثالثة ، دار الخريجي للنشر و التوزيع.

الملحقـــــات

ملحق (أ): تكبير و تصغير الكميات الفيزيائية:

الصورة العشرية Decimal	الصورة الأسية 10^n	الرمز symbol	الأسم Name	
1000000000000000000000000	10^{24}	Y	يوتا	yotta
1000000000000000000000	10^{21}	Z	زيتا	zetta
1000000000000000000	10^{18}	E	اكستا	exa
1000000000000000	10^{15}	P	بيتا	peta
1000000000000	10^{12}	T	تيرا	tera
1000000000	10^{9}	G	جيجا	giga
1000000	10^{6}	M	ميجا	mega
1000	10^{3}	K	كيلو	kilo
100	10^{2}	H	هيكتو	hecto
10	10^{1}	Da	ديكا	deca
1				
0.1	10^{-1}	D	ديسي	deci
0.01	10^{-2}	C	سنتي	centi
0.001	10^{-3}	M	ميلي	Milli
0.000001	10^{-6}	M	ميكرو	micro
0.000000001	10^{-9}	N	نانو	nano
0.000000000001	10^{-12}	P	بيكو	pico
0.000000000000001	10^{-15}	F	قيمتو	femto
0.000000000000000001	10^{-18}	A	أتو	atto
0.000000000000000000001	10^{-21}	Z	زيبتو	zepto
0.000000000000000000000001	10^{-24}	Y	يوكتو	yocto

ملحق (ب): التحويل بين الكميات القياس.

(1) التحويل بين وحدات الطول.

اسم الوحدة Name unit		الرمز symbol	العلاقة بالوحدة الدولية Relation to SI Units
Angstrom	أنجستروم	Å	$1\ Å = 10^{-10}\ m$
foot	قدم	ft	$ft = 0.304799735\ m$
Inch	بوصة	in	$in = 0.0254\ m$
Mile	ميل	mi	$mi = 1609.347219\ m$

(2) التحويل بين وحدات الحجم.

اسم الوحدة Name unit		الرمز symbol	العلاقة بالوحدة الدولية Relation to SI Units
Litre	لتر	L	$1\ L = 0.001\ m^3 = 1\ dm^3 = 10^{-3}\ mL$
gallon	جالون	gal	$gal = 4.404\ 883\ 770\ 86 \times 10^{-3}\ m^3$
ounce (fluid imperial)	أونصة حجمية	fl oz	$fl\ oz = 28.413\ 0625 \times 10^{-6}\ m^3$
barrel (imperial)	بوميل	bl (imp)	$bl\ (imp) = 0.163\ 659\ 24\ m^3$

(3) التحويل بين وحدات الوزن.

اسم الوحدة Name unit		الرمز symbol	العلاقة بالوحدة الدولية Relation to SI Units
Atomi mass unit	وحدة كتلة ذرية	amu or u	$amu\ or\ u = 1.660\ 538\ 73 \times 10^{-27}\ kg$
Dalton	دالتون	Da	$Da = amu = 1.660\ 538\ 73 \times 10^{-27}\ kg$
ounce (US)	أونصة وزنية	oz	$oz = 28\ g = 0.028\ kg$
Pound	رطل	bl	$bl = 0.45359237\ kg$
Tone	طن	tn	$tn = 1000\ kg$

(4) التحويل بين وحدات الضغط.

اسم الوحدة Name unit		الرمز symbol	العلاقة بالوحدة الدولية Relation to SI Units
Atmosphere	ضغط جو	atm	$atm = 101\ 325\ Pa\ (Pa = N\ m^{-2})$
Bar	بار	bar	$bar = 10^5\ Pa$
Torr	تور	torr	$torr = 133.322\ 4\ Pa$
millimetre of mercury	ملليمتر زئبقي	mmHg	$mmHg = 133.322\ 4\ Pa$

(5) التحويل بين وحدات الطاقة.

اسم الوحدة Name unit		الرمز symbol	العلاقة بالوحدة الدولية Relation to SI Units
Calorie	كالوري	cal	cal = 4.184 J (Joule = N m)
elecronvolt	إلكترون فولت	eV	eV = 1.602×10^{-19} J
erg	إرج	erg	erg = 10^{-7} J
Volt–Coulomb	فولت كولوم	VC	VC = 1 J

ملحق (جـ): قيم أهم الثوابت الفيزوكيميائية.

اسم الثابت Constant		الرمز symbol	قيمة الثابت بالوحدة الدولية Value of constant in SI Units
Speed of light	سرعة الضوء	c	$c = 2.998\times10^{8}$ ms^{-1}
Avogadro's number	عدد أفوجادرو	N_A	$N_A = 6.022\times10^{23}$ mol^{-1}
Plank's Constant	ثابت بلانك	h	$h = 6.6262\times10^{-34}$ Js
Boltzmann's constant	ملليمتر زئبقي	k_B	$k_B = 1.38\times10^{-23}$ JK^{-1}
Gas constant	ثابت الغاز	R	R = 8.314 Jmol^{-1}K^{-1}
Faraday's constant	ثابت فراداي	F	F = 96500 C mol^{-1}
Elementary charge	الشحنة	e	$e = 1.6022\times10^{-19}$ C
Permittivity of a vacuum	سماحية الفراغ	ε_o	$\varepsilon_o = 8.85419\times10^{-12}$ kg^{-1} m^{-3}s^{4} A^{2}
Gravity acceleration	عجلة الجاذبية الأرضية	g	$g = 981$ m s^{-2}

ملحق (د): طرق التعبير عن تركيز المحاليل.

اسم الطريقة Conc. Express		وحدة التركيز Conc. unit	الحساب Calculation
Molarity (M)	المولارية	mol L^{-1}	$\therefore M = \frac{Wt(s)_g}{MW} \times \frac{1000}{V_{ml}}$
Normality (N)	العيارية	g. equi L^{-1}	$\therefore N = \frac{Wt(s)_g}{EW} \times \frac{1000}{V_{ml}}$
Molality (m)	المولالية	mol kg^{-1}	$\therefore m = \frac{Wt(s)_g}{MW} \times \frac{1000}{Wt(sol)_g}$
Mole fraction (X)	الكسر المولي	بدون	$X_A = \frac{n_A}{n_A + n_B + n_C + \cdots}$
Weight– to– weight percent (% w/w)	النسبة المئوية الوزنية	جرام من المذاب لكل 100 g من المحلول	$(\%\, w/w) = \frac{Wt(s)_g}{Wt(sln)_g} \times 100$
Volume– to– volume percent (% V/V)	النسبة المئوية الحجمية	ملليلتر من المذاب لكل 100 mL من المحلول	$(\%\, V/V) = \frac{V(s)_{ml}}{V(sln)_{ml}} \times 100$
Weight– to– volume percent (% w/V)	النسبة المئوية وزن الى حجم	جرام من المذاب لكل 100 mL من المحلول	$(\%\, w/V) = \frac{Wt(s)_g}{V(sln)_{ml}} \times 100$
Parts per million (C_{ppm})	الجزء من مليون	ميكروجرام من المذاب لكل kg او L من المحلول	$(C_{ppm}) = \frac{Wt(s)_g}{Wt(sln)_g} \times 10^6 = \frac{Wt(s)_g}{V(sln)_{ml}} \times 10^6$
Parts per billion (C_{ppb})	الجزء من بليون	نانوجرام من المذاب لكل kg او L من المحلول	$Parts\ per\ billion\ (C_{ppb}) = \frac{Wt(s)_g}{Wt(sln)_g} \times 10^9 = \frac{Wt(s)_g}{V(sln)_{ml}} \times 10^9$

$Wt(s)_g$ (وزن المذاب بالجرام) – $Wt(sln)_g$ (وزن المحلول بالجرام) – $V(sln)_{ml}$ (حجم المحلول بالملليلتر) – n (عدد المولات) – MW (الوزن الجزيئي) – EW (الوزن المكافئ).

ملحق (هـ): التحويل بين التركيز المولاري (M) و بعض وحدات تراكيز المحاليل.

العلاقة Relation		الحساب Calculation
M– N	المولارية و العيارية	$\therefore \quad N = n_{eq} \times M$
M– C_{ppm}	المولارية و الجزء من مليون	$C_{ppm} = M \times MW \times 1000$
M– C_{ppm}	المولارية و الجزء من بليون	$C_{ppb} = M \times MW \times 10^6$
M– %w/w	المولارية و النسبة الوزنية	$M = \frac{\%\ w/w}{MW} \times d \times 10$
M– %w/V	المولارية و النسبة الوزنية الحجمية	$M = \frac{\%\ w/V}{MW} \times 10$

n_{eq} (تكافؤ المادة و يمكن الحصول عليه من المعادلة الموزونة للتفاعل الذي تشترك فيه هذه المادة)

ملحق (هـ): حساب الأس الهيدروجيني للأحماض و القواعد القوية و الضعيفة احادية البروتون و المحاليل المنظمة.

نوع المحلول Solution		الحساب Calculation
Strong acids	أحماض قوية	$pH = -\log[H^+] = -\log(n \times C_{acid})$
Weak acids	أحماض ضعيفة (احادي البوتون)	$pH = -\log[H^+] = -\frac{1}{2}\log K_a - \frac{1}{2}\log C_{acid}$
Strong bases	قواعد قوية	$pH = -\log[H^+] = 14 + \log[OH^-] = 14 + \log(n \times C_{base})$
Weak bases	قواعد ضعيفة (احادي البوتون)	$pH = 14 + \log[OH^-] = 14 + \frac{1}{2}\log K_b + \frac{1}{2}\log C_{base}$
Acidic buffers	منظم حامضي (محلول لحمض ضعيف و ملحه)	$pH = -\log K_a + \log \frac{C_{salt}}{C_{acid}}$
Basic buffers	منظم قاعدي (محلول لقاعدة ضعيفة و ملحها)	$pH = 14 + \log K_b - \log \frac{C_{salt}}{C_{base}}$

n (عدد البوتونات التي يفقدها الحمض او تكتسبها القاعدة)– C (التركيز المولاري للحمض او القاعدة او الملح)

ملحق (و): ثابت تفكك الأحماض و القواعد الضعيفة.

K_b	اسم و صيغة القاعدة Base name & formula		K_a	اسم و صيغة الحمض Acid name & formula	
1.8×10^{-5}	NH_4OH	هيدروكسيد الأمونيوم	1.75×10^{-5}	$C_2H_4O_2$	حمض الخليك
3.38×10^{-10}	C_6H_7N	أنيلين	6.30×10^{-5}	$C_7H_6O_2$	حمض البنزويك
5.6×10^{-4}	C_2H_7N	أيثيل أمين	1.77×10^{-4}	$C_2H_2O_2$	حمض الفورميك
3.0×10^{-6}	N_2H_4	هيدرازين	6.5×10^{-2} K_{a1}	$C_2H_2O_4$	حمض الأوكساليك
			6.1×10^{-5} K_{a2}		
1.26×10^{-3}	$C_4H_{11}N$	ثنائي أيثيل أمين	1.06×10^{-3}	$C_7H_6O_3$	حمض السليسليك
5.12×10^{-4}	C_2H_7N	ثنائي أيثيل أمين	8.7×10^{-4} K_{a1}	$C_6H_8O_7$	حمض الستريك
			$1.\times10^{-5}$ K_{a2}		
			4×10^{-6} K_{a3}		

ملحق (ي): الأدلة اللونية للمعايرة.

(1) أدلة الأحماض و القواعد.

مدى الدليل pH range	لون الصورة القاعدية Basic color	لون الصورة الحامضية Acidic color	اسم الدليل Indicator
8.3 – 10	أحمر	عديم اللون	فينولفثالين (phph)
3.1– 4.4	برتقالي	أحمر	الميثيل برتقالي (MO)
3.0 – 4.6	أزرق	أصفر	أزرق بروموفينول (BPB)
3.0 – 5.0	أحمر	أزرق	أحمر الكانجو (CR)
4.2 – 6.3	أصفر	أحمر	الميثيل الأحمر (MR)

(2) أدلة الأكسدة و الاختزال.

اسم الدليل Indicator	لون الصورة المؤكسدة Oxidized color	لون الصورة المختزلة Reduced color	*جهد الاختزال القياسي للدليل* E^o (V)
ثنائي فينيل حمض السلفونيك (DSA)	أزرق – بنفسجي	عديم اللون	0.85
الفيروين (ferroin)	أزرق فاتح	أحمر	1.147
ثنائي فينيل أمين (DPA)	بنفسجي	عديم اللون	0.75
الميثيلين الأزرق (MB)	أزرق	عديم اللون	0.53

(3) الأدلة المكونة لمعقدات لونية.

اسم الدليل Indicator	مدى الـ pH المناسب لعمل الدليل Useful pH range	الفلزات الأيونية التي يمكن تقديرها Used for the following metal ions
أيروكروم بلاك – تي (EBT)	7.5 – 10.5	Ba, Ca, Mg, Zn
ميروكسيد (murexide)	6 – 13	Ca, Ni, Cu
بي آي ان (PAN)	2 – 11	Cd, Cu, Zn
حمض السليسليك (SA)	2 – 3	Fe

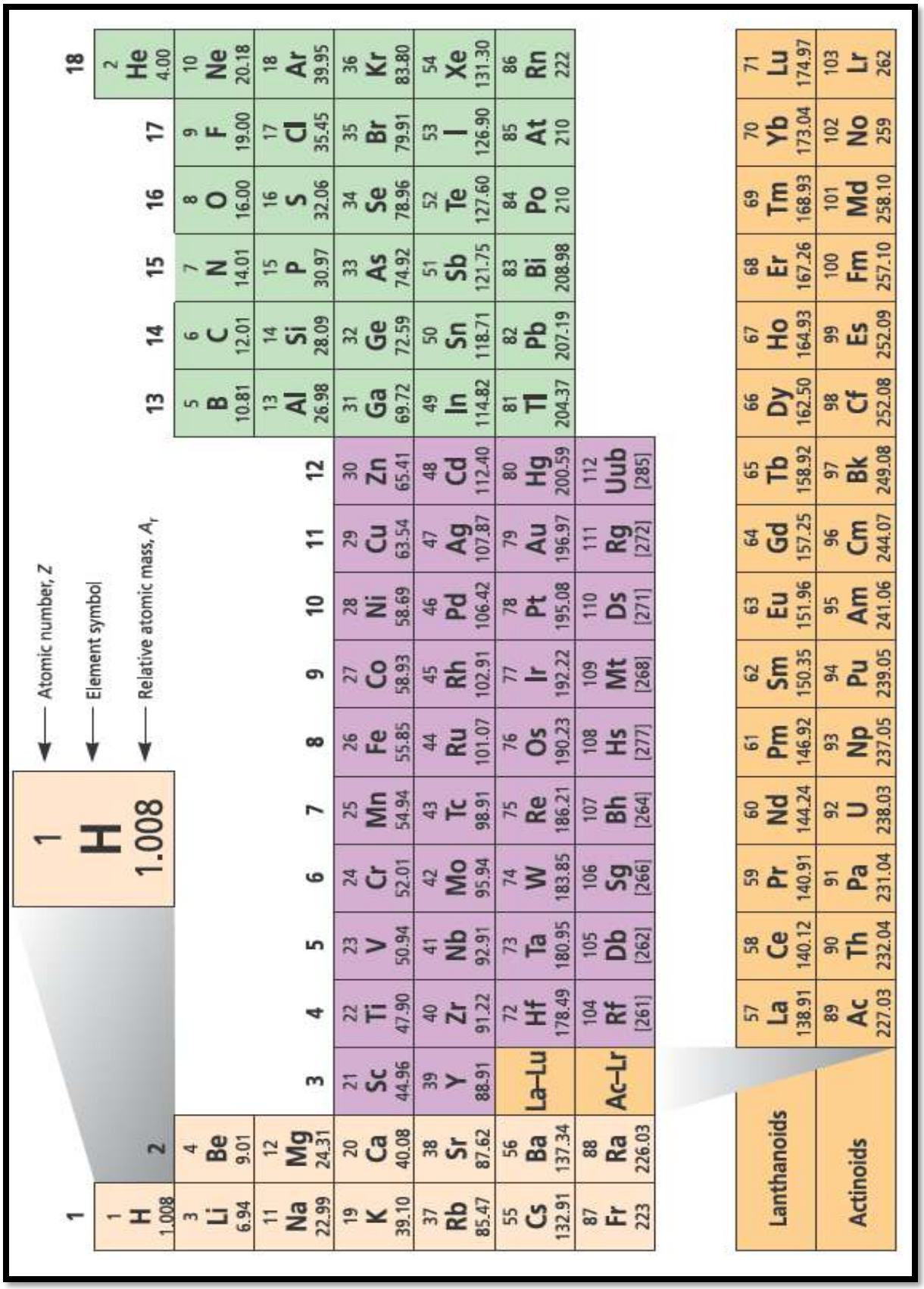
ملحق (ز): درجة الحرارة الحرجة و التركيب الحرج لبعض أزواج السوائل جزئية الامتزاج.

زوج السائل Liquid pair	درجة الحرارة الحرجة T_c (°C)	*التركيب الحرج* X_c (w/w %)
ماء – فينول	65.9	66 %
ميثانول – هكسان حلقي	49.2	29 %
ماء – نيكوتين	(أعلى) 208 & (أدنى) 60.8	——
جلسرول – ميتا تولويدين	(أعلى) 120 & (أدنى) 6.7	——

ملحق (س): قيم نقطة الانصهار (m.p.) و نقطة الغليان (b.p.) و الكثافة عند درجة حرارة الغرفة (ρ) لأهم المركبات.

ρ (g cm^{-3})	b.p. (^{o}C)	m.p. (^{o}C)	اسم المركب و صيغته Compound & its formula	
0.998	100	0	H_2O	الماء
1.056	285	81	$C_8H_8O_3$	فانيللين
1.443	200	158.6	$C_7H_6O_3$	حمض السليسليك
1.020	201.9	35.5	C_7H_8O	بارا– كريسول
1.100	278	95	$C_{10}H_8O$	ألفا– نفثول
—	122	53	$C_3H_6O_3$	L–حمض اللاكتيك
1.110	305.4	48.5	$C_{13}H_{10}O$	بنزوفينون
1.070	195	50	$C_8H_8O_2$	خلات الفينيل
1.025	217.7	80.1	$C_{10}H_8$	نفثالين
1.070	182.2	40.8	C_6H_6O	فينول
0.988	115.5	41.8	C_5H_5N	بيريدين
1.502	156.2	30.6	C_6H_5Br	بروموبنزين
1.007	282.5	45	$C_{12}H_{24}O_2$	حمض اللوريك
0.852	271.5	63	$C_{16}H_{32}O_2$	حمض البلمتيك
0.941	361	63	$C_{16}H_{32}O_2$	حمض الأستيريك
0.782	219	31.4	$C_{20}H_{40}O_2$	حمض الكبريك

ملحق (ص): الجدول الدوري الحديث.



Laboratory Manual of

Analytical & Physical Chemistry

Niyazi A. S. Al-Areqi
Ahlam Al-Alas
Sami Al-Naqeeb

First Edition

Copyrights Preserved at Al-Saeed Printing & Publishing House, Al-Saeed University, Taiz (2026)