

# الأسس النظرية و العملية لكيمياء التحليل الكمي الوزني

## تأليف

أ.د. داخل ناصر طه  
قسم الكيمياء - كلية العلوم/جامعة بابل

م.د. أمل سعدون مجيد  
فرع العلوم الأساسية/كلية لتمريرض/جامعة الكوفة

أ.م. لى احمد محمد علي النقاش  
قسم الكيمياء/كلية العلوم/جامعة بابل

أ.م. أحمد صالح فرهود الخفاجي  
قسم الكيمياء - كلية العلوم/جامعة بابل



مؤسسة دار الصادق الثقافية

طبع .. نشر .. توزيع



قال الله تعالى:

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ  
أَقْرَأْ بِاسْمِ رَبِّكَ الَّذِي خَلَقَ ﴿١﴾ خَلَقَ الْإِنْسَانَ مِنْ عَلَقٍ ﴿٢﴾ أَقْرَأْ  
وَرَبُّكَ الْأَكْرَمُ ﴿٣﴾ الَّذِي عَلَّمَ بِالْقَلَمِ ﴿٤﴾ عَلَّمَ الْإِنْسَانَ  
مَا لَمْ يَعْلَمْ ﴿٥﴾

قال رسول الله محمد (صلى الله عليه واله وسلم):

- "باب من العلم نعلمه أحب إلينا من ألف ركعة تطوعاً"

(بحار الانوار) العلامة المجلسي (ج ١ ص ١٨٦)

- "ساعة من عالم ينكي على فراشه ينظر في علمه خير من عبادة

العابد سبعين عاماً"

(ميزان الحكمة) محمد الري شهري (مجلد ٦ ص ١٥٣)

قال الإمام علي عليه السلام:

"نعم دليل الإيمان العلم"

(عيون الحكم والمواعظ) علي بن محمد الليثي (ج ١ ص ٣٤٨)



# الاهداء

- الى خير الخلق رسول الله محمد (صلى الله عليه واله

وسلم) والى آل بيته المنجيين الابن اسر . . . . .

- الى منقذ الاممة وباعث الهمم لحياة مملها العدل والامل

المهدي المنتظر عجل الله فرجه . . . . .

لهدي هذا الجهد المنواضع.





# شُكْرُوتَكَ

أبحرت في فيض الكلام لأقتضي  
أحلى كليمات وأحلى الأحرف  
لكنما الأمواج أردت قاربي  
فتحطمت خجلا جميع  
مجادفي  
لو أنني أنشدت ألف قصيدة  
لوجدتها في حقكم لا لن  
تضي  
عوائنا الكريمة بصبركم حرثتم لنا الأرض فبذرناها  
وسقيناها فأنتجنا عملنا هذا ، فشكرا لكم

المؤلفون





### مقدمة المؤلفين

الحمد لله الذي جعل الحمد مفتاحا لذكره وخلق المخلوقات ناطقة بحمده وشكره والصلاة والسلام على نبيه محمد صلى الله عليه واله وسلم خير الخلق اجمعين .

بالنظر لعدم وجود كتاب لمنهج كيمياء التحليل الوزني المقرر لفروع الكيمياء وعلوم الحياة وعلم الارض في كلية العلوم والتربية بجامعةنا ، ومن خلال خبراتنا التدريسية في مجال الكيمياء التحليلية حاولنا جاهدين ان نضع مفردات هذا المؤلف بما يتلائم مع ما يحتاج اليه الطالب والتدريسي وصاحب العمل ... كذلك ما فيه من الوضوح والشمول للجانب النظري والعملية معززين ذلك بكثير من الامثلة والمسائل الحسابية المحلولة.

ويشمل الكتاب على مفردات خاصة بالسلامة والامن الكيمياوي والمعالجات. كما يحتوي تعريف موجز بالكيمياء التحليلية وتصنيفاتها وطرائق التحليل . كذلك ما يعبر عن التركيز وكيفية تحضير المحاليل من المادة الصلبة والسائلة . ويشمل الكتاب ايضا معالجات احصائية والاطفاء بانواعها والقوانين الخاصة بحساباتها . وقد تطرق الكتاب الى شرح التحليل الوزني بصورة مفصلة من حيث طرائقه المختلفة وتعريف شامل للترسيب والعامل الكيمياوي والمرسبات وتلوث الرواسب وكثير من المسائل المحلولة

حول التحليل الوزني فضلا عن ذكر تجارب حول التحليل الوزني بطريقة التطاير والترسيب. واخيرا تناول الكتاب التحليل الوزني الحراري والاجهزة الخاصة بهذا التحليل . ومن الله التوفيق.

### المؤلفون

## المحتويات

### الفصل الأول..... ١٩

- ٢١ -١-١ إحتياطات السلامة و الأمان في المختبر
- ٢٢ -٢-١ أوراق بيانات السلامة للمواد الكيميائية
- ٢٣ -٣-١ التجهيزات الأساسية اللازم توفرها في المختبر
- ٢٣ -٤-١ محاليل أساسية للإسعافات الأولية
- ٢٤ -٥-١ التسمم بالمواد الصلبة والسائلة وكيفية معالجتها
- ٢٥ -٦-١ إسعافات العين
- ٢٥ أ- الحامض في العين
- ٢٥ ب- البروم في العين
- ٢٥ -٧-١ معالجة سقوط بعض المواد على الجلد
- ٢٦ -٨-١ ملاحظات مهمة
- ٢٦ -٩-١ محاليل مهمة في المختبر
- ٢٧ -١٠-١ محاليل مهمة لإزالة البقع من الملابس

### الفصل الثاني..... ٢٩

- ٣١ -١-٢ الكيمياء التحليلية
- ٣٢ -٢-٢ تصنيف طرائق التحليل الكيميائية
- ٣٢ أ- طرائق كيميائية يدوية
- ٣٢ ب- طرائق كيميائية آلية

٣٣ -٣-٢ مميزات و عيوب طرائق التحليل اليدوية

٣٤ -٤-٢ مميزات و عيوب طرائق التحليل الآلية

### ٣٧ ..... الفصل الثالث

٣٩ ١-٣-١ تحضير المحاليل

٣٩ ٣-١-١-١ المادة القياسية الأولية

٣٩ ٣-١-٢-١ المحلول القياسي

٤٠ ٣-٢-٢ المولارية

٤٠ ٣-٣-٣ النورمالية

٤١ ٣-٤-٤ تحضير محلول من مادة صلبة

٤٢ ٣-٥-٥ حساب الوزن المكافئ

٤٣ ..... بعض الامثلة المحلولة

٤٦ ٣-٦-٦ العلاقة بين المولارية والنورمالية

٤٨ ٣-٧-٧ تحضير محلول من مادة سائلة

٤٩ ..... بعض الامثلة المحلولة

### ٥٣ ..... الفصل الرابع

٥٥ ٤-١-١ المعالجة الإحصائية للمعطيات التحليلية

٥٥ ٤-٢-٢ مصادر الأخطاء

٥٥ أ- الأخطاء النظامية

٥٦ ب- الأخطاء العشوائية

- ٥٦ ت- الاخطاء العابرة او العرضية
- ٥٦ ٣-٤- المصطلحات و القوانين الإحصائية المهمة
- ٥٦ ٤-٣-١- الدقة
- ٥٧ ٤-٣-٢- الضبط
- ٦١ .....**الفصل الخامس**
- ٦٣ ٥-١- التحليل الوزني
- ٦٣ ٥-٢- طرق التحليل الوزني
- ٦٣ أ- طريقة الانحلال أو التطاير
- ٦٥ ب- طريقة العزل
- ٦٥ ت- طريقة الترسيب
- ٦٦ ٥-٣- صفات الراسب الجيد
- ٦٦ ٥-٤- خطوات الترسيب
- ٦٧ ٥-٥- الحسابات في التحليل الوزني
- ٦٨ ٥-٦- قواعد عامة لإيجاد العامل الوزني
- ٧٣ ٥-٧- المرسبات
- ٧٣ ٥-٧-١- المرسبات اللاعضوية
- ٧٤ ٥-٧-٢- المرسبات العضوية
- ٧٥ أ- المرسبات العضوية المخيلية
- ٨١ ب- مرسبات التكتلات- الأيونية العضوية

- ٨٣ ٥-٧-٣- الفرق بين المرسبات العضوية والمرسبات اللاعضوية
- ٨٣ ٥-٧-٤- محاسن الترسيب باستعمال الكواشف العضوية
- ٨٤ ٥-٧-٥- مساوئ الكواشف العضوية (المرسبات العضوية)
- ٨٤ ٥-٨- الصفات الواجب توفرها في المرسب
- ٨٤ ٥-٩- التكوين البلوري للراسب
- ٨٥ ٥-١٠- ظروف الترسيب
- ٨٦ ٥-١١- علاقة الحالة الغروية ودرجة فوق الإشباع
- ٨٧ ٥-١٢- تخثر العالق الغروي
- ٨٨ ٥-١٣- عملية الهضم وتعمير الرواسب
- ٨٩ ٥-١٤- السيطرة على حجم البلورة
- ٩٠ ٥-١٥- التبعثر
- ٩٢ ٥-١٦- تلوث الراسب
- ٩٢ ٥-١٦-١- الترسيب المشارك
- ٩٢ أ- الترسيب الحقيقي
- ٩٣ ب- الاحتباس
- ٩٤ ت- الامدصاص
- ٩٧ ٥-١٦-٢- الترسيب اللاحق
- ٩٩ ٥-١٧- الترسيب من محلول متجانس
- ١٠٠ ٥-١٧-١- السيطرة على الدالة الحامضية

١٧-٥-٢- تكوين العامل المرسب داخل المحلول نتيجة

١٠١ تفاعل كيميائي

١٠٣ ١٧-٥-٣- تغير تكافؤ العنصر

١٠٣ ١٧-٥-٤- الترسيب من مذيبات مختلفة

١٠٤ ١٨-٥- محاسن ومساوئ الترسيب المتجانس

١٠٧ ١٩-٥- تجارب عملية في التحليل الوزني

تجربة ١ : تعيين نسبة ماء التبلور في بلورات ثنائي كلوريد الباريوم المائية

١٠٧ بطريقة التطاير

١١٢ تجربة 2: تقدير العناصر بطريقة التطاير لمادة شب الحديد او الالمنيوم

١١٦ تجربة 3: تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

١٢١ تجربة 4: تقدير الكبريتات أو الباريوم على هيئة كبريتات الباريوم

١٢٦ تجربة 5: تعيين الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم

١٣١ تجربة 6 : تقدير النيكل على هيئة ثنائي مثيل كلايوكسيم

تجربة 7: تقدير الألمنيوم في المحاليل المتجانسة باستخدام

١٣٥ كاشف الاوكسين

١٣٩.....الفصل السادس

١٤١ ١-٦- التحليل الوزني الحراري

١٤٤ ٢-٦- الأجهزة

١٤٤ ٣-٦- مواصفات جهاز التحليل الوزني الحراري

- ١٤٥ -٤-٦- أهم طرائق التحليل الحراري
- ١٤٦ -٥-٦- تفسير منحنيات التحليل الوزني الحراري
- ١٤٨ -٦-٦- تطبيقات القياس الحراري الوزنية في الكيمياء التحليلية
- ١٥١ -٧-٦- التحليل الكمي لخليط من أيونات بدون فصلها
- ١٥٧ المصادر



# الفصل الأول





### ١-١- إحتياطات السلامة و الأمان في المختبر

من أهم الأمور الواجب إتباعها في المختبر الآتي:

- التشديد على الطلبة ارتداء صدرية المختبر Lab Coat قبل الدخول الى المختبر.
- التعامل مع المواد الكيميائية بحذر شديد و الرجوع الى مشرف المختبر في حالة عدم امتلاك المعلومات الكافية عن المواد الكيميائية.
- نقل محاليل الأحماض والقواعد المركز و محاليل المواد السامة باستخدام الماصة الآلية أو باستخدام المخلخل المطاطي و الحذر الشديد عند استعمال الماصة بالفم في نقل المحاليل، و التأكد أن طرف الماصة مغمور في المحلول قبل بدء سحب المحلول بالفم .
- يمنع الأكل والشرب والتدخين داخل المختبر.
- إجراء التفاعلات الكيميائية و التي ينتج ن موادها أبخرة ذات رائحة نفاذة في دولاب الغازات.
- توفير ساحبات الهواء للتخلص من الغازات و الأبخرة المتسربة بالإضافة الى الإضاءة المناسبة و التهوية الجيدة داخل المختبر.
- غسل الزجاجيات المستخدمة و وضعها في المكان المخصص بعد الانتهاء مباشرة من التجربة.
- استعمال المواد الكيميائية بأقل كمية ممكنة و عدم إرجاع المتبقي الى العبوة الأصلية.

## الفصل الأول

- يراعى عند تحضير محاليل الحوامض اضافة الحامض المركز الى الماء و ليس العكس و تكون الإضافة ببطء مع التحريك المستمر باستخدام قضيب زجاجي.
- عدم ارتداء الأحذية المفتوحة داخل المختبر.
- غسل اليدين جيدا بالماء و الصابون بعد الانتهاء من التجربة و المحافظة على نظافة المختبر.
- التأكد من غلق صنبور الغاز و مفاتيح التيار الكهربائي.

### ١-٢- أوراق بيانات السلامة للمواد الكيميائية

## Material Safety Data Sheets (MSDS)

تعتبر المرجع الأساسي للمواد الكيميائية و تحتوي البيانات على

معلومات تشمل:

١. التعريف بالمادة الكيميائية و تركيبها.
٢. الاستخدام الآمن و المخاطر المحتملة.
٣. التعامل مع المادة الكيميائية.
٤. الخواص الفيزيائية و الكيميائية.
٥. مدى استقرار المادة و احتمالية تفاعلها مع المواد الأخرى.
٦. السمية و الآثار الجانبية و الإسعافات الأولية.
٧. طريقة التخزين و التخلص منها، و معدات الوقاية، و إجراءات التعامل معها في حالة انسكابها.
٨. معلومات أخرى.

### ٣-١- التجهيزات الأساسية اللازم توفرها في المختبر

- طفايات الحريق بأنواعها (ثاني أكسيد الكربون - رغوة - باودر).
- ساحبة الغازات و الأبخرة Fume Hood.
- صندوق إسعافات أولية First Aid Box.
- خزانة للمواد الكيميائية.
- سلة مهملات معدنية مزودة بغطاء يغلق ذاتيا.
- سلة مهملات بلاستيكية مزودة بغطاء يغلق ذاتيا.
- رشاش ماء Shower يستخدم في حالة التعرض للمواد الكيميائية الحارقة.
- أقنعة حماية و اسطوانة أوكسجين.
- جهاز كشف الحرائق.
- جهاز كشف تسرب الغاز.
- بطانية مقاومة للحرائق Fire Blanket.

### ٤-١- محاليل أساسية للإسعافات الأولية

من الضروري تحضير المحاليل التالية في كل مختبر :

١. محلول ملح الطعام (NaCl) : يغلى ماء مقطر لمدة خمس دقائق في قرح زجاجي سعته ٥٠٠ مل ثم يذاب فيه ٤,٥ غم من كلوريد الصوديوم النقي ، ويغلى بزجاجة ساعة ، ويبرد المحلول ويحفظ في قنينة لاستعماله لغسل العين عند الحاجة.

## الفصل الأول

٢. ثنائي كرومات البوتاسيوم: يذاب ٥٠ غم من المادة الصلبة في لتر واحد من الماء البارد ويحفظ المحلول لاستعماله في الحروق بعد غسل الجلد من الحامض.

٣. كلوريد الامونيوم: يذاب ٥٠ غم من المادة الصلبة في لتر واحد من الماء ويحفظ لغسل الجلد من المواد القلوية.

### ١-٥- التسمم بالمواد الصلبة والسائلة وكيفية معالجتها

عند دخول المادة السامة الى الفم يجب استخراج هذه المادة من الفم ويكرر غسل الفم بالماء عدة مرات بالإضافة الى إتباع الإجراءات الخاصة بكل مادة حسب الجدول (١-١) :

**جدول (١-١): معالجة التسمم بالمواد الكيميائية**

المادة	المعالجة
الحوامض	شرب كميات من الماء لأجل التخفيف ثم تناول محلول ماء الجير وإعطاء المصاب كمية من الحليب ولا يعطى مقينات.
القلويات	تخفف بشرب كميات من الماء مصحوبا بالخل أو عصير الليمون أو البرتقال ولا يعطى مقينات
أملاح المعادن الثقيلة	يعطى لبن أو بياض البيض
مركبات الزرنيخ والزنبق	يعطى مقيئ في الحال (ملعقة شاي من الخردل أو ملعقة كبيرة من ملح الطعام أو كبريتات الخارصين ) في كوب فيه ماء فاتر

### ٦-١- إسعافات العين

في كل حالات إصابات العين يجب استدعاء الطبيب مع إجراء بعض الإسعافات الأولية وهي:

#### أ- الحامض في العين

- إذا كان مخففا تغسل العين عدة مرات بمحلول بيكربونات الصوديوم ١%.
- إذا كان مركزا تغسل العين عدة مرات بالماء ثم بمحلول كبريتات الصوديوم .

#### ب- البروم في العين

تغسل العين عدة مرات بالماء ثم بمحلول بيكاربونات الصوديوم ١%.

### ٧-١- معالجة سقوط بعض المواد على الجلد

١. الحوامض: يغسل الجلد بكميات كبيرة من الماء ثم بمحلول كربونات الصوديوم المركزة ثم بالماء وإذا كان شديد يخفف ويغشى بالاكريفلافين.
٢. القلويات: يغسل بكميات كبيرة من الماء ثم بمحلول حامض الخليك ١% ثم بالماء وإذا كان شديد يخفف الجلد ويغشى بالاكريفلافين.
٣. البروم: يغسل الجلد بكميات كبيرة من ايثر البترول أو البنزين ثم يدلك الجلد بالكلسرين ويترك الايثر فترة من الوقت على الجلد ثم يزال ويوضع الاكريفلافين. في حالة عدم وجود البنزين فيغسل الجلد بالماء جيدا ثم بمحلول بيكاربونات الصوديوم.

## الفصل الأول

٤. الصوديوم: تزال اولا بقايا الصوديوم من الجلد بالملقط في الحال ثم يغسل بالماء جيدا ثم بمحلول حامض الخليك ١% ثم يغطى بنسيج مشبع بزيت الزيتون.
٥. الفسفور: يغسل الجلد جيدا بالماء البارد ثم يعالج بمحلول نترات الفضة.
٦. يغسل الجلد جيدا بكمية من محلول الامونيا المركز ثم يدلك الجلد بلطف بقطعة مشبعة بمحلول الامونيا او تضمد به.

### ١-٨-١ ملاحظات مهمة

١. عند تخفيف الحوامض يجب إضافة الماء الى الحامض وليس العكس لمنع حدوث انفجار.
٢. عدم استعمال رابع كلوريد الكربون إذا كانت المواد المشتعلة صوديوم أو بوتاسيوم لأنه يسبب انفجار هائل.
٣. يمنع الشخص المشتعل من الجري في مكان الحريق بل يطرح أرضا ويلف ببطانية ضد الحريق بإحكام حول الملابس المشتعلة حتى تنطفئ النار.

### ١-٩-١ محاليل مهمة في المختبر

١. محلول ١% حامض البوريك
٢. محلول ١% حامض الخليك
٣. محلول مركز من بيكاربونات الصوديوم



٤. محلول ١% من بيكاربونات الصوديوم
٥. بنزين او بترول مخفف ( درجة غليانه ٨٠ - ١٠٠ م )
٦. مطهر (ديتول )
٧. محلول ١% كبريتات الصوديوم
٨. محلول الامونيا المركز
٩. محلول نترات الفضة

### ١٠-١- محاليل مهمة لإزالة البقع من الملابس

١. محلول  $Na_2S_2O_5$  : يستعمل في ازالة البقع الناتجة من اوكسيد الحديد المتكون كيميائيا وثاني اوكسيد المنغنيز واليود والحبر الاعتيادي والبايروكالول.
٢. محلول بيروكسيد الهيدروجين يزيل البقع الناتجة من محاليل الكبريتيد.
٣. هيدروكسيد الصوديوم : يزيل البقع الناتجة من الكبريت.



# الفصل الثاني





### ٢-١- الكيمياء التحليلية Analytical Chemistry

هي فرع من فروع الكيمياء التي تهتم بدراسة المادة (العينة) من حيث معرفة نوع العناصر وكمياتها وتقسم الى:

أ- **التحليل النوعي Qualitative Analysis**: يهتم بدراسة ومعرفة نوع العنصر الداخل في تركيب المركب، أي هو عملية تشخيص العينة دون حساب كميتها.

ب- **التحليل الكمي Quantitative Analysis**: يهتم بدراسة ومعرفة كمية العنصر او المواد الداخلة في تركيب المركب (معرفة الكمية بعد معرفة النوعية) ويمكن معرفة الكمية عن طريق ثلاث طرائق هي:

١- التحليل الكمي الحجمي Volumetric Analysis: قياس الحجم عن طريق عملية التسحيح Titration.

٢- التحليل الكمي الوزني Gravimetric Analysis: قياس الوزن عن طريق عمليتي الترسيب و التطاير.

٣- التحليل الالي Instrumental Analysis: استخدام الأجهزة لقياس الخصائص الفيزيائية والكيميائية.

#### ملاحظة:

لا يمكن دراسة التحليل الكمي قبل التحليل النوعي أي أنه يجب معرفة التحليل النوعي، بتعبير آخر دراسة نوع العناصر الموجودة ثم دراسة كميتها.

#### Classification of Chemical Analysis Methods

يمكن تصنيف طرائق التحليل الكيميائية بشكل عام الى صنفين رئيسيين:

أ- طرائق كيميائية يدوية **Manual Chemical Methods**: و تستخدم أجهزة و أدوات و زجاجيات بسيطة و يكون الجزء الضروري فيها هو قياس الحجم و قياس الكتلة و معايرة Standardization المحاليل غير القياسية و معرفة نقطة التكافؤ Equivalence Point و نقطة انتهاء التفاعل End Point.

ب- طرائق كيميائية آلية **Instrumental Chemical Methods**: تتضمن استخدام أجهزة معقدة تعتمد على البصريات Optics و الكهرباء و الحرارة لأنه يجب قياس الطاقة التي لها علاقة بتركيز الأنموذج.

استخدمت الطرائق الآلية بشكل كبير جدا في البحوث و الدراسات نظرا لما تتمتع به هذه الطرائق من مميزات و محاسن. على الرغم من ذلك لا يمكن أن تحل الطرائق الكيميائية الآلية محل الطرائق الكيميائية اليدوية بشكل كامل و على وجه الخصوص الخطوة الأولى في التحليل الكيميائي و هي عملية أخذ الأنموذج Sampling و التي تتضمن مجموعة من العمليات منها:

- ١- عملية الإذابة Dissolve Process.
- ٢- تغيير حالة الأكسدة Oxidation State بما يتلائم مع التفاعل الكيميائي.
- ٣- إزالة الزيادة من الكاشف Reagent و تثبيت الأس الهيدروجيني Adjustment of pH.

- ٤- إضافة كواشف التعقيد Complexing Agents و الترسيب.  
٥- إزالة التداخلات و ربما تكون الخطوة الأصعب و تستوجب استخدام  
تقنية الفصل Separation Technique.

إن اختيار الطريقة المناسبة لعملية التحليل الكيميائي يمكن أن يعمل على تحسين الدقة Precision. فعلى سبيل المثال، استخدام حجم أقل من ٢٠ مل يزيد إمكانية القياس بدقة و ضبط كبيرين و ذلك باستخدام المحقنة Syringe بدلا من الماصة Pipette. يكون التعامل مع الحجم الكبيرة أسهل و أكثر دقة لكن ذلك يؤدي الى التخفيف Dilution و بالتالي تكون حساسية القياس Sensitivity أقل. من الجدير بالذكر أن الهدف من اختيار المزج بين عمليات تحضير الأنموذج و طريقة التحليل بالأجهزة Analytical Instrumentation هو اختزال عدد خطوات تحضير الأنموذج من جهة و من جهة أخرى تقليل الانحراف المعياري النسبي Relative Standard Deviation RSD.

### ٢-٣- مميزات و عيوب طرائق التحليل اليدوية

#### Advantages and Disadvantages of Manual Handling

- أ- المميزات
١. الطريقة بسيطة Simple.
  ٢. تكون الطريقة مضبوطة Accurate.
  ٣. تعتمد على قياسات مطلقة.
  ٤. الأدوات و الأجهزة المستخدمة تكون رخيصة الثمن.
- ب- العيوب و المحددات

## الفصل الثاني

١. تفتقر الى الخصوصية Lack of Specificity.
٢. تستغرق الطريقة زمنا طويلا.
٣. تنخفض الدقة بانخفاض كميات المادة المحللة Analyte.
٤. تأثر الطريقة بالظروف المحيطة و العوامل البيئية الخارجية.

### ٢-٤- مميزات و عيوب طرائق التحليل الآلية

## Advantages and Disadvantages of Instrumental Methods

- أ- المميزات
  ١. تكون الطريقة سريعة Rapid.
  ٢. استخدام كميات صغيرة من الأنموذج.
  ٣. تحليل النماذج المعقدة.
  ٤. الحساسية العالية High Sensitivity.
  ٥. قياساتها ذات موثوقية عالية Reliability.
  ٦. لا تتأثر بالظروف الخارجية كثيرا.
- ب- العيوب و المحددات
  ١. تحتاج الى بناء منحنى المعايرة Calibration Curve.
  ٢. تعتمد الدقة و الحساسية على الطرائق الكيميائية المستخدمة لعملية المعايرة بالإضافة الى الجهاز.
  ٣. تكون تكاليف الأجهزة و عملية إدامتها عالية.
  ٤. لكون هذه الأجهزة معقدة نوعا ما فإنها تحتاج الى مكان خاص في المختبر و بمساحة كافية.
  ٥. تتطلب أشخاص ذوي خبرة Technicians.



## الفصل الثاني

يعتبر التحليل الوزني الترسيبي Precipitation Gravimetric Analysis إحدى وسائل التحليل الكيميائي المعروفة والتي تعتمد على كتلة المادة الصلبة المراد تحليلها. وتكون المادة المراد تحليلها ذائبة في الماء وبالتالي يجب ترسيبها عن طريق عامل ترسيب ثم ترشح المادة الصلبة وتوزن بميزان حساس.

أما طرائق التحليل الوزني الحراري Thermo Gravimetric Analysis تتميز عن باقي الطرق التحليلية في إمكانية تطبيقها على العينات الصلبة مباشرة و دون الحاجة الى إذابتها أو معالجتها.

يقوم جهاز التحليل الوزني الحراري بوزن العينة باستمرار أثناء تسخينها إلى درجة حرارة ٢٠٠٠ درجة مئوية. ومع زيادة درجة الحرارة تتحلل مكونات العينة ويقاس في نفس الوقت التغير المئوي في وزن العينة. ثم ترسم درجة الحرارة على المحور الأفقي والتغير في وزن العينة على المحور الرأسي في رسم بياني.

ستكرس الفصول القادمة لشرح و توضيح التحليل الوزني و التحليل الوزني الحراري بشئ من التفصيل.



# الفصل الثالث





### ٣-١- تحضير المحاليل Preparation of Solutions

في الكيمياء التحليلية عدة مصطلحات ينبغي شرحها قبل الدخول في كيفية تحضير المحاليل.

#### ٣-١-١- المادة القياسية الأولية

هي تلك المادة التي تمتاز بالميزات التالية:

- أ- معلومة التركيب الكيميائي
- ب- لا تتأثر بالرطوبة ( غير متميئة )
- ت- لا تتأثر بالحرارة
- ث- لا تتأثر بالضوء
- ج- متوفرة
- ح- رخيصة

#### ٣-١-٢- المحلول القياسي Standard Solution

هو المحلول الذي يكون معلوم التركيز بشكل مضبوط و يصنف إلى نوعين:-

- أ- المحلول القياسي الأولي: محلول معلوم التركيز يحضر من إذابة مادة قياسية أولية.
- ب- المحلول القياسي الثانوي: محلول معلوم التركيز بعد معايرته ويحضر من مادة ليست قياسية أولية.

## الفصل الثالث

### ٣-٢- المولارية Molarity

هي عدد مولات المادة المذابة في لتر من المحلول ويرمز لها بالرمز

. M

$$\text{Molarity} = \frac{\text{No. of Moles}}{\text{Volume per Litre}}$$

$$\text{No. of Moles} = \frac{\text{Weight (g)}}{\text{Molecular Weight } \left(\frac{\text{g}}{\text{mol}}\right)}$$

$$M = \frac{Wt}{M.wt} \times \frac{1000}{V}$$

حيث

M: تمثل المولارية (مول \ لتر)

Wt: تمثل الوزن (غرام)

M.wt: تمثل الوزن الجزيئي (غرام \ مول)

V: الحجم (مل)

### ٣-٣- النورمالية Normality

ويطلق عليها أيضا مصطلح العيارية و تمثل عدد المكافئات الغرامية

من المادة المذابة في لتر من المحلول .

$$\text{Normality} = \frac{\text{No. of Equivalents}}{\text{Volume per Litre}}$$

## الفصل الثالث

$$\text{No. of Equivalents} = \frac{Wt}{Eq.wt}$$

$$N = \frac{Wt}{Eq.wt} \times \frac{1000}{V}$$

حيث

N: النورمالية (مكافئ \ لتر)

Wt: الوزن (غرام)

Eq.wt: الوزن المكافئ الغرامي (غرام \ مكافئ)

V: الحجم (مل)

### ٣-٤ - تحضير محلول من مادة صلبة

لتحضير محلول من المادة الصلبة يجب أن يحسب الوزن اللازم من

تلك المادة وحسب القوانين التالية:

**أولاً:** تحضير محلول بالتركيز المولاري من مادة صلبة

Because, 
$$M = \frac{Wt}{M.wt} \times \frac{1000}{V (mL)}$$

So, 
$$Wt = \frac{M \times M.wt \times V (mL)}{1000}$$

إذا كانت المادة هي قياسية أولية فإن الوزن المحسوب في القانون أعلاه

يذوب في الماء ويكمل الى الحجم المطلوب فقط . أما إذا كانت المادة هي

## الفصل الثالث

ليست قياسية أولية فيجب إذابة الوزن الناتج في الماء ويكمل الى الحجم المطلوب ثم تتم معايرة المحلول مع محلول قياسي معلوم التركيز وذلك لمعرفة تركيز المحلول المحضر بصورة مضبوطة.

**ثانياً:** تحضير محلول بالتركيز النورمالي من مادة صلبة

Because, 
$$N = \frac{Wt}{Eq.wt} \times \frac{1000}{V}$$

So, 
$$Wt = \frac{N \times Eq.wt \times V}{1000}$$

### ٣-٥- حساب الوزن المكافئ

أ- الوزن المكافئ للحامض

$$Eq. wt = \frac{M.wt}{No. of H^+ ions}$$

ب- الوزن المكافئ للقاعدة

$$Eq. wt = \frac{M.wt}{No. of OH^- ions}$$

ت- الوزن المكافئ للملح الحامضي

$$Eq. wt = \frac{M.wt}{No. of released or accepted H^+ ions}$$

ث- الوزن المكافئ للعوامل المؤكسدة و المختزلة

$$Eq. wt = \frac{M.wt}{No. of released or accepted electrons}$$



## الفصل الثالث

**مثال :** ما هو الوزن اللازم لتحضير محلول تركيزه 0.125 مولاري من نترات الفضة في 500 مل، إذا علمت أن الوزن الجزيئي لنترات الفضة هو 169.9 غرام \ مول ؟

**الحل:**

$$Wt = \frac{M \times M.wt \times V (mL)}{1000}$$

$$Wt = 0.125 \times 169.9 \times 500 / 1000$$

$$Wt = 10.62 \text{ g}$$

يؤخذ الوزن 10.62 غرام من مادة نترات الفضة وتذاب في قرح زجاجي بكمية قليلة من الماء المقطر ثم يكمل الحجم بالماء المقطر الى 500 مل في قنينة حجمية ليكون المحلول الناتج ذو تركيز 0.125 مولاري من نترات الفضة.

**مثال :** ما هو الوزن اللازم لتحضير محلول لهيدروكسيد الصوديوم بتركيز 0.2 مولاري في 500 مل من الماء المقطر اذا علمت ان الوزن الجزيئي لهيدروكسيد الصوديوم هو 40 غرام \ مول ؟

**الحل:**

$$Wt = \frac{M \times M.wt \times V (mL)}{1000}$$

$$Wt = 0.2 \times 40 \times 500 / 1000$$

$$Wt = 4 \text{ g}$$

## الفصل الثالث

يؤخذ الوزن ٤ غرام من مادة هيدروكسيد الصوديوم وتذاب في قرح زجاجي بكمية قليلة من الماء المقطر ثم يكمل الحجم بالماء المقطر الى ٥٠٠ مل في قنينة حجمية.

### ملاحظة:

في المثال السابق نلاحظ ان المحلول المحضر لا يعطي تركيزا مولاريا (٠,٢) بصورة مضبوطة والسبب يعود الى أن مادة هيدروكسيد الصوديوم هي ليست مادة قياسية أولية ( لأنها مادة تتأثر بالرطوبة وتتفاعل مع ثنائي اوكسيد الكربون الموجود في الجو مكونة كاربونات الصوديوم ) لذا المحلول الناتج يحتاج الى معايرة مع محلول قياسي آخر معلوم التركيز ليكون هو محلول قياسي ثانوي معلوم التركيز.

**مثال :** ما هو الوزن اللازم لتحضير محلول لهيدروكسيد الصوديوم بتركيز 1.0 عياري (نورمالي) في ٥٠٠ مل من الماء المقطر، إذا علمت ان الوزن الجزيئي لهيدروكسيد الصوديوم هو 40 غرام \ مول ؟

### الحل:

$$Wt = \frac{N \times Eq.wt \times V}{1000}$$

$$Eq.wt = \frac{M.wt}{No.of OH^- ions}$$

$$Eq.wt = 1/40 = 40$$

$$Wt = 1 \times 40 \times 500 / 1000$$

$$Wt = 20 g$$

## الفصل الثالث

يوزن ٢٠ غم من مادة هيدروكسيد الصوديوم ويذاب في قدح زجاجي بكمية قليلة من الماء المقطر ثم يكمل الحجم الى ٥٠٠ مل في القنية الحجمية بالماء المقطر حتى يكون محلول ذو تركيز ١ عياري تقريبا (تركيز غير مضبوط) لأسباب ذكرت في الملاحظة السابقة.

**مثال:** كيف يمكن تحضير محلول 0.2 عياري لكاربونات الصوديوم  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  بتركيز 1.0 عياري في ٢٥٠ مل من الماء المقطر إذا علمت أن الوزن الجزيئي لها هو 106 غرام \ مول؟

**الحل:**

يجب أن يحسب الوزن اللازم إذابته في ٢٥٠ مل ليعطي محلولاً مولاريته 0.2

$$Wt = \frac{N \times Eq.wt \times V}{1000}$$

$$Eq.wt = \frac{M.wt}{No.of\ released\ H^+\ ions}$$

$$eq.wt = 106/2 = 53$$

$$Wt = 0.2 \times 53 \times 250 / 1000$$

$$Wt = 2.65\ g$$

يوزن 2.65 غرام من كاربونات الصوديوم وتذاب بكمية قليلة من الماء المقطر في قدح زجاجي ثم يكمل الحجم بالماء المطر الى ٢٥٠ مل في قنينة حجمية حتى يكون المحلول القياسي الناتج ذو تركيز 0.2 عياري من كاربونات الصوديوم. وهنا يكون التركيز مضبوطاً؟ لان المادة الصلبة

## الفصل الثالث

التي حضر منها المحلول هي مادة قياسية أولية. فلا توجد حاجة لمعايرة المحلول الناتج مع محلول قياسي آخر.

### ٣-٦- العلاقة بين المولارية والنورمالية

$$\text{المولارية} = \frac{\text{(الوزن \ الوزن الجزيئي)}}{\text{الحجم باللتر}}$$

ومن هذا القانون نحصل على:

$$\text{الوزن} = \text{المولارية} \times \text{الحجم باللتر} \times \text{الوزن الجزيئي} \dots\dots\dots (١)$$

$$\text{النورمالية} = \frac{\text{(الوزن \ الوزن المكافئ)}}{\text{الحجم باللتر}}$$

ومن هذا القانون نحصل على:

$$\text{الوزن} = \text{النورمالية} \times \text{الحجم باللتر} \times \text{الوزن المكافئ} \dots\dots\dots (٢)$$

وبالتعويض معادلة (٢) في معادلة (١) نحصل على

$$\text{المولارية} \times \text{الحجم باللتر} \times \text{الوزن الجزيئي} = \text{النورمالية} \times \text{الحجم باللتر} \times \text{الوزن المكافئ}$$
$$\frac{\text{الوزن الجزيئي}}{n} = \text{التعويض عن الوزن المكافئ}$$

$$\text{المولارية} \times \text{الحجم باللتر} \times \text{الوزن الجزيئي} = \text{النورمالية} \times \text{الحجم باللتر} \times \frac{\text{الوزن الجزيئي}}{n}$$

وبعد تبسيط المعادلة وذلك بحذف الحجم من كلا الطرفين وكذلك بحذف

الوزن الجزيئي من كلا الطرفين تنتج العلاقة التالية

$$\frac{\text{النورمالية}}{n} = \text{المولارية}$$

## الفصل الثالث

هذه العلاقة مهمة جدا في تحضير المحاليل عندما تكون بالتركيز النورمالي ويطلب تحضيرها بتركيز مولاري او بالعكس.

**مثال:** محلول من كبريتات الالمنيوم  $Al_2(SO_4)_3$  تركيزه 0.3 نورمالي ، حضر منه محلول بتركيز 0.01 مولاري في 100 مل من الماء المقطر ؟  
**الحل:**

$$Normality = Molarity \times n$$

$$0.3 = Molarity \times 6 \rightarrow Molarity = \frac{0.3}{6} = 0.05M$$

من قانون التخفيف نحضر محلول مخفف مولاري من المحلول الاصلي المولاري

$$[M_1 \times V_1]_{Conc.} = [M_2 \times V_2]_{Dil.}$$

$$0.05 \times V_1 = 0.01 \times 100 \rightarrow V_1 = \frac{1}{0.05} = 20 \text{ mL}$$

إذن يؤخذ ٢٠ مل من المحلول ذو التركيز ٠,٠٥ مولاري ويخفف باستخدام القنينة الحجمية وبالماء المقطر الى ١٠٠ مل حتى يحضر محلول ٠,٠١ مولاري.

### ٧-٣- تحضير محلول من مادة سائلة

إن الأساس في تحضير محلول بتركيز معين من مادة سائلة هو حساب الحجم الذي يجب أن يؤخذ من تلك المادة السائلة (المركزة) ويتم ذلك بإتباع الخطوات التالية:

أ- نحسب تركيز المادة السائلة المركزة من خلال المعلومات المثبتة على القنينة الحاوية عليها وهذه المعلومات:

١- الوزن النوعي (S.G) Specific Gravity

٢- النسبة المئوية (%) Percentage

٣- الوزن الجزيئي (M.wt) Molecular Weight

ب-نطبق قانون التخفيف لتحضير التركيز المخفف المطلوب.  
ففي حالة المولارية نستخرج التركيز المولاري للمادة السائلة المركزة من خلال القانون:

$$Molarity = \frac{S.G \times \% \times 1000}{M.wt}$$

بعدها يطبق قانون التخفيف لتحضير التركيز المطلوب

$$[M_1 \times V_1]_{Conc.} = [M_2 \times V_2]_{Dil.}$$

حيث

$M_1$  التركيز المولاري المركز

$V_1$  الحجم المركز المطلوب ان يسحب من عبوة المادة المركزة

$M_2$  التركيز المولاري المخفف المراد تحضيره

$V_2$  الحجم المخفف المراد تحضيره

وبعد حساب  $V_1$  يسحب من العبوة المركزة ويخفف الى الحجم المطلوب.

## الفصل الثالث

**مثال:** كيف تحضر ١ مولاري من حامض الكبريتيك في لتر من الماء المقطر إذا علمت أن الوزن النوعي لحامض الكبريتيك هو ١,٨٤ والوزن الجزيئي له ٩٨ غم \ مول والنسبة المئوية ٩٨ ؟

**الحل:**

يستخرج التركيز المولاري للحامض المركز

$$\text{Molarity} = \frac{S.G \times \% \times 1000}{M.wt}$$
$$= \frac{1.48 \times \left(\frac{98}{100}\right) \times 1000}{98} = 18.4M$$

$$[M_1 \times V_1]_{\text{Conc.}} = [M_2 \times V_2]_{\text{Dil.}}$$

$$18.4 \times V_1 = 1 \times 1000$$

$$V_1 = 54.34 \text{ mL}$$

هذا الحجم يكمل الى ١٠٠٠ مل ليعطي تركيزا مقداره ١ مولاري من الحامض. علما بان المحلول الناتج يحتاج الى معايرة لمعرفة التركيز المولاري المضبوط .

أما في حالة النورمالية يستخرج التركيز النورمالي للمادة السائلة المركزة من خلال القانون :

$$\text{Normality} = \frac{S.G \times \% \times 1000}{Eq.wt}$$

بعدها يطبق قانون التخفيف لتحضير التركيز المطلوب

$$[N_1 \times V_1]_{\text{Conc.}} = [N_2 \times V_2]_{\text{Dil.}}$$

## الفصل الثالث

**مثال:** كيف يمكنك تحضير 1.0 نورمالي من حامض الخليك في لتر من الماء المقطر إذا علمت أن الوزن النوعي له 1,05 والنسبة المئوية 99,5 والوزن الجزيئي للحامض 60 غم \ مول.

**الحل:**

$$\text{Normality} = \frac{S. G \times \% \times 1000}{Eq. wt}$$

$$= \frac{1.05 \times \left(\frac{99.5}{100}\right) \times 1000}{60/1} = 17.5N$$

$$[N_1 \times V_1]_{Conc.} = [N_2 \times V_2]_{Dil.}$$

$$17.5 \times V_1 = 1 \times 1000$$

$$V_1 = 57.14 \text{ mL}$$

نأخذ هذا الحجم المركز (57,14) مل من العبوة المركزة ونكمل الحجم الى 1000 مل بالماء المقطر بقنينة حجمية ليعطي محلول تركيزه 1 نورمالي .

**مثال:** كيف تحضر 1 نورمالي من حامض الكبريتيك في لتر من الماء المقطر إذا علمت أن الوزن النوعي لحامض الكبريتيك هو 1,84 والوزن الجزيئي له 98 غم \ مول والنسبة المئوية 98 ؟

**الحل:**

يستخرج التركيز النورمالي للحامض المركز

$$\text{Normality} = \frac{S. G \times \% \times 1000}{Eq. wt}$$

$$= \frac{1.48 \times (98/100) \times 1000}{98/2} = 36.8 N$$



## الفصل الثالث

---

$$[N_1 \times V_1]_{Conc.} = [N_2 \times V_2]_{Dil.}$$

$$36.8 \times V_1 = 1 \times 1000$$

$$V_1 = 27.17 \text{ mL}$$

هذا الحجم يكمل الى ١٠٠٠ مل ليعطي تركيزا مقداره ١ نورمالي من الحامض. علما بان المحلول الناتج يحتاج الى معايرة لمعرفة التركيز النورمالي المضبوط .



# الفصل الرابع





### ٤-١- المعالجة الإحصائية للمعطيات التحليلية

## Statistical Treatment for Analytical Data

تستند الكيمياء التحليلية على ثلاثة مضامين جوهرية و هي:

١. التحليل الوصفي أو النوعي Qualitative Analysis.

٢. التحليل الكمي Quantitative Analysis.

٣. مقدار الثقة Confidence بالنتائج المتحصل عليها.

من المفترض أن تكون نتائج التحليل الكمي لأي نموذج موثوق بها، لكن من غير الممكن الحصول على نتائج دقيقة و خالية من الأخطاء من الناحية العملية بسبب وجود نسبة خطأ Error. و بالتالي تصبح معرفة مصادر الأخطاء و التمييز فيما إذا كان بالإمكان تجاوزها أو عدم تجاوزها أمرا لا بد منه لأجل أن تكون النتائج التحليلية أكثر فائدة من خلال معرفة القوانين الإحصائية.

### ٤-٢- مصادر الأخطاء Sources of Errors

يعرف الخطأ Error بأنه الاختلاف بين القيمة الحقيقية True Value والقيمة الملاحظة Observed Value أو المقاسة عمليا، و تصنف مصادر الأخطاء كالآتي:

أ- **الأخطاء النظامية Systematic Errors**: يطلق عليها أيضا الأخطاء المحددة Determinate Errors و هي الأخطاء التي يمكن تحديد و معرفة مصادرها بسهولة من قبل المحلل الكيميائي ذو الخبرة الجيدة، و من هذه الأخطاء ما يلي:

- أخطاء أجهزة القياس Instrumental Errors.
- أخطاء تشغيلية Operative Errors: أحد أهم أسبابها هو قلة خبرة المحلل الكيميائي.
- أخطاء طبيعة طريقة التحليل Methodic Errors: ناجمة عن اختيار طريقة تحليلية غير مناسبة.
- أخطاء شخصية أو فردية Personal or Human Errors: ترجع الى عدم مقدرة المحلل الكيميائي على تمييز الألوان أو التحيز في اختيار نتائج مختبريه دون سواها.
- ب- **الأخطاء العشوائية Random Errors**: يطلق عليها أيضا الأخطاء غير المحددة Indeterminate Errors و هي الأخطاء التي يصعب معرفة مقدارها و مصادرها و يصعب السيطرة عليها و تتبع هذه الأخطاء قوانين الاحتمالات.
- ت- **الأخطاء العابرة أو العرضية Cross Errors**: عادة ما تكون واضحة و تعطي قراءات غير معقولة و زائفة Outlier Readings و يمكن معرفة هذا النوع من الأخطاء و التحري عنه عن طريق تنفيذ عدد كاف من القياسات المتكررة Replicate Measurements

### ٤-٣- المصطلحات و القوانين الإحصائية المهمة

## Most Important Statistical Terms and Rules

### ٤-٣-١- الدقة Accuracy

الدقة Accuracy: هي مقياس لمدى التقارب بين القيم المقاسة (الملاحظة) observed value مختبريا والقيمة الحقيقية true value

## الفصل الرابع

وكلما زاد التقارب بينهما ازدادت دقة النتائج ويمكن التعبير عن الدقة عن طريق حساب الخطأ النسبي ( $E_r$ ) relative error و ذلك من خلال حساب الخطأ المطلق الذي يمثل الفرق بين القيمة المقاسة والقيمة الحقيقية

الخطأ المطلق = القيمة المقاسة - القيمة الحقيقية

الخطأ المطلق

الخطأ النسبي =  $100 \times \frac{\text{الخطأ المطلق}}{\text{القيمة الحقيقية}}$

الخطأ النسبي =  $100 \times \frac{\text{القيمة المقاسة} - \text{القيمة الحقيقية}}{\text{القيمة الحقيقية}}$

الخطأ النسبي =  $100 \times \frac{\text{القيمة المقاسة} - \text{القيمة الحقيقية}}{\text{القيمة الحقيقية}}$

كلما كانت قيمة الخطأ النسبي صغيرة تتراوح ما بين ( ٠ - ١ ) % تكون دقة الطريقة التحليلية عاليا.

### ٤-٣-٢- الضبط Precision

هو مقياس لمدى تقارب النتائج المقاسة مع بعضها البعض أو مع معدلها. فكلما كان الاختلاف بين القيم المقاسة صغيرا كلما كان الضبط كبير. ويمكن التعبير عن الضبط من خلال حساب الانحراف القياسي standard deviation والذي يرمز له S.D ومعدل القراءات  $\bar{X}$  وكما يلي:

S.D

$$\text{معامل التباين} = 100 \times \frac{\text{S.D}}{\bar{X}}$$

إن معامل التباين (C.V.) Coefficient of Variance - والذي يعبر عن الضبط Precision - يمكن حسابه بعد انتهاء كل تجربة وذلك من خلال النتائج المقاسة. بينما الخطأ النسبي والذي يعبر عن الدقة فلا يمكن ذلك والسبب يعود الى انه ليس في جميع الحالات يمكن معرفة القيمة الحقيقية وخصوصا في البحوث والدراسات الجديدة .

لغرض التمييز بين مصطلحي الضبط Precision و الدقة Accuracy من خلال الجدول (٤-١) نلاحظ الآتي:



## الفصل الرابع

جدول (٤-١): نتائج تقدير النسبة المئوية للحديد

تجربة ٣	تجربة ٢	تجربة ١
١٣,٠	٨,١	١٠,٠
٩,٢	٨,٠	١٠,٢
١٠,٣	٨,٣	١٠,٠
١١,١	٨,٢	١٠,٢
١٣,١	٨,٠	١٠,١
٩,١	٨,٠	١٠,١
المعدل ١١,٠=	المعدل=٨,١	المعدل=١٠,١
الخطأ=٠,٩	الخطأ=٢,٠	الخطأ=٠,٠

على افتراض أن القيمة الحقيقية هي ١٠,١ نلاحظ أن النتائج التي تم الحصول عليها من خلال تجربة ١ هي مضبوطة و دقيقة وذلك لتقاربها مع القيمة الحقيقية وكذلك تقاربها فيما بينها. أما نتائج التجربة الثانية فهي مضبوطة ولكنها ليست دقيقة والسبب هو تقاربها مع بعضها البعض ومع معدلها ولكنها غير دقيقة لعدم تقاربها مع القيمة الحقيقية. أما النتائج في التجربة الثالثة فهي غير مضبوطة وغير دقيقة والسبب هو عدم تقاربها مع بعضها البعض وكذلك مع القيمة الحقيقية. لذلك تستخدم القيمة الأكثر احتمالا Most Probable Value والتي يكون احتمالية الخطأ فيها صغير.

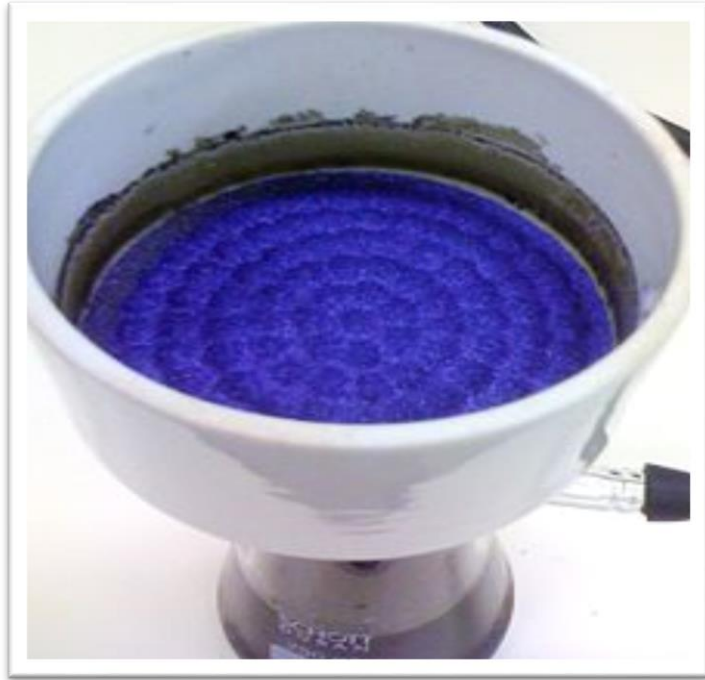
يعبر عن الوسط الحسابي Arithmetic Mean لمجموعة من القيم  
الملاحظة من خلال القانون التالي:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

أما الانحراف القياسي Standard Deviation فيعبر عنه بالعلاقة  
الآتية:

$$S.D = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

# الفصل الخامس





### ٥-١- التحليل الوزني Gravimetric Analysis

تحليل كمي يتم فيه عزل مادة معلومة التركيب الكيميائي بصورة نقية تامة ثم توزن بميزان حساس. يتم خلالها تقدير عنصر منفرد أو مشتق منه معروف التركيب تقديرا كميًا من خلال استخدام حسابات معينة، و تتميز طرائق التحليل الوزني بالآتي:

- تعين الأوزان الذرية للعناصر
- دقتها ٠,٠١-٠,٠٢
- أدق من الطرق الحجمية
- تحتاج الى وقت طويل

هناك طريقتان لقياس الأوزان هما:

١. طريقة مباشرة **Direct Method**: إذ يقاس وزن المادة الناتجة من التحليل وتكون معروفة التركيب الكيميائي.
٢. طريقة غير مباشرة **Indirect Method**: تحدد بواسطة قياسات الأوزان المفقودة أو الخسارة في الوزن نتيجة التطاير مثلا.

### ٥-٢- طرق التحليل الوزني

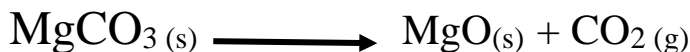
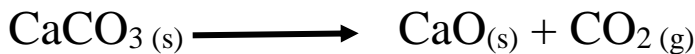
هناك عدة طرق تستخدم في التحليل الوزني :

#### أ- طريقة الانحلال أو التطاير **volatilization method**

تفصل المادة المراد تقديرها بهذه الطريقة على شكل غاز من المادة الباقية في النموذج و يعتمد التحليل هنا على وزن المادة المتبخرة أو المتطايرة أو على وزن المادة الباقية و تشمل:

## الفصل الخامس

١- انحلال المواد الصلبة في درجات الحرارة العالية مثل انحلال  
كربونات الكالسيوم في درجة حرارة ٩٠٠ م° و ضغط ١ جو و انحلال  
كربونات المغنسيوم في درجة حرارة ٥٠٠ م° و ضغط ١ جو.



نلاحظ أن كلا من كربونات الكالسيوم  $\text{CaCO}_3$  و كربونات  
المغنسيوم  $\text{MgCO}_3$  قد انحلت الى مادة صلبة أخرى معلومة التركيب  
الكيميائي و يمكن وزنها بسهولة. و انحلال هذه المواد يتطلب درجة حرارة  
عالية وقد حررت غاز ثاني أوكسيد الكربون  $\text{CO}_2$  المتطاير عندها يتم  
تعين وزن المادة المتبقية بعد إزالة غاز  $\text{CO}_2$ . من الأمثلة الأخرى انحلال  
كربونات الليثيوم بدرجة حرارة ٩١٠ م° و ضغط ٠,٠٥ جو و انحلال  
بيكربونات الصوديوم بدرجة حرارة ٢٧٠ م° و ضغط ١ جو كما في  
المعادلتين:



٢- امتصاص النواتج الغازية: هذه الطريقة تعتمد على امتصاص  
الغازات الناتجة من تحلل مادة كيميائية بمادة امتصاصية نوعية و من ثم  
وزنها بميزان مثلا خليط من  $\text{H}_2\text{O}$  و  $\text{CO}_2$ . يمرر الخليط على أنبوب  
موزون يحتوي على بركلورات المغنسيوم اللامائية حيث يتم امتصاص  
الماء. أو يمرر الخليط على أنبوب موزون يحتوي على الأسكارايت حيث  
يتم امتصاص غاز ثاني أوكسيد الكربون  $\text{CO}_2$ .

### ملاحظة:

الاسكارايت: هي ألياف اسبتوسية مشبعة بمادة هيدروكسيد الصوديوم الذي يمتص غاز ثاني اوكسيد الكربون  $CO_2$  . وهناك مواد اخرى تمتص الماء مثل  $H_2SO_4$  ,  $P_2O_5$  ,  $CaCl_2$  .

### ب - طريقة العزل Isolation method

في هذه الطريقة تعزل كميا مكونه معينه من المادة المحللة في حالة حرة و نقيه و توزن بميزان حساس . و تستعمل هذه الطريقة في تعين العناصر في السبائك مثلا تعين الذهب و النحاس في سبيكة . حيث تذاب السبيكة اولاً في الماء الملكي (يحضر بمزج 3 مل من  $HCl$  المركز مع 1 مل  $HNO_3$  ) ثم تضاف مادة مختزلة تختزل أيونات الذهب الى عنصر الذهب و يفصل من السبيكة و يوزن أما النحاس فيترسب باستخدام تيار كهربائي و يوزن أيضا .

### ت - طريقة الترسيب Precipitation method

في هذه الطريقة تتفاعل المواد المراد تحليلها كيميائيا مع الكاشف الكيميائي لإعطاء ناتج ذي قابلية ذوبان محدودة و بعد اجراء الترشيح و العمليات الأخرى الملائمة توزن المادة الصلبة المترسبة و المعلومة التركيب . فمثلا لتعين أيون الكبريتات في مادة ما يذاب وزن معين من تلك المادة في الماء و يحمض بحامض النتريك ( $HNO_3$ ) ويضاف اليها نترات الباريوم حيث يتكون راسب من كبريتات الباريوم ( $BaSO_4$ ) يفصل الراسب بالترشيح ثم يغسل بالماء المقطر و من ثم يجفف و يحرق و يوزن الناتج ثم تحسب منه النسبة المئوية للكبريتات في النموذج المحلل. و من مساوي الطرق الترسيبية أنها تحتاج الى وقت طويل لأجرائها .

### ٥-٣- صفات الراسب الجيد

- أ- معرفة التركيب الكيميائي .
- ب- الذوبانيه (أن يكون الراسب قليل الذوبان).
- ت- التكوين البلوري(يجب أن تكون بلورات الراسب كبيره الحجم يسهل ترشيحه).
- ث- النقاوة (يجب أن يكون الراسب خالي من الشوائب).
- ج- ذو وزن جزيئي كبير.

### ٥-٤- خطوات الترسيب

١. وزن كميّه معلومه من النموذج .
٢. اذابه النموذج .
٣. اضافة العامل المرسب .
٤. الترشيح .
٥. غسل الراسب.
٦. التجفيف أو الحرق.
٧. إجراء الحسابات المطلوبة.



### ٥-٥- الحسابات في التحليل الوزني

من أجل استخدام النسبة المئوية أو تركيز المادة المطلوبة يجب معرفه وزن النموذج الأصلي و وزن المادة المراد تقديرها .. و لكن في كثير من الأحيان لا يمكن وزن المادة المراد تقديرها بشكل مباشر أثناء التحليل بل ان التحليل سينتج مادة أخرى ففي الحالة الأولى تكون:

$$\text{النسبة المئوية للمادة المحللة} = \frac{\text{وزن المادة المحللة (س)}}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

بينما في الحالة الثانية ( الغير مباشرة ) فيتم وزن المادة الناتجة و من ثم يرتبط وزنها بوزن المادة المحللة اذ يتم هذا الربط بواسطة ما يسمى بالعامل الوزني Gravimetric Factor ويدعى أحيانا بالعامل الكيميائي.

$$\text{النسبة المئوية للمادة المحللة} = (\text{وزن المادة الناتجة} \times \text{العامل الوزني}) / \text{وزن النموذج} \times 100$$

$$\text{العامل الوزني} = \frac{\text{الوزن الجزيئي للمادة المحللة (س)}}{\text{الوزن الجزيئي للمادة الموزونة (الناتجة)}}$$

$$\text{اذ النسبة المئوية للمادة المحللة (س)} = \frac{\text{وزن المادة الناتجة} \times (\text{الوزن الجزيئي للمادة س/وزن المادة الموزونة})}{\text{وزن النموذج}} \times 100$$

## الفصل الخامس

### ٦-٥- قواعد عامة لإيجاد العامل الوزني

١. أن العامل الوزني يجب أن يحتوي على الصيغة الكيميائية للمادة المراد تقديرها في البسط و الصيغة الكيميائية للمادة المعلومة في المقام .
٢. إذا كانت هنالك ذرة مشتركة (غير الأوكسجين) في البسط و المقام فعلينا أن نضرب البسط و المقام أو كليهما برقم أو رقمين مختلفين بحيث يكون عدد الذرات المتشابه متساوي في البسط والمقام.

#### أهمية العامل الوزني

يقوم بتحويل وزن المادة الناتجة إلى ما يعادل من وزن المادة (س).

**مثال :** ما هو عدد غرامات الكلورايد الموجودة في ٠,٢٠٤ غم من راسب كلوريد الفضة ، اذا علمت أن الوزن الذري للفضة و الكلور هو ١٠٧ غم/مول و ٣٥,٥ غم/مول على الترتيب.

**الحل:**

$$\text{Wt. of Cl} = \text{Wt. of AgCl} \times \frac{\text{A.wt.of Cl}}{\text{M.wt.of AgCl}}$$

$$\text{Wt. of Cl} = 0.204 \text{ g} \times \frac{35.5 \text{ g/mole}}{142.5 \text{ g/mole}} = 0.05 \text{ g}$$

ولبيان كيفية إيجاد العامل الوزني لبعض المواد لاحظ الجدول (١-٥) الذي يبين كيفية حساب العامل الوزني:

جدول (١-٥): كيفية إيجاد العامل الوزني

العامل الوزني	المادة الناتجة الموزونة	المادة المراد تقديرها
$\frac{A.wt.of Cl}{M.wt.of AgCl}$	AgCl	الكلورايد $Cl^-$
$\frac{M.wt.of SO_4^{2-}}{M.wt.of BaSO_4}$	BaSO <sub>4</sub>	الكبريتات $SO_4^{2-}$
$\frac{A.wt.of Fe \times 2}{M.wt.of Fe_2O_3}$	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	الحديد Fe
$\frac{A.wt.of In \times 2}{M.wt.of In_2O_3}$	In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	الإنديوم In
$\frac{M.wt.of HgO}{M.wt.of Hg_5(IO_6)_2}$	Hg <sub>5</sub> (IO <sub>6</sub> ) <sub>2</sub>	أكسيد الزئبق HgO
$\frac{A.wt.of I \times 2}{M.wt.of Hg_5(IO_6)_2}$	Hg <sub>5</sub> (IO <sub>6</sub> ) <sub>2</sub>	اليوديد $I^-$
$\frac{A.wt.of P \times 2}{M.wt.of Mg_2P_2O_5}$	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	الفسفور P

**مثال :** عند تحليل أنموذج وزنه ١,٥ غم يحتوي على الكلورايد بإضافة محلول نترات الفضة الى محلوله يتكون راسب من كلوريد الفضة وزنه ٠,٩٢١٤ غم. ما هي النسبة المئوية للكلورايد في الأنموذج؟ إذا علمت أن الوزن الذري للكلور هو ٣٥,٥ غم/مول و للفضة ١٠٧ غم/مول.

**الحل:**

$$Wt. of Cl = Wt. of AgCl \times \frac{A.wt.of Cl}{M.wt.of AgCl}$$

$$Wt. of Cl = 0.9214 \times \frac{35.5}{107+35.5} = 0.2282 \text{ g}$$

$$\% Cl = \frac{Wt.of Cl}{Wt.of Sample} \times 100$$

## الفصل الخامس

$$\% \text{Cl} = \frac{0.2282}{1.5} \times 100 = 15.2\%$$

**مثال :** أحرق أنموذج يزن ٠,٧ غم من مسحوق الغسيل ثم أذيب الراسب المتبقي في حامض الهيدروكلوريك الساخن و قد تم ترسيب الفوسفات على شكل  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  . بعد إضافة المغنسيوم و الأمونيا و بعد الترشيح و الغسل أحرق الراسب عند درجة ١٠٠٠ م° و تحول الى  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$  و قيس وزن  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_5$  فكان ٠,٤٣٢ غم. احسب النسبة المئوية للفسفور في الأنموذج.

**الحل:**

$$\text{Wt. of P} = \text{Wt. of Mg}_2\text{P}_2\text{O}_5 \times \frac{\text{A.wt. of P} \times 2}{\text{M.wt. of Mg}_2\text{P}_2\text{O}_5}$$

$$\text{Wt. of P} = 0.432 \times \frac{31 \times 2}{2 \times 24 + 2 \times 31 + 5 \times 16} = 0.141 \text{ g}$$

$$\% \text{P} = \frac{\text{Wt. of P}}{\text{Wt. of Sample}} \times 100 = \frac{0.141}{0.7} \times 100 = 20.14\%$$

**مثال:** أنموذج من كلوريد الصوديوم غير النقي اذيب في الماء ورسب الكلوريد بمحلول نترات الفضة فأعطى 1 غم من كلوريد الفضة فما هو وزن الكلور في النموذج ؟ إذا علمت أن الوزن الذري للفضة = 107 غم\مول والكلور = 35.5 غم\مول ؟

**الحل:**

$$\text{Wt. of Cl} = \text{Wt. of AgCl} \times \frac{\text{A.wt. of Cl}}{\text{M.wt. of AgCl}}$$

$$\text{Wt. of Cl} = 1 \times \frac{35.5}{107+35.5} = 0.249 \text{ g}$$

**مثال :** ما هي النسبة المئوية للكبريت في عينه من الفحم وزنها 2 غم أعطت راسبا من كبريتات الباريوم وزنه 0.084 غم ؟ علما ان الوزن الذري للكبريت 32 غم\مول والوزن الجزيئي للراسب كبريتات الباريوم BaSO<sub>4</sub> هو 233.4 غم\مول .

**الحل:**

$$\text{Wt. of S} = \text{Wt. of BaSO}_4 \times \frac{\text{A.wt.of S}}{\text{M.wt.of BaSO}_4}$$

$$\text{Wt. of S} = 0.084 \times \frac{32}{233.4} = 0.0115 \text{ g}$$

$$\%S = \frac{\text{Wt.of S}}{\text{Wt.of Sample}} \times 100 = \frac{0.0115}{2} \times 100 = 0.575\%$$

**مثال :** احسب كمية الصوديوم ( 22.99 غم \ مول ) الموجودة في 50 غم في كبريتات الصوديوم (142.04 غم \ مول) ؟

**الحل:**

$$\text{Wt. of Na} = \text{Wt. of Na}_2\text{SO}_4 \times \frac{\text{A.wt.of Na} \times 2}{\text{M.wt.of Na}_2\text{SO}_4}$$

$$\text{Wt. of Na} = 50 \times \frac{22.29 \times 2}{142.04} = 16.18 \text{ g}$$

## الفصل الخامس

**مثال :** ما هو وزن الفضة 107.87 غم \ مول الموجودة في 100 غم من كلوريد الفضة غم \ مول ؟

**الحل:**

$$\text{Wt. of Ag} = \text{Wt. of AgCl} \times \frac{\text{A.wt. of Ag}}{\text{M.wt. of AgCl}}$$

$$\text{Wt. of Ag} = 100 \times \frac{107.87}{143.32} = 75.27 \text{ g}$$

**مثال :** أنموذج يحتوي مزيج من NaCl 58.44 غم \ مول و Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> وزنه 0.9532 غم حل لمعرفة كمية NaCl فيه حيث اضيف اليه بعد اذابته بالماء نترات الفضة فترسب كلوريد الفضة 143.32 غم \ مول بوزن 0.7033 غم احسب النسبة المئوية لكلوريد الصوديوم في الأنموذج ؟

**الحل:**

$$\text{Wt. of NaCl} = \text{Wt. of AgCl} \times \frac{\text{M.wt of NaCl}}{\text{M.wt. of AgCl}}$$

$$\text{Wt. of NaCl} = 0.7033 \times \frac{58.44}{143.32} = 0.286 \text{ g}$$

$$\% \text{NaCl} = \frac{\text{Wt. of NaCl}}{\text{Wt. of Sample}} \times 100$$

$$\% \text{NaCl} = \frac{0.286}{0.9532} \times 100 = 30\%$$

**مثال :** أنموذج من خام الحديد يحتوي على رطوبة مقدارها 1.56 % وحديد بنسبة 26.24% احسب كم الحديد في الأنموذج الجاف ؟

**الحل:**

بما أنه كل 100 غم من الأنموذج تحتوي على 1.56 غم ماء و 26.24 غم من الحديد

إذن وزن الأنموذج بعد التجفيف = 100 - 1.56 = 98.44 غم

$$\text{Wt. of Fe} = \frac{26.24}{98.44} \times 100 = 26.66 \text{ g}$$

ويمثل الوزن 26,66 غم وزن الحديد في الأنموذج بعد عملية التجفيف.

### ٥-٧- المرسبات

هنالك نوعان من المرسبات :

#### ٥-٧-١- المرسبات اللاعضوية

إن معظم المرسبات اللاعضوية المستعملة في التحليل الوزني وفصل الايونات إما أن تكون أملاحا لحوامض ضعيفة مثل الكبريتيدات و الكربونات والكرومات والكبريتات أو هيدروكسيدات الفلزات . ولكن هذا النوع من المرسبات يكون غير متخصص اذ انه غالبا ما يرسب في ان واحد عدد من ايونات الفلزات مما يسبب التداخل عند التحليل . وينشأ فصل معظم المرسبات اللاعضوية عن طريق تكوينها أملاحا شحيحة الذوبان أو اكاسيد مائية مع المجاميع المراد تحليلها أو تعيينها .

## الفصل الخامس

إن من أهم المرسبات اللاعضوية محلول الامونيا الذي يستعمل لترسيب الحديد والالمنيوم والكروميوم وغيرها وكبريتيد الهيدروجين الذي يستعمل لترسيب ايونات النحاس والزنك والزرنيخ والقصدير والموليبيديوم والانتيمون وكبريتيد الامونيوم الذي يستعمل لترسيب ايونات الزئبق و الكوبلت .

### ٥-٧-٢- المرسبات العضوية

يمكن استعمال المرسبات العضوية كمرسبات لبعض الايونات الفلزية وذلك إما بتكوين مركبات معقدة تعاضدية حلقيه ضئيلة الذوبان أو بتكوين أملاح ضئيلة الذوبان جدا . وان استعمال هذه المرسبات يعطي ترسيب أو فصل ترسيبي افضل ذي انتقائية عالية شرط السيطرة على ظروف التفاعل مثل PH المحلول وغيرها بسبب صعوبة الحصول على مرسب عضوي متخصص بعنصر واحد .

إن الراسب الناتج عن استعمال المرسبات العضوية يكون قليل الذوبان جدا بالماء لذا فان عملية الفصل تكون تامة تقريبا . كما يكون للراسب وزن مكافئ عالي بالنسبة للعنصر المراد تعيينه لذا يمكن ترسيب وفصل كميات قليلة من العنصر حيث ينتج راسب ذو وزن جزيئي كبير نسبيا مما يسمح بالحصول على حساسية عالية وخطأ تحليلي صغير ، بالإضافة الى ان الرواسب المتكونة تكون ذات صفات فيزيائية (مثل حجم الدقيقة ) تسمح بأجراء عملية الترشيح بسهولة . كما تكون نسبة التلوث قليلة عند ضبط الظروف الخاصة بالتفاعل وهناك مساوئ لاستخدام المرسبات العضوية وهي إنها غالية الثمن وبعضها ضارا بالصحة إضافة الى أن استعمال زيادة من المرسب العضوي تسبب تلوث الراسب به.



وتكون المرسبات العضوية على انواع هي :

### أ- المرسبات العضوية المخليبية

وهي المواد التي تكون مع ايونات الفلزات مركبات معقدة تعاضدية أو توافقية غير متجانسة ذات اثنين أو أكثر من المجاميع الفعالة لنفس العضية وتحتوي المرسبات المخليبية على مجاميع حامضية أي ذات هيدروجين يمكن إزاحته وأهمها :

أ-  $\text{COOH}$  - كاربوكسيل

ب-  $\text{OH}$  - هيدروكسيل

ت-  $\text{SO}_3\text{H}$  - سالفونيك

ث-  $\text{SH}$  - ميركابتو

ج-  $\text{C=O}$  - كاربونيل

وتحتوي على مجاميع توافقية او تساندية ذات أزواج الكترونية غير مشتركة حرة أهمها:

أ-  $\text{NO}_2$  - نايترو

ب-  $\text{NH}_2$  - امينو

ت-  $\text{HN}$  - اميتو

ث-  $\text{=N}$  - نتروجين حلقي

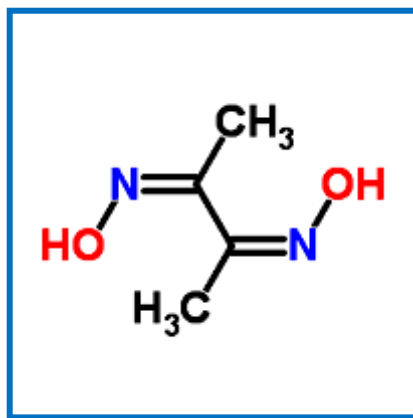
إن هذا الايون الفلزي المتفاعل فيجب ان يكون ذا حجم وعدد تأكسدي توافقي أو تعاضدي مناسبة لتكوين المركب الحلقي واهم انواع المرسبات

## الفصل الخامس

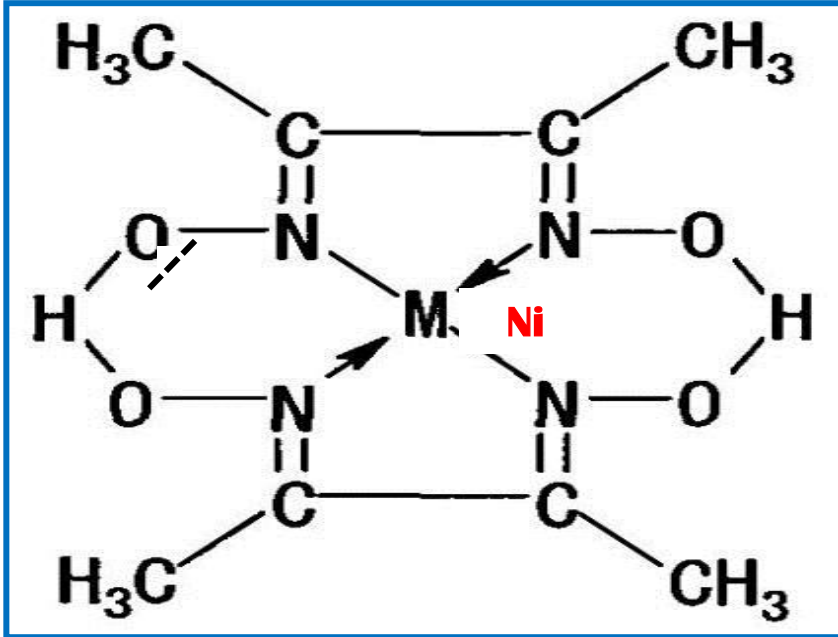
العضوية التي تكون مركبات حلقيه هو ثنائي المثل كلايوكسيم (DMG)  
.Dimethyl Glyoxime

### ثنائي المثل كلايوكسيم (DMG) Dimethyl Glyoxime

من أقدم المرسبات العضوية له التركيب الكيميائي الآتي:



يتفاعل هذا الكاشف العضوي بتخصصية عالية مع النيكل في الوسط القاعدي مكونا راسبا احمر قانيا ومع البلاديوم في الوسط الحامضي اذ يكون مع النيكل المعقد التالي:



إن هذا المركب التناسقي الذي يتكون من تفاعل ثنائي مثيل كلايوكسيم مع النيكل يتميز بأنه راسب ضخم (Bulky) حيث يتكون من كميات قليلة من النيكل وانه يزحف على قمع الترشيح خلال عمليتي الترشيح والغسل ويجفف هذا الراسب عند درجة 110 م° ويحتوي التركيب الكيميائي ككليت تناسقية تساهمية تمثل ( ← ) وتقوم هذه الأواصر بربط جزئتي ثنائي مثيل كلايوكسيم مع النيكل .

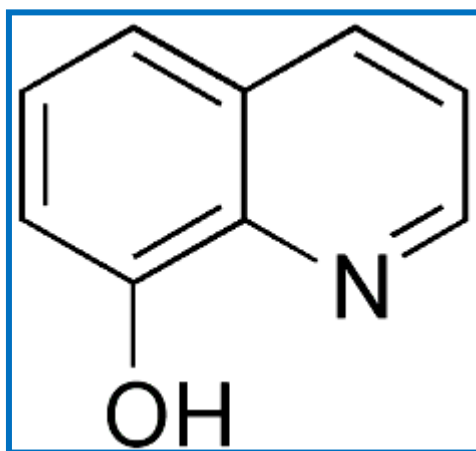
إن هذا المركب الكليتي المتكون يكون مستقرا لأنه يحتوي على حلقتين خماسية الذرات وحلقتين سداسية الذرات . اضافة الى هذا فان هذا الكاشف العضوي يمكن أن يكون مركبات كليتيّة مع الخارصين والنحاس والكوبلت

## الفصل الخامس

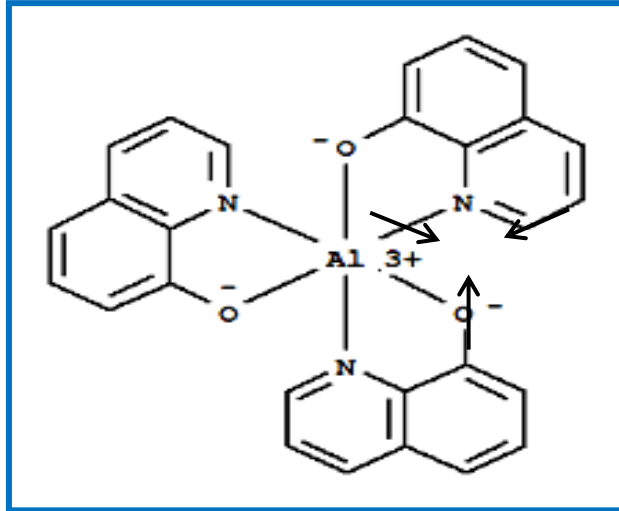
وهذه المركبات المتكونة تكون ذائبة في الماء ولهذا لا يمكن تقدير هذه الفلزات بالطرق الكمية الوزنية عن طريق استخدام هذا الكاشف.

### 8- هيدروكسي كوينولين (OXINE) Hydroxyquinoline

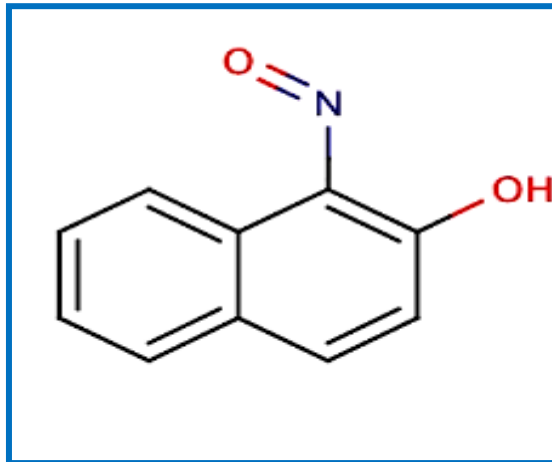
إن هذا الكاشف له القدرة على ترسيب عدد من ايونات الفلزات معتمدة على قيم الدالة الهيدروجينية pH.



ويمكن لهذا الكاشف أن يكون مركبات كلتيهما مع الألمنيوم والمغنيسيوم كل على انفراد وتحت ظروف مسيطر عليها فمثلا يكون تفاعله مع الألمنيوم كما يلي:

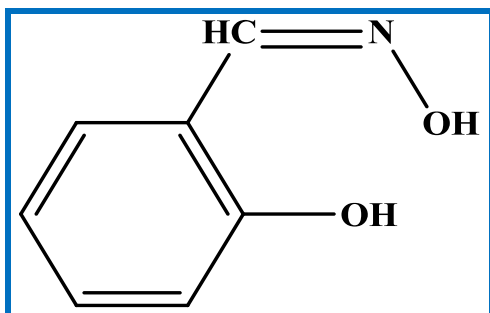


كاشف 1- نيتروزو - 3 - نافثول 1-Nitroso-3-Naphthol



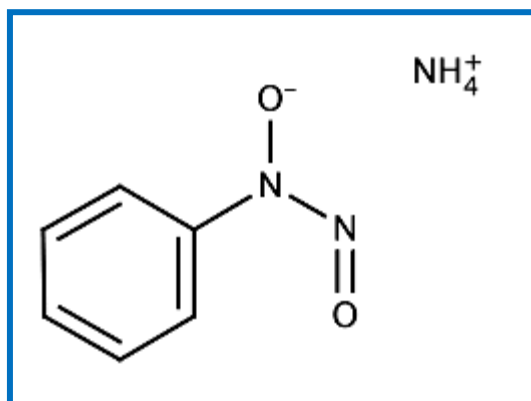
يرسب هذا الكاشف  $\text{Cu}^{2+}$  و  $\text{Pd}^{2+}$  و  $\text{Co}^{2+}$  ويستعمل غالبا في فصل الكوبلت عن النيكل حيث يؤكسد  $\text{Co}^{2+}$  الى  $\text{Co}^{3+}$  حيث يرسب الأخير.

ساليسيل دوكسيم Salicyl Deuxim



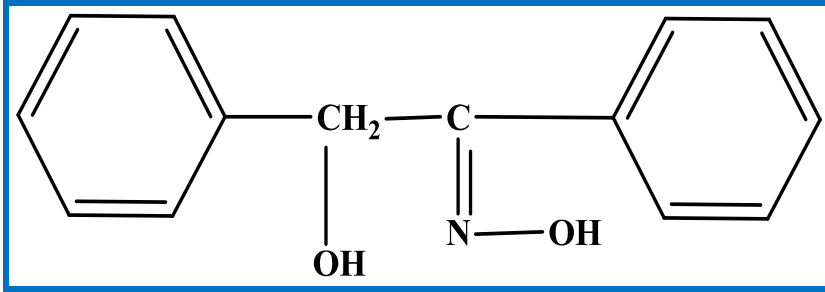
يرسب هذا الكاشف  $\text{Cu}^{2+}$  عند  $\text{pH} = 2.5$  حيث يمكن فصله عن  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ . كما يرسب عدة أيونات موجبة ويمكن بواسطته فصل مجاميع ولكن تحتاج إلى ضبط  $\text{pH}$ .

الكبفيرون (ammonium nitroso phenol hydroxyl amine)



إن هذا الكاشف يرسب  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{4+}$ ,  $\text{Sn}^{4+}$ ,  $\text{Ce}^{4+}$ ,  $\text{Zr}^{4+}$  من وسط حامضي وبتراكيز تقترب من ( 10 % من حامض الهيدروكلوريك أو حامض الكبريتيك).

الكوبرون Copron



يستعمل هذا الكاشف لفصل النحاس وتعيين والمولبيديوم حيث يمكن فصل النحاس  $Cu^{2+}$  من محلول تارتارات الامونيوم و الموليبيديوم  $MO^{4+}$  من محاليل الحوامض المعدنية.

وهناك كواشف أخرى مثل كاشف حامض الكوينالديك Quinaldic acid و الذي يستعمل لفصل وتعيين الكاديوم والنحاس والخاصين. كاشف  $\alpha$ - نيتروز -  $\beta$  - نفتول  $\alpha$  - Nitroso-  $\beta$  - naphthol و يستخدم في تقدير الكوبلت بوجود النيكل علما بان هنالك ايونات اخرى تكون راسبا مع هذا الكاشف من البزموت (III) والكروم (III) والزنابق (II) والقصدير (III) والتيتانيوم (III) والتنكستن (VI) واليورانيوم (VI) والفناديوم (V).

ب- مرسبات التكتلات - الأيونية العضوية Ion Association

Precipitations

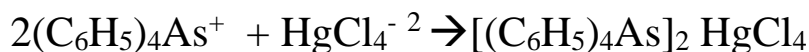
بعض المركبات العضوية تتأين في المحاليل المائية مكونة ايونات سالبة واخرى موجبة . ومن خلال تفاعلها مع بعض الضروب المعاكسة لها في الشحنة تكون مركبات قليلة الذوبان بالماء ولا يكون تركيبها من النوع الحلقي كمل تكون الاصرة الرابطة بين ايونات المرسب والتفاعل ذات صفات ايونية . وان الذوبانية الضئيلة للأملاح الناتجة تسمح بإجراء فصل

## الفصل الخامس

كمي لبعض العناصر اضافة الى تعيين كمي لبعضها . واهمها كلوريد رابع فنيل الزرنيخوم

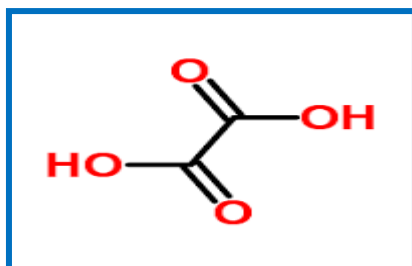
Tetraphenylarsonium Chloride  $[(C_6H_5)_4As]^+ Cl^-$

حيث يعطي في الماء ايون رابع فنيل الزرنيخوم الموجب الذي يتفاعل مع الزئبق:



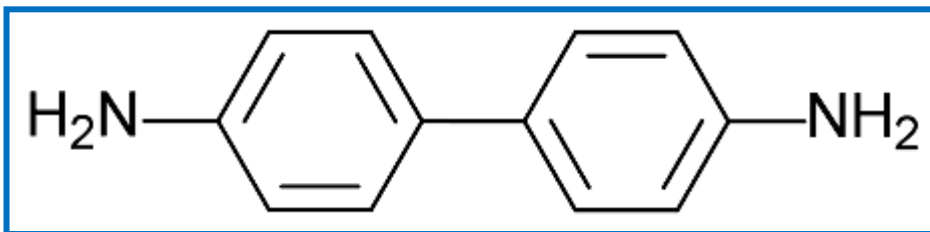
وهناك مثال اخر لهذا النوع من المرسبات هو :

رباعي فينيل بورون الصوديوم  $(C_6H_5)_4Na^+$  الذي يرسب البوتاسيوم ويمكن تعينه وزنيا وكذلك حامض الاوكزاليك الذي يرسب الكالسيوم والمغنسيوم وكذلك يستخدم لتعينيها



إضافة الى البنزيدين Benzidine الذي يستعمل لترسيب الكبريتات

$SO_4^{2-}$  والفوسفات  $PO_4^{3-}$





### ٥-٧-٣- الفرق بين المرسبات العضوية والمرسبات اللاعضوية

١. إن الترسيب المشترك يكون اقل في حالة استعمال المرسبات العضوية.
٢. إن المركبات المتكونة بفعل المرسبات العضوية غالبا ما تكون قليلة الذوبان في الماء وبذلك لم يحصل فقدان لبعض الراسب خلال عملية الترسيب والغسل.
٣. المركبات المتكونة معها تكون عادة ذات وزن جزيئي كبير جدا وبذلك يكون العامل الوزني صغير جدا لذلك تكون النسبة المئوية للعناصر المراد تقديرها في الراسب المتكون قليلة قياسا بالمركبات اللاعضوية .
٤. تعطي المرسبات العضوية نواتج شديدة اللون وهذا يُسهل الكشف عنها بالطرق اللونية.

### ٥-٧-٤- محاسن الترسيب باستعمال الكواشف العضوية

١. تكون الكواشف العضوية (المرسبات العضوية ) انتقائية أو بالإمكان جعلها انتقائية وذلك باستعمال pH ملائمة او التحكم بطريقة الحجب .
٢. تجفف الرواسب بسهولة عند درجة حرارة اقل من ١٠٠ م°.
٣. الرواسب المتكونة تكون في الغالب غير ايونية ولا تمتص الشوائب بشدة .
٤. تذوب الرواسب المتكونة (المحضرة) في المذيبات العضوية .

## الفصل الخامس

### ٥-٧-٥- مساوي الكواشف العضوية (المرسبات العضوية)

١. تكون لزجة دائما يصعب نقلها من وعاء الى آخر .
٢. الكواشف العضوية تكون غير نقية جدا .
٣. الكواشف العضوية نادرا ما تذوب في الماء وان الزيادة القليلة من الكاشف المرسب تسبب تلوث للراسب .

### ٥-٨- الصفات الواجب توفرها في المرسب

١. أن يكون متخصص حتى لا يسبب تداخلات .
٢. أن يعطي راسب ذو وزن جزئي كبير .
٣. يجب أن يكون الراسب المتكون منه قليل الذوبانية .
٤. أن يعطي ناتج شديد اللون.
٥. أن تكون بلورات الراسب الناتج منه كبيرة الحجم حتى يسهل غسله وترشيحه.
٦. أن يكون راسبا ذا نقاوة عالية.

### ٥-٩- التكوين البلوري للراسب

يتكون الراسب نتيجة تكون جسيمات صغيرة جدا (١- ١٠٠) نانومتر تسمى النوى . ثم تنمو هذه النوى الى جسيمات كبيرة . وان هذه النوى لا تظهر مباشرة بعد إضافة العامل المرسب الى محلول النموذج بل يلاحظ في معظم الاحيان أن هنالك فترة زمنية تسمى بفترة ظهور الراسب ( وهي الفترة الزمنية الواقعة بين إضافة الكاشف المرسب وظهور الراسب وتختلف هذه الفترة باختلاف الرواسب ) فمثلا تكون فترة ظهور راسب  $AgCl$

قصيرة جدا بينما قطرة ظهور راسب كبريتات الباريوم  $BaSO_4$  دقائق عديدة إن عملية نمو البلورات لتكوين الراسب يعتمد على:

١. قابلية ذوبان الراسب

٢. ظروف الترسيب

فعندما تكون قابلية الذوبان غير قليلة جدا يتكون عدد قليل من النوى الجديدة ويستهلك معظم العامل المرسب في نمو هذه النوى الموجودة وعليه يتكون راسب بلوري يحتوي على بلورات كبيرة وتكون نسبيا نقية . وعندما تكون قابلية ذوبان الراسب قليلة جدا يتكون عدد كبير من النوى خلال العملية وان الراسب المتكون يكون راسبا بلوريا ناعما أو حتى راسبا غير متبلور.

### Conditions for Precipitation

### ٥-١٠ - ظروف الترسيب

حتى يكون الراسب مفضلا يجب ان تكون بلوراته كبيرة الحجم حتى يسهل غسله وترشيحه. وتعتبر درجة فوق الاشباع النسبي للمحلول مهمة جدا ويمكن أن تمثل بهذه العلاقة :

$$R = (Q-S)/S$$

حيث أن  $Q$  هو التركيز المولاري للمحلول قبل ظهور الراسب و  $S$  هي قابلية ذوبان الراسب المولارية و  $R.S.S$  درجة فوق الاشباع النسبي **Relative Super Saturation** فهنا عندما يكون حاصل ذوبان الراسب قليل ستكون  $S$  قليلة ايضا عندها سيتكون الراسب من محاليل مركزه نسبيا

## الفصل الخامس

أي انه  $Q$  عالية ولهذا ستكون درجة فوق الإشباع النسبي عالية وفي هذه الحالة يتكون عدد كبير من النوى تتجمع بسرعة مكونة راسب بلوري ناعم او راسب غير بلوري ، ولكن عندما تكون قيمة  $Q$  قليلة وقيمة  $S$  عالية عندها يتكون راسب ذو عدد قليل من النوى وتكون بلوراته كبيرة الحجم.

من العوامل الأخرى التي تعطي حجم دقائق كبير هو سرعة الترسيب التي لها علاقة بدرجة فوق الإشباع أيضا فكلما كانت الإضافة بطيئة بالنسبة للمحلول المراسب كلما كانت قيمة  $(Q-S)$  واطنة وهذا يعطي درجة فوق إشباع قليلة. أما عندما تكون الإضافة سريعة تكون قيمة  $(Q-S)$  ودرجة فوق الإشباع عالية وهذا بسبب تكوينه راسب بلوري ناعم ، وللحفاظ على قيمة  $(Q-S)$  قليلة يجب استخدام محاليل مخففة ، وكذلك فان التسخين يزيد من الذوبانية وكذلك المزج الجيد وتحميض محاليل الترسيب يعمل على تجنب تكوين درجة فوق الإشباع الموضعية .

### ٥-١١- علاقة الحالة الغروية ودرجة فوق الإشباع

إن درجة فوق الإشباع النسبية لا يمكن حفظها بمقدار قليل بصورة كافية بسبب تكوين محاليل غروية أو محاليل عالقة وتحتوي هذه المحاليل على دقائق صغيرة يمكن أن تمر من ورقة الترشيح وهنا لا يظهر راسب بالرغم من وجود المواد المتفاعلة بتراكيز أعلى من حاصل الإذابة للمادة الناتجة من التفاعل .

### ٥-١٢- تخثر العالق الغروي

يتخثر العالق الغروي عند تقليل قوى التنافر الموجودة بين جسيماته وعندها تقترب هذه الجسيمات من بعضها الى مسافة تسمح لها بالالتصاق ويتم ذلك بتسخين المحلول الغروي والعالق وإضافة الكتروليتات خاملة كما في حالة راسب كلوريد الفضة حيث يستقر الراسب بسهولة ولكن تكون عملية تخثرها (المحاليل الغروية) صعبة جدا في بعض هيدروكسيدات الفلزات لذلك تترسب هذه المحاليل (هيدروكسيد الفلزات) من محاليل مركزة حيث يمكن الحصول على رواسب أكثر تجمعا. ويمكن أن نبين تأثير بعض العوامل على التخثر

#### أ- زيادة درجة حرارة المحلول

إن نقص عدد الايونات الكلية الممتازة وكذلك شحنة الطبقة المزدوجة سببه زيادة درجة حرارة المحلول وقد أثبتت التجارب العملية ان التسخين لفترة قصيرة مع الرج المستمر للمحلول يكون كافيا لتخثر أنواع عديدة من جسيمات العالق الغروي.

#### ب- إضافة مادة غروي

إن الالكتروليتات المختلفة لها تأثيرات مختلفة على عملية تخثر جسيمات العالق الغروي حيث أن إضافة الالكتروليتات وامتزاز ايوناتها تجعل الطبقة المعاكسة تضغط بقوة باتجاه الأيونات الممتازة الابتدائية وتسبب تقليل الشحنة الفعالة في الطبقة المزدوجة مما يساعد على التصاق الجسيمات ببعضها. وان عملية إزالة أو تقليل الشحنة من جسيمات الراسب الغروي ونموها الى حجم أكثر تدعى بعملية التخثر أو التجميع والراسب المتكون بهذه الطريقة يكون على نوعين :

## الفصل الخامس

I. راسب يحتوي على كمية كبيرة من الماء وينتج هذا النوع من الراسب من المحاليل الغروية المسماة بالمستحلبات وفي حالة وجود الماء كمذيب فتعرف بالمستحلبات المائية ويسمى الراسب جل ومن أمثلتها هيدروكسيد الحديدك  $Fe(OH)_3$  وهيدروكسيد الألمنيوم  $Al(OH)_3$  ومن خواص الجل عدم فقدانه جزيئات الماء إلا عند درجات الحرارة العالية.

II. راسب يحتوي على كمية قليلة من المذيب يدعى العالق وفي المحاليل المائية يسمى العالق المائي ويسمى هذا النوع من الراسب صل وأمثلة ذلك كلوريد الفضة وكبريتيد النحاس  $CuS$  ومن خواصه قابليته على فقدان الماء بسهولة. وتوجد مجموعة من الرواسب تتميز بخواص بين الجل والصل .

### عملية التخرثر Coagulation

هي عملية تسخين المحاليل الغروية وإضافة مادة ألكتروليتية خاملة لها وذلك لغرض تجميع الدقائق الصغيرة للراسب مع بعضها و الحصول على دقائق أكبر

### ١٣-٥ - عملية الهضم وتعمير الرواسب

تتضمن هذه العملية إبقاء الراسب بتماس مباشر مع السائل الأصلي عند درجة حرارة عالية لآمن معين وربما يمكن تغييره من بضع دقائق الى ساعات عديدة. إن إمكانية جعل الرواسب اللاعضوية أكثر نقاوة و سهولة للترشيح والغسل وكذلك يمكن تحسين الرواسب العضوية الى حد ما عن

طريق ما يسمى بتعمير الراسب ويتم ذلك من خلال عملية الهضم. ان أهمية تعمير الراسب تكمن في :

١. ترتيب الايونات في البلورات لا على السطوح فحسب بل في الداخل أيضا.

٢. نمو البلورات الأولية وذلك عن طريق تكثيف الايونات على السطوح واندماج البلورات الصغيرة .

٣. إن ذوبان الزوايا الحادة لتكوين ايونات في المحلول يجعلها تترسب مرة ثانية بأشكال مجوفة وفراغية تجعل سطوح البلورات ملساء وبشكل بلوري كامل.

### ٥-١٤ - السيطرة على حجم البلورة

من الضروري جدا أن يتمكن المحلل من السيطرة على حجم بلورة الراسب عند التحليل حيث أن الراسب الأقل ذوبانا بشكل عام تكون بلوراته صغيرة الحجم عند عملية الترسيب الاعتيادية ولكن المفضل هو زيادة حجم البلورات أثناء عملية التحليل وان هذه الزيادة في حجم البلورات تكون نتيجة العوامل التالية :

١. إضافة العامل المرسب ببطء مع التحريك المستمر حيث يعمل على تقليل عدد جسيمات الراسب الأولية الى اقل ما يمكن حيث تكون قيمة R.S.S. قليلة وكلما كان عدد البلورات الأولية قليلا كما ازداد ميل هذه البلورات الى النمو الى اكبر ما يمكن.

## الفصل الخامس

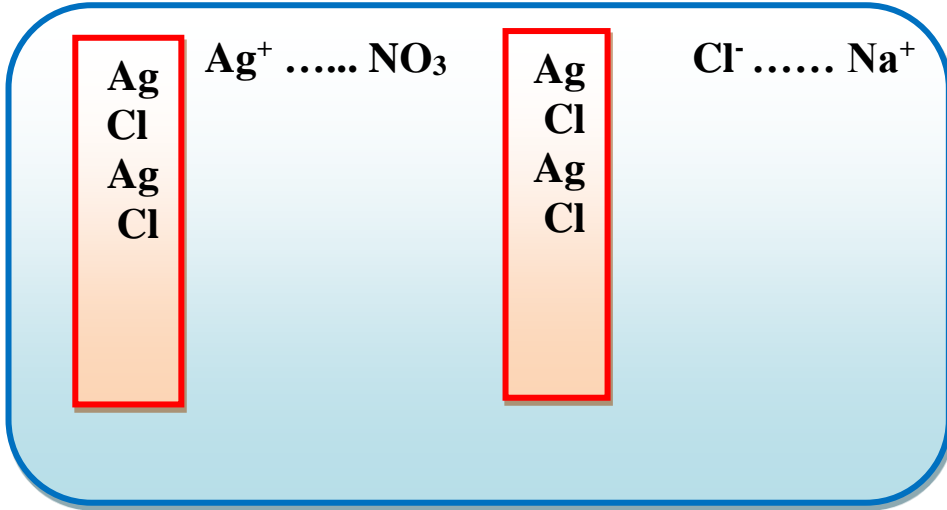
٢. ضبط الأس الهيدروجيني للمحلول : من اجل جعل معظم الرواسب والملوثات أكثر ذوبانا لابد من أن تبدأ عملية الترسيب بأقل ما يمكن من الأس الهيدروجيني pH عندها يمكن رفع قيمة الأس الهيدروجيني pH للمحلول ببطء والسماح لجسيمات الراسب بالنمو البطيء وبذلك تصل البلورات الى اكبر حجم من خلال هذا النمو البطيء للبلورات.

٣. الترسيب من محاليل ساخنة: إن الترسيب من محاليل ساخنة يجعل ذوبانية معظم الأملاح اكبر من ذوبانيتها في محاليل الباردة وهذا يجعل الراسب أكثر ذوبانا وبذلك تميل بلوراته للنمو الى أحجام كبيرة. أما في المحاليل الباردة فان البلورات تميل عند التبريد الى النمو عن طريق تكثيف الايونات على سطوحها وكذلك عن طريق اندماج البلورات الصغيرة معا الى كتل كبيرة وهذا يسبب تلويث الراسب .

### ٥-١٥- التبعثر Peptization

إن عملية التبعثر هي عكس عملية تخثر الراسب وهي العملية التي يتم فيها تكسر الجسيمات الكبيرة والتي تكون سهلة الترشيح الى جسيمات صغيرة صعبة الترشيح وتحدث عملية التبعثر عادة في الرواسب الغروية عند استعمال ظروف معاكسة لعملية تخثر الراسب او عند غسل الراسب بماء أو محلول الكتروليتي غير مناسب مثلا ان راسب كلوريد الفضة يتبعثر عند غسله بالماء وذلك لان سطح جسيمات كلوريد الفضة يحاط بطبقتين من ايونات ممتزه الطبقة الاولى الايون الخارجي لها هو ايون النترات  $NO_3^-$  والطبقة الثانية الايون الخارجي لها هو ايون الصوديوم  $Na^+$





فبعد غسل الراسب بماء مقطر فان الايونات السالبة والتي هي الكلورايد والنترات سوف تزال من فوق سطح الراسب اكثر من الايون الموجب (الفضة) وتحمل جسيمات كلوريد الفضة شحنة موجبة وهذه الشحنات تتنافر مع بعضها وتتبعثر او تتفارق ولهذا السبب يغسل راسب  $AgCl$  بمحلول مخفف من حامض النتريك الذي يقوم بتجهيز عدد كافٍ من الايونات الموجبة و السالبة ويصبح بذلك عدد الايونات السالبة مساويا لعدد الايونات الموجبة على سطح الجسيمات للراسب وهذا يمنع حدوث عملية التبعثر وعلى اية حال هنالك بعض الخطوات لمنع عملية التبعثر:

١. غسل الراسب بمحلول الكتروليتي مناسب .

٢. غسل الراسب بحامض مخفف .

٣. غسل الراسب بمحلول ملح الامونيوم .

٤. إضافة مادة جيلاتينية .

### ٥-١٦- تلوث الراسب

يتلوث الراسب أثناء التحليل الوزني بعدة طرق نتيجة ترسب مواد غريبة مع الراسب المطلوب المراد تحليله وذلك عندما يكون ثابت حاصل الذوبان لرواسب المواد الغريبة مساويا تقريبا لثابت حاصل ذوبان الراسب المطلوب تحليله .

يحدث تلوث الرواسب بسبب :

١. الترسيب المشترك Co-Precipitation

٢. الترسيب اللاحق Post Precipitation

### ٥-١٦-١- الترسيب المشترك

يتضمن الترسيب المشترك جميع الملوثات التي تحدث خلال تكوين الراسب المراد تحليله. وهناك بعض الميكانيكيات التي يحصل الراسب فيها على الشوائب يمكن توضيحها بما يلي:

#### أ- الترسيب الحقيقي

عندما ترتفع ذوبانية المادة الملوثة عند تكوين الراسب الرئيسي المطلوب تحليله عندها تختلف بلورات الراسب الرئيسي عن بلورات المادة الملوثة بتركيبها الهندسي وبذلك يتكون خليط ذو نوعين من البلورات . أما إذا كانت أنواع البلورات متشابهة كثيرا فربما ينمو نوع واحد وتحتوي جميع البلورات على النسبة نفسها من الملوثات ويدعى هذا النوع من البلورات بالبلورات المختلطة وان هذه البلورات المختلطة يمكن أن تتكون عندما تكون المادة الملوثة كثيرة الذوبان مقارنة بالبلورات المضيفة. إن

حجوم الايونات والأشكال البلورية تكون متشابهة تقريبا وينتج عن هذا ظاهرة الاحتواء الداخلي Inclusion أو الاحتواء البلوري المتشابه .

س// هل يمكن اختزال هذا النوع من التلوث بواسطة الهضم وغسل الراسب ؟

ج// لا يمكن اختزال هذا التلوث الناتج عن طريق الترسيب الحقيقي والاحتواء البلوري المتشابه عن طريق الهضم وغسل الراسب .

س// كيف يمكن اختزال هذا النوع التلوث ؟

ج // يمكن اختزال هذا النوع من التلوث عن طريق إعادة الترسيب .

س// كيف يمكن منع هذا التلوث ؟

ج // يمكن منع هذا النوع من التلوث وذلك بإزالة الملوثات المحتملة باستخدام طريقة فصل مناسبة أي فصل الملوثات قبل عملية الترسيب .

### ب- الاحتباس Occlusion

عندما يتكون الراسب بطريقة ما تنمو بلوراته حول جزء من المحلول الأصلي يؤدي ذلك الى احتواء الراسب على شوائب ذائبة داخل البلورات .

س// كيف يمكن تقليل التلوث الناتج عن الاحتباس ؟

ج// يمكن تقليل هذا النوع من التلوث عن طريق هضم الراسب بصورة كاملة وكذلك إن الترسيب ببطء يلعب دورا كبيرا في تقليل التلوث الناتج من الاحتباس.

### ت-الامدصاص Adsorption

إن امدصاص الشوائب على سطح بلورات الراسب تسبب مشاكل كثيرة في التحليل الكيميائي. ويحدث ذلك عند إضافة وفر من ايونات مشتركة في المحلول خلال وبعد الترسيب لتحسين ذوبانية الراسب الرئيسي. تتجمع هذه الايونات على سطح جسيمات الراسب بحيث تكون ملائمة في البناء البلوري له. ويتكون عندئذ طبقة من ايونات ممتزج لها نفس الشحنة وتدعى هذه الطبقة بالطبقة الممدصة الأولية. أما الايونات التي تحمل شحنة معاكسة في المحلول فتنجذب نحو الايونات الممدصة في الطبقة الممدصة الأولية حيث تشكل طبقة ممدصة ثانوية من الايونات حول البلورات وكثيرا ما تدعى الايونات في الطبقة الممدصة الثانوية بالأيونات المعاكسة وتفقد هذه الايونات بسهولة أكثر من ايونات الطبقة الممدصة الأولية. وعليه يمكن أن تتجمع على سطح الراسب زوج من الطبقات للأيونات الممدصة.

س// هل هناك علاقة بين انتظام سطح جسيمات الراسب وعدد الايونات الممدصة ودرجة التلوث ؟

ج// نعم كلما كبر وازداد انتظام سطح جسيمات الراسب ازداد عدد الايونات الممدصة وازدادت درجة التلوث.

هنالك عدة عوامل لها تأثير كبير على كمية التلوث الناتج عن الامدصاص هي :

١. تركيز الايونات الممدصة: يزداد تلوث الراسب الناتج عن طريق عملية الترسيب في طبقة ما كلما زاد تركيز الايونات الملوثة والتي تكون بتماس مع بلورات الراسب في المحلول . ولتلافي هذا العامل يجب استخدام المحاليل المخففة . وكذلك يمكن تقليل التلوث هنا وذلك بإذابة الراسب وإعادة الترسيب مرة ثانية .

٢. المساحة السطحية للراسب البلوري: يزداد تلوث الراسب نتيجة زيادة المساحة السطحية له وذلك بسبب زيادة مواقع الايونات الممدصة في كل من الطبقة الممدصة الأولية والطبقة الممدصة الثانوية ولذلك يجب تقليل المساحة السطحية للبلورة ويتم ذلك بزيادة حجوم البلورات واختزال عدم انتظام السطوح

٣. الشحنة على الايون الممدص: كلما ازدادت الشحنة أو التكافؤ لأيون كلما زاد ميل هذا الايون للامدصاص سواء كان في الطبقة الممدصة الأولية أو كأيونات معاكسة وكمثال على ذلك استخدام كلوريد الباريوم مرتبا

## الفصل الخامس

في تقدير الكبريتات وذلك لان ايونات الكلوريد تكون أحادية التكافؤ ولهذا فان ميلها الى الامدصاص يكون قليلا مقارنة بالأيونات ثنائية التكافؤ .

ومن الجدير بالذكر ان هنالك عدة طرق ممكن ان تستخدم لتقليل امدصاص الشوائب على الراسب وهي:

١. **الترسيب من محاليل ساخنة:** إن زيادة سرعة حركة الايونات وبضمنها الايونات الممدصة تتأثر بارتفاع درجة الحرارة ولهذا فأنها تقاوم سرعة البقاء على سطح البلورة بدرجة عالية في المحاليل الساخنة عما هي في المحاليل الباردة.

٢. **الترسيب من محاليل مخففة:** لقد أثبتت التجارب أن الايونات تُمسك بسرعة أكثر نتيجة الامدصاص على سطوح البلورات في المحاليل المركزة ولهذا يفضل العمل في محاليل مخففة أكثر ما يمكن.

٣. **هضم الراسب:** إن الهضم في معظم الحالات يعمل على تقليل المساحة السطحية المتوفرة للأيونات الممدصة من المحلول وبذلك يزيد من نقاوة الراسب والسبب هو أن هضم الراسب يسبب ترتيب الايونات في الراسب ويعمل على جعل الأشكال البلورية كاملة وكذلك يؤدي الى نمو أو اندماج البلورات معا .

٤. **غسل الراسب:** إن الغرض من غسل الراسب هو لإزالة الملوثات من على سطح الراسب ويعتمد تركيب محلول الغسيل على مدى حدوث التبعر للراسب لهذا نتجنب استعمال الماء لوحده كمحلول غسيل حيث يستعمل محاليل الكتروليتية مناسبة للغسيل . ولهذه المحاليل ايون مشترك مع الراسب حيث تقلل الأخطاء الناتجة من الذوبانية والتي يمكن أن تتبخر بسهولة ولا تؤثر على وزن الراسب كما في استخدام محلول  $HNO_3$

المخفف لغسل راسب كلوريد الفضة الغروي. إذ تقوم ايونات الهيدروجين المائية باستبدال ايونات الفضة  $Ag^+$  الممدصة و الايونات الأخرى ذات الشحنة الموجبة. بينما تقوم ايونات النترات السالبة  $NO_3^-$  بإحلال الايونات الممدصة ذات الشحنة السالبة من على بلورات كلوريد الفضة  $AgCl$ . وفي النتيجة ان حامض النتريك  $HNO_3$  الممدص الناتج سوف يتبخر عند درجة حرارة التجفيف. وكذلك يمكن أن يستخدم محلول نترات الامونيوم لغسل رواسب الاكاسيد المائية للحديد والألمنيوم.

وتصنف محاليل الغسيل الى ثلاثة أصناف هي :

• محلول يمنع تكوين راسب غروي والذي يمر من خلال ورقة الترشيح مثال محلول نترات الامونيوم الذي يستعمل لغسل راسب هيدروكسيد الحديدك .

• محلول يقلل من ذوبانية الراسب مثل الكحولات .

• محلول يمنع حدوث التحلل المائي للأملح الحوامض والقواعد الضعيفة.

٥. إعادة الترسيب: إن عملية الترشيح والغسل تزيل جزء قليل من الملوثات المحتمل وجودها. لكن عند إذابة الراسب المغسول و ترسيبه ثانية تنخفض كمية الملوثات وبذلك ينتج راسب نقي.

### ٥-١٦-٢- الترسيب اللاحق Post Precipitation

في هذا النوع من التلوث تترسب المواد الملوثة (مواد ومركبات ضئيلة الذوبان) بعد إكمال الترسيب أي بعد تكوين الراسب الرئيسي المطلوب تحليله.

س // هل الهضم هنا يساعد على إزالة هذا التلوث ؟

ج // كلا إن عملية الهضم هنا تزيد من كمية الشوائب على عكس ما كان في حالة الترسيب المشترك.

يحدث الترسيب اللاحق عند محاولة فصل ايونين اثنين على أساس سرعة ترسيب كل منهما بحيث يستعمل هذا الأساس لفصل كثير من الايونات . فمثلا ترسيب الكالسيوم على هيئة اوكزالات بوجود ايون المغنيسيوم إذ يكون ترسيب اوكزالات الكالسيوم أسرع من ترسيب اوكزالات المغنيسيوم . فهنا الوقت مهم جدا حيث إذا تم الترشيح مباشرة بعد إضافة الأوكزالات الى محلول ايوني الكالسيوم والمغنيسيوم يكون بالإمكان فصل اوكزالات الكالسيوم عن ايون المغنيسيوم بحيث تترسب اوكزالات المغنيسيوم في الراشح بعد فترة.

ان من اهم الفروقات بين الترسيب اللاحق والترسيب المشترك:

- ١ . يحدث التلوث بالترسيب اللاحق بعد تكوين الراسب.
- ٢ . يزداد التلوث بالترسيب اللاحق مع الزمن .
- ٣ . تزداد سرعة الترسيب اللاحق عند درجات الحرارة العالية .
- ٤ . من المحتمل ان يبلغ التلوث في الترسيب اللاحق 50 % من وزن الراسب المطلوب تحليله ويعتمد ذلك على كمية الشوائب الموجودة .

اما كيفية معالجة الترسيب اللاحق فيتم بعدة طرق هي:

- ١ . ترشيح الراسب بسرعة بعد إكمال الترسيب.



٢. فصل الملوثات المحتملة قبل إجراء عملية الترسيب.

٣. حجب الملوثات وهي في المحلول.

### ٥-١٧- الترسيب من محلول متجانس

عند إضافة محلول العامل المرسب بصورة بطيئة الى محلول مخفف وساخن من المادة المطلوب ترسيبها وتحليلها تؤدي الى تكوين ظروف ملائمة للحصول على درجة واطئة من فوق الإشباع R.S.S.

$$R. S. S. = \frac{Q-S}{S}$$

ولكن عندما تلامس أول قطرة من محلول العامل المرسب سطح محلول النموذج سوف يؤدي ذلك الى حصول تركيز عالي نسبيا في مكان ما في المحلول وعندها يحصل ما يسمى بدرجة فوق الإشباع الموضعية وهذا يؤدي الى تكوين عدد كبير من البلورات ذات الحجم الصغير الذي يؤدي الى تكوين راسب بلوري ناعم هذا عندما لا يرج الخليط بالتحريك . وللتغلب على هذه المشكلة يستعمل ما يسمى بالترسيب المتجانس حيث يتم تكوين العامل المرسب ببطء وبانتظام وبشكل متجانس داخل المحلول وذلك نتيجة لتفاعل كيميائي معين يحدث في المحلول أما عن طريق تحلل مائي لمادة ما أو تفاعل مادتين.

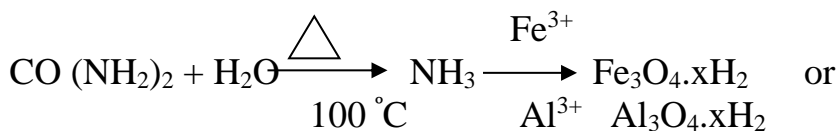
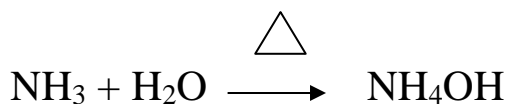
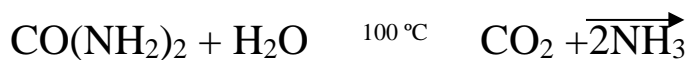
وفيما يلي بعض الأمثلة على انواع طرائق الترسيب المتجانس:

## الفصل الخامس

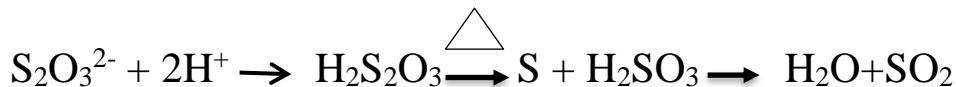
### ٥-١٧-١- السيطرة على الدالة الحامضية

يمكن التحكم بزيادة تركيز ايون الهيدروكسيد او خفض تركيز ايون الهيدروجين بالعديد من الطرق نذكر منها :

أ- التحلل المائي لليوريا : نتيجة التحلل المائي لليوريا تنتج امونيا اذ يمكن استعمال الامونيا الناتجة في ترسيب  $Al^{3+}$  ,  $Fe^{3+}$  وعند دالة حامضية 7.5 حيث يستعمل محلول منظم من ايون الامونيوم.



ب- تفاعل ايون الهيدروجين مع ايون الثايسلفات مع التسخين



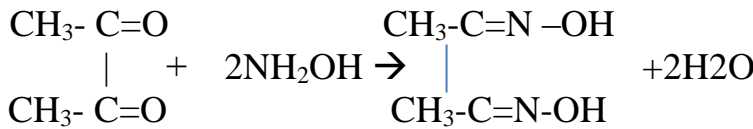
ت- تفاعل ايون النتريت مع ايون الهيدروجين بمساعدة التسخين



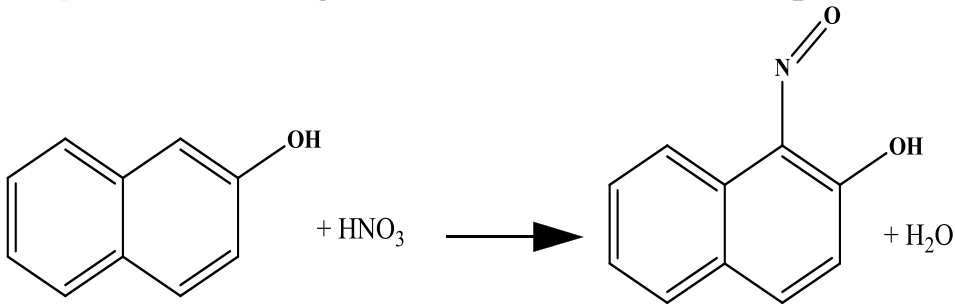
### ٥-١٧-٢- تكوين العامل المرسب داخل المحلول نتيجة تفاعل كيميائي

يمكن تحضير المرسب بطريقة متجانسة داخل المحلول من تفاعل كيميائي معين بين مادتين حيث يعمل المرسب المتكون على ترسيب الايون المراد تقديره.

أ- تحضير ثنائي مثيل كلايوكسيم من تفاعل هيدروكسيد الأمين مع الباي أسيتل والذي يستعمل لترسيب ايونات النيكل تجانسيا :



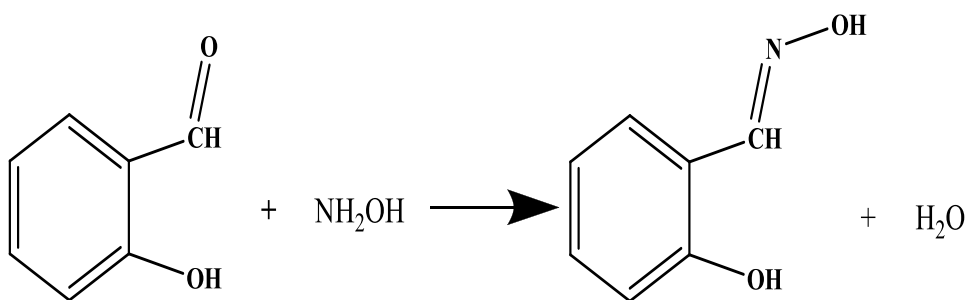
ب- تحضير العامل المرسب 1- نيتروزو-2- نفتوليت 1-Nitroso-2-Naphtolate من تفاعل حامض النتروز مع 2- نفتول وكما يلي :



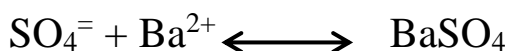
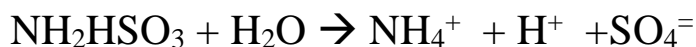
ت- يحضر العامل المرسب سلسيل الدوكزيميت

Salicylaldoximate من تفاعل هيدروكسيل الأمين مع سلسيل الديهايد (Salicyladehyde) والذي يستعمل لترسيب ايون النحاس على شكل الدوكزيمات سلسيل النحاس.

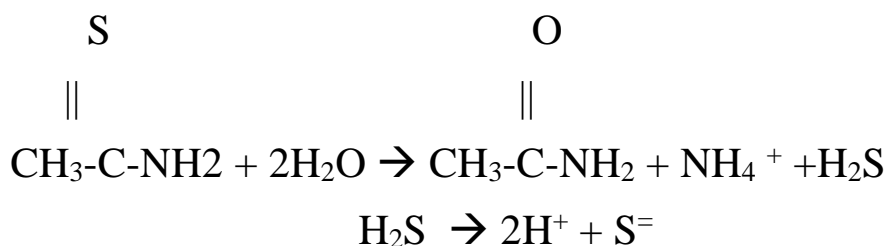
## الفصل الخامس



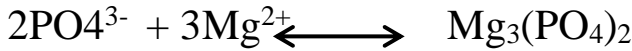
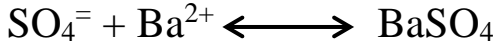
ث- تحضير الكبريتات من التحلل المائي لحمض السلفميك اذ ان التحلل المائي لهذا الحامض ينتج الكبريتات التي تستعمل في ترسيب الباريوم. وكما في المعادلة



ج- تحضير ايون الكبريتيد من التحلل المائي للثايو استاميد ويمكن استخدام ايون الكبريتيد الناتج لترسيب الكاديوم

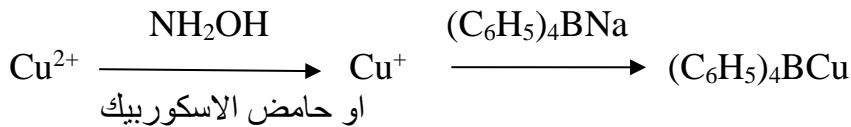


ح- تحضير الكبريتات والفوسفات من التحلل المائي لبعض الأملاح العضوية اذ ان تحلل ثنائي مثيل كبريتات وثلاثي الفوسفات ينتج الكبريتات والفوسفات على التوالي ويمكن استعمال الكبريتات لترسيب الباريوم والفوسفات لترسيب المغنيسيوم .



### ٥-١٧-٣- تغير تكافؤ العنصر

إن التحكم في طبيعة الحالة التأكسدية للعنصر غالباً ما تستعمل في الترسيب من محاليل متجانسة مثلاً يمكن ترسيب ايون النحاس  $\text{Cu}^{2+}$  بعد اختزاله بواسطة حامض الاسكوريك او هيدروكسيل أمين بوجود ملح الصوديوم رباعي الفنيل بورون وكما يلي :



### ٥-١٧-٤- الترسيب من مذيبات مختلفة

طريقة الترسيب المتجانس هنا تعتمد على مزج كافة محاليل المواد المتفاعلة مع مذيب عضوي يمتاز بسرعة التبخر ويكون قابل للامتزاج بالماء ليعمل على ذوبان المواد الناتجة ويمنع من ان تترسب وبعدها يسخن المحلول لغرض تبخير المذيب العضوي ببطيء لتبدأ عملية الترسيب.

### ٥-١٨ - محاسن ومساوئ الترسيب المتجانس

#### أ- محاسن الترسيب المتجانس

١. تترسب البلورات ببطء وبذلك تكون كبيرة الحجم ومنتظمة الشكل .
٢. إن كبر حجم البلورات يجعلها سهلة الترشيح والغسل .
٣. إن الراسب المتكونة يسهل تجفيفه الى الوزن الثابت .
٤. الراسب المتكون يكون خاليا من الشوائب السطحية والداخلية .
٥. إن نقاوة الراسب وكبر حجم بلوراته جعلت بالإمكان حرقه بدرجات حرارة اقل مقارنة بالراسب المتكون بالطرق الاعتيادية.

#### ب- مساوئ الترسيب المتجانس

١. يبدأ الترسيب عادة على جدران الإناء أو أعلى قضيب التحريك وهذا يسبب صعوبة إزالة الراسب .
٢. الترسيب في المحاليل المتجانسة يتطلب وقتا أطول مما في الطرق الاعتيادية .
٣. إن استعمال المذيبات العضوية او المرسبات تجعل هذه الطريقة عالية الكلفة مقارنة بالطرق الاعتيادية.

**مثال :** يحتوي الحديد في أنموذج  $FeCO_3$  على شوائب تم تحويله بالإذابة والأكسدة والترسيب والحرق الى  $Fe_2O_3$ . فإذا علمت ان وزن  $Fe_2O_3$  يبلغ غرام واحد من وزن الحديد الموجود على شكل  $FeO$  ،  $Fe$  ،  $FeCO_3$  .

الحل:

$$\text{Wt. of Fe} = \text{Wt. of Fe}_2\text{O}_3 \times \frac{\text{A.wt. of Fe} \times 2}{\text{M.wt. of Fe}_2\text{O}_3}$$

$$\text{Wt. of Fe} = 1 \times \frac{55.8 \times 2}{159.7} = 0.699 \text{ g}$$

$$\text{Wt. of FeO} = \text{Wt. of Fe}_2\text{O}_3 \times \frac{\text{M.wt. of FeO} \times 2}{\text{M.wt. of Fe}_2\text{O}_3}$$

$$\text{Wt. of FeO} = 1 \times \frac{143.6 \times 2}{159.7} = 0.899 \text{ g}$$

$$\text{Wt. of FeCO}_3 = \text{Wt. of Fe}_2\text{O}_3 \times \frac{\text{M.wt. of FeCO}_3 \times 2}{\text{M.wt. of Fe}_2\text{O}_3}$$

$$\text{Wt. of FeCO}_3 = 1 \times \frac{231.6}{159.7} = 1.450 \text{ g}$$

**مثال:** أنموذج يحتوي على  $\text{AgCl}$  (143.32 غم \(\text{أمول}\)) و  $\text{AgI}$  (234.77 غم \(\text{أمول}\)) وزنه 1.5 غم وقد اختزل إلى معدن  $\text{Ag}$  (107.87 غم \(\text{أمول}\)) وكان وزنه 0.850 غم. احسب وزن كلا من  $\text{AgCl}$  و  $\text{AgI}$  في الأنموذج؟

الحل:

نفرض أن:

X يمثل عدد غرامات  $\text{AgCl}$  في الأنموذج و Y يمثل عدد غرامات  $\text{AgI}$  في الأنموذج.

## الفصل الخامس

$$(1) \dots\dots\dots 1.5 = Y + X$$

عدد غرامات Ag من AgCl + عدد غرامات Ag من AgI = 0.850 غم (2)

وحسب طريقة المعامل الوزني

$$(2) \dots \text{تعوض في} \dots \frac{\text{الوزن الذري Ag}}{\text{الوزن الجزيئي AgCl}} \times X = \text{عدد غرامات Ag من AgCl}$$

$$(2) \dots \text{تعوض في} \dots \frac{\text{الوزن الذري Ag}}{\text{الوزن الجزيئي AgI}} \times Y = \text{عدد غرامات Ag من AgI}$$

$$(2) \dots 0.850 = \frac{\text{الوزن الذري Ag}}{\text{الوزن الجزيئي AgI}} \times Y + \frac{\text{الوزن الذري Ag}}{\text{الوزن الجزيئي AgCl}} \times X$$

$$(2) \dots\dots\dots 0.850 = \frac{107.87}{234.77} \times Y + \frac{107.87}{143.32} \times X$$

$$(2) \dots\dots\dots 0.850 = Y 0.4595 + X 0.7527$$

$$(3) \dots\dots\dots 1.1290 = Y 0.7527 + X 0.7527$$

معادلة (3) ناتجة من ضرب معادلة (1) بالرقم 0.7527

بطرح معادلة (2) من معادلة (3) ينتج 0.2790 = Y 0.2932

إذن Y = 0.952 غم وهو وزن AgI في الأنموذج . والذي يعوض

بالمعادلة (1)

$$1.5 \text{ لينتج } X = 0.548 \text{ غم}$$

وهو وزن Ag Cl في الأنموذج.



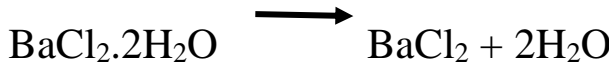
### ١٩-٥ - تجارب عملية في التحليل الوزني

#### تجربة 1:

### تعيين نسبة ماء التبلور في بلورات ثنائي كلوريد الباريوم بطريقة التطاير $BaCl_2 \cdot 2H_2O$

#### الأساس النظري

يمكن تعيين او تقدير ماء التبلور بطريقة التغيير في وزن العينة نتيجة لطردها ما تحتويه من ماء عن طريق تسخينها او تعريضها للهواء الجاف (المجفف الزجاجي) حيث أن هنالك مركبات تحتوي على عدد من جزيئات ماء التبلور Water of Hydration يمكن تعيين كمية الماء فيها وذلك بتسخينها لفترة معينة من الزمن عند درجة الحرارة التي يفقد عندها المركب جزيئات الماء. إن ثنائي كلوريد الباريوم يفقد ما يحتويه من الماء تماما عند درجة حرارة 110 م° ولكن يمكن استعمال درجات حرارية عالية تصل الى 800 م° ليفقد الملح ماءه لان كلوريد الباريوم اللامائي ثابت (مستقر) ولا يتطاير في درجات الحرارة العالية.



#### خطوات العمل

تتطلب طريقة العمل ثلاث خطوات هي:

١. وزن الأنموذج .
٢. تسخينه .
٣. إعادة وزنه بعد تبريده .
- ٤.

### ملاحظة

أفضل حرارة تسخين هنا هي (110 - 115 م°)

### المواد والأدوات المستعملة

١. بلورات الباريوم ( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ )
٢. جفنة خزفية او زجاجية
٣. ماسك حديدي
٤. مجفف زجاجي desiccator يحتوي على كلوريد الكالسيوم اللامائي
٥. مجفف كهربائي (oven)
٦. ميزان كهربائي حساس

### طريقة العمل

تسخين جفنة خزفية مع غطاؤها في مجفف كهربائي oven وعند درجة حراره 115 م° ولمدة 15 دقيقة ثم توزن بدقة في ميزان تحليلي حساس . تعاد العملية عدة مرات الى ان يثبت الوزن (ملاحظة: يقبل الوزن او يعتبر ثابتا عندما يكون الفرق بين الوزنين المتعاقبين 0.1 ملغم.

يوزن بين ( 1.000 – 1.500 ) غم من نموذج كلوريد الباريوم المائي  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ . تعاد الجفنة مع النموذج الى المجفف الكهربائي وعند درجة حرارة 115 م° ولمدة 15 دقيقة ثم تبرد في المجفف الزجاجي لمدة 15 دقيقة وتعاد العملية عدة مرات الى أن يثبت الوزن

### الحسابات

وزن الجفنة وهي فارغة = س

وزن الجفنة مع النموذج ( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ) قبل التسخين = ص

وزن الجفنة مع المادة الناتجة ( $BaCl_2$ ) بعد التسخين = ع

وزن الماء عمليا = ص \_ ع

وزن المادة الناتجة  $BaCl_2$  = ع \_ س

وزن النموذج  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  = ص \_ س

( ص - ع )

النسبة المئوية العملية لماء التبلور في العينة =  $100 \times \frac{\text{ص} - \text{ع}}{\text{ص} - \text{س}}$

( ص - س )

كيفية حساب النسبة المئوية نظريا ومقارنتها مع النسبة المئوية العملية :

نحسب الوزن الجزيئي الغرامي لكلوريد الباريوم  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  والذي هو 244.3 غم \ مول وحيث أن هذا الوزن الجزيئي الغرامي يحتوي على 2 غم جزيئي من الماء ( $H_2O$ ) والذي هو (36 غم \ مول)

وزن جزيئي للماء  $2 \times$   
وزن الماء نظريا = وزن النموذج (ص - س)  $\times$   
وزن جزيئي لنموذج

$BaCl_2 \cdot 2H_2O$

$$\text{النسبة المئوية النظرية للماء} = 100 \times \frac{\text{وزن الماء نظريا}}{\text{وزن النموذج}}$$

بالتعويض وب حذف وزن النموذج ينتج لنا :

$$\text{النسبة المئوية النظرية للماء} = 100 \times \frac{\text{وزن جزيئي للماء} \times 2}{\text{وزن جزيئي لنموذج BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

$$14.75 = 100 \times \frac{2 \times 18}{244.3} = 100 \times \frac{\text{الجزء (الماء)}}{\text{الكل (النموذج)}} = \text{النسبة المئوية النظرية للماء}$$

يطبق القانون الناتج بالتعويض خصوصا عندما يكون وزن النموذج مجهول اذ يتعدر تطبيق قانون حساب وزن الماء نظريا. ثم تقارن النسبة المئوية النظرية مع النسبة المئوية العملية المذكورة سابقا .

### كيفية حساب الخطأ المطلق

$$\text{الخطأ المطلق} = \text{القيمة العلمية} - \text{القيمة النظرية}$$

### كيفية حساب الخطأ النسبي

$$\text{الخطأ النسبي المئوي} = 100 \times \frac{\text{الخطأ المطلق}}{\text{القيمة النظرية}}$$

الأسئلة

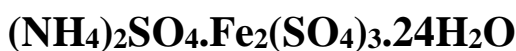
١. قارن بين النسبة المئوية العملية والنظرية لكمية الماء في الأنموذج ؟
٢. احسب الخطأ المطلق او الخطأ النسبي ؟
٣. لماذا تبرد الجفنة في مجفف بعد تسخينها ؟
٤. لماذا يلزم تسخين الجفنة وهي فارغة ؟
٥. ماذا تستدل من العبارة التالية : "يمكن تسخين  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  الى درجة حرارة 900 مئوية لطرد الماء منه"
٦. هل يمكن تقدير الماء في المواد التالية  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ,  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  بنفس الطريقة أعلاه؟
٧. احسب نقاوة الملح ( الأنموذج ) المستخدم في التجربة  
( $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ )
٨. احسب عدد جزيئات الماء في الملح المستخدم عمليا.

### تقدير العناصر بطريقة المتطاير

#### الأساس النظري

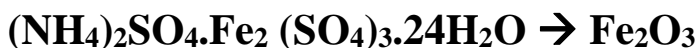
يمكن تقدير عدد كبير من العناصر في مركباتها المتضمنة مركبات متطايرة وذلك بحرق هذه المركبات والتخلص من المركبات المتطايرة مثلا:

١. تقدير الحديد في شب الحديد الامونياكي

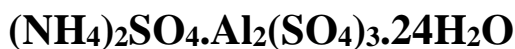


حيث يحرق هذا الشب فيعطي  $Fe_2O_3$  ومركبات متطايرة كما في

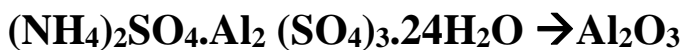
المعادلة:



٢. تقدير الألمنيوم في شب الألمنيوم الامونياكي



حيث عند حرقه يعطي  $Al_2O_3$  ومركبات متطايرة كما يلي:



#### المواد والأدوات المستعملة

١. شب الحديد الامونياكي  $(NH_4)_2SO_4 \cdot Fe_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$

٢. شب الألمنيوم الامونياكي  $(NH_4)_2SO_4 \cdot Al_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$

٣. جفنة خزفية

٤. فرن كهربائي

٥. مجفف زجاجي

٦. ميزان كهربائي حساس

### طريقة العمل

سخن جفنة خزفية فارغة في مجفف كهربائي oven عند درجة حرارة 100م° ولمدة 15 دقيقة ثم بردها في مجفف زجاجي (يحتوي على كلوريد الكالسيوم اللامائي) لمدة 15 دقيقة ثم زنها اعد هذه العملية عدة مرات لحين ثبوت الوزن (ثبت الوزن).

وزن ( 0.500- 1.000) غم من النموذج (شب الحديد او الالمنيوم) في الجفنة الخزفية وسخنها في فرن كهربائي furnace عند درجة حرارة 1000 م° لمدة 15 دقيقة ثم بردها في مجفف زجاجي لمدة 15 دقيقة ثم زنها . اعد العملية عدة مرات لحين ثبوت الوزن (ثبت الوزن).

### ملاحظة

المادة الموزونة هنا اوكسيد الحديد  $Fe_2O_3$  في حالة شب الحديد الامونياكي و اوكسيد الالمنيوم  $Al_2O_3$  في حالة شب الالمنيوم الامونياكي .

### الحسابات

١. حساب النسبة المئوية العملية للحديد:

$$\frac{\text{الوزن الذري للـ } 2 \times Fe}{\text{الوزن الجزيئي للـ } Fe_2O_3} \times \text{وزن } Fe_2O_3 = \text{وزن الحديد عمليا}$$

وزن الحديد عمليا

$$100 \times \frac{\text{وزن الأنموذج (شب الحديد)}}{\text{النسبة المئوية العملية للحديد}} = 100$$

٢. حساب النسبة المئوية العملية للألمنيوم

$$\frac{\text{وزن الألمنيوم عمليا} \times \text{وزن } Al_2O_3}{\text{الوزن الجزيئي للـ } Al_2O_3} = 2 \times Al$$

$$100 \times \frac{\text{وزن الألمنيوم عمليا}}{\text{وزن الأنموذج (شب الألمنيوم)}} = \text{النسبة المئوية العملية للألمنيوم}$$

يمكن حساب النسبة المئوية النظرية للحديد أو الألمنيوم في شبيهما من خلال استخدام وزن شب الحديد أو الألمنيوم.

$$\frac{\text{وزن الحديد نظريا} \times \text{وزن النموذج (شب الحديد)}}{\text{الوزن الجزيئي لشب الحديد}} = 2 \times Fe$$

$$100 \times \frac{\text{وزن الحديد نظريا}}{\text{وزن الأنموذج (شب الحديد)}} = \text{النسبة المئوية النظرية للحديد}$$



### الأسئلة

١. بين كيف تستطيع حساب نقاوة الملح في الحالتين؟
٢. اكتب القوانين التي يمكن من خلالها يمكن حساب النسبة المئوية النظرية للألمنيوم؟
٣. احسب النسبة المئوية لـ  $Fe_2(SO_4)$  و  $Al_2(SO_4)_3$  كل في ملحه .
٤. احسب الخطأ المطلق والخطأ النسبي؟
٥. الى أي نوع من الأملاح ينتمي الشب؟

### تقدير الكلوريد على هيئة كلوريد الفضة

#### الأساس النظري

يمكن تقدير الكلوريد في نموذج بالطريقة الوزنية الترسيبية وذلك بإذابة الأنموذج في الماء و تحميضه بحامض النتريك المخفف ثم إضافة زيادة من محلول نترات الفضة .عندها يوزن الراسب ( كلوريد الفضة ) بعد ترشيحه وغسله وتجفيفه.



راسب ابيض

إن فائدة إضافة حامض النتريك المخفف للمحلول المائي للملح الحاوي على الكلورايد هي لمنع ترسب بعض أملاح الفضة مثل كاربونات الفضة  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  وفوسفات الفضة  $\text{Ag}_3\text{PO}_4$  والتي تترسب في المحلول المتعادل والقاعدي في حالة وجودها في المحلول كذلك فإن راسب كلوريد الفضة في بداية تكوينه يسلك بهيئة راسب غروي ولكن بمجرد تسخينه يبدأ بالتكتل وذلك لوجود المحيط الحامضي وعندها يصبح المحلول رائقا بعد أن كان عكرا.

إن الراسب يغسل بقليل من حامض النتريك المخفف وذلك لمنع تفككه وان الحامض المخفف يزال بتأثير التسخين .

إن كلوريد الفضة حساس للضوء حيث يتحلل بتأثيره وعندها يكتسب الراسب لون بنفسجي بسبب تراكم الفضة الناتجة من التحلل الضوئي .



### الأدوات والمواد المستعملة

١. جفنة زجاجية
٢. مجفف كهربائي (oven)
٣. مسخن كهربائي (heater)
٤. ماسك حديدي
٥. مجفف زجاجي
٦. وحدة ترشيح
٧. ملح الكلوريد الذائب في الماء
٨. حامض النتريك المركز
٩. نترات الفضة (M 0.1)
١٠. حامض النتريك (M 0.1)
١١. محرك زجاجي
١٢. قذح زجاجي
١٣. زجاجة ساعة

### طريقة العمل

جفف عند درجة حرارة ( 100- 110 م ) كلوريد الصوديوم او كلوريد البوتاسيوم اللذان يكونان ملائمين لهذه التجربة زن بدقة ( 0.300 – 0.200) غم من الملح (أو ما يحتوي على 0.100 غم تقريبا من الكلورايد ) في قنينة وزنية منظفة ومجففة وموزونة بدقة . انقل النموذج الى قذح زجاجي سعته 250 مل مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة كغطاء .

## الفصل الخامس

أضف 150 مل من الماء المقطر الخالي من الكلورايد وذوب الملح بالتحريك ثم حمض المحلول بإضافة 0.5 مل حامض النتريك المركز. أضف محلول نترات الفضة (0.1) مولاري ببطء مع التحريك المستمر الى المحلول البارد مع إضافة زيادة تتراوح بمقدار ( 10 - 15 ) مل تقريبا ويمكن التأكد من ذلك بعد تكوين الراسب أضف زيادة من محلول نترات الفضة ولاحظ هل يتكون راسب أم لا. سخن المحلول قريبا من درجة الغليان ولمدة دقيقتين لكي يتكثف الراسب ابعث القدر الزجاجي عند التسخين واترك الراسب يستقر ثم أضف بضع قطرات من نترات الفضة وذلك لإكمال الترسيب فإذا لم يتعكر المحلول الرائق فهذا يعني أن عملية الترسيب قد تمت ضع القدر الزجاجي في مكان مظلم لمدة ساعة او ساعتين وذلك لإتمام عملية الهضم .

الآن خذ جفنة ترشيح نظيفة وجففها لمدة 15 دقيقة في المجفف الكهربائي ثم بردها لمدة 15 دقيقة في مجفف زجاجي ثم زنها بدقة (كرر العملية لحين ثبوت الوزن) رشح واجمع الراسب في الجفنة ثم اغسل الراسب بحامض النتريك المخفف البارد ( 3 - 5 ) مل ولعدة مرات لحين التأكد من أن الراشح خالي من آثار نترات الفضة وللتأكد من ذلك تؤخذ كمية من الراشح ويضاف إليها قطرتين من حامض الهيدروكلوريك المخفف ( M 0.1 ) فان لم يظهر هذا الراسب فهذا يدل على اكمال عملية الغسل (للتأكد من عدم وجود  $Ag^+$ ). جفف الراسب في مجفف كهربائي درجة حرارته (130 – 150) م لمدة ساعة ثم برد في مجفف زجاجي ثم زن بدقة . كرر العملية عدة مرات (التسخين والتبريد) لحين ثبوت الوزن.

### الحسابات

$$1 - \text{وزن الكلورايد عمليا} = \text{وزن AgCl} \times \frac{\text{الوزن الذري للـ Cl}}{\text{الوزن الجزيئي للـ AgCl}}$$

$$2 - \text{النسبة المئوية العملية للكلوريد} = 100 \times \frac{\text{وزن الكلورايد العملي}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

$$3 - \text{وزن الكلورايد نظريا} = \text{وزن KCl} \times \frac{\text{الوزن الذري للـ Cl}}{\text{الوزن الجزيئي للـ KCl}}$$

$$4 - \text{النسبة المئوية النظرية للكلوريد} = 100 \times \frac{\text{وزن الكلورايد العملي}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

٥- حساب النقاوة للأنموذج KCl

$$\text{وزن ملح KCl العملي} = \text{وزن AgCl} \times \frac{\text{الوزن الجزيئي للـ KCl}}{\text{الوزن الجزيئي للـ AgCl}}$$

$$\text{نقاوة ملح KCl} = 100 \times \frac{\text{وزن ملح KCl العملي}}{\text{وزن KCl النظري (من الميزان)}}$$

ويمكن حساب النقاوة للراسب AgCl بالشكل التالي

$$\text{وزن راسب AgCl النظري} = \text{وزن الأنموذج KCl} \times \frac{\text{الوزن الجزيئي للـ AgCl}}{\text{الوزن الجزيئي للـ KCl}}$$

$$\text{نقاوة راسب AgCl} = 100 \times \frac{\text{وزن راسب AgCl العملي}}{\text{وزن راسب AgCl النظري}}$$

### الأسئلة

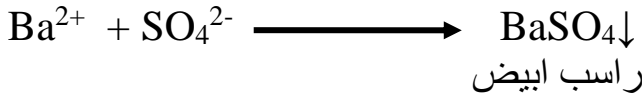
١. احسب الخطأ المطلق والخطأ النسبي؟
٢. احسب نقاوة الملح المستعمل؟
٣. ما هي خواص كلوريد الفضة؟
٤. اكتب معادلة التحلل الضوئي لكلوريد الفضة بوجود ايون الفضة .
٥. في التجربة أعلاه ماذا يحصل لو كان في المحلول  $Br^-$  ,  $I^-$  وهل يؤثر ذلك على كمية الكلوريد أم لا؟

### تجربة 4:

### تقدير الكبريتات أو الباريوم على هيئة كبريتات الباريوم.

#### الأساس النظري

تتضمن طريقة التقدير هنا الإضافة البطيئة لمحلول كلوريد الباريوم  $BaCl_2$  المخفف الى محلول الكبريتات الساخن والمحمض بحامض الهيدروكلوريك المخفف.



من اجل تقليل ذوبانية كبريتات الباريوم  $BaSO_4$  يُجعل الترسيب في محيط حامضي ضعيف وتركيز معتدل من كلوريد الباريوم وكذلك لمنع ترسيب كربونات وفوسفات وكرومات الباريوم ( $BaCO_3$  ،  $Ba(PO_4)_2$  ،  $BaCrO_4$  ) والتي جميعها غير ذائبة في الوسط المتعادل . ومن اجل الحصول على قيمة واطئة من درجة فوق الاشباع التي (Relative super saturation R.S.S.) ولزيادة الذوبانية فقد تحدث عملية الترسيب في محلول مسخن لدرجة الغليان .

$$R. S. S. = \frac{Q-s}{s}$$

وبالتالي الحصول على:

١. دقائق كبيرة من الراسب

٢. راسب أكثر نقاوة

## الفصل الخامس

يحرق الراسب  $BaSO_4$  في درجة 500 م° حيث يكون الملح ثابتا عند تلك الدرجة أو حتى أعلى منها . ولكن قد يختزل بواسطة ورقة الترشيح عند درجات الحرارة العالية



وهناك احتمال آخر هو قد يتفكك الملح الى اوكسيد الباريوم وثالث اوكسيد الكبريت



ويمكن تلافي ذلك بواسطة تفحيم ورقة الترشيح عند اقل درجة حرارة ممكنه دون أن تستعمل. أما التفكك الطفيف الى كبريتيد الباريوم فيمكن إرجاعه وذلك بتبريد الراسب و الجفنة بعد الحرق ثم إضافة حامض الكبريتيك (بضع قطرات) ثم إعادة التسخين حتى يطرد الحامض غير المستعمل.



### الأدوات والمواد المستعملة

١. جفنة خزفية
٢. ماسك حديدي
٣. قذح زجاجي
٤. ميزان كهربائي حساس
٥. فرن كهربائي
٦. وحدة ترشيح
٧. محرك زجاجي



٨. مسخن كهربائي
٩. ملح كبريتات البوتاسيوم او الصوديوم
١٠. محلول نترات الفضة المخفف
١١. حامض الهيدروكلوريك المركز
١٢. محلول كلوريد الباريوم
١٣. حامض الكبريتيك المخفف

### طريقة العمل

زن 0.300 غم من الأنموذج الصلب (كبريتات البوتاسيوم او كبريتات الصوديوم) وانقله الى قرح زجاجي سعة 500 مل مزود بقضيب زجاجي وزجاجة ساعة كغطاء وأضف 25 مل ماء مقطر لإذابة الملح الصلب ثم 1 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز ثم أكمل الحجم الى 200 مل بواسطة الماء المقطر ثم سخن المحلول لدرجة الغليان .

أضف (10- 12) مل من محلول 5 % لكلوريد الباريوم المسخن مع التحريك المستمر واترك المحلول المائي لمدة دقيقتين ثم أضف كمية قليلة من كلوريد الباريوم لإكمال الترسيب ثم أضف ببطء 1 مل زيادة من محلول العامل المرسب واترك المحلول المغطى على حمام مائي لمدة ساعة لغرض الهضم (لماذا؟) .

**ملاحظة : حجم المحلول يجب ان لا يقل عن 150 مل .**

## الفصل الخامس

يفضل إجراء عملية إكمال الترسيب مرة أخرى. عندها يكون المحلول جاهز للترشيح. رشح المحلول من خلال ورقة ترشيح واتمان رقم (٤) ناقلا الراسب بواسطة قضيب زجاجي نظيف الى ورقة الترشيح مستعملا الماء الساخن . اغسل ورقة الترشيح بواسطة الماء الساخن الى أن يصبح الراشح خاليا من ايونات الكلوريد حيث تحصل على محلول رائق عن إضافة نترات الفضة .

انقل ورقة الترشيح الى جفنة خزفية قد تم تثبيت وزنها مسبقا . فحم ورقة الترشيح على لهب مصباح مع ضمان عدم التهاب ورقة الترشيح ثم احرقها الى رماد ابيض واخيرا ضع الجفنة في الفرن عند درجة حرارة (800 - 1000) م لمدة نصف ساعة ثم بردها في مجفف زجاجي وثبت الوزن . كرر العملية لعدة مرات حتى تحصل على وزن ثابت.

### الحسابات

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للـ } SO_4}{\text{الوزن الجزيئي للـ } BaSO_4} \times \text{وزن راسب } BaSO_4 = \text{وزن الكبريتات العملي}$$

$$\text{النسبة المئوية العملية للكبريتات} = 100 \times \frac{\text{وزن الكبريتات العملي}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

$$\frac{\text{الوزن الجزيئي للـ } SO_4}{\text{الوزن الجزيئي للـ } K_2SO_4} \times \text{وزن الأنموذج } K_2SO_4 = \text{وزن الكبريتات النظري}$$

$$\text{النسبة المئوية النظرية للكبريتات} = 100 \times \frac{\text{وزن الكبريتات النظري}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

الوزن الجزيئي للـ  $K_2SO_4$   $\times$  وزن راسب  $BaSO_4$  = وزن  $K_2SO_4$  العملي  
 $\frac{\text{الوزن الجزيئي للـ } K_2SO_4}{\text{الوزن الجزيئي للـ } BaSO_4}$

نقاوة النموذج  $K_2SO_4$  =  $100 \times \frac{\text{وزن } K_2SO_4 \text{ العملي}}{\text{وزن } K_2SO_4 \text{ النظري}}$

### الأسئلة

- ١- احسب نقاوة الملح المستعمل؟
- ٢- احسب النسبة المئوية للكبريت في الملح المستعمل؟
- ٣- ما المقصود بالترسيب المشترك Co-precipitation؟ وهل يحصل في هذه التجربة أو لا وضح ذلك.
- ٤- احسب الخطأ المطلق والخطأ النسبي؟
- ٥- ما هو تأثير ورقة الترشيح على راسب كبريتات الباريوم؟
- ٦- هل توجد عوامل مرسبة أخرى للكبريتات؟ اكتب معادلات الترسيب؟

### تعيين الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم

#### الأساس النظري

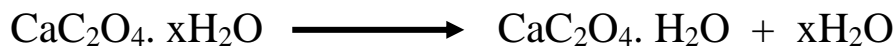
يرسب الكالسيوم على هيئة اوكزالات الكالسيوم (راسب ابيض) بمعاملة محلول الكالسيوم الساخن الحاوي على حامض الهيدروكلوريك مع اوكزالات الامونيوم أو حامض الاوكزاليك وتعادل مع هيدروكسيد الامونيوم



ويفضل أن يتم الترسيب في الوسط الحامضي منعا لتلوث راسب الاوكزالات. كما ويغسل الراسب بمحلول مخفف لاوكزالات الامونيوم .

إن الراسب في المعادلة السابقة غير معلوم الصيغة الكيميائية لوجود عدد غير معرف من جزيئات الماء لذلك يعامل راسب  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  بطرائق حرارية للحصول على صيغة كيميائية معروفة

١. يقدر على هيئة اوكزالات الكالسيوم احادية الماء وذلك بالتجفيف بدرجة حرارة من 100 – 110 مئوية لمدة ساعة .



٢. يقدر على هيئة اوكزالات الكالسيوم وذلك بالتجفيف بدرجة حرارة 200 مئوية .



٣. يقدر على هيئة كاربونات الكالسيوم بالحرق بدرجة 475 – 525 مئوية بفرن كهربائي وهذه الطريقة تفضل لكون كاربونات الكالسيوم مادة غير متميعه



٤. يقدر على هيئة اوكسيد الكالسيوم بالحرق بدرجة 1200 مئوية وهي الطريقة الأكثر استعمالا.



### الأدوات المستعملة

١. قذح زجاجي
٢. محرك زجاجي
٣. زجاجة ساعة
٤. جفنة (خزفية أو زجاجية) حسب درجة الحرارة
٥. وحدة ترشيح
٦. مجفف كهربائي او فرن كهربائي
٧. مجفف زجاجي

### المواد الكيميائية

١. كاربونات الكالسيوم
٢. حامض الهيدروكلوريك (1:1)
٣. محلول او كزالات الامونيوم 4 %
٤. محلول الامونيا (1:1)

٥. محلول اوكزالات الامونيوم 0.1 %

٦. محلول مخفف من نترات الفضة

٧. دليل المثيل الأحمر

### طريقة العمل

زن 0.500 غرام من كاربونات الكالسيوم المجفف عند درجة حرارة 110 – 130 درجة مئوية لمدة ساعة. انقل الوزن الى قرح زجاجي سعة 400 مل وأضف إليه 10 مل من الماء المقطر كمنذيب ثم 5 مل من حامض الهيدروكلوريك (1:1) رج الخليط حتى يذوب الملح . سخن المحلول حتى الغليان لمدة (3-5) دقيقة لطرد CO<sub>2</sub> ثم أكمل الحجم الى 200 مل بالماء المقطر ثم أضف قطرتين من دليل المثيل الأحمر.

سخن المحلول حتى درجة الغليان وأضف بصورة بطيئة جدا محلول ساخن من اوكزالات الامونيوم (4%) . ثم أضف محلول الامونيا المخفف (1:1) حتى يكون المحلول متعادل أو قليل القاعدية ونستدل على ذلك من خلال تغير لون المحلول من الأحمر الى الأصفر . اترك الخليط يركد لمدة ساعة على حمام مائي دون ان يغلي ثم افحص اكمال الترسيب بإضافة قطرات من العامل المرسب .

رشح باستخدام جفنة ترشيح زجاجية موزونة سابقا واغسل القرح الزجاجي بالماء ( من اجل نقل الراسب) . ثم اغسل الراسب عدة مرات بواسطة محلول مخفف من اوكزالات الامونيوم 0.1 % الى أن يزول ايون الكلوريد ويتم التأكد من ذلك بواسطة إضافة قطرات من محلول نترات الفضة المخفف الى الراشح . ثم جفف الراسب بدرجة حرارة 110 درجة مئوية وبرد بالمجفف الزجاجي ثم أوزن راسب CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O.

### الحسابات

وزن Ca العملي = وزن راس  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$   $\times$   $\frac{\text{الوزن الذري للـ Ca}}{\text{وزن جزيئي للـ } \text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}}$

$$\text{Ca \% العملية} = 100 \times \frac{\text{وزن Ca العملي}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

وزن Ca النظري = وزن النموذج  $\text{CaCO}_3$   $\times$   $\frac{\text{الوزن الذري للـ Ca}}{\text{الوزن الجزيئي للـ } \text{CaCO}_3}$

$$\text{Ca \% النظرية} = 100 \times \frac{\text{وزن Ca النظري}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

### الأسئلة

١. احسب النسبة المئوية النظرية للكالسيوم؟
٢. ماهي القوانين الخاصة بحساب النسبة المئوية النظرية والعملية للكالسيوم عند معاملة الراسب بدرجة 1200 مئوية؟
٣. اكتب القوانين عندما يراد استخدام درجة حرارة 475-525 مئوية كمعاملة حرارية للراسب  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ؟
٤. احسب نقاوة الملح المستعمل في التجربة؟
٥. إذا أعطيت 250 مل من ماء الإسالة راسبا وزنه 0.046 غرام فما هي كمية الكالسيوم الموجودة في الماء محسوبة بأجزاء المليون ppm؟
٦. ما هو تأثير زيادة تركيز الهيدروجين على راسب  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ؟

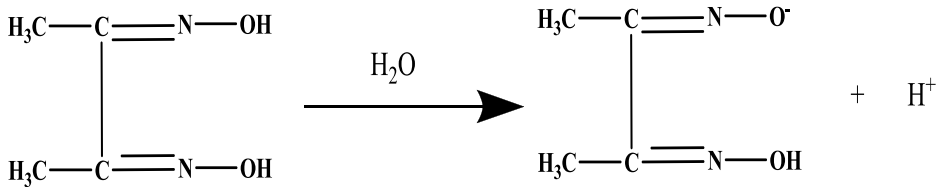


### تجربة 6 :

### تقدير النيكل على هيئة ثنائي مثيل كلايوكسيم

#### الأساس النظري

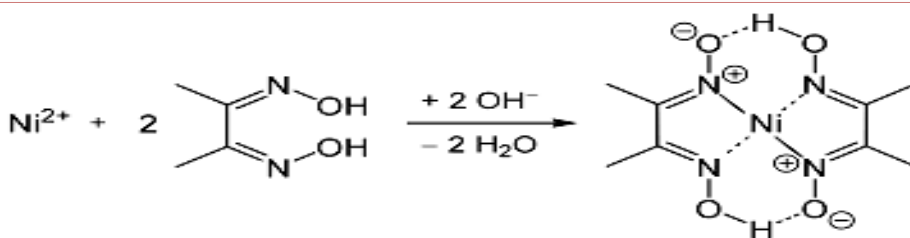
إن الكاشف ثنائي مثيل كلايوكسيم هو من المرسبات العضوية المعروفة وهو من أحسن المرسبات إذ انه حامض ضعيف صيغته  $(\text{CH}_3\text{C}=\text{NOH})_2$  ويزوب قليلا في الماء معطيا ايونا واحدا من الهيدروجين



ويزوب كذلك في الكحول لذا يستخدم محلوله الكحولي بصورة خاصة لترسيب كل من النيكل و البلاديوم و لكن الأول يترسب في محاليل قاعدية بواسطة هيدروكسيد الامونيوم بينما يترسب الثاني في محاليل حامضية. يتحد ايون النيكل الثنائي مع جزيئين من ثنائي مثيل كلايوكسيم مكون راسب احمر قانيا ( قليل الذوبان بالماء مستقر لوجود حلقتين سداسيتين وحلقتين خماسيتين) و يتحرر ايونين من الهيدروجين يتعادلان بدورهما مع زيادة من هيدروكسيد الامونيوم .



## الفصل الخامس



### الأدوات والمواد المطلوبة

#### الأدوات

١. جفنة زجاجية
٢. قرح زجاجي
٣. محرك زجاجي
٤. زجاجة ساعة
٥. مجفف كهربائي
٦. ميزان كهربائي حساس
٧. ماسك حديدي
٨. وحدة ترشيح

#### المواد الكيميائية

١. كلوريد النيكل او كبريتات النيكل الامونيوم كنموذج
٢. حامض الهيدروكلوريك
٣. محلول ثنائي مثيل كلالي او كزيم
٤. محلول امونيا مخفف

#### طريقة العمل

زن ( 0.2 – 0.4 ) غم من كلوريد النيكل او كبريتات النيكل الامونيوم وانقلها الى قرح زجاجي سعة 400 مل مزود بقضيب زجاجي وزجاجة

ساعة كغطاء. أذب النموذج في قليل من الماء المقطر ثم أضف إليه 5 مل من حامض الهيدروكلوريك (1:1) ثم أكمل الحجم الى 200 مل بالماء المقطر سخن المحلول الى (70 - 80) درجة مئوية. أضف زيادة من ثنائي ميثيل كلايوكسيم (على الأقل 5 مل لكل 10 مليغرام من النيكل) (يحسب عدد المليغرامات من النيكل داخل المختبر) أضف محلول الامونيا المخفف قطره قطره مع التحريك المستمر الى ان يتم الترسيب وتبقى كمية من الامونيا (زيادة) يمكن أن يستدل عليها من الرائحة المنبعثة من المحلول .

اترك القدر الزجاجي في حمام مائي ولمدة (20 - 30) دقيقة ثم اجري عملية إكمال الترسيب بإضافة قطرات من ثنائي ميثيل كلايوكسيم اترك الراسب يستقر لمدة ساعة (عملية هضم) هنا يجب أن يكون المحلول رائق عديم اللون وان كان عكس ذلك تعاد عملية إكمال الترسيب مرة أخرى .

رشح المحلول البارد من خلال جفنة زجاج مسامي مسخنة مسبقا (110-120) م لمدة ١٥ دقيقة ومبردة في مجفف زجاجي وموزونة بدقة. اغسل الراسب بالماء البارد الى أن تزول ايونات الكلوريد تماما (يتم التأكد من ذلك بفحص الراشح بواسطة محلول نترات الفضة). جفف الجفنة الحاوية على الراسب عند درجة حرارة 110 - 120 م في مجفف كهربائي لمدة نصف ساعة وبردها في مجفف زجاجي ثم زنها بدقة. كرر العملية عدة مرات الى أن تحصل على وزن ثابت.

### الحسابات

$$\frac{\text{الوزن الذري لـ Ni}}{\text{الوزن الجزيئي NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \text{وزن النموذج} = \text{وزن النيكل النظري}$$

## الفصل الخامس

وزن النيكل النظري

$$100 \times \frac{\text{وزن النيكل النظري}}{\text{وزن النموذج}} = (\text{Ni \%}) \text{ النسبة المئوية النظرية للنيكل}$$

وزن النموذج

الوزن الذري للـ Ni

$$\text{وزن النيكل العملي} = \text{وزن الراسب Ni(DMG)}_2 \times \frac{\text{الوزن الجزيئي Ni(DMG)}_2}{\text{وزن النيكل العملي}}$$

الوزن الجزيئي Ni(DMG)<sub>2</sub>

وزن النيكل العملي

$$100 \times \frac{\text{وزن النيكل العملي}}{\text{وزن النموذج}} = (\text{Ni \%}) \text{ النسبة المئوية العملية للنيكل}$$

وزن النموذج

الخطأ المطلق = الوزن العملي للنيكل - الوزن النظري للنيكل

الخطأ المطلق

$$\frac{\text{الخطأ النسبي}}{\text{الوزن النظري للنيكل}} =$$

الوزن النظري للنيكل

### الأسئلة

١. احسب نقاوة الملح المستعمل؟
٢. ماذا تتوقع ان يكون المحلول الذي تغسل به الجفنة بعد انتهاء التجربة؟
٣. ما هو الوسط الذي يتم فيه الترسيب؟
٤. لماذا يكون الراسب مستقرا؟
٥. اي طريقة من طرق الترسيب المتجانس استخدمت في هذه التجربة؟

### تجربة 7:

### تقدير الألمنيوم في المحاليل المتجانسة باستخدام الكاشف

### الأوكسين Oxine

#### الأساس النظري

إن هذا الكاشف العضوي 8- هيدروكسي كوينولين يتفاعل مع كثير من الايونات الموجبة لتكوين مركبات شحيحة الذوبان ويسمى هذا الكاشف بـ Oxine وان درجة ذوبانية هذه المركبات الناتجة تتغير كثيرا بتغيير الايون الموجب وكذلك تغير الدالة الحامضية pH لذلك يمكن جعل هذا الكاشف ذو انتقائية عالية لتقدير فلز ما وذلك عن طريق السيطرة على الدالة الحامضية pH . يتفاعل الألمنيوم مع العامل المرسب 8- هيدروكسي كوينولين مكون راسب اخضر مصفر الى راسب اصفر مخضر .



#### الأدوات والأجهزة المستعملة

١. قرح زجاجي
٢. محرك زجاجي
٣. زجاجة ساعة
٤. جفنة ترشيح زجاجية
٥. حمام مائي
٦. ماسك حديدي

٧. ميزان كهربائي حساس

٨. مجفف زجاجي

٩. وحدة ترشيح

### المواد الكيميائية المستخدمة

١. كلوريد الامونيوم

٢. الاوكسين

٣. حامض الخليك

٤. حامض الهيدروكلوريك

٥. اليوريا

٦. خلاص الامونيوم

### طريقة العمل

١. زن 0.1 غم من كلوريد الامونيوم وانقله الى قدح زجاجي سعة 400 مل وأضف إليه 1 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز وأكمل الحجم الى 200 مل ماء مقطر. أضف زيادة من الأوكسين (1 مل من محلول الكاشف لكل 3 ملغم AI في الأنموذج). ثم أضف خلاص الامونيوم (2 مولاري) لحين بداية تكون الراسب. أضف عند هذه اللحظة يوريا (5 غم لكل 25 ملغم من الألمنيوم في الأنموذج) وسخنه لدرجة الغليان حيث يكون القدح الزجاجي مغطى بزجاجة ساعة لمدة ساعة واحدة والى أن يتحول اللون من اصفر مخضر الى برتقالي مصفر .

٢. برد المحلول ثم رشح في جفنة ترشيح زجاجية مجففة وموزونة سابقا. اغسل الراسب عدة مرات بالماء المقطر البارد ثم جفف الراسب عند

درجة حرارة 130 م° ولمدة نصف ساعة ثم برد في مجفف زجاجي  
وكرر العملية عدة مرات لحين الحصول على وزن ثابت.

### الحسابات

$$\frac{\text{الوزن الذري للـ Al}}{\text{الوزن الجزيئي } Al(C_9H_6NO)_3} \times \text{Al}(C_9H_6NO)_3 = \text{وزن راسب}$$

$$\text{النسبة المئوية العملية للألمنيوم} = 100 \times \frac{\text{وزن الألمنيوم العملي}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

$$\frac{\text{الوزن الذري للـ Al}}{\text{الوزن الجزيئي } AlCl_3} \times AlCl_3 = \text{وزن الأنموذج النظري}$$

$$\text{النسبة المئوية النظرية للألمنيوم} = 100 \times \frac{\text{وزن الألمنيوم النظري}}{\text{وزن الأنموذج}}$$

$$\text{الخطأ المطلق} = \text{الوزن العملي للألمنيوم} - \text{الوزن النظري للألمنيوم}$$

$$\frac{\text{الخطأ المطلق}}{\text{الوزن النظري للألمنيوم}} = \text{الخطأ النسبي}$$

### الأسئلة

١. لماذا تضاف اليوريا أثناء التجربة؟ وضح ذلك بالمعادلات .
٢. لماذا تضاف خلايا الامونيوم قبل إضافة اليوريا؟
٣. احسب نقاوة الملح المستخدم؟
٤. احسب نقاوة الراسب الناتج؟
٥. اي طريقة من طرق الترسيب المتجانس استخدمت بالتجربة؟
٦. اكتب معادلة الترسيب بالصيغة التركيبية الفراغية .



# الفصل السادس

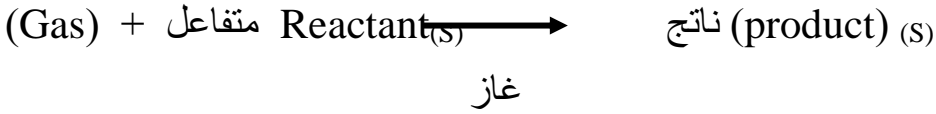
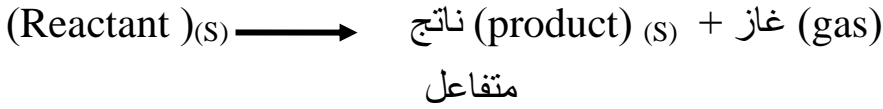




### ٦-١- التحليل الوزني الحراري Thermogravimetry

يقصد بالتحليل الحراري أو القياس الوزني الحراري ( TG ) تلك التقنية التي يقاس بها تغير كتلة الأنموذج بدلالة درجة حرارته. ويدعى المنحني الناتج من رسم التغير في الكتلة ضد درجة الحرارة بالمنحني الوزني الحراري Thermo gravimetric curve

إن هذا المنحني يبين معلومات تخص الاستقرار الحراري ومعدلات التفاعل وعمليات التفاعل وتركيب الأنموذج الكيميائي وتعد المواد الصلبة أفضل النماذج التي تناسب التحليل الحراري حيث أن هذا المواد تخضع لواحد من هذين التفاعلين :

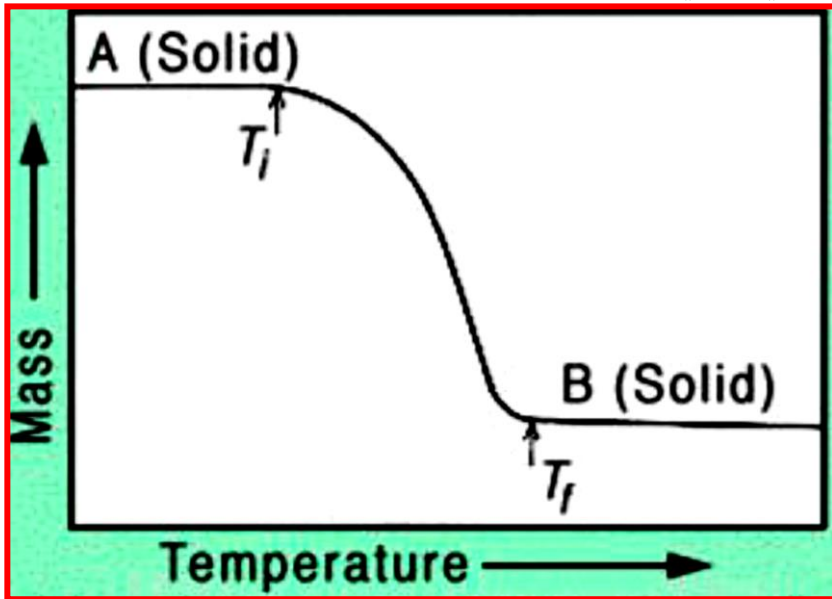


فيتضمن التفاعل الأول فقدان في الكتلة بينما يتضمن التفاعل الثاني زيادة في الكتلة .

أن القياس الوزني الحراري (TG) هو متابعة التغير في كتلة المادة أو النظام بمرور الوقت وثبوت درجة الحرارة ( تسخين متحارر) أو بمرور الزمن وتغير درجة الحرارة بمعدل تسخين أو تبريد ثابت ( تسخين غير متحارر ) والأخير هو الشائع.

أن منحنيات التحليل الحراري تعطي معلومات تخص التركيب الكيميائي والاستقرار الحراري لكل من العينة أو الأنموذج المسخن والنواتج

العرضية إضافة الى معرفة الاستقرار الحراري للنواتج النهائية إن وجدت .  
والشكل (٦-١) يمثل منحنى حراري للتفاعل ذي مرحلة تحلل واحدة. تعرف  
درجة الحرارة التي يبدأ عندها تغير الكتلة بدرجة الحرارة الابتدائية  
Initial Temperature ( $T_i$ ) و التي يبدأ عندها التفاعل و الدرجة التي  
يتوقف عندها تغير الكتلة بدرجة الحرارة النهائية Final Temperature  
( $T_f$ ) و التي ينتهي عندها التفاعل.

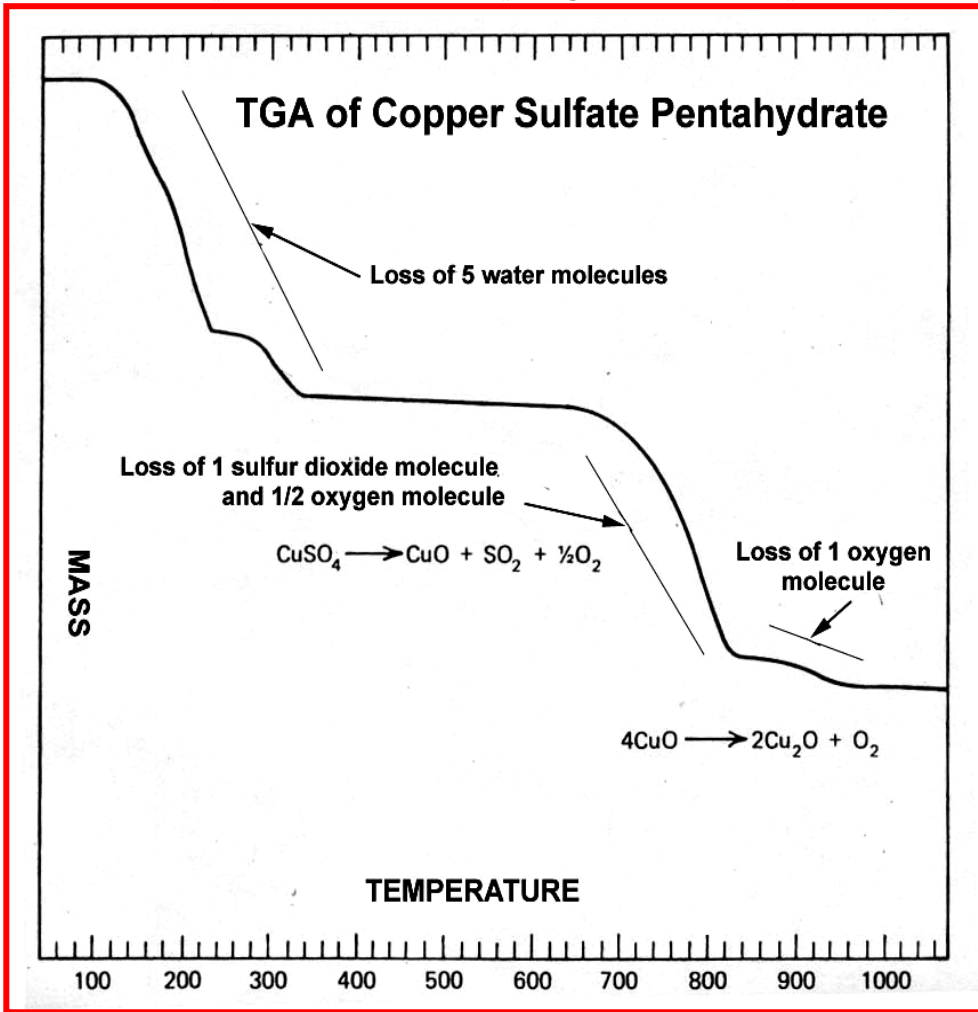


شكل (٦-١): منحنى حراري ذي مرحلة تحلل واحدة

ومن خلال الشكل (٦-٢) نلاحظ المنحنى الحراري البسيط لفقدان ماء  
التبلور لكبريتات النحاس ذات الخمسة جزيئات ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) إذ يمكن  
أن نلاحظ وجود نقطتين ذواتا أهمية رئيسية للمحلل الكيميائي. تشمل الأولى  
شكل المنحنى ودرجات الحرارة التي يحصل عندها التغير في الكتلة . حيث  
يمكن تمييز المركبات بشكل منفرد باستخدام هذه المعلومات ولكن تطابقية  
درجات الحرارة التي يحصل عندها تغير الكتلة تتأثر كثيرا بظروف  
التجربة وهذا السبب فإن كفاية التحليل النوعي للقياسات الوزنية تحتاج الى

## الفصل السادس

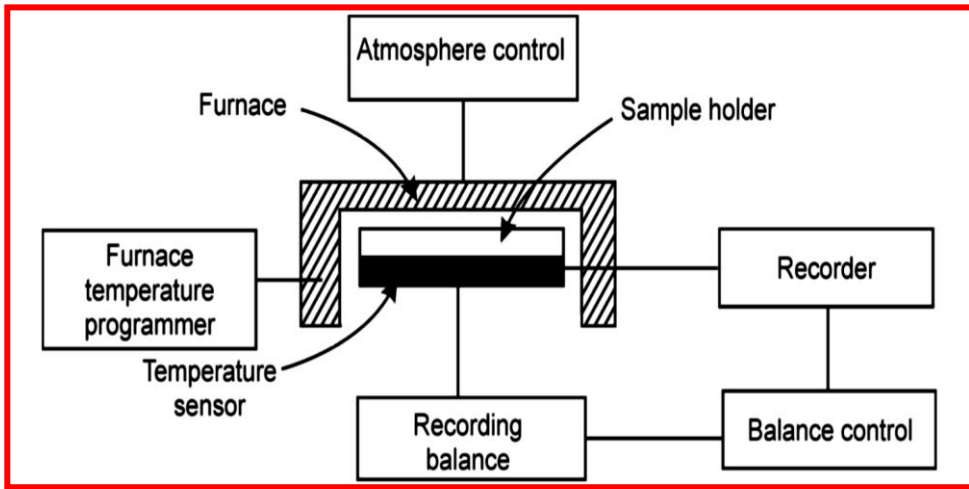
تحقيق أكثر . أما الميزة الثانية للمنحني فهي كمية تغيرات الكتلة والتي تكون أكثر استخدام والسبب يعود الى عدم اعتمادها على العديد من العوامل التي تؤثر على شكل المنحني الوزني الحراري . حيث أن تغيرات الكتلة يمكن أن تتأثر طرديا بالاتحاد العنصري Stoichiometric للتفاعلات الجارية منه دون الاعتماد على درجة الحرارة ونتيجة لذلك يمكن الحصول على تحليل كمي مضبوط للنماذج التي يكون تركيبها النوعي معلوم .



شكل (٦-٢): المنحني الحراري الوزني لكبريتات النحاس المائية

٦-٢- الأجهزة instrumentation

أن أجهزة التحليل الوزني الحراري تتكون من عدة مكونات رئيسية هي الميزان ، وسيلة التسخين ، وحدة قياس وسيطرة درجة الحرارة وحدة تسجيل تغيرات الكتلة والحرارة الاوتوماتيكية ، نظام السيطرة على محيط الأنموذج . وأن الشكل (٦-٣) يمثل مخططا بجهاز تحليل حراري وزني.



شكل (٦-٣): مخطط الجهاز تحليل وزني

٦-٣- مواصفات جهاز التحليل الوزني الحراري

١. قابلية الميزان على تسجيل فقدان او اكتساب الكتلة للنموذج بدلالة درجة الحرارة أو الزمن .
٢. أن يسجل الميزان ضبط مقداره + 0.1 - 0 % لفقدان الكتلة و + ١ % لدرجة الحرارة.
٣. أن يكون الفرن ذو مدى واسع ابتداء من درجة حرارة الغرفة الى 2400 م°

٤. يجب أن لا تؤثر التأثيرات الفيزيائية والمغناطيسية على ضبط الميزان.
٥. يجب تجهيز الفرن بالأجهزة التكميلية حتى يسمح بتسخين النموذج تحت أجواء مختلفة
٦. يجب أن يكون جهاز التحليل الوزني الحراري متعدد الاستعمالات كقدرته على التسخين بمعدلات مختلفة وتحت سيطرة أوتوماتيكية ومبرمجة لدرجة الحرارة المطلوبة .
٧. يجب أن يكون الجهاز بسيط سهل التدرج او المعايرة للتأكد من ضبطه للبرنامج.

### ٦-٤- أهم طرائق التحليل الحراري

١. التحليل الوزني الحراري Thermogravimetric Analysis (TGA)
٢. التحليل الحراري التفاضلي Differential Thermal Analysis (DTA)
٣. المسح المسعري التفاضلي Differential Scanning Calorimetry (DSC)
٤. التحليل الوزني الحراري المضغوط Pressurised Thermogravimetric Analysis (PTGA)
٥. التحليل الحراري الميكانيكي Thermo mechanical Analysis (TMA)
٦. التحليل المعتمد على التمدد الحراري Dilatometry (DIL)

٧. التحليل المعتمد على الغازات المتصاعدة Evolved Gas Analysis (EGA)

٨. المعايرات الترمومترية (TT) Thermometric Titrations

ملاحظة

يمكن تعريض العينة لتحليلين معا و في نفس الوقت عند الضرورة مثل  
TGA – DTA و TGA – EGA.

## ٦-٥- تفسير منحنيات التحليل الوزني الحراري

### Interpretation of TGA Curves

تصنف منحنيات التحليل الوزني الحراري اعتمادا على شكلها الى سبعة أنواع (شكل ٦-٤)، و تشمل:

١. يظهر هذه المنحني عدم تغير الكتلة ضمن مدى درجات الحرارة للجهاز و الذي يعزى الى أن درجة تفكك الأنموذج أعلى من مدى درجات الحرارة لجهاز التحليل.

٢. يبين هذا المنحني فقدان كبير لكتلة الأنموذج متبوع بثبوت الكتلة و يتكون هذا المنحني نتيجة تبخر نواتج متطايرة أو حصول عملية بلمرة.

٣. في هذا المنحني نلاحظ عملية تفكك للأنموذج بمرحلة واحدة و بدرجتى حرارة ابتدائية  $T_i$  و نهائية  $T_f$ .



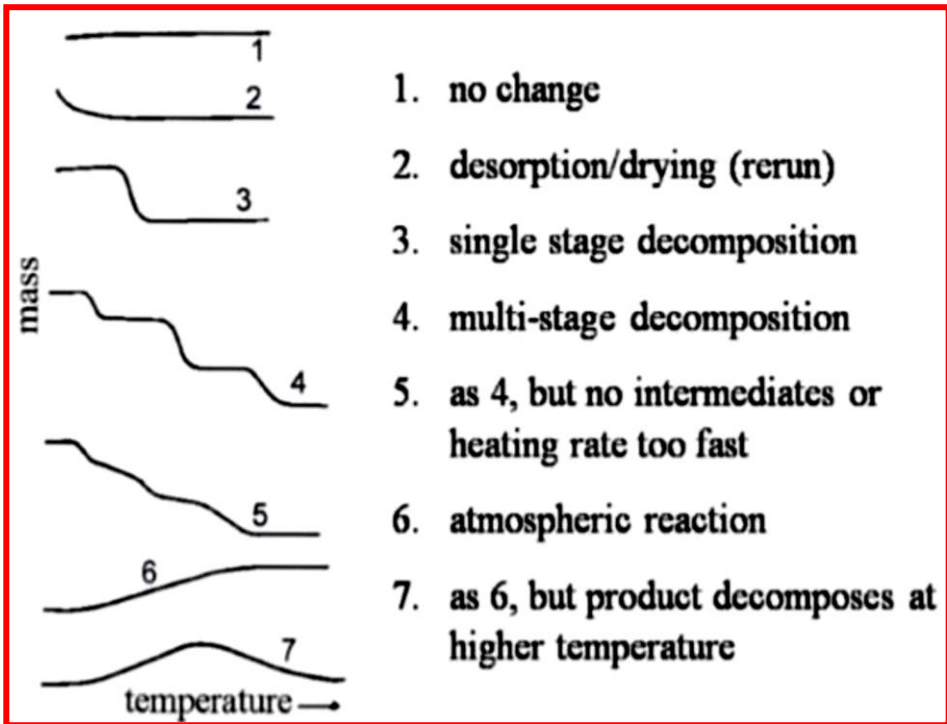
## الفصل السادس

٤. هنا تحصل عملية تفكك للأنموذج و على مراحل متعددة مع تبدد التفاعل.

٥. تحصل عملية تفكك للأنموذج و على مراحل متعددة دون أن يتبدد التفاعل.

٦. في هذه الحالة تزداد كتلة الأنموذج نتيجة لوجود تفاعل بين الأنموذج و الجو المحيط على سبيل المثال تفاعلات أكسدة السطح.

٧. يظهر المنحني تفاعلات متعددة الواحد تلو الآخر مثل تفاعل أكسدة السطح الذي يكون متبوعا بتفكك الناتج أو النواتج.



شكل (٤-٦): تصنيف منحنيات التحليل الوزني الحراري

### ٦-٦- تطبيقات القياس الحراري الوزنية في الكيمياء التحليلية

إن القياسات الحرارية الوزنية TG هي قياسات كمية إذ يمكن قياس تغير الكتلة مع ارتفاع درجة الحرارة بصورة مضبوطة . وبالرغم من تعدد الموازين الحرارية المستخدمة لمثل هذه القياسات فإنه منحنيات TG المستحصلة منها لأنموذج معين تكون متقاربة فيما لو استخدمت الظروف التجريبية نفسها .

لقد طبقت تقنية القياسات الحرارية الوزنية في حقول الكيمياء المختلفة والحقول الأخرى المرتبطة بها وحققت ولا تزال تحقق نتائج جيدة. واهم هذه التطبيقات في الكيمياء التحليلية وحسب ما ذكره ( دوفال ) احد المختصين في هذا المجال .

١. تقدير مديات درجات الحرارة لثبات المركبات الكيمائية المستخدمة في التحاليل الوزنية .

٢. تقدير ما إذا كانت هنالك ضرورة لتجفيف أو حرق الراسب.

٣. إمكانية وزن المواد غير المستقرة في درجات الحرارة الاعتيادية كتلك التي تمتص  $H_2O$  ,  $CO_2$  من الهواء.

٤. دراسة تصرف المواد تحت أجواء غازية مختلفة .

٥. تقدير النقاوة والاستقرار الحراري للكواشف الكيمائية التحليلية .

٦. تعيين تركيب المزيجات المعقدة .

٧. التحاليل الحرارية الوزنية و الأتوماتكية .

٨. تقنيات الترشيح المختلفة مثل صرف أوراق الترشيح.

٩. دراسة التسامي لمختلف المواد.

١٠. تقدير الرطوبة والمواد الطيارة ومقدار الرماد.

١١. حساب ماء التكوين والإماهة في المركبات .

**مثال:** مزيج من اوكسيد الكالسيوم CaO وكاربون الكالسيوم CaCO<sub>3</sub> وقد بين المنحني الحراري الوزني أن هنالك تفاعل واحد بين درجة حرارة 500 و 900 مئوي . حيث ان كتلة النموذج قلت من 125.3 ملغم الى 95.4 ملغم . احسب النسبة المئوية لكاربونات الكالسيوم في الأنموذج، إذا علمت أن الأوزان الجزيئية هي ( M.wt CaCO<sub>3</sub> = 1001 g/mol ، M.wt CO<sub>2</sub> = 441g/mol )

**الحل :**

الوزن المفقود

$$\frac{\text{الوزن المفقود}}{\text{الوزن الجزيئي لـ CO}_2} = \text{عدد الملي مولات لـ CO}_2$$

$$0.682 = \frac{29.9}{44} =$$

عدد ملي مولات CO<sub>2</sub> = عدد ملي مولات CaCO<sub>3</sub>

مليغرامات CaCO<sub>3</sub> = ملي مولات CaCO<sub>3</sub> x الوزن الجزيئي

CaCO<sub>3</sub>

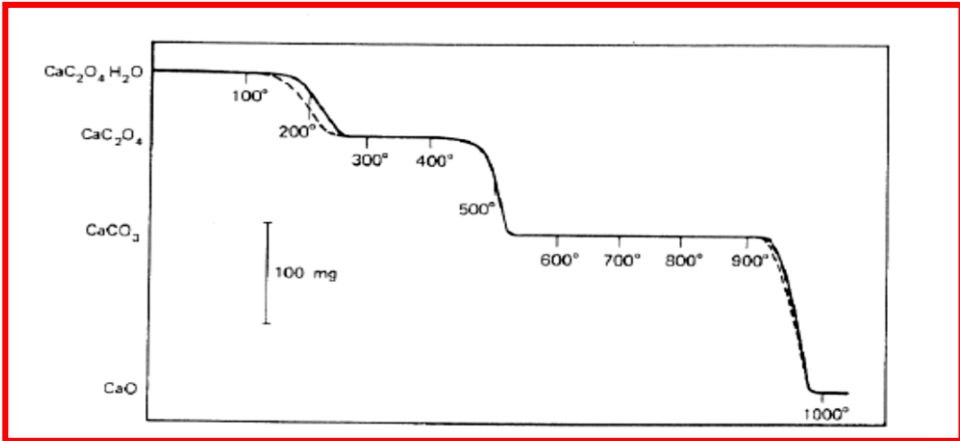
$$100 . 1 \times 0 . 6 8 2 =$$

$$= 68.2 \text{ ملغم}$$

$$100 \times \frac{68.2}{125.3} = \text{النسبة المئوية لـ } \text{CaCO}_3$$

$$= 54.6\%$$

**مثال:** شكل (٦-٤) يمثل المنحني الحراري الوزني لأوكزالات الكالسيوم (monohydrate) نلاحظ الماء يبدأ بالتبخر عند درجة ١٠٠ م° وعند درجة ٢٥٠ م° يحدث انحراف في المنحني والسبب يعود الى الملح اللامائي وأخيرا يكون غاز ثاني اوكسيد الكربون فوق درجة حرارة ٨٧٠ م° ونلاحظ ان الوزن هنا يعتمد على سرعة التسخين.



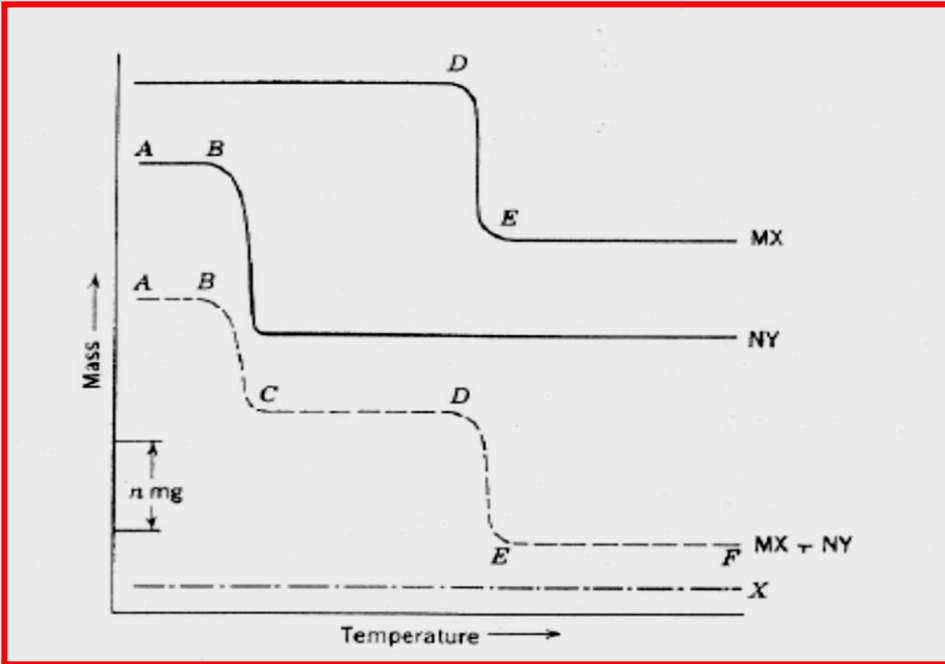
شكل (٦ - ٤): المنحني الحراري الوزني لأوكزالات الكالسيوم

فلاحظ ان المنطقة من 25 و 100 م° تمثل المركب (CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> . H<sub>2</sub>O) وتلك التي بين 226 , 398 م° تمثل CaC<sub>2</sub>O<sub>4</sub> أما التي تقع بين 660 و

420م° فتمثل حرارة استقرار  $\text{CaCO}_3$  ومن هذا يتضح إمكانية اختيار درجة حرارة التجفيف أو الحرق للحصول على راسب أو مركبات قابلة للوزن.

### ٦-٧- التحليل الكمي لخليط من أيونات بدون فصلها

يمكن ان تستخدم تقنية التحليل الحراري الوزني في تقدير عدد من الأيونات في خليط لها بسرعة وبدون فصلها مسبقا . وكمثال على ذلك تقدير أيوني الكالسيوم والمغنسيوم في راسب خليط لأوكزالاتهما الشكل (٥-٦) يوضح المنحنيات الحرارية لكل من اوكزالات الكالسيوم (  $\text{MX}$  ) و اوكزالات المغنسيوم (  $\text{NY}$  ) على انفراد وللراسب الخليط (  $\text{MX} + \text{NY}$  ) فنلاحظ أن المركب  $\text{MX}$  يتحلل بين  $\text{E,D}$  والمركب  $\text{NY}$  يتحلل بين  $\text{C,B}$  وعلى هذا الأساس يمكن تقدير مقدار المركب  $\text{MX}$  من  $\text{D,E}$  ومقدار المركب  $\text{NY}$  منه خلال  $\text{BC}$  في الخليط المجهول . فإذا كانت كل من  $\text{X}$  ,  $\text{Y}$  تمثل كمية الكالسيوم والمغنسيوم المطلوب حسابها في الراسب على التوالي و  $\text{M}$  وزنة الراسب  $\text{CaCO}_3 + \text{MgO}$  عند درجة 500م° و  $\text{n}$  تمثل وزن الراسب  $\text{CaO} + \text{MgO}$  عند درجة 900م° التي يمكن الحصول عليها من المنحني.



شكل (٥-٦): التحليل الكمي الوزني لأيوني الكالسيوم و المغنسيوم في خليط لأوكزالاتهما

وباستخدام وزن الصيغة للكربونات في والاكاسيد المتكونة يمكنه تنظيم المعادلتين التالية:

$$\frac{100x}{40} + \frac{40.3y}{23.3} = M$$

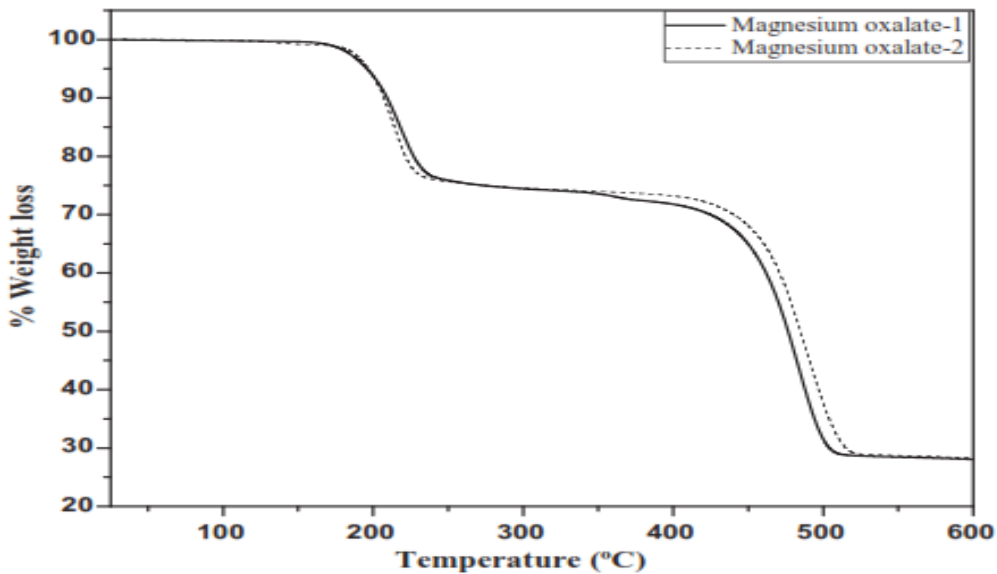
$$\frac{56x}{40} + \frac{40.3y}{24.3} = N$$

$$X = \frac{m-n}{1.1}$$

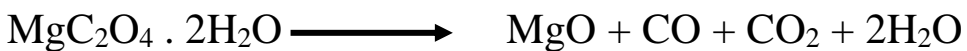
## الفصل السادس

أو أنه ومن خلال هذا نلاحظ أن تحليل مزيج يحتوي على ١٥٤١,٠ غم من  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  و 0.0453 غم من  $\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  بهذه الطريقة وجد أن X تساوي 0.0427 غم مقارنة بقيمتها النظرية التي تساوي 0.0422 غم

**مثال:** تقدير أوكزالات المغنسيوم في مزيج أوكزالات المغنسيوم يوم  $\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  وأوكسيد المغنسيوم  $\text{MgO}$ . من خلال منحنى التحليل الوزني TG الموضح في الشكل (٦-٦) لأوكزالات المغنسيوم. نلاحظ أنه  $\text{MgO}$  يبقى مستقرا عند درجات الحرارة المبينة في الشكل ولا يفقد أي وزن. حيث نلاحظ بأن تسخين  $\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  إلى درجة حرارة بين 487 , 500 °م فإنه يكون  $\text{MgO}$  وفقا للتفاعل ادناه:



شكل (٦-٦): المنحنى الحراري الوزني لأوكزالات المغنسيوم



## الفصل السادس

لذا فإن الوزن النهائي يكون

$$\% \text{Wt.} = ([28+44+2(18)]/148) \times 100 = 73\%$$

وعند ذلك فإن 1غم من اوكزالات المغنسيوم الجاف تفقد 0.73 غم عند تسخينها الى 500 م°. ومن منحنى TG يمكن الحصول على النتائج التالية :

١. الوزن الاصلي للانموذج 2.50 غم

٢. وزن الأنموذج بعد التسخين الى 500 م° هو 1.04 غم

٣. الفقدان في الوزن هو 1.46 غم

ومن خلال ما تقدم فإن 1غم من  $\text{Mg C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  يفقد 0.73 غم عن تسخينه الى 500 م° لذا فان وزن  $\text{Mg C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  في الأنموذج الأصلي يكون .

$$\frac{1.46}{0.73} = 2.0\text{g}$$

وعليه تكون النسبة المئوية لأكزالات المغنسيوم في الأنموذج تساوي

$$\frac{\text{وزن } \text{Mg C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}{\text{الوزن الكلي في الأنموذج}} \times 100$$



$$\frac{2.0}{2.5} \times 100 = 80\%$$

و بالتالي تكون النسبة المئوية لأوكسيد المغنسيوم في المزيج الأولي هي ٢٠%.



# المصادر





## المصادر

### المصادر العربية:

١. د. عبد المحسن عبد الحميد، " التحليل الكيميائي الآلي"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي -جامعة بغداد - كلية التربية ابن الهيثم، ١٩٩٢.
٢. د. احمد فتحي عبيد، " طرق التحليل الآلي"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي، جامعة الموصل، ١٩٨٨.
٣. د. هادي كاظم عوض ، د. صالح محمد سعيد ، د. جواد سلمان البدري ، د. عبد الكريم هاشم الشلال، " الأساسيات النظرية الكيمياء التحليلية اللاعضوية التحليل الكمي الوزني والحجمي"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي، ١٩٨٠.
٤. د. لطيف حميد علي ، د. وسام إبراهيم عزيز ، د. سعد الله توفيق، " طرق تفهم الحسابات الكيمياءية"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي، جامعة الموصل، ١٩٨٥.
٥. د. مؤيد قاسم العبايجي ، د. ثابت سعيد الغبشة، " أسس الكيمياء التحليلية"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي ، جامعة الموصل، ١٩٨٦.
٦. د. هادي كاظم عوض ، د. ساجدة عبد الحميد، " الكيمياء التحليلية العملي"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي، مؤسسة المعاهد الفنية، ١٩٨٤.
٧. د. مجيد محمد علي، د. جواد سلمان ، د. عالية حسين بشار، د. كنعان محمد جميل ، د. سامي كريس طوبيا، " الكيمياء التحليلية الكمية"، جامعة بغداد، ١٩٧٨.
٨. د. فاضل جاسم محمد، " التحاليل الحرارية"، وزارة التعليم العالي والبحث العلمي، جامعة بغداد، ١٩٨٥.

1. G.J Shugar, R. A. Shugar, L. Bauman and R. S. Bauman, "Chemical Technician's Ready Reference Handbook", 2<sup>nd</sup> edition, international edition, McGraw-Hill Book Company, 1981.
2. D. A. Skoog and D. M. West, "Principles of Instrumental Analysis", 2<sup>nd</sup> edition, Saunders College/Holt. Rinehart and Winston, 1980.
3. S. Mitra, " Sample Preparation Techniques in Analytical Chemistry", John Wiley & Sons, Inc., 2003.
4. D. C. Harris, "Quantitative Chemical Analysis", 8<sup>th</sup> edition, W. H. Freeman and Company, 2010.
5. M. Földvári, "Handbook of Thermogravimetric System of Minerals and its use in Geological Practice", Budapest, 2011.
6. W. W. Wendlandt, "Thermal Analysis", 3<sup>rd</sup> edition, John Wiley & Sons, Inc., 1964.
7. D. A. Skoog, D. M. West, F. J. Holler, and S. R. Crouch, "Fundamentals of Analytical Chemistry", 8<sup>th</sup> edition, Brooks/Cole, 2004.
8. D. Harvey, "Modern Analytical Chemistry", McGraw-Hill Companies, Inc., 2000.
9. P. Patnaik, "Dean's Analytical Chemistry Handbook", 2<sup>nd</sup> edition, McGraw-Hill Companies, 2004.

10. H. H. Willard, L. L. Merritt, J. A. Dean and F. A. Settle, "Instrumental Methods of Analysis", 6<sup>th</sup> edition, Litton Educational , Inc. United States of America , 1981.
11. H. H. Bauer, G. D. Christian and J. E. Dreilly, "Instrumental Analysis ", Allyn and Bacon, Inc., New York , 1978.
12. J. E. Brady and J. R. Holum, "Fundamentals of Chemistry", 3<sup>rd</sup> edition, John Wiley and Sons. Inc., 1981.
13. L. G. Hargis, "Analytical Chemistry Principles and Techniques", Prentice – Hall International , New York , 1988.
14. H. A. Flascha, A. J. Barnard and P.E. Sturrock, "Quantitative Analytical Chemistry", Harper and Row, New York, 1969.





**Ministry of Higher Education  
& Scientific Research**

# **Theoretical & Practical Fundamentals of Gravimetric Analysis Chemistry**

**By**

**Prof. Dr. Dakhil Nassir Taha**

**Chemistry Department – College of Science/Babylon  
University**

**Lec. Dr. Amal Saadoon Majeed**

**Basic Sciences Branch – College of Nursing/Kufa  
University Asst. Prof. Luma Ahmed Al-Naqqash  
Chemistry Department – College of Science/Babylon  
University**

**Asst. Prof. Ahmed Saleh Farhood**

**Chemistry Department – College of Science/Babylon  
University**

