الكيمياء التحليلية

تجارب عملية في طرق التحليل الآلي

الأستاذ الدكتور عبد الغني حمزة - الأستاذ الدكتور محمد أحمد آشي

الدكتور أحمد عيشي - الدكتور عبد العزيز السباعي - الدكتور توفيق عميرة

كلية العلوم - جامعة الملك عبد العزيز

مركز النشر العلمي

جامعة الملك عبد العزيز

ص ب ١٥٤٠ - جدة ٢١٤٤١

المملكة العربية السعودية

© ١٤١٣هـ (١٩٩٢م) جامعة الملك عبد العزيز

جميع حقوق الطبع محفوظة غير مسموح بطبع أى جزء من أجزاء هذا الكتاب ، أو خزنه فى أى نظام لخزن المعلومات واسترجاعها ، أو نقله على أية هيئة أو بأية وسيلة ، سواء أكانت إلكترونية ، أم شرائط ممغنطة ، أم ميكانيكية ، أم استنساخاً ، أم تسجيلاً ، أم غيرها إلا بإذن كتابى من صاحب حق الطبع .

الطبعة الأولى : ١٤١٣هـ (١٩٩٢م)

الطبعة الثانية : ١٤١٦هـ (١٩٩٥م)

فهرسة مكتبة الملك فهد الوطنية أثناء النشر

الكيمياء التحليلية : تجارب عملية في طرق التحليل الآلي / عبدالغني حمزة ... وآخرون ـ جدة.

... ص ؛ .. سم

ردمك ٩-٠٦٥-٠٦-٩٩٦٠

١ - الكيميا ء التحليلية أ - حمزة ، عبدالغني (م . مشارك) ب - العنوان

ديوي ٥٤٣،٠٨ ١٦/١٧٥٢

رقم الإيداع : ١٦/١٧٥٢

ردمك : ٩-٠٦٥-٠٦-٩٩٦٠

تقـديم

الحمد لله رب العالمين والصلاة والسلام على أشرف المرسلين .. وبعد

فإن عالمنا اليوم بحاجة إلى الكيمياء التحليلية أكثر من أى وقت مضى وذلك لمعرفة مدى نقاوة الكثير من المواد المستعملة في الصناعات المختلفة ، وكذلك لمعرفة الكميات الضئيلة جدا من الملوثات في الهواء والماء والغذاء . ولتحقيق ذلك لابد من استعمال طرق التحليل الآلي المختلفة ، كما أنه لابد في كثير من الأحيان من الفصل الكيميائي قبل التعيين بهدف التركيز أو إزالة المواد المتداخلة .

ورغبة منا في المساهمة بالواجب تجاه أمتنا وطلبتنا فقد قمنا بتقديم كتاب الكيمياء التحليلية « بعض الأسس النظرية في طرق التحليل الآلي » وقد لمسنا ضرورة تقديم كتاب عملي لطرق التحليل الآلي والفصل الكيميائي حتى يسهل على الطلاب التدريب على إجراء التجارب باستعمال تلك الطرق .

ويشمل هذا الكتاب خمسة فصول ، يشمل الفصل الأول منها معالجة النتائج التحليلية في حين يعالج الفصل الثاني بعض طرق التحليل الطيفي ، ويعالج الفصل الثالث بعض طرق التحليل الكهروكيميائية والفصل الرابع يعالج بعض طرق الفصل الكيميائي أما الفصل الخامس فيشمل كيفية إذابة العينات واحتياطات السلامة والإسعافات الأولية في المعامل . كما يوجد في نهاية الكتاب بعض الجداول التي تهم العاملين في مجال التحليل الكيميائي .

ولنا عظيم الرجاء في أن نكون قد وفينا الموضوع بعض حقه كما نأمل أن يجد الطالب والباحث العربي الفائدة المرجوة منه ، وأن نكون قد وفقنا في إضافة جديدة وجادة للمكتبة العربية .

ويسرنا أن نتوجه بالشكر الجزيل للأستاذ جمال عبد الدايم والأستاذ حسن محمد حسين .. اللذين قاما بنسخ الكتاب .

والله نسأل أن يوفقنا لما فيه الخير والسداد . إنه نعم المولى ونعم المجيب .

المؤلفون

المحتويات

صفحة

تقديم ..... هـ

الفصل الأول : معالجة النتائج التحليلية ١

الدقة ٣

الأخطاء ٤

الأخطاء المطلقة والأخطاء النسبية ٤

الأرقام المعنوية ٥

متوسط قيم عدد من النتائج ٧

دقة النتائج ٧

١ – متوسط الحيود ٨

٢ – الحيود المعياري ٩

٣ – المجال ١٢

مدى صحة النتائج ١٢

الفصل الثاني : بعض الطرق الطيفية في التحليل الكيميائي ١٧

الامتصاص الجزيئي للأشعة المرئية وفوق البنفسجية ١٩

منشأ الطيف ١٩

قانون الامتصاص ١٩

تطبيقات الامتصاص الجزيئي في مجال الأشعة المرئية وفوق البنفسجية ٢٠

تجربة (١) تقدير برمنجنات البوتاسيوم وثاني كرومات البوتاسيوم كل على انفراد أو في مزيج لهما بوساطة التحليل اللوني ٢٢

أولا : محاليل برمنجنات البوتاسيوم وثاني كرومات البوتاسيوم المنفردة ٢٢

ثانيا : محاليل مزيج كل من برمنجنات البوتاسيوم وثاني كرومات البوتاسيوم . ٢٣
تجربة (٢) تعيين المنجنيز في الصلب بوساطة التحليل اللوني ٢٦
تجربة (٣) تعيين النيتريت (NO_2^-) في الماء بوساطة التحليل اللوني ٢٨
تجربة (٤) تعيين الحديد بوساطة تكوين متراكب الفينانثرولين بطريقة التحليل اللوني ٣٠
تجربة (٥) المعايرة الضوئية للنحاس الثنائي بوساطة كاشف EDTA ٣٢
تجربة (٦) المعايرة الضوئية للحديد الثلاثي بوساطة كاشف EDTA ٣٦
تجربة (٧) تعيين الصيغة الجزيئية لمتراكب ٣٨
أ – طريقة النسبة المولية لتعيين الصيغة الجزيئية لمتراكب النحاس مع ثنائي إثيل الثيوكربامات ٣٨
ب – طريقة التغيير المستمر لتعيين الصيغة الجزيئية لمتراكب أيون الحديد الثلاثي مع أيون الثيوسيانات ٤٠
تجربة (٨) تعيين ثابت التأين لدليل البروموثيمول الأزرق بوساطة الطرق اللونية . ٤٢
تجربة (٩) تعيين الفيتامين د بوساطة التألق الضوئي ٤٦
تجربة (١٠) تقدير الماء في حمض الخليك بوساطة الأشعة تحت الحمراء ٤٨
الامتصاص والانبعاث الذري ٥١
تجربة (١١) تقدير البوتاسيوم والصوديوم في الأسمنت بوساطة تحاليل الانبعاث الضوئي اللهبي ٥٤
تجربة (١٢) دراسة تأثير بعض المتغيرات العملية على شدة الانبعاث في تحاليل الانبعاث الضوئي اللهبي ٥٧
تجربة (١٣) تقدير الكلوريد بطريقة غير مباشرة بوساطة الامتصاص الذري ٦٠
تجربة (١٤) تحليل البوتاسيوم والكالسيوم والمغنسيوم في التربة كل من الامتصاص والانبعاث الذري اللهبي ٦٢
أ – استخلاص الأيونات الموجبة من التربة ٦٣
ب – تعيين البوتاسيوم في مستخلص التربة بوساطة تحاليل الانبعاث اللهبي .. ٦٤
جـ – تقدير المغنسيوم في التربة بوساطة الامتصاص الذري ٦٦
د – تعيين الكالسيوم في مستخلص التربة بوساطة الامتصاص الذري ٦٧

الفصل الثالث : طرق التحليل الكهروكيميائية ٧١
الطرق الجهدية ٧٤
تجربة (١٥) المعايرات الجهدية لتفاعلات الأحماض مع القواعد . تعيين تركيز كل من حمض قوي وحمض ضعيف وقيمة pk_a للحمض الضعيف بالمعايرات الجهدية ٧٦
تجربة (١٦) المعايرات الجهدية لتفاعلات الترسيب ٨٠
أ – تقدير الكلوريد بالطرق الجهدية ٨٠
ب – تحليل مزيج من الكلوريد واليوديد بالطرق الجهدية ٨١
جـ – تعيين ثابت حاصل الإذابة وذوبانية كلوريد الفضة في الماء المقطر بالطرق الجهدية ٨٢
تجربة (١٧) المعايرات الجهدية لتفاعلات الأكسدة والاختزال . معايرة الحديد الثنائي مع محلول ثاني كرومات البوتاسيوم القياسي ٨٤
تجربة (١٨) الأقطاب ذات الأغشية الانتقائية للأيونات
تصنيع واستعمال كل من قطب الكلوريد وقطب الكبريتيد الانتقائيين ٨٨
أ – تعيين تركيز الكلوريد في مياه الشرب ٩٠
ب – حساب معامل الانتقائية لأيون الكلوريد بالنسبة لأيون الكبريتات ٩١
جـ – استعمال قطب الكبريتيد ٩٢
تجربة (١٩) تقدير الفلوريد في مياه الشرب باستخدام قطب الفلوريد الانتقائي ٩٣
طرق التحليل الفلولتاميترية والبولاروجرافية ٩٦
تجربة (٢٠) الكشف عن أيونات النحاس والرصاص والكادميوم والزنك والتقدير الكمي لها بالطرق البولاروجرافية ١٠٠
تجربة (٢١) تقدير الرصاص في سبيكة من النيكل والتيتانيوم بالطرق البولاروجرافية ١٠٣
تجربة (٢٢) تقدير المنجنيز في الصلب بالطرق الفولتاميترية ١٠٥
تجربة (٢٣) تعيين معامل الانتشار وجهد القمة لحديدي سيانيد البوتاسيوم بوساطة الفولتاميتري الدوري ١٠٧
تجربة (٢٤) تقدير الكادميوم باستخدام الرصاص كأيون مرشد ١١٠

تجربة (٢٥) تعيين صيغة متراكب الرصاص مع الثيوكبريتات وحساب ثابت التكوين له بالطرق البولاروجرافية ١١٢
تجربة (٢٦) تقدير الرصاص والكادميوم في مياه البحر باستخدام طرق النزع المصعدي الفولتاميترية ١١٥
تجربة (٢٧) تقدير حمض الأسكوربيك في العصيرات بالطرق البولاروجرافية ١١٩
تجربة (٢٨) دراسة مركب عضوي بالطرق البولاروجرافية ١٢١
تجربة (٢٩) المعايرة الأمبيرومترية للرصاص بثاني كرومات البوتاسيوم ١٢٤
تجربة (٣٠) تقدير النحاس بطريقة الترسيب الكهربائي ١٢٧
تجربة (٣١) المعايرة الكولوميترية للزرنيخ بوساطة اليود ١٣١
تجربة (٣٢) المعايرات باستخدام التوصيل الكهربائي ١٣٦
أ – معايرة حمض الهيدروكلوريك بهيدروكسيد الصوديوم باستخدام طرق التوصيل الكهربائي ١٣٩
ب – معايرة مزيج من حمض الخليك وحمض الهيدروكلوريك مع هيدروكسيد الصوديوم باستخدام طرق التوصيل الكهربائي ١٤٠
تجربة (٣٣) المعايرات وتعيين ثابت العزل الكهربائي باستخدام جهاز التوصيل ذو التردد العالي ١٤٢

الفصل الرابع : طرق الفصل بوساطة الاستخلاص والكروماتوجرافيا ١٤٥
طرق الفصل الكيميائي ١٤٧
طرق الاستخلاص بالمذيب ١٤٧
تجربة (٣٤) استخلاص النيكل على شكل متراكب ثنائي ميثيل جلايوكزيم النيكل وتقديره بالطرق الطيفية ١٥١
تجربة (٣٥) استخلاص الزنك بوساطة مذيب عضوي وتقدير معامل التوزيع له ... ١٥٤
تجربة (٣٦) استخلاص وتقدير الحديد في وجود بعض الكاتيونات الأخرى ١٥٧
الكروماتوجرافيا ١٥٩
كروماتوجرافيا الإدمصاص ١٦١
تجربة (٣٧) فصل مخلوط ثاني كرومات البوتاسيوم وبرمنجنات البوتاسيوم بطريقة الإدمصاص على عمود فصل من الألومينا الحمضية ١٦٦
تجربة (٣٨) فصل السيس والترانس – أزوبنزين باستخدام كروماتوجرافيا الأعمدة ١٦٨

تجربة (٣٩) فصل البورفوبلينوجين من البول بطريقة كروماتوجرافيا العمود وتقديره بالطرق الطيفية ١٧٠
كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة ١٧٣
تجربة (٤٠) فصل الصور الأيزوميرية للنيتروفينول بوساطة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة ١٧٧
تجربة (٤١) فصل مكونات نبات السبانخ الأخضر بوساطة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة ١٧٩
كروماتوجرافيا التبادل الأيوني ١٨١
تجربة (٤٢) تقدير التركيز الكلي للكاتيونات في المحلول بوساطة التبادل الأيوني .. ١٨٦
تجربة (٤٣) فصل وتقدير الحديد والنيكل والكوبلت باستخدام المبادل الأنيوني ١٨٨
كروماتوجرافيا التوزيع ١٩١
تجربة (٤٤) فصل الهاليدات عن بعضها بوساطة كروماتوجرافيا الورق ١٩٣
تجربة (٤٥) فصل أيونات الحديد الثلاثي عن أيونات الألومنيوم بوساطة كروماتوجرافيا الورق ١٩٥
تجربة (٤٦) فصل الأحماض الأمينية باستخدام طرق الحمل الكهربائي ١٩٧
كروماتوجرافيا الغازات ١٩٩
تجربة (٤٧) استخدام كروماتوجرافيا الغازات في التعرف على بعض المواد بالمقارنة مع مواد قياسية ٢٠٨
تجربة (٤٨) التقدير الكمي للبنزين والهكسان الحلقي وإثيل البنزين في ثنائي إثيل الإيثر بوساطة كروماتوجرافيا الغازات بطريقة الإضافة القياسية الداخلية ٢٠٩
تجربة (٤٩) فصل وتقدير فيتامين C في عصير الفواكه باستخدام كروماتوجرافيا السائل ذو الضغط العالي HPLC ٢١٢

الفصل الخامس : إذابة العينات واحتياطات السلامة والإسعافات الأولية في المعامل ٢١٥
إذابة العينات ٢١٧
احتياطات السلامة والإسعافات الأولية في المعامل ٢١٩

الملاحق ٢٢٥
جدول (١) الأعداد الذرية والأوزان الذرية للعناصر ٢٢٧
جدول (٢) الجهود القياسية لبعض أنصاف التفاعلات عند درجة ٢٥°م ٢٢٨

جدول (٣) جهد نصف الموجة ($E_{\frac{1}{2}}$) لبعض الأيونات البسيطة ١٣١
جدول (٤) التوصيل الأيوني المكافئ في المحاليل المائية عند ٢٥°م مقدرة بـ سم^{٢} أوم$^{-١}$ مكافئ$^{-١}$ ($Cm^{2}\,Ohm^{-1}\,E_{q}^{-1}$) ٢٣٣
جدول (٥) النسبة المئوية الوزنية والوزن النوعي والعيارية التقريبية لبعض الأحماض المركزة الشائعة والأمونيا ٢٣٤
جدول (٦) ثوابت التأين لبعض الأحماض الضعيفة عند درجة ٢٠°م ٢٣٥
جدول (٧) ثوابت التأين لبعض القواعد الضعيفة عند درجة ٢٠°م ٢٣٦
جدول (٨) الأرقام الهيدروجينية التقريبية لمحاليل بعض الكواشف الشائعة عند درجة حرارة المعمل ٢٣٧
جدول (٩) قيم الرقم الهيدروجيني لمحلول ١٠٠ مل من محلول يحوي ٦,٠٠٨ جرام من حمض السيتريك و ١,٧٦٩ جرام من حمض البوريك و ٣,٨٠٩٣ جرام فوسفات البوتاسيوم ثنائية الهيدروجين و ٥,٢٦٦ جرام ثنائي إثيل حمض الباربيتونك المذابة في لتر واحد من المحلول وذلك بعد إضافة كميات مختلفة (x) من هيدروكسيد الصوديوم الذي عياريته ٠,٢ ..... ٢٣٨
جدول (١٠) الوزن النوعي والتركيز المولاري للمحاليل المشبعة لبعض المواد الشائعة ٢٣٩
جدول (١١) بعض الثوابت الأساسية ٢٤٠

مراجع منتقاة ٢٤١