

تقنية مختبرات كيميائية

طرق الفصل الكيميائي (عملي)

٢٦٣ كيم



الحمد لله وحده، والصلاة والسلام على من لا نبي بعده، محمد وعلى آله وصحبه، وبعد:

تسعى المؤسسة العامة للتعليم الفني والتدريب المهني لتأهيل الكوادر الوطنية المدربة القادرة على شغل الوظائف التقنية والفنية والمهنية المتوفرة في سوق العمل، ويأتي هذا الاهتمام نتيجة للتوجهات السديدة من لدن قادة هذا الوطن التي تصب في مجملها نحو إيجاد وطن متكامل يعتمد ذاتياً على موارده وعلى قوة شبابه المسلح بالعلم والإيمان من أجل الاستمرار قدماً في دفع عجلة التقدم التكنولوجي؛ لتصل بعون الله تعالى لمصاف الدول المتقدمة صناعياً.

وقد خطت الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج خطوة إيجابية تتفق مع التجارب الدولية المتقدمة في بناء البرامج التدريبية، وفق أساليب علمية حديثة تحاكي متطلبات سوق العمل بكافة تخصصاته لتلبي متطلباته، وقد تمثلت هذه الخطوة في مشروع إعداد المعايير المهنية الوطنية الذي يمثل الركيزة الأساسية في بناء البرامج التدريبية، إذ تعتمد المعايير في بنائها على تشكيل لجان تخصصية تمثل سوق العمل والمؤسسة العامة للتعليم الفني والتدريب المهني بحيث تتوافق الرؤية العلمية مع الواقع العملي الذي تفرضه متطلبات سوق العمل، لتخرج هذه اللجان في النهاية بنظرة متكاملة لبرنامج تدريبي أكثر التصاقاً بسوق العمل، وأكثر واقعية في تحقيق متطلباته الأساسية.

وتتناول هذه الحقيبة التدريبية " طرق الفصل الكيميائي (عملي) " لمتدربي قسم " تقنية مختبرات كيميائية" للكليات التقنية موضوعات حيوية تتناول كيفية اكتساب المهارات اللازمة لهذا التخصص.

والإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج وهي تضع بين يديك هذه الحقيبة التدريبية تأمل من الله عز وجل أن تسهم بشكل مباشر في تأصيل المهارات الضرورية اللازمة، بأسلوب مبسط يخلو من التعقيد، وبالإستعانة بالتطبيقات والأشكال التي تدعم عملية اكتساب هذه المهارات.

والله نسأل أن يوفق القائمين على إعدادها والمستفيدين منها لما يحبه ويرضاه؛ إنه سميع مجيب الدعاء.

الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج

تهدف هذه الحقبة إلى تغطية التجارب العملية الخاصة بطرق الفصل الكيميائي. تعتبر طرق الفصل الكيميائي الركيزة الأساسية للمحلل الكيميائي. إذ بواسطته يستطيع المحلل الحصول على مادة نقية خالية من الشوائب قبل إجراء التحليل النهائي على المادة. تنقسم هذه الحقبة إلى ثلاث وحدات رئيسية:

الوحدة الأولى هي الاستخلاص بالمذيبات وتعتبر من الطرق المهمة جداً في فصل المتداخلات قبل التحليل. الوحدة الثانية هي التبادل الأيوني والذي يتميز بتطبيقاته الواسعة مثل فصل المتداخلات قبل التحليل وتنقية المياه من الشوائب وبالإضافة إلى ذلك يمكن استخدامه في الفصل والتحليل الكمي ومثال ذلك تقنية كروماتوجرافيا الأيونات.

الوحدة الثالثة تتضمن الطرق الكروماتوجرافية المختلفة وتنقسم إلى ثلاثة فصول: الكروماتوجرافيا المستوية، كروماتوجرافيا الغاز، كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية. الفصل الأول يتعلق بالتحليل النوعي غالباً والكشف عن الشوائب بينما الفصلين الثاني والثالث يمكن تطبيقهما في مجال الفصل والتحليل النوعي والكمي.

يستفيد المتدرب من خلال تدريبه لما ذكر أعلاه التمييز بين هذه الطرق المختلفة لفصل وتحليل العديد من المواد داخل المختبر وإتقان تشغيل أجهزة كروماتوجرافيا الغاز وكروماتوجرافيا السائل.



طرق الفصل الكيميائي (عملي)

الاستخلاص بالمذيبات

الجدارة: معرفة الأنظمة والتطبيقات المختلفة للاستخلاص بالمذيبات.

الأهداف:

عندما تكمل هذه الوحدة يكون لديك القدرة على:

- ١ - كيفية استخدام قمع الفصل.
- ٢ - تحديد ميكانيكية الفصل لكل تجربة.
- ٣ - تقدير كفاءة الفصل لكل تجربة.

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان هذه الجدارة بنسبة ٩٠٪.

الوقت المتوقع للتدريب: ٨ ساعات

الوسائل المساعدة:

- ١ - قمع فصل.
- ٢ - مواد كيميائية.
- ٣ - أدوات زجاجية.
- ٤ - جهاز الأشعة المرئية وفوق البنفسجية.
- ٥ - بالطو مختبر.
- ٦ - قفازات ونظارات واقية.

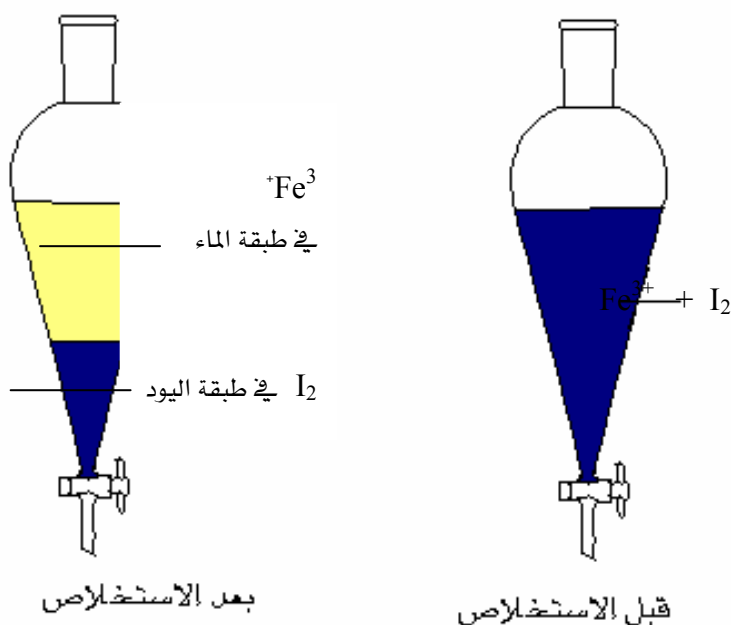
متطلبات الجدارة:

اجتياز جميع الحقائب السابقة

(١) تجارب في الاستخلاص بالمذيب

مقدمة عامة:

الاستخلاص بالمذيب يتمتع بمكانة مميزة بين طرق الفصل المتوفرة للمحلل الكيميائي بسبب السرعة والبساطة والانتقائية وتطبيقاتها الواسعة. يتم الاستخلاص باستخدام قمع خاص يسمى قمع الفصل كما في الشكل رقم (١).



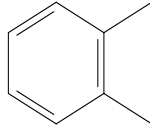
الشكل رقم (١) يوضح قمع فصل.

الاستخلاص يكون عادة للفلزات من الوسط المائي إلى الوسط العضوي. إذاً الاستخلاص بالمذيب يتضمن توزيع المادة المذابة عبر الحدود بين طورين سائلين عديمي الامتزاج.

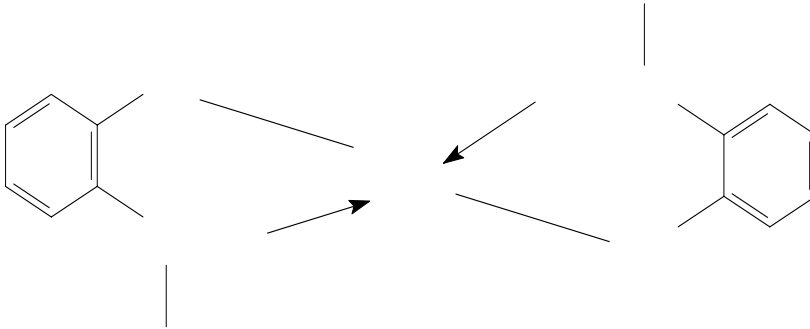
أنواع أنظمة الاستخلاص:

١. الجزيئات المتعادلة التساهمية، مثل حمض البنزويك (C_6H_5COOH) و اليود I_2 . في هذا النوع يتم الاستخلاص بمجرد إضافة المذيب العضوي (كلوروفورم مثلاً) إلى محلول اليود المائي وذلك بسبب أن اليود متعادل فينتقل بسهولة للطبقة العضوية دون الحاجة إلى وسيط.
٢. المتراكبات التي لا تحمل شحنة كهربائية - أمثلة لهذا النوع متراكبات الكثير من المعادن مع

٨ - هيدروكسي كوينولين hydroxyquinoline- ، فمثلا في حالة salicylaldehyde



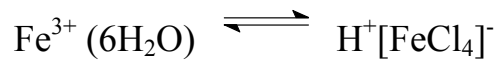
هذا المركب المعقد يكون مركباً معقداً مع النحاس بعد إزالة الهيدروجين منها.



هذا المتراكب المتكون يمكن فصله إلى وسط عضوي (كلوروفورم مثلاً) لأنه لا يحمل شحنة، أي متعادل.

٣. المتراكبات الأيونية المتجمعة ومثال ذلك $H^+[FeCl_4]^-$

فمثلاً لو حاولنا استخلاص Fe^{3+} من وسط مائي باستخدام الايثر فان Fe^{3+} لا يتم استخلائه، ولكن عند إضافة 7.0 مولار حمض الكلور إلى Fe^{3+} ثم رجه بواسطة الايثر نجد أن الاستخلاص يتم في وقت وجيز وذلك بسبب تكون المركب المتعادل التالي



مركب متعادل

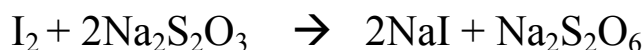
تجربة رقم ١,١

تقدير النسبة المئوية لاستخلاص اليود بواسطة مذيب عضوي

فكرة التجربة :

هذه التجربة تعتبر مثالا لنظام الجزيئات المتعادلة التساهمية. حيث لا تحتاج إلى وسيط للاستخلاص لأن اليود متعادل وينتقل بسهولة إلى الوسط العضوي عند إضافة مذيب الكلوروفورم (مذيب عضوي) إلى محلول اليود المائي وبعد الرج وترك المحلول ليستقر نجد أن معظم اليود قد انتقل للوسط العضوي.

في هذه التجربة تستخدم أحجام مختلفة من المذيب العضوي (الكلوروفورم). ثم يتم حساب النسبة المئوية للاستخلاص %E (%Extraction) بمعايرة الطبقة المائية في كل حالة بواسطة ثيوكبريتات الصوديوم، حسب المعادلة التالية :



المواد المطلوبة :

- ١ - ثيوكبريتات الصوديوم sodium thiosulphate $Na_2S_2O_3$ تركيز 0.01 مولار.
- ٢ - دليل النشا starch indicator.
- ٣ - محلول اليود iodine يحضر بإذابة 0.1 جم من اليود في 100 مل ماء مقطر (يستخدم KI لإذابة اليود في الماء) .
- ٤ - مذيب عضوي (يستخدم الكلوروفورم $CHCl_3$ Chloroform).

خطوات التجربة :

١. خذ 100 مل من المحلول المائي لليود و ضعه في قمع فصل.
٢. قم بإجراء التجارب التالية :
- . عملية استخلاص واحدة باستخدام 6مل من المذيب العضوي.
- ٠ عملية استخلاص واحدة باستخدام 18مل من المذيب العضوي.

١. ثلاث عمليات استخلاص متتالية باستخدام 6 مل من المذيب العضوي في كل مرة (يصبح حجم المذيب المستخدم 18 مل).

٣. عاير كمية اليود المتبقي في الطبقة المائية لكل عملية استخلاص بأخذ 5 مل مستخدماً الماصة ثم إضافة 1 مل من دليل النشا ومعايرة المحلول باستخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

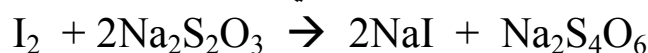
النتائج والحسابات:

في كراسة الطالب سجل التالي:

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

القوانين المستخدمة في حسابات التجربة:

عدد مليمولات الثيوكبريتات = التركيز X الحجم بالملي (من المعايرة)



من معادلة التفاعل يتضح أن نسبة التفاعل هي: 1 : 2

$$\frac{1}{2} = \frac{\text{عدد مليمولات اليود}}{\text{عدد مليمولات الثيوكبريتات}}$$

من القانون أعلاه نجد أن:

$$\frac{1}{2} = \frac{\text{عدد مليمولات اليود}}{\text{التركيز X الحجم (لثيوكبريتات)}}$$

$$\frac{\text{التركيز X الحجم}}{2} = \text{عدد مليمولات اليود في 5 مل}$$

$$\frac{100}{5} \times \text{عدد مليمولات اليود في 5 مل} = \text{عدد مليمولات اليود في 100 مل (الطبقة المائية)}$$

100 مل حجم المحلول الأصلي. 5 مل الحجم الذي تم معايرته.

$$\frac{\text{الوزن بالملي جرام}}{\text{الوزن الجزيئي}} = \text{عدد مليمولات اليود الكلية}$$

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

$$100 \times \frac{\text{عدد مليمولات اليود في الطبقة العضوية}}{\text{عدد مليمولات اليود الكلية}} = \text{النسبة المئوية لاستخلاص اليود عند حجم مل من الكلوروفورم}$$

مسألة محلولة :

عند استخلاص اليود من محلوله المائي باستخدام 25 مل من المذيب العضوي و معايرة المتبقي من اليود في الطبقة المائية بواسطة ثيوكبريتات الصوديوم تركيزه 0.01 مولار كان حجم الثيوكبريتات اللازم هو 3.5 مل احسب النسبة المئوية للاستخلاص؟

$$\text{عدد مليمولات الثيوكبريتات} = 3.5 \times 0.01 = 0.035 \text{ مليمول}$$

$$0.0175 = \frac{0.035}{2} = \frac{\text{عدد مليمولات الثيوكبريتات}}{2} = \text{عدد مليمولات اليود في الطبقة المائية}$$

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

$$\text{عدد مليمولات اليود الكلية} = \frac{\text{الوزن (بالملي جرام)}}{\text{الوزن الجزيئي}} = \frac{0.1 \times 1000}{2127} = 0.047 \text{ مليمول}$$

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

$$= 0.35 - 0.047 = 0.303 \text{ مليمول}$$

$$100 \times \frac{\text{عدد مليمولات اليود في الطبقة العضوية}}{\text{عدد مليمولات اليود الكلية}} = \text{النسبة المئوية للاستخلاص}$$

$$11.1 \% = 100 \times \frac{0.303}{2.727} = \text{النسبة المئوية للاستخلاص}$$

تجربة رقم ١,٢

استخلاص الحديد (III) طيفياً باستخدام طريقة الاستخلاص بالمذيب

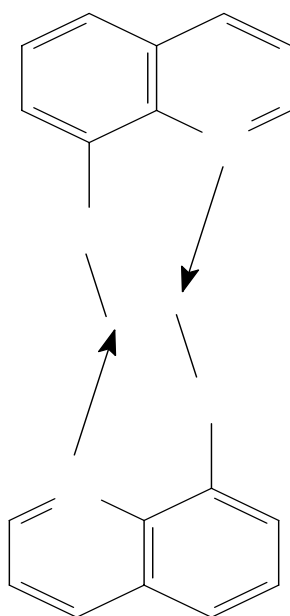
فكرة التجربة:

الحديد الثلاثي (Fe^{3+}) يمكن استخلافه بواسطة عامل التعقيد ٨ -هيدروكسي كوينولين (1%) إلى وسط الكلوروفورم (مذيب عضوي) عن طريق استخلاصين متتالين عند رقم هيدروجيني $pH = 2-10$.

اللون القاتم لمتراب الحديد (III) مع ٨ -هيدروكسي كوينولين في وسط الكلوروفورم يمتص الأشعة المرئية عند الطول الموجي 470 nm (نانوميتر).

هذه التجربة تعتبر مثالا جيدا لنظام المترابكات التي لا تحمل شحنة كهربائية والتي تستخلص بسهولة إلى مذيبات غير قطبية مثل الكلوروفورم.

المركب المعقد المستخدم في هذه التجربة هو مادة ٨ -هيدروكسي كوينولين والذي يكون مركباً مع Fe^{3+} .



المركب المعقد المتعادل أعلاه يستخلص بسهولة إلى وسط الكلوروفورم.

تجري التجربة أعلاه بدون ٨ -هيدروكسي كوينولين، تسجل نتائج الامتصاص لطبقة الكلوروفورم للتجربتين مع كتابة ملاحظاتك لكل حالة.

خطوات التجربة :

١. انقل إلى قمع فصل 25 مل من عينة الحديد (III).
٢. أضف إلى قمع الفصل 10 مل من (1.0%) ٨ -هيدروكسي كوينولين (8 H.Q) المذاب في الكلوروفورم.
٣. رج قمع الفصل لمدة دقيقة واتركه لكي يستقر.
٤. افصل طبقة الكلوروفورم، ثم قس الامتصاص لطبقة الكلوروفورم في طول موجي 470 nm (نانوميتر) مستخدماً الكلوروفورم كمحلول خالٍ.
٥. كرر الاستخلاص لطبقة الماء المفصول في الخطوة (٤) مستخدماً 5 مل من 8 H.Q ثم قس الامتصاص (هذه الخطوة للتأكد من أن كل Fe^{3+} قد تم استخلاصه).
٦. خذ 25 مل من عينة الحديد ثم استخلص مرة أخرى بواسطة 5 مل . من الكلوروفورم فقط (دون إضافة 8 H.Q).
٧. افصل طبقة الكلوروفورم ثم قس الامتصاص في طول موجي 470 nm (نانوميتر)

النتائج:

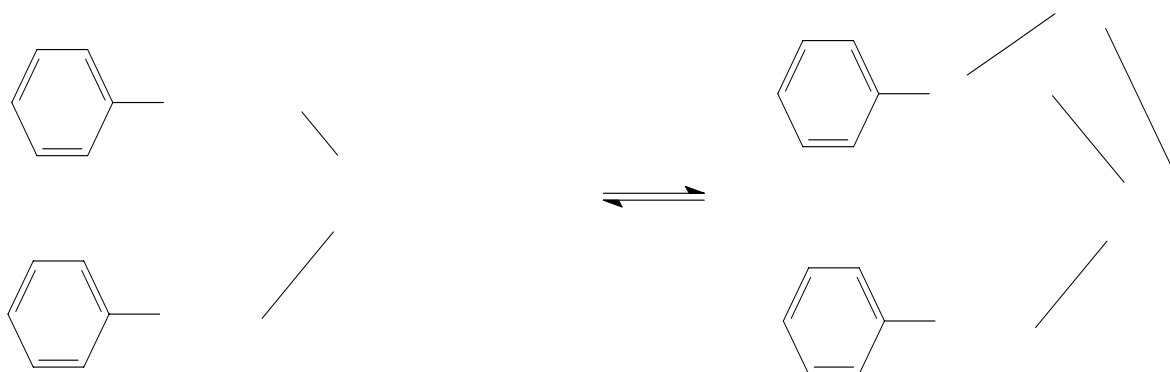
- ١ - اكتب ملاحظتك حول نتائج الخطوة (٤) و(٥).
- ٢ - قارن بين نتائج الخطوة (٤) مع الخطوة (٧) ثم سجل ملاحظتك.

تجربة رقم ١,٣

تقدير الرصاص طيفياً باستخدام طريقة الاستخلاص

فكرة التجربة:

من أكثر الطرق المستخدمة لاستخلاص أيون الفلزات تلك الطرق المعتمدة على تكوين جزئي مخلبي، عن طريق تفاعل أيون الفلز مع عامل تعقيدي عضوي مخلبي يحتوي على مجموعتين وظيفيتين أو أكثر قادرة على منح إلكترون. والمركبات المخلبية المتكونة من هذا التفاعل ذات طبيعة عضوية لذلك فهي غالباً لا تذوب في الماء ولهذا تفضل المذيبات العضوية ولذلك يسهل استخلاصها، كمثال على ذلك نأخذ عامل التعقيد المخلبي المسمى بـ Dithizone (دايثازون) والذي يكون مركبات مخلبية مع كثير من الأيونات الفلزية، ويمكن كتابة معادلة تفاعله مع أيون فلزي ثنائي التكافؤ M^{2+} بالصورة التالية:



معظم هذه المعقدات ملونة، لذلك يمكن استخدامها في تقدير أيونات المعادن عن طريق التحكم بالرقم الهيدروجيني واستخدام عوامل الحجب لتحقيق الانتقائية. هذه المعقدات لا تذوب في الماء، لذلك لا بد من استخلاصها في مذيب عضوي مناسب مثل الكلوروفورم ومن ثم تعيين الامتصاص.

المحاليل والمواد المطلوبة :

- ١ - سبيكة من الرصاص (المحلول المجهول التركيز) يحضر هذا المحلول بإذابة 0.1 جم من السبيكة في 5 مل حمض النتريك تركيزه 2 مولار مع التسخين ثم يكمل الحجم إلى 100 مل في دورق قياسي. (يخفف هذا المحلول وذلك بأخذ 1 مل منه في دورق قياسي سعة 100 مل).
- ٢ - محلول الدايتازون dithizone (0.005%) يحضر بأخذ 0.005 جم في دورق قياسي سعة 100 مل وتكملة الحجم إلى العلامة باستخدام الكلوروفورم $CHCl_3$.
- ٣ - محلول قياسي 10 p.p.m (جزء بالمليون) من الرصاص (مجهز).
- ٤ - محلول مكون من أمونيا - كبريتات الصوديوم ويحضر هذا بخلط 350 مل من محلول الأمونيا المركزة 1.5 جم كبريتات صوديوم ثم يخفف المحلول إلى لتر.

خطوات العمل :

- ١ - جهاز ٧ أقمع فصل نظيفة وترقم من (١) إلى (٧).
- ٢ - ضع في القمع رقم (١) 5 مل من محول السبيكة المخفف.
- ٣ - ضع في الأقمع من (٢) إلى (٧) الأحجام التالية (zero، 1، 2، ٤، ٦، ٨ مل) من المحلول القياسي 10 p.p.m (جزء بالمليون) بالترتيب، حيث إن القمع رقم (٢) يمثل المحلول الخالي.
- ٤ - أضف إلى الأقمع السبعة أحجاماً مختلفة من الماء بحيث يكون الحجم النهائي لكل قمع يساوي 20 مل
- ٥ - أضف 50 مل من محلول أمونيا - كبريتات الصوديوم إلى الأقمع السبعة. (تأكد في هذه الخطوة بأن pH=9.4)
- ٦ - أضف إلى الأقمع السبعة 10 مل من محلول الدايتازون dithizone.
- ٧ - أضف إلى الأقمع السبعة 15 مل من محلول الكلوروفورم.
- ٨ - ابدأ برج الأقمع واترك الطبقتين لكي تنفصلا ثم افصل طبقة الكلوروفورم في دوارق قياسية سعة 25 مل (لا بد أن تكون نظيفة وخالية تماماً من الماء) ثم أكمل حتى العلامة بالكلوروفورم.
- ٩ - قس الامتصاص لجميع الدوارق (علماً بأن الدورق رقم (٢) يمثل المحلول الخالي) في طول موجي 510 nm (نانوميتر) باستخدام جهاز الأشعة المرئية.

النتائج:

- ١ - سجل نتائج الامتصاص لجميع الدوارق.
- ٢ - ارسم منحنى التدرج القياسي.
- ٣ - من المنحنى أوجد تركيز الرصاص في السبيكة ومن ثم أوجد النسبة المئوية للرصاص من العلاقة التالية:

$$\%pb = \frac{p.p.m(\text{from the graph}) \times \text{volume} \times d.f \times 10^{-4}}{\text{weight of the sample}}$$

إمتحان ذاتي رقم (١)

أجب على الأسئلة التالية.

- ١ - اذكر مميزات الاستخلاص بالمذيبات ؟
- ٢ - ما هو الأساس النظري للاستخلاص بالمذيبات ؟
- ٣ - اذكر بعض أنواع أنظمة الاستخلاص ؟
- ٤ - كيف يمكن حساب تركيز اليود في محلوله المائي ؟

امتحان ذاتي رقم (٢)

أجب عن الأسئلة التالية.

- ١ - علل سهولة استخلاص اليود بواسطة مذيب عضوي ؟
- ٢ - علل استخدام عامل التعقيد لفصل الحديد الثلاثي (Fe^{3+}) ؟
- ٣ - علل تكرار الاستخلاص لطبقة الماء ؟
- ٤ - علل استخدام عامل تعقيد عضوي مخلي مع بعض الفلزات مثل الرصاص (Pb^{2+}) ؟

إجابة الامتحان الذاتي رقم (١)

١ -

(أ) - السرعة.

(ب) - البساطة.

(ج) - الانتقائية وتطبيقاتها الواسعة.

٢ - يستخلص الفلز من الوسط المائي إلى الوسط العضوي بناء على توزيع المادة المذابة عبر الحدود بين طورين سائلين عديمي الامتزاج.

٣ -

(أ) - نظام الجزيئات المتعادلة التساهمية.

(ب) - نظام المتراكبات التي لا تحمل شحنة كهربائية.

(ج) - نظام المتراكبات الأيونية المتجمعة.

٤ - تتم معايرة اليود المستخلص من الطبقة العضوية مع محلول معلوم التركيز من ثيوكبريتات الصوديوم ويكون التفاعل حسب المعادلة التالية.



١ : ٢

إجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)

- ١ - لأن اليود جزيء متعادل وينتقل بسهولة إلى الوسط العضوي عند إضافة المذيب العضوي إلى محلول اليود المائي.
- ٢ - المركب المعقد ٨ - هيدروكسي كوينولين يكون معقداً مع Fe^{3+} ليكون مركباً متعادلاً يستخلص بسهولة إلى الوسط العضوي (كلوروفورم).
- ٣ - للتأكد من أن كل الفلز المراد فصله قد تم استخلاصه.
- ٤ - لأن عامل التعقيد المخليبي يحتوي على مجموعتين وظيفيتين أو أكثر قادرة على منح إلكترون للفلز وتكون مركباً معقداً متعادلاً يستخلص بمذيب عضوي مناسب.

طرق الفصل الكيميائي (عملي)

المبادلات الأيونية

الجدارة:

معرفة الأنظمة المختلفة للاستخلاص بالمبادلات الأيونية.

الهدف:

عندما تكمل هذه الوحدة يكون لك القدرة على:

- ١- كيفية استخدام أعمدة التبادل الأيوني.
- ٢- تحديد ميكانيكية الفصل بالتبادل لكل تجربة.
- ٣- تقدير كفاءة الفصل بالتبادل لكل تجربة.

مستوى الأداء المطلوب: أن يصل المتدرب إلى إتقان هذه الجدارة بنسبة ٩٠ %.

الوقت المتوقع للتدريب: ١٢ ساعة

الوسائل المساعدة:

- ١- عمود فصل.
- ٢- مواد كيميائية.
- ٣- أدوات زجاجية.
- ٤- بالطو مختبر.
- ٥- قفازات ونظارات واقية.

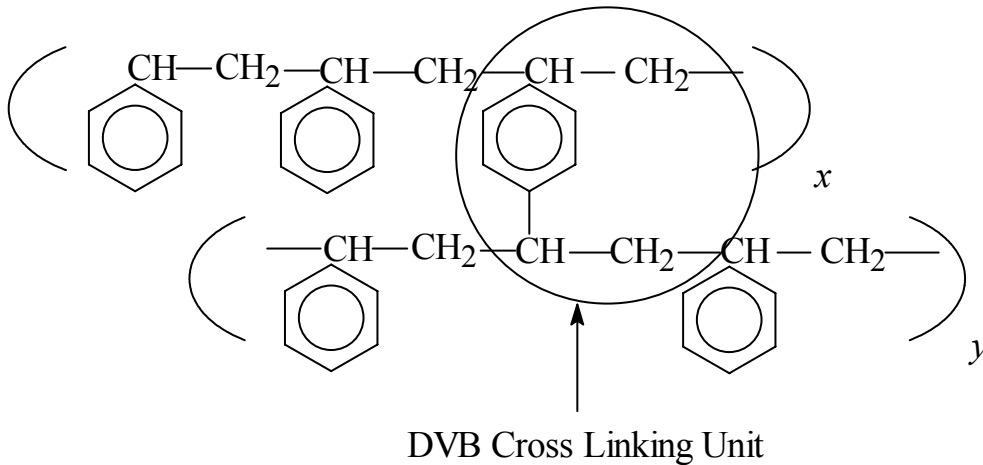
متطلبات الجدارة:

اجتياز الوحدة الأولى.

المبادلات الأيونية

مقدمة عامة:

التبادل الأيوني أحد طرق الفصل التي تعتمد على تبادل أيونات مثبتة على مادة صلبة مع أيونات أخرى في المحلول والتي تمر من خلال وفوق هذه المادة الصلبة. هنالك العديد من المواد التي تظهر خاصية التبادل الأيوني مثل المبادلات العضوية (الراتجات) و التربة والأطيان ومواد غير عضوية أخرى... الخ . أما التجارب التي سوف يجريها الطالب في هذه الوحدة سوف يكون منصباً على الراتجات وذلك لتطبيقاتها الواسعة. تُحضر المبادلات العضوية (الراتجات) resins عن طريق بلمرة الأستايرين مع ثنائي فينيل البنزين في وجود عامل مساعد مثل فوق أكسيد البنزويل وهذه الخطوة تمثل تحضير جسم الراتج الصلب



ثم تضاف للمادة الصلبة أعلاه مجاميع وظيفية مختلفة للحصول على:

i. مبادلات كاتيونية قوية وضعيفة "Catex"

ii. مبادلات أنيونية قوية وضعيفة "anex"

فمثلاً:

- المبادلات الكاتيونية القوية تحتوي على مجاميع وظيفية مثل SO_3H وتتوفر تحت مسميات تجارية

مثل: Zeokarb 225, Dowex 50, and Amberlit IR - 120

- المبادلات الكاتيونية الضعيفة تحتوي على مجاميع وظيفية مثل COOH وتتوفر تحت مسميات

تجارية مثل: Zeokarb 226, and Amberlit IR - 50

- المبادلات الأيونية القوية تحتوي على مجاميع وظيفية مثل $N(CH_3)_3OH$ وتتوفر تحت مسميات تجارية مثل : Dowex 1, and Amberlit IR - 400

- المبادلات الأيونية الضعيفة تحتوي على مجموعة الأمين وتعرف تجارياً بـ : Dowex 1, and Amberlit IR - 45

استخدام المبادلات العضوية :

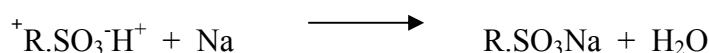
١. تنقية المياه من الشوائب الكاتيونية والأيونية.
٢. زيادة تركيز المحاليل المخففة قبل التحليل.
٣. فصل المتداخلات قبل التحليل.
٤. فصل و تقدير الأيونات (كروماتوجرافيا الأيونات).

تجربة رقم ٢,١

تعيين السعة الاستبدالية للمبادلات الأيونية والكاتيونية

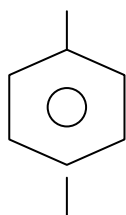
مقدمة

تعرف سعة الاستبدالية الكلية بأنها عدد الملي مكافئات من الأيون (مثلاً Na^+) والتي يمكن تبادلها بواسطة جرام واحد من المتبادل.
فمثلاً :



المبادل التجاري RSO_3H له سعة استبدالية كلية لأيون الصوديوم حوالي 5 مليمول لكل جرام من الراتج .

$(\text{CH}=\text{CH}_2)_n$



SO_3H

الوزن الجزيئي = 184 جرام / مول



$$184 \text{ g راتج} \equiv 1 \text{ mole of Na}$$

$$184 \text{ g راتج} \equiv 1000 \text{ millimoles}$$

$$1.0 \text{ g راتج} \equiv ?$$

السعة الاستبدالية النظرية تساوي

$$\text{mmole } 0,4 = 184 / 1000$$

معنى هذا أنه عندما يحتل كل مواقع المبادل بأيون الصوديوم فإن المبادل يحمل 5.4 مليمول صوديوم لكل جرام واحد من المتبادل وعموماً القيمة أعلاه تمثل السعة الاستبدالية لكل الأيونات الأحادية مثل K^+ , Na^+ أما الأيونات ثنائية الشحنة نجد أن سعتها الاستبدالية تساوي نصف القيمة المذكورة للأيونات أحادية الشحنة وتساوي في المثال السابق 2.5 مليمول تقريباً .

في هذه التجربة سوف نحاول تعيين السعة الاستبدالية لمبادل كاتيوني . ويجب الإشارة إلى أنه لكل مبادل سعة استبدالية مختلفة وذلك بسبب الأنواع المختلفة من المبادلات.

المواد المطلوبة :

١. مبادل كاتيوني في الشكل الهيدروجيني (moist, H - form) .
٢. 0.1 مولار من محلول هيدروكسيد الصوديوم *Sodium Hydroxide* NaOH (للمعايرة) .
٣. 2.0 مولار من محلول كلوريد البوتاسيوم *Potassium chloride* KCl (للمعايرة) .
٤. 2.0 مولار حمض الهيدروكلوريك.
٥. عمود تبادل أيوني.
٦. سحاحة سعة 50 مل.
٧. ماصة سعة 25 مل.
٨. دورق قياسي سعة 250 مل.

خطوات التجربة :

١. خذ 1.0 جرام من المبادل المجفف هوائياً ويوضع في كأس به 50 مل حمض الهيدروكلوريك (2مولار) ويترك لحوالي ساعة .
٢. تنقل محتويات الكأس إلى عمود التبادل الأيوني ثم تطرد أي فقاعات هواء عالقة بالمبادل بتحريك العمود .
٣. اغسل العمود بالماء المقطر إلى أن ينخفض الكلوريد من المحلول المزاح من العمود.
٤. مرر 50 مل كلوريد بوتاسيوم (2مولار) خلال العمود بوضع قمع أعلى العمود وذلك بمعدل 1.0 مل / دقيقة ، ثم مرر 50 مل ماء مقطر في العمود واجمع المحلول المزاح من العمود في دورق قياسي سعة 250 مل .
٥. أكمل الدورق القياسي بالماء المقطر حتى العلامة (رج المحلول بشدة) .
٦. عاير 25 مل من المحلول المزاح بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (1مولار) في وجود دليل الميثيل البرتقالي أو الفينولفثالين.
٧. كرر الخطوة (٦) ثلاثة مرات.

النتائج والحسابات:

في كراسة الطالب:

١. سجل حجم NaOH هيدروكسيد الصوديوم لكل معايرة.
٢. سجل متوسط الأحجام.
٣. احسب السعة الاستبدالية الكلية مستخدماً القانون التالي:
السعة الاستبدالية الكلية = حجم NaOH X مولارية NaOH X 250 X (1 ÷ وزن الراتنج) .

تجربة رقم ٢,٢

فصل الخارصين عن الماغنسيوم بمبادل أنيوني

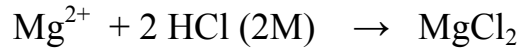
مقدمة :

العديد من الفلزات مثل Fe, Zn, Co, Mn إلخ. يمكن امتصاصها (تبادلها) على مبادلات أنيونية من وسط حمض الهيدروكلوريك وذلك بسبب تكون معقدات كلوريدية سالبة الشحنة مع حمض HCl .



ونجد أن كل عنصر يتم استبداله في مدى محدد من الرقم الهيدروجيني وهذا يمثل الأساس النظري لفصل الفلزات عن بعضها.

في هذه التجربة نجد أن الخارصين يكوّن معقداً كلوريدياً سالب الشحنة (المعادلة أعلاه) في وسط 2 مولار حمض الهيدروكلوريك بينما عنصر الماغنسيوم لا يكون معقداً كلوريدياً



بإمرار العنصرين على مبادل أنيوني في الشكل الكلوريدي نجد أن الماغنسيوم يخرج من العمود بينما الخارصين يتأخر (يُمتص) داخل العمود لحدوث التبادل مع أيون الكلوريد

$$2\text{RCl} + [\text{ZnCl}_4]^{2-} \rightarrow (\text{R})_2\text{ZnCl}_4 + 2\text{Cl}^-$$

RCl يمثل المبادل الأنوني .

بهذا يتم فصل العنصرين عن بعضهما ، ولإزاحة الخارصين من العمود يضاف حمض النيتريك المخفف (0.25M) .

المحاليل والأدوات المطلوبة :

١. خارصين (2.5ملجم / مل) ، ماغنسيوم (2.5ملجم / مل) في 2.0 مولار من حمض الهيدروكلوريك ويتم تخفيفها في دورق قياسي سعة 250 مل .
٢. حمض الهيدروكلوريك (2مولار) و حمض النيتريك المخفف (0.25مولار) إدتا (0.05مولار) .
٣. محلول منظم (رقم هيدروجيني = 10) و دليل إيركوم بلاك تي (EBT) .
٤. هيدروكسيد الصوديوم المخفف (2مولار) .
٥. عمود فصل .

خطوات التجربة :

١. اغسل عمود الفصل بالماء المقطر.
٢. باستخدام حمض الهيدروكلوريك (2مولار) انقل حوالي 15 جم من المبادل الأنيوني (في الشكل الكلوريدي) إلى عمود الفصل .
٣. تأكد من أن سريان حمض الهيدروكلوريك في حدود (5مل / دقيقة) .
٤. استخدم الماصة لنقل 10 مل لكل من الماغنسيوم والخاصين إلى قمع الفصل المثبت فوق العمود (رُج المحتويات جيداً).
٥. اسمح للخليط بالسريان خلال العمود بمعدل 5 مل / دقيقة.
٦. اغسل العمود والقمع باستخدام 50 مل من حمض الهيدروكلوريك (2مولار)، واجمع المحلول المُزاح في دورق مخروطي (هذا المحلول يحتوي على الماغنسيوم).
٧. استخدم حمض النيتريك المخفف (0.25مولار) لإزاحة الخاصين ويتم جمعه في دورق آخر
٨. عاير كلاً من دورق (الماغنسيوم والخاصين) باتباع الآتي:
 - أضف كمية قليلة من هيدروكسيد الصوديوم المخفف (2مولار) لكل دورق وذلك لمعادلة الحمض.
 - أضف المحلول المنظم (pH=10) وتأكد من الحصول على هذا الرقم بواسطة ورق pH ، ثم أضف دليل EBT .
 - عاير كل دورق مستخدماً محلول إدتا (EDTA) القياسي.

النتائج والحسابات :

في كراسة الطالب:

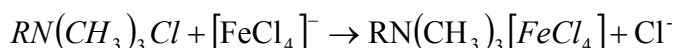
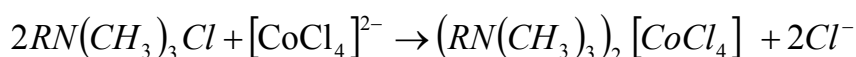
١. سجل حجم EDTA .
 ٢. احسب عدد مليمولات كل من Mg, Zn ثم احسب التركيز بالمجم.
 ٣. قارن نتائجك مع التراكيز المبدئية لكل عنصر.
 ٤. احسب كفاءة الفصل بالقانون التالي:
- كفاءة الفصل بالنسبة المئوية = (تركيز العنصر بالمجم ÷ التركيز الابتدائي للعنصر) × 100

تجربة ٢,٣

استخدام مبادل أنيوني $[RN(CH_3)_3^+Cl^-]$ لفصل خليط من الكوبالت والنيكل والحديد

مقدمة :

يذاب كل من Fe^{3+} , Co^{2+} , Ni^{2+} في محلول 10 مولار من حمض الهيدروكلوريك . ثم يتم الفصل خلال مبادل أنيوني ويتم قياس التركيز في ناتج الفصل باستخدام جهاز الامتصاص الذري. المتراكبات لكل من النيكل والكوبالت والحديد ترتبط بالمبادل بنسب متفاوتة وعليه نجد الآتي (في محلول 10 مولار لحمض الهيدروكلوريك):



وبما أن متراكبي الحديد $[FeCl_4]^-$ والكوبالت $[CoCl_4]^{2-}$ ذوا صفة أنيونية فإنهما يرتبطان بالمبادل الأنونيوني بدلاً من Cl^- كما نلاحظ من المعادلات أعلاه . وعليه نجد الآتي :

١. يُفصل النيكل حال مروره داخلاً مع الطور المتحرك والذي تركيزه 10M HCl . (لأنه لا يكون مركباً سالب الشحنة)

٢. يمكن فصل الكوبالت وذلك بإمرار طور متحرك بتركيز 4.0 مولار وفي هذا التركيز نجد أن متراكب الكوبالت يتحول إلى Co^{2+} والذي لا يرتبط بالمبادل الأنونيوني وبالتالي يُزاح من العمود .

٣. يمكن فصل الحديد وذلك بإمرار طور متحرك آخر بتركيز 0.1 مولار من حمض الهيدروكلوريك وفي هذا التركيز يتحول متراكب الحديد إلى Fe^{3+} والذي لا يرتبط بالمبادل الأنونيوني وبالتالي يُزاح من العمود .

الأدوات والمواد المطلوبة :

كأس زجاجي سعة 10 مل، 2 كأس سعة 250 مل، سحاحة سعة 50 مل، مخبر مدرج سعة 10 مل وسعة 100 مل، ماصات سعة 5 مل وسعة 1 مل، 24 أنبوب اختبار.

المواد الكيميائية المطلوبة:

١. مبادل آنيوني.
٢. محلول الكوبالت (يُحضر بإذابة 12.1 جرام من $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ في 10 مل من حمض الهيدروكلوريك ويخفف المحلول إلى العلامة في دورق قياسي سعة لتر) .
٣. محلول كوبالت القياسي Co^{2+} (25 ppm) .
٤. حمض الهيدروكلوريك بتركيز 0.1 ، 4 ، 6 ، 10 مولار .
٥. محلول الحديد (يُحضر بإذابة 4.9 جرام من $\text{FeCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ في 10 مل من حمض الهيدروكلوريك ويخفف المحلول إلى العلامة في دورق قياسي سعة لتر) .
٦. محلول الحديد القياسي Fe^{2+} (25 ppm) .
٧. محلول النيكل (يُحضر بإذابة 8 جرام من $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ في 10 مل من حمض الهيدروكلوريك ويخفف المحلول إلى العلامة في دورق قياسي سعة لتر) .
٨. محلول النيكل القياسي Ni^{2+} (25 ppm) .

خطوات التجربة:

١. نقع 25 جرام من المبادل الأنيوني في 100 مل من HCl في كأس سعة 250 مل لمدة عشرون دقيقة.
٢. ضع قطعة صغيرة من الصوف الزجاجي فوق صنوبر السحاحة (أو العمود) حوالي 1 سم.
٣. رج المبادل الأنيوني ثم ضع كمية كافية منه حوالي 20-25 مل .
٤. بعد التأكد من وضع الكمية المطلوبة من المبادل ضع قطعة من الصوف الزجاجي (قطعة أخرى) فوق المبادل الأنيوني ، ويجب التأكد دائماً أن المبادل داخل المحلول وفي معزل عن الهواء .
٥. ضع حوالي 20 مل من HCl داخل العمود (أو السحاحة) ، ضع كأساً زجاجياً سعة 250 مل تحت العمود وافتح صنوبر السحاحة تدريجياً. ثم اضبط السريان خلال العمود بمعدل 1.0 مل / دقيقة.

٦. بعد ضبط السريان ضع حوالي 20 مل آخر من 10M HCl في العمود ثم دع الحمض يسري خلال العمود حتى يتبقى حوالي 2 مل فوق المبادل ثم اقلص صنبور العمود (في هذه المرحلة تُزاح التداخلات ويتحول المبادل تماماً إلى $RN(CH_3)_3^+Cl^-$.
٧. استخدم الماصة للحصول على خليط مكون من 1.0 مل النيكل و 1.0 مل من الكوبالت و 1.0 مل من الحديد في كأس سعة 10 مل.
٨. انقل 1 مل من الخليط بواسطة الماصة إلى قمة المبادل الأنيوني (لا تدع الخليط ينساب على جدار العمود).
٩. افتح صنبور العمود ودع مستوى الطور المتحرك حوالي 0.1 مل فوق قمة المبادل الأنيوني ثم اقلص الصنبور .
١٠. ضع 2.0 مل آخر من 10M HCl إلى قمة العمود ثم افتح صنبور العمود ودع مستوى الطور المتحرك حوالي 1.0 مل فوق قمة المبادل الأنيوني ثم اقلص الصنبور وانتظر حوالي 5 دقائق بعد هذه الخطوة.
١١. خلال هذه الدقائق الخمس جهز 24 أنبوب اختبار ورقم هذه الأنابيب من 1 إلى 24 .
١٢. ضع 30 مل من 10M HCl في قمة العمود وضع أنبوبة الاختبار رقم (١) أسفل العمود ودع الطور المتحرك يسري خلال العمود بمعدل 1 مل/دقيقة وذلك بفتح الصنبور ثم اجمع حجم من المحلول المزاح قدره 5 مل في الأنبوب رقم (١)، ثم ضع الأنبوب رقم ٢ ثم ٣ و ٤ و ٥ و ٦ واجمع في كل أنبوب 5 مل من المحلول (في هذه الحالة تكون قد جمعت مادة النيكل خلال سريان 30 مل من 10M HCl) ثم أقلص الصنبور.
١٣. كرر الخطوة ١٢ ولكن باستخدام أنابيب مرقمة من ٧ - ١٢ وذلك لجمع محلول الكوبالت ثم أقلص الصنبور. (استخدم 30 مل من 4 M HCl) .
١٤. كرر الخطوة ١٢ مستخدماً 30 مل من 0.1M HCl ثم اجمع 5 مل لكل من الأنابيب المرقمة من ١٣ - ١٨ وذلك لجمع محلول الحديد ثم أقلص الصنبور.
١٥. كرر الخطوة ١٢ مستخدماً 30 مل من الماء المقطر ثم اجمع 5 مل في الأنابيب المرقمة من ١٩ - ٢٤ .
١٦. يتم تشغيل جهاز الامتصاص الذري وفي كل قياس يتم استخدام المصباح الخاص بالعنصر المراد تعيين تركيزه، ثم يتم تسجيل الامتصاص للحلول القياسي وللأنابيب من ١ - ٢٤

النتائج والحسابات:

في كراسة الطالب سجل الامتصاص لكل عنصر على حدة.

امتحان ذاتي رقم (١)

أجب عن الأسئلة التالية.

- ١ - ما هو الأساس النظري للمبادلات الأيونية ؟
- ٢ - اذكر بعض أنواع المبادلات ؟
- ٣ - اذكر بعض استخدامات المبادلات العضوية ؟
- ٤ - عرف السعة الاستبدالية الكلية ؟
- ٥ - كيف يمكن حساب تركيز الماغنسيوم المزاح من العمود ؟
- ٦ - ما نوع المبادل المستخدم لفصل Mg عن Zn ؟
- ٧ - ما نوع المبادل المستخدم لفصل خليط من الكوبالت و الحديد ؟
- ٨ - كيف يمكن فصل الكوبالت والحديد من المبادل الأيوني ؟
- ٩ - تم تمرير محلول من كلوريد الصوديوم على مبادل من النوع $R-NO_3$ ، بعد انتهاء عملية التبادل ،

أجب على الفقرات التالية

- (أ) - ما هو نوع الأيون المزاح من المبادل ؟
- (ب) - ما هو نوع المركب المتكون في الدورق المخروطي (دورق الاستقبال)؟
- (ج) - ما هو نوع المبادل ؟
- (د) - اكتب معادلة الاستبدال بين المبادل $R-NO_3$ و محول كلوريد الصوديوم ؟

امتحان ذاتي رقم (٢)

أجب عن الأسئلة التالية.

علل

١ - إضافة حمض الهيدروكلوريك لفصل الخارصين عن العمود ؟

٢ - إضافة دليل EDT ؟

٣ - يفصل النيكل حال مروره داخل الطور المتحرك ؟

٤ - يتم استبقاء الكوبالت والحديد المبادل الأنيوني ؟

إجابة الامتحان الذاتي رقم (١)

١ - هو تبادل أيونات مثبتية على مادة صلبة مثل (الراتنج) مع أيونات أخرى في المحلول مثل (NaCl) والتي تمر من خلال وفوق المادة الصلبة.

٢ -

(١) - مبادلات كاتيونية قوية.

(٢) - مبادلات كاتيونية ضعيفة.

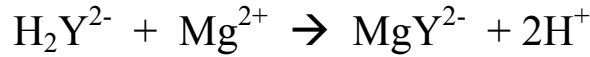
(٣) - مبادلات أنيونية قوية.

(٤) - مبادلات أنيونية ضعيفة.

٣ - تنقية المياه من الشوائب وفصل المتداخلات قبل التحليل وفصل الأيونات.

٤ - هي عدد الملي مكافئات من الأيون والتي يمكن تبادلها بواسطة جرام واحد من المتبادل.

٥ - يعاير المحلول المزاح مع محلول EDTA معلوم التركيز في وجود دليل EBT



حيث نسبة التفاعل ١ : ١ وعيه فإن عدد مليمولات Mg تساوي عدد مليمولات EDTA

$$\text{عدد مليمولات Mg} = \text{تركيز EDTA} \times \text{حجم EDTA}$$

٦ - مبادل أنيوني.

٧ - مبادل أنيوني.

٨ - بإضافة طور متحرك بتركيز مختلفة فيتحول $CoCl_4^{2-}$ و $FeCl_4^-$ إلى Co^{2+} و Fe^{3+} اللذين لا يرتبطان بالمبادل الأنيوني ويزاحان من العمود.

(١) - الأيون المزاح هو NO_3^-

(ب) - المركب هو $NaNO_3$

(ج) - مبادل أنيوني.



إجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)

- ١ - لأن الخارصين يكون معقداً كلوريدياً سالب الشحنة في وسط 2 مولار حمض الهيدروكلوريك بينما الماغنسيوم لا يكون معقداً كلوريدياً فيخرج الماغنسيوم من العمود بينما يمتص الخارصين داخل العمود لحدوث التبادل مع أيون الكلوريد.
- ٢ - تغير لون الدليل دليل على نهاية المعايرة.
- ٣ - لأنه لا يكون مركباً سالب الشحنة.
- ٤ - لأنهما يكونان مركبات سالبة الشحنة.

طرق الفصل الكيميائي (عملي)

الكروماتوجرافيا

الجدارة : معرفة الأنظمة المختلفة للفصل بالطرق الكروماتوجرافية.

الهدف : عندما تكمل هذه الوحدة يكون لديك القدرة على :

- ١ - كيفية استخدام كروماتوجرافيا الورقة والطبقة الرقيقة وعمود الفصل وجهاز كروماتوجرافيا الغاز وجهاز كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية.
- ٢ - تحديد ميكانيكية الفصل بالطرق الكروماتوجرافية لكل تجربة.
- ٣ - تقدير كفاءة الفصل بالطرق الكروماتوجرافية لكل تجربة.

مستوي الأداء المطلوب : أن يصل المتدرب إلى إتقان هذه الجدارة بنسبة ٩٥ %.

الوقت المتوقع للتدريب : ٤٠ ساعة.

الوسائل المساعدة :

- ١ - ورقة كروماتوجرافيا.
- ٢ - طبقة كروماتوجرافيا رقيقة.
- ٣ - خزان كروماتوجرافيا.
- ٤ - عمود كروماتوجرافيا.
- ٥ - جهاز كروماتوجرافيا الغاز.
- ٦ - جهاز كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية.
- ٧ - مواد كيميائية.
- ٨ - بالبو مختبر وقفازات ونظارات واقية.

متطلبات الجدارة :

اجتياز جميع الوحدات السابقة.

٣. الطرق الكروماتوجرافية Chromatographic Methods

مقدمة :

في العام ١٩٠٦م تمكن العالم الروسي تسوت من اكتشاف الطرق الكروماتوجرافية عندما قام بفصل عصارة النبات على عمود معبأ بكاربونات الكالسيوم. حيث مرر على هذا العمود محلولاً من الإيثر البترولي المحتوي على مواد النبات ولاحظ أن المواد قد انفصلت إلى طبقات لونية مختلفة. أطلق هذا العالم اسم كروماتوجرافيا على هذا النوع من الفصل، ويتركب هذا الاسم من عبارات يونانية تعني لوناً colours ويكتب to write

الكروماتوجرافيا يماثل التقطير التجزيئي الذي يعتمد على التحرك النسبي لطورين ولكن في الكروماتوجرافيا أحد الطورين يكون ثابتا ويعرف بالطور الساكن stationary phase بينما الطور الآخر يكون متحركا ويعرف بالطور المتحرك mobile phase . يمكن تصنيف الكروماتوجرافيا إلى تقنيات مختلفة منها :

- ١ - كروماتوجرافيا الورقة.
- ٢ - كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة.
- ٣ - كروماتوجرافيا الأعمدة ومنها
 - أ- كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية (L.C or H.P.L.C).
 - ب - كروماتوجرافيا الغاز (G.C).
 - ج - كروماتوجرافيا الأيونات (I.C).

النظرية الحركية للكروماتوجرافيا

تخيل أن الطور الساكن يمثل مرسى قوارب وبه أرصفة متعددة على طول النهر. الطور المتحرك يمثل مياه النهر الجارية بينما المادة المراد فصلها يمكن تمثيلها بقوارب مختلفة الألوان. في كل صباح تتحرك ثلاثة مجموعات من القوارب (١٠ لكل مجموعة) في نفس الوقت، وكل مجموعة ممثلة بالألوان أحمر، أزرق، أخضر. القوارب الحمراء عليها أن تتوقف في كل الأرصفة (محطات)،

القوارب الزرقاء تتوقف بعد كل رصيفين (كل محطتين)، بينما القوارب الخضراء تتوقف بعد كل ثلاثة أرصفة (ثلاثة محطات).

عند مشاهدة هذه القوارب في المساء في نهاية النهر مثلاً سوف تشاهد القوارب الواصلة كالآتي:
مجموعة القوارب الخضراء أولاً ثم تليها مجموعة القوارب الزرقاء وأخيراً مجموعة القوارب الحمراء. وعليه المجموعة كلها (الحمراء، الزرقاء، الخضراء) التي تحركت في نفس الوقت وبنفس سرعة مياه النهر (الطور المتحرك) انفصلت إلى مجموعات خلال اليوم وذلك بسبب التوقف المختلف لكل مجموعة على الأرصفة (الطور الساكن) ونشير هنا إلى أن جميع الطرق الكروماتوجرافية تتبع ما ذكر أعلاه. ويجب الإشارة أيضاً إلى أن الزمن المستغرق لكل مجموعة من بدء الرحلة صباحاً والوصول إلى آخر رصيف (محطة) مساءً يُقارن بزمن التأخير (زمن الاستبقاء) $R.T$ (Retention time) في الطرق الكروماتوجرافية.

الفصل الأول

١- ٣ تجارب في كروماتوجرافيا الورقة

Paper Chromatography

مقدمة :

كروماتوجرافيا الورق يعتبر من أحد أنواع كروماتوجرافيا التجزؤ (طور ساكن - سائل) ، حيث إن الماء الممتز على جزيئات السليلوز في الورق يمثل الطور الساكن بينما يعمل الورق كدعامة صلبة (ساند للطور الساكن الماء) . أما الطور المتحرك فيكون عادةً من خليط مذيبات عضوية.

عند وضع بقعة من محلول العينة (المادة المراد فصلها) على حافة هذه الورقة (على بعد

حوالي 2 سم) وبعد جفاف العينة والسماح للطور المتحرك بالانتقال خلال الورقة بخاصية الجاذبية الشعرية ماراً بالعينة ، فإن العينة توزع نفسها بين الطورين وعلى هذا يتم الفصل.

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

- عادةً ما يستخدم كروماتوجرافيا الورق للتحليل النوعي وذلك بمقارنة قيم زمن الاستبقاء

(R.f) للمواد القياسية مع المجهول علماً بأن :

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

تجربة ٣,١.1

اختيار المذيب المناسب لفصل الحبر التجاري بكروماتوجرافيا الورقة

المواد المطلوبة:

١. أحبار تجارية: أحمر، أسود، أزرق وأخضر.

٢. المذيبات:

مذيب A

n- butanol
60 %ethanol
20 %ammonia
60 %

مذيب B

n-butanol
60 %glacial acetic acid
20 %water
60 %

خطوات التجربة:

١. ضع حوالي 100 مل من المذيب A في حوض التحليل، وفي حوض آخر ضع نفس الكمية من المذيب B لتحضير 100 مل مثلاً نتبع الآتي :

[النسبة المئوية للمحلول ÷ مجموع النسب المئوية] X 100 =مل.

٢. قص ورقة الكروماتوجرافيا على حسب أبعاد حوض التحليل المستخدم وحدد بالقلم الرصاص خط البداية على بعد 2 سم من الحافة السفلية للورقة.

٣. قسم خط البداية إلى مسافات متساوية، وضع أربعة نقاط بالقلم الرصاص.

٤. اكتب تحت كل نقطة الحرف الأول من لون الحبر كالاتي:

BL	G	B	R	M
أزرق	أخضر	أسود	أحمر	خليط

٥. ضع نقطة من الحبر مقدارها 0.3 مل على خط البداية ثم اتركها تجف.

٦. ضع الورقة رأسياً في حوض التحليل ولاحظ عدم وصول المذيب إلى خط البداية.

٧. ضع غطاء حوض التحليل واتركه مدة زمنية مناسبة.

٨. كرر الخطوات السابقة للمذيب B .

النتائج:

قارن فصل الأحبار باستخدام مذيب A و B ، ثم استنتج أي المذيبين أفضل لفصل الحبر التجاري .

تجربة ٢، ١، ٣

فصل الحبر التجاري بواسطة كروماتوجرافيا الورقة

خطوات التجربة :

١. ضع حوالي 100 مل من المذيب الأفضل A أو B من خلال الاستنتاج الذي توصلت إليه في التجربة السابقة.
٢. اتبع خطوات التجربة السابقة مع الأخذ في الاعتبار وضع خمس نقاط، أربع منها لأنواع الحبر المختلفة والنقطة الخامسة للخليط المعطى لك من المدرس.
٣. بعد مضي الوقت المحدد، يتم إخراج الورقة من حوض التحليل وضع خط عند نهاية المذيب ويتم ذلك بسرعة لأن المذيب سوف يتبخر.

النتائج والحسابات :

١. أوجد معامل الإعاقة R_f لكل لون من ألوان الحبر الواحد ولمكونات الخليط بالعلاقة التالية:

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

تجربة رقم ٣،١،٣

فصل النيكل ، النحاس ، الكوبالت والخاصين عن طريق كروماتوجرافيا الورقة

مقدمة :

تعتبر هذه الطريقة (كروماتوجرافيا الورقة) حالة خاصة من طرق الفصل الكروماتوجرافي في سائل - حيث إن الطور الساكن السائل في هذه الحالة هو الطبقة الرقيقة من الماء الممتزة على سطح ورقة السليلوز . توضع العينة على بقعة من المحلول عند أحد أركان الورقة، وبعد جفاف العينة يسمح لحافة الورقة بملامسة مذيب عضوي (كطور متحرك) فينتشر المذيب بخاصية الورقة الشعرية ويمر على العينة ويحمل مكوناتها في طريقه بسرعات متفاوتة تبعاً لنسب توزيعها.

المواد المطلوبة :

محاليل معلومة التركيز من أيونات النيكل، النحاس، الكوبالت والخاصين في حدود 1000 ppm
المذيب المطلوب (الطور المتحرك) بنسب حجمية (100مل) :
6 مولار HCl : إيثيل أستيت : أسيتون
2 9 9

خطوات التجربة :

1. ضع حوالي 100 ml من المذيب في قاع حوض التحليل وضع الغطاء على الحوض.
2. قص ورقة الكروماتوجرافيا على هيئة مربع أو مستطيل حسب أبعاد الحوض وحدد بالقلم الرصاص خط البداية على بعد حوالي 2 سم من الحافة السفلية للورقة.
3. قسم خط البداية إلى ست مسافات متساوية وضع عليه خمس نقاط بالقلم الرصاص واكتب الآتي تحت كل نقطة:
Cu Co Zn Ni Mix
4. باستخدام محقنة (أو أنابيب شعرية) ضع 10 ميكروليتر من كل مادة في الموقع المحدد، ثم اترك الورقة حتى تجف
5. ثبت الورقة بحامل خاص، ثم ضعها في حوض التحليل ويشترط ألا يصل المذيب إلى خط البداية.
6. ضع الغطاء على حوض التحليل و اترك الورقة فترة من الزمن.

٧. عندما يقترب المذيب من قمة الورقة، ترفع من الحوض ويحدد بالقلم الرصاص خط النهاية، ويعرف بالخط الذي ينتهي عنده المذيب النقي (Solvent front).
٨. دع المذيب يتبخر ثم اعرض ورقة الكروماتوجرافيا لأبخرة الأمونيا لمعادلة الحمض.
٩. رش ورقة الكروماتوجرافيا بمحلول (٠,١٪) حمض الريبونيك في إيثانول، سوف يظهر النيكل بلون أرجواني، الكوبالت بلون أصفر برتقالي، النحاس بلون اخضر، أما الخارصين فيستخدم محلول دايتايزون في الكلوروفورم ليعطي لوناً أحمر وريداً. (يجب رش الورقة من الاتجاهين).

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

النتائج:

١. قس المسافة التي قطعتها كل مادة بالسم، وكذلك مكونات الخليط والمسافة التي قطعها المذيب.
٢. من القيم المعطاة في الخطوة ١ حدد معامل الإعاقة R_f (Retardation factor) لكل مادة ولمكونات الخليط:

الفصل الثاني

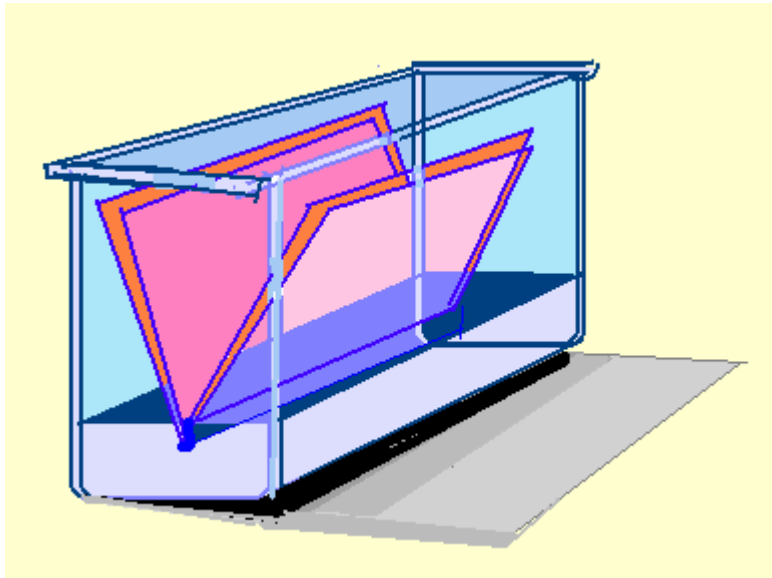
٣,٢ كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة Thin Layer Chromatography (TLC)

مقدمة:

إن هذه الطريقة تشبه كروماتوجرافيا الورقة إلا أن الطور الساكن (صلب) عبارة عن طبقة رقيقة من مادة امتزاز ناعمة مطلية على صحيفة من الزجاج أو الألومنيوم. تقنية التظهير هي نفسها كما في كروماتوجرافيا الورقة لكن كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة كما في الشكل رقم (٢)، تتميز بالسرعة، التفريق الأفضل والحساسية العالية. هنالك العديد من المواد التي يمكن استخدامها كطبقة رقيقة منها: الألومينا و السليكا ومسحوق السليلوز .

يتم التظهير بواسطة التقنية الصاعدة كما في الشكل رقم () والتشخيص للعينات المفصولة (إن لم تكن ملونة) تتم بعدة طرق منها رش الطبقة بعد تجفيفها بكواشف تعين البقع locating reagent .

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



الشكل رقم (٢) يوضح حوض التحليل وبه الطبقة الرقيقة

تجربة ٣,٢,١

فصل أورثونيتروفينول عن بارانيتروفينول باستخدام كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة

المواد المطلوبة:

حوض تحليل، طبقة رقيقة، مذيب مناسب (يستخدم الكلوروفورم يجب الحذر ويوضع في دولاب الغازات) ، أورثونيتروفينول ، بارانيتروفينول ، خليط من المادتين ، أنابيب شعرية .

خطوات التجربة:

1. ضع كمية من الطور المتحرك (100مل من الكلوروفورم) في حوض التحليل ثم ضع غطاء الحوض.
 2. حدد بالقلم الرصاص خط البداية على بعد حوالي 2 سم من الحافة السفلية للطبقة الرقيقة.
 3. قسم خط البداية إلى ٤ مسافات متساوية وضع عليه 3 نقاط بالقلم الرصاص واكتب الآتي تحت كل نقطة:
- | | | |
|-----|---|---|
| Mix | P | O |
|-----|---|---|
4. باستخدام محقنة أو أنبوبة شعرية ضع كمية قليلة جداً من المادة في الموقع المحدد على الطبقة الرقيقة ثم اترك الطبقة فترة من الزمن حتى تجف.
 5. ضع الطبقة الرقيقة في حوض التحليل بشكل عمودي بحيث لا يصل المذيب إلى خط البداية.
 6. ضع الغطاء على الحوض وبداخله الطبقة واتركه فترة كافية من الزمن للوصول المذيب إلى قرب الحافة العلوية للطبقة.
 7. بعد الانتهاء من عملية الفصل أخرج الطبقة من الحوض وحدد مكان وصول المذيب مباشرة قبل تبخره.

النتائج:

في كراسة الطالب:

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

٢. من القيم المعطاة في الخطوة ١ حدد معدل الإعاقة (R_f) لكل مادة ولمكونات الخليط.

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

٣. ارسم نتائج الفصل في ورقة منفصلة وأرفق مع التقرير الخاص بالتجربة.

تجربة ٣,٢,٢

فصل صبغة ورق النبات بواسطة طريقة الطور العاكس باستخدام الطبقة الرقيقة

مقدمة :

سطح مادة السليلوز في الطبقة الرقيقة مادة قطبية ، في هذه التجربة سنقوم بتحويل هذه الطبقة إلى طبقة غير قطبية باستخدام زيت البرافين .
الفصل سيتم على هذه الطبقة غير القطبية non-polar باستخدام طور متحرك قطبي polar

المواد المطلوبة :

١. إيثر بترولي petroleum ether

٢. زيت البرافين .

٣. طبقة رقيقة من السليلوز.

٤. طور متحرك بنسب حجمية

ميثانول	:	أسيتون	:	ماء
30	:	10	:	3.0

خطوات التجربة :

١. ضع 2 مل من زيت البرافين مع 20 مل إيثر بترولي داخل حوض كروماتوجرافيا التحليل.
٢. ضع الطبقة الرقيقة داخل الحوض ودع المذيب (الطور المتحرك) يرتفع خلال الطبقة إلى حوالي 2.0 سم قرب الحافة العلوية للطبقة.(هذه الخطوة لتغيير قطبية الطور الساكن).
٣. خذ الطبقة من الحوض ثم جففها في دولاب الغازات.
٤. استخلص مكونات ورق النبات المجفف وذلك بطحنه في جفنة بعد إضافة 5 مل أسيتون وكمية قليلة من الرمل.
٥. رشح المحلول الناتج واحتفظ به لإجراء الفصل.
٦. باستخدام أنبوبة شعرية ضع كمية قليلة جداً من عصارة النبات في الموقع المحدد على الطبقة (حوالي 2 سم من الحافة السفلية) ، ثم اترك الطبقة فترة من الزمن حتى تجف .
٧. انقل 20 مل من الطور المتحرك إلى داخل حوض كروماتوجرافيا .
٨. ضع الطبقة في حوض التحليل ويشترط ألا يصل المذيب إلى خط البداية .

٩. غط الحوض وبداخلة الطبقة لفترة من الزمن تكفي لوصول الطور المتحرك إلى قُرب الحافة العلوية للطبقة .
١٠. خذ الطبقة ثم جففها في دولاب الغازات .
١١. ضع دوائر حول المكونات الملونة المفصولة ويمكن استخدام أشعة فوق بنفسجية لتوضيح هذه المكونات .

النتائج :

في كراسة الطالب اكتب تقرير عن نتائج الفصل ، ثم ارسم نتائج الفصل على ورقة منفصلة .

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

تجربة ٣, ٢, ٣

اختبار نقاوة حمض أستاييل سالسليك

Purity test of Acetylsalicylic

مقدمة :

في مختبرات الكيمياء العضوية هنالك طرق كثيرة للتأكد من نقاوة تحضير المواد . في هذه التجربة سوف نستخدم تقنية الطبقة الرقيقة للتأكد من نقاوة مادة حمض أستاييل سالسليك المحضر من قبل الطلاب .

المواد المطلوبة :

١. حمض أستاييل سالسليك نقي (Ac) .
٢. حمض السالسليك نقي (S) .
٣. حمض أستاييل سالسليك المحضر (Acx) .
٤. طبقة رقيقة من السليكا جل .
٥. كاشف تعيين البقع (0.5 جم من الحديد الثلاثي في خليط من 10 مل ماء + 20 مل إيثانول)
٦. طور متحرك بنسب حجمية :

أسيتون	:	سايكلوهكسان	:	ماء
10 مل		10 مل		8 نقاط

خطوات التجربة :

١. حضر 2.0% من حمض أستاييل سالسليك نقي و حمض سالسليك نقي وحمض أستاييل سالسليك المحضر في المختبر في مذيب الأيثانول .
 ٢. قسّم بالقلم الرصاص خط البداية إلى 4.0 مسافات متساوية على بعد حوالي 2.0 سم من الحافة السفلية للطبقة الرقيقة ، وضع ٣ نقاط واكتب تحتها الآتي :
- | | | |
|----|---|-----|
| Ac | S | Acx |
|----|---|-----|
٣. باستخدام أنبوبة شعرية ضع كمية قليلة من كل مادة في الموقع المحدد ثم جفف .
 ٤. ضع الطبقة في حوض التحليل الكروماتوجرافي والذي يحوي 20 مل من الطور المتحرك .
 ٥. غط الحوض وبداخله الطبقة لفترة من الزمن تكفي لوصول الطور المتحرك إلى حوالي 6 سم من الحافة العلوية للطبقة .

٦. خذ الطبقة من الحوض ثم حدد مقدمة الطور المتحرك .
٧. جفف الطبقة الرقيقة في دولاب الغازات ، ثم رشها بكاشف تعيين البقع .
٨. حدد البقع التي ظهرت في الخطوة السابقة .

النتائج والحسابات :

في كراسة الطالب :

١. احسب المسافة التي قطعتها كل مادة بالسم وكذلك الطور المتحرك .
٢. احسب قيم R_f لكل مكون ثم حدد نقاوة العينة وذلك بمقارنة R_f للحمض المحضر مع R_f لحمض أستايل سالسيلك النقي .
٣. ضمن في تقريرك رسماً للنتائج أعلاه في ورق منفصل .

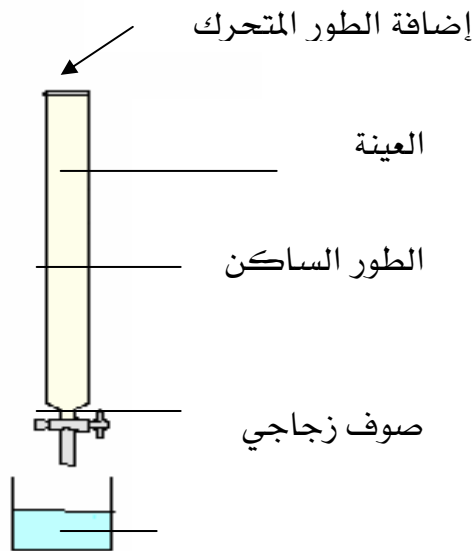
$$R_f = \frac{\text{المسافة التي قطعتها المادة بالسم}}{\text{المسافة التي قطعها المذيب بالسم}}$$

الفصل الثالث

٣,٣ كروماتوجرافيا العمود الكلاسيكي Classical Column Chromatography

مقدمة عامة :

تستخدم هذه الطريقة على نطاق واسع في تحليل المركبات العضوية والحيوية حيث يتكون الطور الساكن من مادة صلبة مثل جل السليكا (وفيه نجد أن مواقع الامتزاز النشطة هي ذرات الأوكسجين الموجودة في مجموعة السيلانول Si-OH والتي تسمح بتكوين روابط هيدروجينية مع المواد المراد فصلها) ، أو من مادة الألومينا والتي تشبه مادة السليكا من حيث النشاط السطحي . تعباً المادة الصلبة في عمود يمر من خلاله الطور المتحرك كما في الشكل رقم (٣).



شكل رقم (٣) يوضح عمود الفصل الكلاسيكي

معدل التحرك لأحد مكونات الخليط (المراد فصله) يعتمد على الإعاقه بواسطة الامتزاز فوق سطح المادة الصلبة (الطور الساكن) ، لذا المكون أو المادة الأقل امتزازاً يتحرك بسرعة بالمقارنة مع المادة الأكثر امتزازاً .

طريقة ملء العمود الكروماتوجرافي بالطور الساكن :

تعتبر عملية ملء العمود الكروماتوجرافي من أهم العمليات في الفصل وعادةً يسبب عدم اتباع الطريقة المناسبة للملء مشاكل كثيرة ينتج عنها عدم كفاءة الفصل ذاتها. وهناك طريقتان لملء العمود بمسحوق الطور الساكن:

- ١ - يملأ العمود بمسحوق المادة الصلبة مباشرة بطريقة الاهتزازات اليدوية والميكانيكية، ويتبع ذلك السماح بمرور الطور المتحرك خلال العامود.
- ٢ - يملأ العمود بعجينه مصنوعة من مسحوق المادة الصلبة على دفعات مع قليل من الطور المتحرك ويسمح لجسيمات المادة الصلبة بأن ترسو قبل إضافة جزء آخر من العجينة إلى العمود. ويستخدم عادةً قطعة صغيرة من الصوف الزجاجي في قاع عمود الفصل لكي يحمل جسيمات الطور الساكن، وتغطي قمة العمود بعد ملئه بورقة ترشيح صغيرة أو قطعة صغيرة من الصوف الزجاجي وذلك لحماية جسيمات الطور الساكن من التشتت عند إضافة الطور المتحرك إلى العمود، بعد الانتهاء من ملء العمود ينبغي أن لا يجف العمود وأن يغطي الطور المتحرك الطور الساكن، حيث إن تبخر المذيب من العمود يصاحبه دخول فقاعات هواء داخل طبقة العمود مما يستوجب إعادة ملئه مرة أخرى.

تجربة رقم ٣,٣,١

فصل محلول برمنجنات البوتاسيوم عن محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم عن طريق

كروماتوجرافيا العمود الكلاسيكي

Separation of permanganate and dichromate using classical column chromatography

المواد المطلوبة :

0.5 مولار حمض النيتريك ، 0.1 مولار حمض الكبريتيك ، 0.02 مولار برمنجنات البوتاسيوم ،
0.016 مولار ثنائي كرومات البوتاسيوم ، كبريتات حديدوز قياسي ، دليل ثنائي فينيل أمين .

ظروف التجربة :

- الطور المتحرك لإزاحة برمنجنات البوتاسيوم ← 0.5 مولار HNO_3 .
- الطور المتحرك لإزاحة ثنائي كرومات البوتاسيوم ← 0.1 مولار H_2SO_4 .
- الطور الساكن مادة الألومينا.
- حجم الخليط 10 مل (أحجام متساوية) .
- معدل السريان للطور المتحرك 2.0 مل / دقيقة .

خطوات التجربة :

١. املاً العمود بمادة الألومينا (الطور الساكن) بارتفاع حوالي 15 سم وذلك بوضع 40 جم منها في 0.5 مولار من حمض النيتريك ، على ألا يقل ارتفاع الطور المتحرك أعلى العمود عن 1.0 سم .
٢. أضف 10 مل من خليط برمنجنات البوتاسيوم و محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم إلى قمة العمود وافتح الصنبور .
٣. اغسل العمود بحمض النيتريك كطور متحرك (حوالي 25 مل) واضبط سريان الطور المتحرك بمعدل 2.0 مل / دقيقة .
٤. واصل استعمال حمض النيتريك كطور متحرك ، لاحظ بعد فترة زمنية تحرك البرمنجنات إلى أسفل العمود .
٥. استعمل محلول حمض الكبريتيك المخفف 1.0 M كطور متحرك لإزاحة ثنائي كرومات البوتاسيوم (قد تحتاج للشطف من أسفل العامود) واجمعها في دورق مخروطي آخر .
٦. عاير كل من البرمنجنات و ثنائي الكرومات (10 مل) باستخدام محلول الحديدوز القياسي.
٧. تكرر الخطوة ٦ ثلاث مرات.

النتائج:

سجل حجم Fe^{2+} لكل معايرة على حدة في الجدول المعد لذلك في كراسة الطالب .

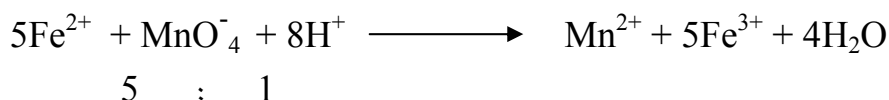
الحسابات:

١. اكتب معادلة التفاعل لكل معايرة.

٢. احسب عدد المليمولات والمولارية لكل من البرمنجنات وثنائي الكرومات متبعاً الخطوات التالية :

■ حساب تركيز البرمنجنات :

○ معادلة التفاعل للمعايرة



○ حساب عدد المليمولات:

$$\frac{\text{No. of mmoles of } MnO_4}{\text{No. of mmoles of } Fe^{2+}} = \frac{1}{5}$$

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

[No. of mmoles = Molarity X Volume (cm³)]

$$\text{No. of mmoles of } MnO_4 = \frac{0.1 \times \text{Volume (titrant)} \times 1}{5}$$

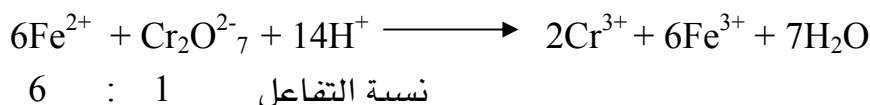
○ حساب مولارية MnO_4^- :

$$\text{Molarity of } MnO_4 = \frac{\text{No. of mmoles}}{\text{Volume (cm)}}$$

علماً بأن حجم $MnO_4^- = 10$ مل .

■ حساب تركيز ثنائي كرومات البوتاسيوم :

○ معادلة التفاعل



■ اتبع نفس خطوات حساب عدد المليمولات ومولارية البرمنجنات علماً بأن نسبة التفاعل 6 : 1

٣. علل لماذا تأخر ثنائي الكرومات في الخروج من العمود مقارنة بالبرمنجنات .

الفصل الرابع

٣,٤ طرق الفصل بواسطة كروماتوجرافيا الغاز Separation by Gas Chromatography (GC)

مقدمة:

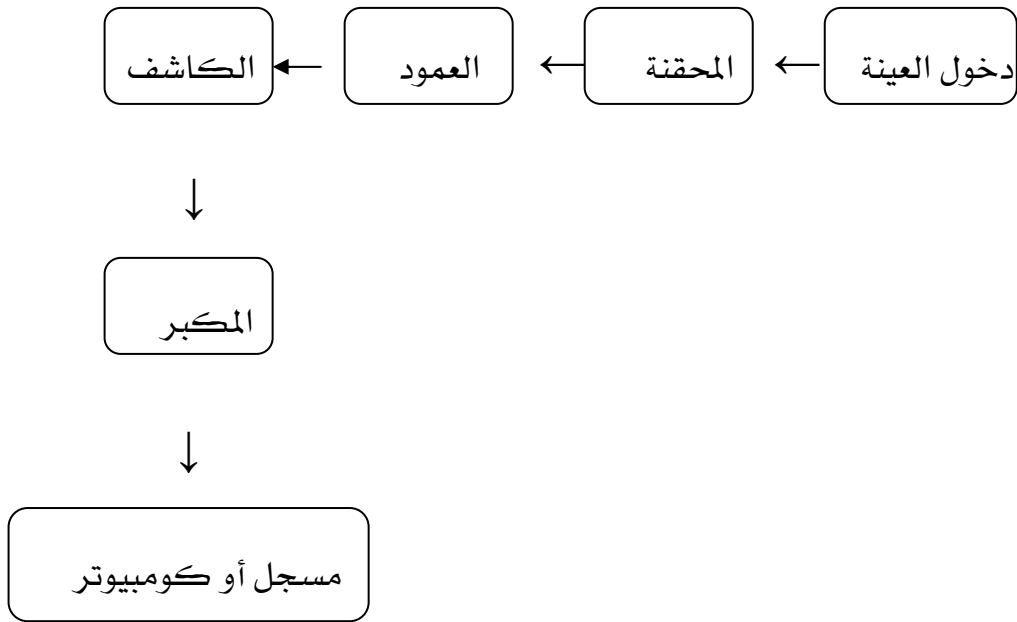
تعتبر كروماتوجرافيا الغاز من أفضل الطرق لفصل مخاليط تصل كمياتها إلى عدة ميكروجرامات وذلك بتمرير العينة في الحالة البخارية عبر عمود يحتوي على طور ساكن سائل أو صلب. الطور المتحرك يكون غازاً خاملاً مثل الهليوم أو النيتروجين. المركبات العضوية المعقدة المتطايرة يمكن فصلها في دقائق بهذه التقنية بينما يستخدم كروماتوجرافيا السائل (LC) لفصل المواد غير المتطايرة. حالياً تستخدم أعمدة شعرية في جهاز كروماتوجرافيا الغاز مما يجعلها أقوى وأفضل الطرق لفصل المركبات العضوية المتطايرة. يتم تقسيم كروماتوجرافيا الغاز إلى قسمين رئيسيين وهما:

١. كروماتوجرافيا الغاز الصلب gas solid chromatography .

في هذه الطريقة يتكون الطور الساكن من مادة صلبة مثل السليكا أو الألومينا .

٢. كروماتوجرافيا الغاز - السائل gas liquid chromatography .

في هذه الطريقة يتكون الطور الساكن من سائل غير متطاير (زيت السليكون) في درجات حرارة الفصل، مطلي على دعامة صلبة مثل حبات الزجاج. الشكل التخطيطي التالي يوضح الأجزاء الرئيسية لهذا الجهاز.



يجب ملاحظة أن هناك نوعان من الأعمدة وهي :

- أعمدة معبأة packed Columns .
- أعمدة شعرية capillary Columns .

تجربة رقم ٣,٤,١

تقنية الحقن ومقدمة للإحصائيات

الهدف :

تعريف المبتدئين بتقنية الحقن .

خطوات التجربة

- ١ - اضبط الجهاز على الآتي :
 - درجة حرارة الكاشف 250 C^0 .
 - درجة حرارة المحقنة 150 C^0 .
 - درجة حرارة العمود 80 C^0 .
 - راجع خطوات التشغيل الكامل من الأوراق المرفقة مع الجهاز.
- ٢ - احقن 0.2 ميكروليتر من عينة الهكسانول ، باستخدام المحقنة .
- ٣ - أعد الحقن ثلاث مرات.
- ٤ - قس ارتفاع كل قمة بالمليمتر.
- ٥ - احسب متوسط الارتفاع، الأخطاء الشخصية ومتوسط الخطأ النسبي.

النتائج:

تكتب النتائج كما في شكل المثال التالي في كراسة الطالب:

تم الحصول على ثلاث قمم ارتفاعها على التوالي: 140مم ، 142 مم ، 144 مم

$$\blacksquare \text{ متوسط الارتفاع} = 140 + 142 + 144 = 426 \div 3 = 142 \text{ مم} .$$

$$\blacksquare \text{ أخطاء فردية: } 2 = 140 - 142$$

$$0 = 142 - 142$$

$$2. = 144 - 142$$

لاحظ تؤخذ القيم كقيم إحصائية بغض النظر عن الإشارة.

$$\blacksquare \text{ متوسط الخطأ} = 4 \div 3 = 1.3 \text{ مم} .$$

$$\blacksquare \text{ متوسط الخطأ النسبي يساوي}$$

$$100 \times (142 \div 1.3) = 0.9\%$$

تجربة رقم ٢، ٤، ٣

التحليل النوعي لمواد عضوية باستخدام جهاز كروماتوجرافيا الغاز

الهدف:

تعريف الطالب على أهمية قيم Rt للتعرف على مكونات الخليط .

خطوات التجربة :

١. اضبط الجهاز على الآتي:

• درجة حرارة الكاشف 250 C^0 .

• درجة حرارة المحقنة 150 C^0 .

• درجة حرارة العمود 80 C^0 .

• راجع خطوات التشغيل الكامل من الأوراق المرفقة مع الجهاز.

٢. باستخدام المحقنة ، احقن 0.1 ميكروليتر من العينات القياسية التالية :

هكسانول -١ ، هكسانول -٢ ، هكسان حلقي ، تولوين ، بنزالدهيد .

٣. سجل زمن الاستبقاء Rt لكل عينة .

٤. احقن المجهول رقم ١ والمجهول رقم ٢ على التوالي ثم سجل RT لمكونات المجهول كل على حدة.

النتائج:

١. سجل زمن الاستبقاء RT (الزمن المستغرق من لحظة حقن العينة حتى خروج قمة السن peak).

للمواد القياسية وكذلك مكونات كل مجهول في الجدول المعد في كراسة الطالب.

٢. تعرف على مكونات المجهول وذلك بمقارنة RT للمحاليل القياسية والمجهول.

٣. ابحث عن درجة حرارة الغليان للمواد القياسية في المكتبة ثم سجل ملاحظاتك على علاقة

درجة الغليان وقيم RT .

تجربة ٣, ٤, ٣

تحديد درجة الحرارة المناسبة لفصل مكونات خليط بجهاز كروماتوجرافيا الغاز

الهدف من التجربة :

تدريب الطالب على كيفية ضبط درجة حرارة العمود وأهمية درجة الحرارة في الحصول على الفصل والتفريق الكامل لمكونات الخليط.

المواد المطلوبة :

مركبات عضوية مثل الهكسانول والبيوتانول.... الخ .

ظروف التجربة :

- درجة حرارة العمود متغيرة.
- درجة حرارة الحقن 150م° .
- درجة حرارة الكاشف 250م° .
- عمود شعري capillary column أو عمود مشحون packed column

خطوات التجربة

- ١- اتبع خطوات التشغيل المرفقة مع الجهاز .
- ٢- نظف المحقنة بالميثانول ثم بالماء المقطر ، تكرر هذه الخطوة مع كل حقنة.
- ٣- اضبط درجة حرارة العمود على 50 م° .
- ٤- اسحب 0.2 ميكروليتر من الخليط ثم احقن في محطة الحقن .
- ٥- كرر الخطوة ٤ ولكن مع تغيير درجة حرارة العمود الى 60 م° ، 70 م° ، 80 م° ، 100 م° ، 120 م° .

النتائج

- سجل ملاحظاتك في الجدول المعد لذلك في كراسة الطالب .
- حدد درجة الحرارة المناسبة لفصل الخليط .

تجربة ٤, ٣, ٤

التحليل الكمي لمادة الهكسانول بجهاز كروماتوجرافيا الغاز

الهدف من التجربة :

تعريف الطالب على أن التحليل الكمي مرتبط بعلاقة أن مساحة أو ارتفاع الاسنان تتناسب طردياً مع التركيز والاستفادة من هذه العلاقة لإيجاد تركيز المجهول وذلك بمقارنة مساحة السن للمجهول بمساحة أسنان المحاليل القياسية .

المواد المطلوبة :

- ١ - محاليل قياسية من الهكسانول .
- ٢ - محلول مجهول التركيز من الهكسانول .

خطوات التجربة :

١. اتبع خطوات تشغيل الجهاز .
٢. احقن 0.2 ميكروليتر للمحاليل القياسية (٤ محاليل على الأقل) .
٣. احقن 0.2 ميكروليتر من الهكسانول مجهول التركيز .

النتائج :

- سجل مساحة أو ارتفاع السن أو ارتفاعه للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المعد لذلك في كراسة الطالب .
- ارسم العلاقة بين مساحة السن أو ارتفاعه مقابل تركيز المحاليل القياسية .
- من المنحنى أوجد تركيز المجهول .
- لاحظ أنه يمكن إيجاد تركيز المجهول من الجهاز مباشرة (راجع المدرس) .

الفصل الخامس

٥،٣ تجارب في كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية

High performance liquid chromatography (H.P.L.C)

مقدمة :

لاحظنا من قبل أن عملية الفصل والجمع والتحليل بواسطة كروماتوجرافيا السائل على الأعمدة الكلاسيكية تستغرق عدة ساعات. لذا فكر الباحثون في تطويره وتوصلوا إلى الطريقة التي تسمى الكروماتوجرافيا السائلة ذات الضغط العالي أو الكفاءة العالية. تم التطوير بإدخال نظام جديد للحقن (الحقن بواسطة الصمام) وإدخال مضخات حديثة لضخ الطور المتحرك بمعدل ثابت. كما تم إدخال كواشف حديثة detectors للكشف عن المواد لحظة خروجها من العمود وعليه نجد أن الفصل والتحليل يتم في دقائق معدودة.

١ - نظام الطور المتحرك :

يضخ الطور المتحرك بواسطة مضخة ذات رأس ترددي لإلغاء الذبذبة في السريان. هذا النظام يسمح باستخدام طور متحرك واحد isocratic elution ولكن إذا كان هناك فارق كبير في زمن الاستبقاء RT فمن الضروري استخدام طورين متحركين يغير أحدهما قطبية الآخر ويسمى النظام في هذه الحالة نظام التصفية التتابعية التدريجية gradient elution

٢ - نظام الحقن :

يستخدم نظام الحقن بواسطة الصمام (ذو أحجام محددة) وذلك بحق العينة في الوضع load ثم تحول المادة للعمود وذلك بتحويل الصمام إلى الوضع inject.

٣ - العمود :

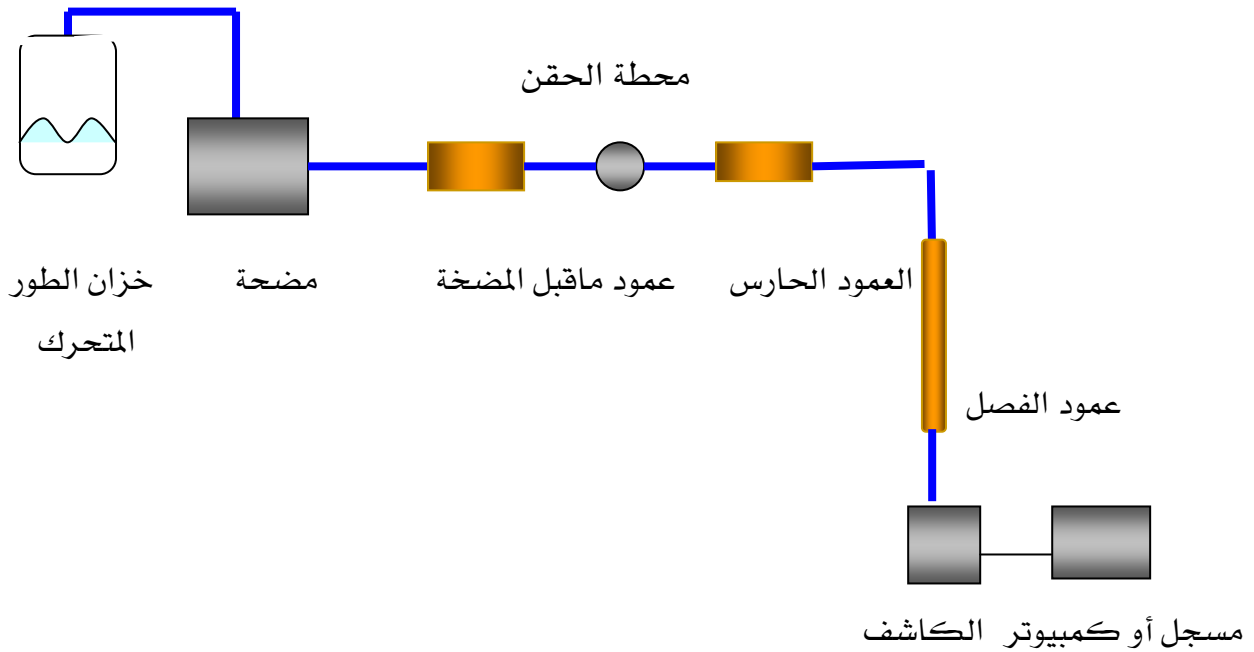
هناك العديد من المواد التي تستخدم لتعبئة العمود منها :

أ - السليكا.

ب - السليكا المرتبطة كيميائياً.

٤ - الكواشف:

غالبا ما يستخدم كاشف الأشعة فوق البنفسجية ذات الخلية الصغيرة وبأطوال موجية متغيرة في المدى 190 - 380 نانوميتر.
الشكل رقم (٤) يوضح الأجزاء المهمة لهذا الجهاز.



شكل رقم (٤) يوضح الأجزاء الرئيسية لكروماتوجرافيا السائل

تجربة رقم ١، ٥، ٣

التحليل النوعي لمواد عضوية باستخدام جهاز كروماتوجرافيا السائل (H.P.L.C)

الهدف:

تدريب الطالب على كيفية تشغيل الجهاز وأهمية قيم R.T للتعرف على مكونات الخليط.

المواد المطلوبة:

حمض السلسليك (SA) حمض أستاييل سلسايك (ASA) حمض البنزويك (BA)، حمض الفثاليك (PhA). 10ug/ml لكل حمض ويحضر باستخدام الطور المتحرك.

ظروف التجربة:

الطور المتحرك: إيثانول : ماء بنسبة 30 : 70

العمود: Symmetry C₁₈

طول موجة الكاشف: 225 نانوميتر

حجم الحقن: 10 مايكوليتير

معدل السريان: 1.0 مل/دقيقة

خطوات التجربة:

- ١ - اتبع خطوات التشغيل المرفقة مع الجهاز.
- ٢ - نظف المحقنة بالميثانول ثم بالماء المقطر.
- ٣ - احقن 10 مايكروليتر من المواد المذكورة أعلاه، مع تحويل صمام الحقن في كل حالة من الوضع load إلى الوضع inject.
- ٤ - احقن الخليط.

النتائج:

من نتائج التحليل التي تحصل عليها من الكمبيوتر، سجل قيم R.T للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المعد لذلك في كراسة الطالب.
حدد مكونات الخليط بمقارنة قيم R.T .

تجربة رقم ٢، ٥، ٣

تقدير تركيز حمض البنزويك باستخدام جهاز كروماتوجرافيا السائل ذو الكفاءة العالية

الهدف:

تدريب الطالب على أهمية هذا الجهاز في تقدير تركيز المواد العضوية بجانب الفصل. وكيفية الاستفادة من مساحة الأسنان لتقدير تركيز المجهول.

المواد المطلوبة:

- ١ - محاليل قياسية من حمض البنزويك 5، 10، 15، 20 جزء بالمليون (p.p.m) و تحضر باستخدام الطور المتحرك.
- ٢ - محلول مجهول التركيز من حمض البنزويك.

ظروف التجربة:

الطور المتحرك	ايثانول: ماء	بنسبة 30 : 70
العامود	Symmetry C ₁₈	
طول موجة الكاشف	225 نانوميتر.	
حجم الحقن	10 مايكروليتر.	
معدل السريان	1.0 مل / دقيقة.	

خطوات التجربة:

- ١ - اتبع خطوات التشغيل المرفقة مع الجهاز.
- ٢ - نظف المحقنة بالميثانول ثم بالماء المقطر، تكرر هذه الخطوة مع كل حقنة.
- ٣ - ابدأ بحقن المحاليل القياسية لحمض البنزويك (أقل تركيز أولاً).
- ٤ - احقن محلول حمض البنزويك المجهول التركيز.

النتائج:

- ١ - سجل مساحة السن (أو ارتفاع السن) وزمن الاستبقاء (R.T) للمحالييل القياسية و المجهول في كراسة الطالب.
- ٢ - ارسم منحنى العلاقة بين المساحة (أو ارتفاع السن) مقابل التركيز في ورق رسم بياني.
- ٣ - أوجد تركيز المجهول من المنحنى وقارن نتائجك مع النتائج المتحصل عليها من جهاز الكمبيوتر.

تجربة رقم ٣,٥,٣

تقدير تركيز الكافيين في الشاي والقهوة والمشروبات الغازية بجهاز كروماتوجرافيا السائل ذي

الكفاءة العالية.

الهدف:

تعريف وتدريب الطالب على أهمية هذا الجهاز لتقدير الكافيين في المواد الخام دون الحاجة لإجراء الاستخلاص للكافيين كما في الطرق التقليدية الأخرى.

تدريب الطالب على كيفية التعرف على قيمة R.T للكافيين في المجهول (يحتوى على عدة أسنان لأنه خام) مع مقارنته بمحلول الكافيين القياسي المجهز في المختبر. ثم الاستفادة من مساحة الأسنان لإيجاد تركيز المجهول في المشروبات المختلفة.

المواد المستخدمة:

- ١- محاليل قياسية من الكافيين ويحضر باستخدام الطور المتحرك.
- ٢- شايو وقهوة و كوكاكولا.

ظروف التجربة:

الطور المتحرك	ماء : ميثانول بنسبة 80 : 20 ويضبط الرقم الهيدروجيني إلى pH = 3.5 باستخدام حمض الهيدروكلوريك.
العمود	Symmetry C ₁₈
طول موجة الكاشف	245 نانوميتر.
حجم الحقن	10 مايكروليتر
معدل السريان	1 مل / دقيقة

تحضير عينة الشاي والقهوة:

انقل بالماصة 10 مل من الشاي و 5 مل من القهوة إلى دورق قياسي سعة 50 مل ثم إكمال الحجم حتى العلامة بالطور المتحرك.

تحضير عينة الكوكاكولا:

خذ حوالي 15 مل من العينة ثم اسكبه في كأس مجفف نظيف ثم يعاد السكب إلى كأس آخر، كرر خطوة السكب من كأس إلى آخر لطرد الغازات.
اسحب بالماصة 10 مل من العينة إلى دورق قياسي سعة 25 مل ثم أكمل بالطور المتحرك حتى العلامة.

خطوات التجربة:

- ١ - اتبع خطوات التشغيل المرفقة مع الجهاز.
- ٢ - نظف المحقنة بالميثانول ثم بالماء المقطر، تكرر هذه الخطوة مع كل حقنة.
- ٣ - ابدأ بحقن المحاليل القياسية (أقل تركيز أولاً) من محلول الكافيين.
- ٤ - احقن عينات الشاي و القهوة والكوكاكولا.

النتائج:

- ١ - قارن زن الاستبقاء R.T للمجاهيل مع المحاليل القياسية لتحديد السن الخاص بالكافيين بين الأسنان المختلفة في المجهول.
- ٢ - سجل مساحة الأسنان (أو ارتفاع السن) للمحاليل القياسية والعينات في كراسة الطالب.
- ٣ - ارسم منحنى تدرج قياسي للمحاليل القياسية (المساحة مقابل التركيز).
- ٤ - أوجد تركيز الكافيين في العينات المختلفة من المنحنى وقارن نتائجك مع المتحصل عليها من جهاز الكمبيوتر.

ملاحظة:

يجب غسل المضخات والعمود والكاشف بطور متحرك مكون من ميثانول: ماء بنسبة 80 : 20 فقط بدون إضافة حمض الهيدروكلوريك.

تجربة رقم ٤, ٥, ٣

فصل وتقدير فيتامين ج (C) في عصير الفواكه باستخدام جهاز كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية

الهدف:

تعريف وتدريب الطالب على أهمية هذا الجهاز لتقدير فيتامين C – ascorbic acid دون الحاجة لاستخلاصه من عينة العصير كما في الطرق التقليدية الأخرى. تدريب الطالب على كيفية التعرف على السن الخاص بفيتامين C في العصير وذلك بمقارنته مع محلول قياسي من فيتامين C مجهز في المختبر، ثم الاستفادة من مساحة أو ارتفاع السن لتقدير تركيزه في العصائر المختلفة.

المواد المطلوبة:

- ١ - محاليل قياسية من فيتامين ج ويحضر باستخدام الطور المتحرك.
- ٢ - محلول عصير من البرتقال، عنب، ... الخ.

ظروف التجربة:

الطور المتحرك	ويحضر بإذابة 1.36 جم من KH_2PO_4 في لتر من الماء المقطر.
العمود	Nova-pak C_{18}
الطول الموجي للكاشف	254 نانوميتر
حجم الحقن	10 ميكرو لتر
معدل السريان	1 مل / دقيقة

خطوات التجربة :

- ١ - اتبع خطوات التشغيل المرفقة مع الجهاز.
- ٢ - نظف المحقنة بالميثانول ثم بالماء المقطر، تكرر هذه الخطوة مع كل حقنة.
- ٣ - احقن المحاليل القياسية (أقل تركيز أولاً) من محلول فيتامين ج.
- ٤ - احقن عينات العصير المختلفة.

النتائج:

- ١ - قارن زمن الاستبقاء R.T لكل عصير مع المحاليل القياسية لتحديد السن الخاص بفيتامين ج بين الأسنان المختلفة في المجهول.
- ٢ - سجل مساحة الأسنان (أو ارتفاع السن) للمحاليل القياسية والعينات في الجدول المعد لذلك في كراسة الطالب .
- ٣ - ارسم منحنى تدريج قياسي لمساحة الأسنان (أو ارتفاع السن) مقابل تركيز المحاليل القياسية.
- ٤ - أوجد تركيز فيتامين ج في العينات من المنحنى وقارن نتائجك مع النتائج المتحصل عليها من جهاز الكمبيوتر.

امتحان ذاتي رقم (١)

أجب عن الأسئلة التالية.

- ١ - على ماذا تعتمد طريقة الفصل الكروماتوجرافية ؟
- ٢ - اذكر بعض التقنيات المختلفة للكروماتوجرافيا ؟
- ٣ - على ماذا تعتمد ميكانيكية الفصل في كروماتوجرافيا الورقة ؟
- ٤ - لأي نوع من التحليل يستخدم كروماتوجرافيا الورق ؟
- ٥ - كيف يمكن تحضير 100 مل من المذيب يحتوي 60% أمونيا و 20% إيثانول ؟
- ٦ - احسب معامل الإعاقة لمركب كيميائي قطع مسافة 2.0 سم على ورقة الكروماتوجرافيا إذا علمت أن المسافة التي قطعها المذيب 4.0 سم ؟
- ٧ - ما هو الكاشف المستخدم للتمييز بين النيكل والكوبالت والنحاس ؟
- ٨ - ما هو الطور الساكن في كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة ؟
- ٩ - كيف يمكن اختبار نقاوة مركب كيميائي باستخدام التقنيات الكروماتوجرافية ؟
- ١٠ - ما هو الأساس النظري في الفصل باستخدام تقنية كروماتوجرافيا العمود ؟
- ١١ - اذكر طريقتين لملء عمود الكروماتوجرافيا بالطور الساكن ؟
- ١٢ - ما هي مميزات طرق الفصل بواسطة كروماتوجرافيا الغاز ؟
- ١٣ - ما نوع العمود المستخدم في كروماتوجرافيا الغاز ؟
- ١٤ - ما هي أقسام كروماتوجرافيا الغاز ؟
- ١٥ - عرف زمن الاستبقاء RT ؟
- ١٦ - ما هي مميزات طرق الفصل بواسطة كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية ؟
- ١٧ - اذكر الأجزاء الأساسية في كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية ؟

امتحان ذاتي رقم (٢)

أجب عن الأسئلة التالية.

علل:

- ١ - تغطية خزان الطور المتحرك ؟
- ٢ - استخدام القلم الرصاص لتحديد خط البداية والنهاية ؟
- ٣ - تعريض ورقة الكروماتوجرافيا لأبخرة الأمونيا في فصل النيكل والنحاس والكوبالت ؟
- ٤ - استخدام زيت البرافين في فصل صبغة ورق النبات باستخدام كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة ؟
- ٥ - استخدام قطعة صغيرة من الصوف الزجاجي في قاع العمود ؟
- ٦ - تغطية العمود بعد ملئه بورقة ترشيح صغيرة أو قطعة صغيرة من الصوف الزجاجي؟
- ٧ - مراعاة عدم جفاف العمود وأن يغطي الطور المتحرك الطور الساكن ؟
- ٨ - تأخر ثنائي الكرومات في الخروج من العمود مقارنة بالبرمنجنات عند فصلهما باستخدام كروماتوجرافيا العمود التقليدي ؟
- ٩ - سبب التسمية بكروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية ؟

إجابة الامتحان الذاتي رقم (١)

- ١ - على التحرك النسبي لطورين هما الطور الساكن والطور المتحرك.
- ٢ -
- (i) - كروماتوجرافيا الورقة.
- (ii) - كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة.
- (iii) - كروماتوجرافيا الأعمدة.
- ٣ - على التجزؤ. حيث إن الماء الممتز على جزيئات السليولوز في الورق يمثل الطور الساكن ويكون الورق دعامة صلبة. أما الطور المتحرك فهو خليط من مذيبات عضوية الذي ينتقل خلال الورقة بخاصية الجاذبية الشعرية ماراً بالعينة التي توزع نفسها بين الطورين وعلى هذا
- ٤ - يستخدم للتحليل النوعي. وذلك بمقارنة قيم زمن الاستبقاء للمواد القياسية مع العينة المجهولة.
- ٥ -
- حجم الأمونيا $100 \times \frac{60}{80} = 75\text{ml}$
- حجم الإيثانول $100 \times \frac{20}{80} = 25\text{ml}$
- ٦ - $R_f = 2/4 = 0.5$
- ٧ - محلول 0.1% حمض الريبونيك في إيثانول.
- ٨ - هو عبارة عن مادة امتزاز ناعمة مطلية على صحيفة من الزجاج.
- ٩ - يقارن R_f للمركب مع R_f للمركب النقي المحضر.
- ١٠ - الطور الساكن في كروماتوجرافيا العمود هو مادة صلبة مثل السليكا جل Si-OH ذرات الأكسجين تسمح بتكوين روابط هيدروجينية مع المواد المراد فصلها، المواد الأقل امتزازاً تتحرك بسرعة من خلال العمود المحتوي على السليكا جل مقارنة بالمواد الأكثر امتزازاً.
- ١١ - (i) - يملأ العمود بمسحوق المادة الصلبة مباشرة ويتبع ذلك بإمرار الطور المتحرك خلال العمود.

- (ii) - يملأ العمود بعجينة مصنوعة من مسحوق المادة الصلبة على دفعات مع قليل من الطور المتحرك.
- ١٢ - (i) - من أفضل الطرق لفصل مخاليط يصل كمياتها إلى عدة ميكروجرامات.
- (ii) - يمكن فصل المركبات العضوية المعقدة المتطايرة في دقائق.
- ١٣ - (i) - أعمدة شعرية.
- (ii) - أعمدة معبأة.
- ١٤ - (i) - كروماتوجرافيا الغاز - الصلب، الطور الساكن مادة صلبة مثل السليكا جل.
- (ii) - كروماتوجرافيا الغاز - السائل، الطور الساكن مادة سائلة غير متطايرة مثل زيت السليكون مطلي على دعامة صلبة مثل حبات الزجاج.
- ١٥ - هو الزمن المستغرق من لحظة حقن العينة حتى خروج قمة السن.
- ١٦ - (i) - من أفضل الطرق لفصل مخاليط تصل كمياتها إلى عدة ميكروجرامات.
- (ii) - يمكن فصل المركبات العضوية المعقدة غير المتطايرة في دقائق.
- ١٧ - (i) - نظام الطور المتحرك.
- (ii) - نظام الحقن.
- (iii) - العمود.
- (iv) - الكاشف.

إجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)

- ١ - للمحافظة على درجة حرارة وكمية الطور المتحرك.
- ٢ - لأن القلم الحبر قد يذوب عند استخدام مذيبات عضوية.
- ٣ - لمعادلة الحمض.
- ٤ - لتحويل الطور الساكن (مادة السليوز) القطبية إلى طبقة غير قطبية.
- ٥ - لحمل جسيمات الطور الساكن.
- ٦ - لحماية جسيمات الطور الساكن من التشتت عند إضافة الطور المتحرك إلى العمود.
- ٧ - أن تبخر المذيب من العمود يصاحبه دخول فقاعات هواء داخل طبقة العمود مما يسبب عدم كفاءة الفصل.
- ٨ - ثنائي الكرومات يمتاز بشكل أقوى من البرمنجنات.
- ٩ - لإدخال مضخات حديثة لضخ الطور المتحرك بمعدل ثابت لإتمام الفصل في عدة دقائق.

- 1) Gary D. Christian, *Analytical Chemistry*, fifth edition, John Willy & sons, Inc, 1986.
- 2) G.W. Ewing, *Instrumental methods of Chemical Analysis*, Fourth edition, McGraw-Hill, New York, 1975.
- 3) A.I. Vogel, *Textbook of Quantitative chemical Analysis*, fifth edition, Longman, London 1975.
- 4) J.S. Fritz & G.H. Schenk, *Quantitative Chemistry*, Fourth edition, Allyn Bacon, Boston, 1979.
- 5) D.A. Skoog & D.M. West, *Principles of Instrumental Methods of Analysis*, sixth edition, Holf Rinehart & Wiston, New York, 1991.
- 6) Stock & Rice chromatographic methods, third edition, by John Willy & Sons, Inc 1994

٧) عبدالغني حمزة. محمد أحمد آشي. عبدالفتاح البسطاوي. عبدالعزيز السباعي. توفيق عميرة، الكيمياء التحليلية. بعض الأسس النظرية لطرق التحليل الآلي، الطبعة الأولى، جامعة الملك عبدالعزيز، ١٩٨٦م.

٨) إبراهيم الزامل، الكيمياء التحليلية - التحليل الآلي، الطبعة الثالثة، دار الخريجي للنشر، ١٩٩٨

الصفحة	الموضوع
	مقدمة
٢	الوحدة الأولى : تجارب في الاستخلاص بالمذيبات
٤	تقدير النسبة المئوية لاستخلاص اليود بواسطة مذيب عضوي
٧	استخلاص الحديد (III) طيفيا باستخدام طريقة الاستخلاص
٩	تقدير الرصاص طيفيا باستخدام طريقة الاستخلاص
١٢	امتحان ذاتي - ١
١٣	امتحان ذاتي - ٢
١٤	إجابة الامتحان الذاتي - ١
١٥	إجابة الامتحان الذاتي - ٢
١٦	الوحدة الثانية : المبادلات الأيونية
١٩	تعيين السعة الاستبدالية للمبادلات الأيونية والكاتيونية
٢٢	فصل الخارصين عن الماغنسيوم بمبادل آنيوني
٢٤	استخدام مبادل آنيوني لفصل خليط من الكوبالت والنيكل والحديد
٢٧	امتحان ذاتي رقم (١)
٢٨	امتحان ذاتي رقم (٢)
٢٩	اجابة الامتحان الذاتي رقم (١)
٣٠	اجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)
٣١	الوحدة الثالثة : الطرق الكروماتوجرافية
	الفصل الأول
٣٤	تجارب في كروماتوجرافيا الورقة
٣٥	اختيار المذيب المناسب لفصل الحبر التجاري
٣٦	فصل الحبر التجاري بواسطة عن طريق كروماتوجرافيا الورق
٣٧	فصل المعادن عن طريق عن طريق كروماتوجرافيا الورق

الفصل الثاني

- ٣٩ كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة
- ٤٠ فصل أورثونيتروفينول عن بارانيتروفينول
- ٤٢ فصل صبغة ورق النبات
- ٤٤ اختبار نقاوة حمض أستيل سالسليك

الفصل الثالث

- ٤٦ كروماتوجرافيا العمود الكلاسيكي
- ٤٨ فصل محلول البرمنجنات عن ثنائي الكرومات

الفصل الرابع

- ٥٠ طرق الفصل بواسطة كروماتوجرافيا الغاز
- ٥٢ تقنية الحقن ومقدمة للإحصائيات
- ٥٣ التحليل النوعي لمواد عضوية
- ٥٤ تحديد درجة الحرارة المناسبة لفصل مكونات خليط
- ٥٥ التحليل الكمي لمادة الهكسانول

الفصل الخامس

- ٥٦ تجارب في كروماتوجرافيا السائل ذي الكفاءة العالية
- ٥٨ التحليل النوعي لمواد عضوية
- ٥٩ تقدير تركيز حمض البنزويك
- ٦١ تقدير تركيز الكافيين في الشاي والقهوة والمشروبات الغازية
- ٦٣ فصل وتقدير فيتامين - ج في عصير الفواكه

- ٦٥ امتحان ذاتي ١-
- ٦٦ امتحان ذاتي ٢-
- ٦٧ إجابة الامتحان الذاتي ١-
- ٦٩ إجابة الامتحان الذاتي ٢-

تقدر المؤسسة العامة للتعليم الفني والتدريب المهني الدعم

المالي المقدم من شركة بي آيه إي سيستمز (العمليات) المحدودة

GOTEVOT appreciates the financial support provided by BAE SYSTEMS

BAE SYSTEMS