

تقنية مختبرات كيميائية

طرق التحليل الطيفي (عملي)

كيم ٢٦٢



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

تسعى المؤسسة العامة للتعليم الفني والتدريب المهني لتأهيل الكوادر الوطنية المدرية 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 التنموي: لتصل بعون الله تعالى لمصاف الدول المتقدمة صناعياً.

وقد خططت 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 لتلبى 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 تدريسي أكثر التصاقاً بسوق العمل، وأكثر واقعية في تحقيق متطلباته الأساسية.

وتتناول هذه الحقيقة التدريبية " طرق التحليل الطيفي (عملي) " لمترببي قسم " تقنية مختبرات كيميائية " للكليات التقنية موضوعات حيوية تتناول كيفية اكتساب المهارات الالزمة لهذا التخصص.

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

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

الإدارة العامة لتصميم وتطوير المناهج

تعتبر طرق التحليل الطيفي الجزيئي والذري من أهم وأشمل طرق التحليل الآلي نظراً لسهولتها ودقتها وحساسيتها العالية وتطبيقاتها المتعددة. تعتمد هذه الطرق على انبعاث أو امتصاص جزء من الأشعة الكهرومغناطيسية من قبل جزيئات أو ذرات المادة.

في هذه الحقيقة التدريبية سوف يقوم المتدرب بإجراء تجارب متعددة يستطيع من خلالها ضبط الظروف المناسبة للتجربة وتشغيل الأجهزة والحصول على نتائج التحليل عن طريق رسم المنحنيات أو من خلال الحصول على النتائج من الأجهزة مباشرةً كما في حالة جهاز التألق الجزيئي.

تقسم هذه الحقيقة إلى وحدتين رئيسيتين. الوحدة الأولى تتضمن ثلاثة فصول في مجال التحليل الطيفي الجزيئي، وهي تجارب في مجال الأشعة المرئية وفوق البنفسجية، و التألق الجزيئي، و الأشعة تحت الحمراء. تجارب الأشعة المرئية وفوق البنفسجية والتألق الجزيئي تتعلق بالتحليل الكمي، بينما تجارب الأشعة تحت الحمراء تتعلق بالتحليل النوعي، أي تشخيص المجاميع الوظيفية لعينات سائلة وصلبة. الوحدة الثانية تتضمن فصلين في مجال التحليل الطيفي الذري، وهي تجارب لطرق الامتصاص الذري والانبعاث الذري. في هذه الوحدة والتي تتعلق أيضاً بالتحليل الكمي يتدرّب المتدرب بصورة رئيسية على أهمية السلامة في تشغيل أجهزة الانبعاث والامتصاص الذري لكونهما يعملان بغازات قابلة للاشتعال، وبالأخص في كيفية تشغيل وإغلاق هذه الأجهزة.



طرق التحليل الطيفي (عملي)

التحليل الطيفي الجزيئي

تحليل الطيف الجزيئي

الجدارة:

معرفة الطريقة الصحيحة لتحليل العينات كمياً ونوعياً بطريق التحليل الطيفي الجزيئي مثل طرق الأشعة المرئية وفوق البنفسجية والتألق الجزيئي والأشعة تحت الحمراء.

الأهداف:

عندما تكتمل هذه الوحدة يكون لديك القدرة على:

١- تحليل العينات باتباع الآتي:

- (أ) الأشعة المرئية وفوق البنفسجية.
 - تحضير محليل قياسية ومعالجة العينات المراد تقديرها قبل التحليل.
 - تحديد λ_{max} .
 - رسم منحنيات التدرج القياسي.
 - تحديد تركيز المادة المراد تحليلها.
 - تحديد تركيز المجهول من منحني التدرج القياسي.
 - تحديد λ_{em} و λ_{lex} .
 - تحديد الأشعة تحت الحمراء.
- (ii) التألق الجزيئي.
- (iii) الأشعة تحت الحمراء.

٢- تشغيل الأجهزة الخاصة بالطرق المذكورة أعلاه.

مستوى الأداء المطلوب:

أن يصل المتدرب إلى إتقان هذه الجدارة بنسبة ١٠٠٪.

الوقت المتوقع للتدريب:

٤٠ ساعة.

الوسائل المساعدة:

كافش طيفي، محليل قياسية، وعاء تحليل زجاجي وكوارتز، دوارق قياسية، سحاحات، ماصات، ميزان حساس، فرن تجفيف، ورق ترشيح، دوارق مخروطية، كؤوس.

متطلبات الجدارة:

احتياز الحقائب السابقة.

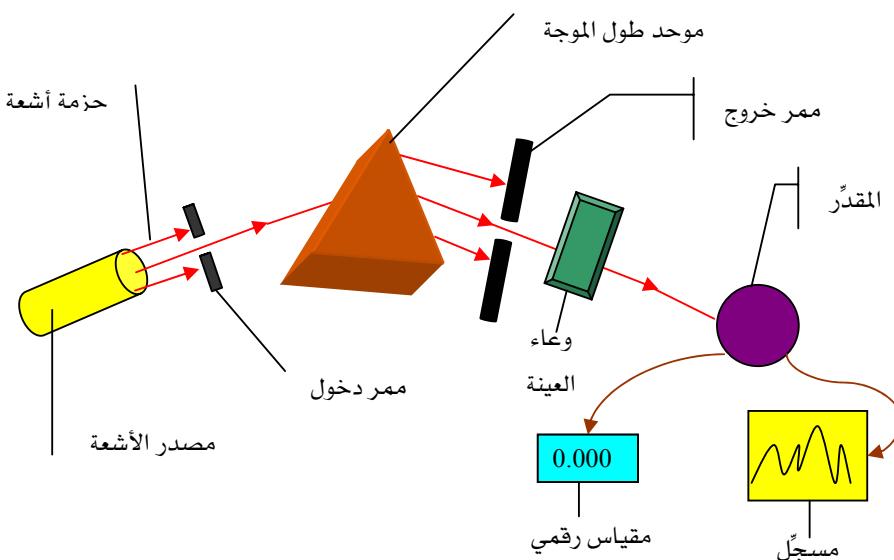
الفصل الأول

تجارب في الامتصاص الجزيئي للطيف المرئي والفوق بنفسجي

المقدمة :

تعتبر طرق الامتصاص الجزيئي للطيف المرئي والفوق بنفسجي من أكثر طرق التحليل الكمي استعمالاً. وتعتمد هذه الطرق على امتصاص الأشعة المرئية أو فوق البنفسجية بواسطة جزيئات المادة في محلول، ويتناسب هذا الامتصاص تابساً طردياً مع تركيز المادة. تستخدم طريقة الامتصاص الجزيئي للطيف المرئي (الطريقة اللونية) (visible molecular spectrometry) (colorimetry) في تحليل المواد الملونة في المجال (380-780 nm)، بينما تستخدم طريقة الامتصاص الجزيئي للطيف فوق البنفسجي ultraviolet molecular spectrometry في تحليل المواد التي تمتلك في المجال فوق البنفسجي (380-200 nm).

يتكون جهاز الطيف المرئي والفوق بنفسجي من مصدر للأشعة (Radiation source) تسلط على المادة الموجودة في وعاء العينة (sample cell)، وقبل توجيهه أشعة المصدر إلى المادة يجب أن تفصل بحيث يُسمح فقط للمجال الطيفي المطابق لطيف المادة بالمرور خلال وعاء العينة، ويتم فصل الأشعة بواسطة ما يسمى موحد طول الموجة monochromator. وبعد ذلك يتوجه الشعاع النافذ من موحد طول الموجة إلى وعاء العينة، حيث تقوم العينة بامتصاص جزء من الأشعة، يتم تقدير هذا الامتصاص من خلال معرفة الأشعة النافذة من وعاء العينة إلى المقدّر detector الذي يقيس شدة الأشعة الساقطة عليه ومن ثم تعرض استجابة المقدّر بواسطة آلة العرض والتي تكون إما مقياس رقمي 0.000 أو مسجل .



شكل (١): رسم توضيحي لجهاز الطيف ذو النظام الأحادي

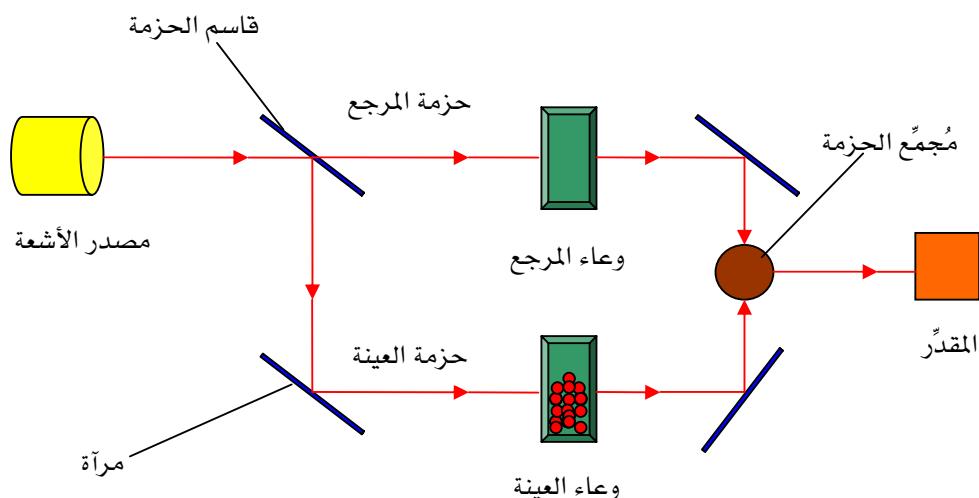
هناك نظامان رئيسيان مستخدمين في أجهزة الطيف المائي وفوق البنفسجي:

١ - النظام أحادي الحزمة :Single-Beam System

في هذا النظام يتم ترتيب أجزاء الجهاز كما هو موضح بالشكل (١)، وهذا النظام لا يصلح لطرق الامتصاص الطيفي لعدة أسباب منها أن هذا النظام يقيس مجموع الأشعة المفقودة وليس فقط الجزء الممتص بواسطة المادة، حيث أن الأشعة قد تفقد عن طريق السطوح العاكسة (جدران وعاء العينة)، بالإضافة إلى أن الخطأ الناتج من عدم ثبات شدة أشعة المصدر لا يمكن تلافيه باستعمال هذه النظام حتى ولو استُخدم محلول الخالي .Blank Solution

٢ - النظام ثائي الحزمة :Double-Beam System

تعتمد طرق الامتصاص الطيفي على قياس شدة الأشعة قبل وبعد مرورها خلال العينة. ولذا فإن أي اختلاف في شدة المصدر يسبب خطأً كبيراً في القياس، لهذا فإن النظام أحادي الحزمة لا يصلح لهذه الطرق، ولحل هذه المشكلة اعتمد النظام ثائي الحزمة شكل (٢).



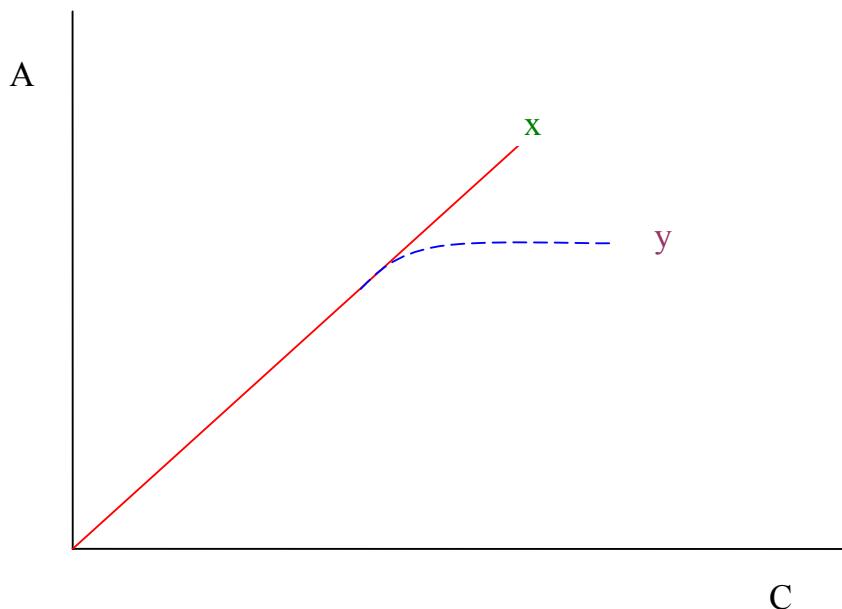
شكل: (٢) رسم تخطيطي لجهاز الطيف ذو النظام الثنائي

تجربة رقم ١ - ١

تقدير الكوبالت باستخدام جهاز الأشعة المرئية Colorimeter

فكرة التجربة:

نهدف من هذه التجربة التحقق من قانون بير لامبرت، وذلك برسم منحنى تغير الامتصاص بدالة التركيز، والمنحنى عبارة عن خط مستقيم يمر بنقطة الأصل شكل (٣). يكون هذا القانون محققاً في مجال تركيز محدود (x)، ويصبح غير صحيح في التراكيز العالية (y).



شكل (٣) الحيد من قانون بير لامبرت من خلال منحنى التدرج القياسي

المواد الكيميائية المطلوبة:

- كلوريد الكوبالت.
- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ميزان حساس.
- دورق قياسي سعة ml 100.
- دوارق قياسية سعة ml 50.
- سحاحة أو ماصة.
- خلايا زجاج.

خطوات العمل:**أولاً: تحضير المحاليل القياسية:**

- ١ - حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1 g/l من الكوبالت الموجود في كلوريد الكوبالت وذلك في دورق قياسي سعة ml 100.
- ٢ - باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: $0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 \text{ g/l}$ في دوارق قياسية سعة ml 50 وذلك من محلول الأساسي (10 g/l).

ثانياً: تحديد الطول الموجي المناسب λ_{max} :

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
٢. باستخدام محلول الحالي والمحلول ذي التركيز الأعلى فقط ابدأ بقياس تغير الامتصاص مع الأطوال الموجية (710 nm _____ 430) ثم سجل النتائج في جدول.
٣. حدد الطول الموجي المناسب λ_{max} والذي يكون عنده أعلى امتصاص.

ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ثبت λ_{max} بالجهاز، واجعل الامتصاص يقرأ 0.0 باستخدام محلول الحالي.
٢. ابدأ بقياس الامتصاص للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأقل تركيز ثم الأعلى وهكذا..... ثم سجل النتائج في جدول.
٣. ضع محلول المجهول وسجل له الامتصاص.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب أوجد ما يلي:

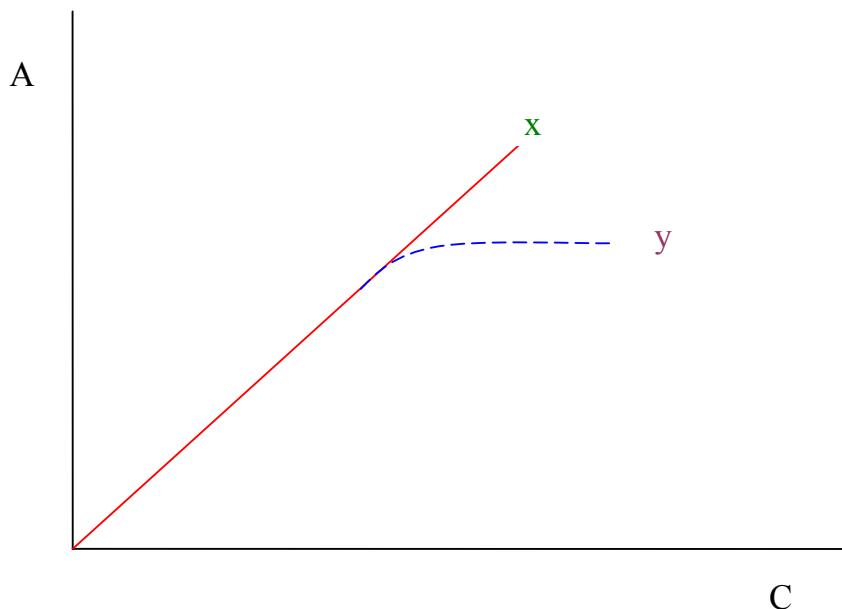
- ١ وزن كلوريد الكوبالت اللازم لتحضير 1 g من الكوبالت في دورق قياسي سعة 100 ml.
- ٢ الأحجام المأخوذة من المادة القياسية الأساسية لتحضير المحاليل القياسية التالية: (0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 g/l).
- ٣ نتائج الامتصاص المقابلة للأطوال الموجية المختلفة في الجدول المرفق.
- ٤ الطول الموجي المناسب λ_{max} .
- ٥ نتائج الامتصاص المقابلة للتركيزات القياسية والمحظوظ في الجدول المرفق.
- ٦ تحقق من قانون بيرلامبرت برسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والامتصاص.
- ٧ حدد تركيز المحظوظ من الرسم.
- ٨ حدد تركيز المحظوظ من القانون $A_1 \bullet C_2 = A_2 \bullet C_1$.

تجربة رقم ١ - ٢

تقدير النيكل باستخدام جهاز الأشعة المرئية Spectronic 20D

فكرة التجربة:

نهدف من هذه التجربة التحقق من قانون بير لامبرت، وذلك برسم منحنى تغير الامتصاص بدالة التركيز، والمنحنى عبارة عن خط مستقيم يمر بنقطة الأصل شكل (٤). يكون هذا القانون محققاً في مجال تركيز محدود (x)، ويصبح غير صحيح في التراكيز العالية (y).



شكل (٤): الحيوان بير لامبرت من خلال منحنى التدرج القياسي

وعندما يصبح القانون غير متحقق بسبب أن التراكيز عالية فإننا نقوم بتخفيف المحاليل القياسية إلى تراكيز أقل لكي تعطي مع الامتصاص منحنى لخط مستقيم (x).

المواد الكيميائية المطلوبة:

- نترات النيكل.
- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ميزان حساس.
- كأس سعة 100 ml.
- دورق قياسي سعة 250 ml.
- دوارق قياسية سعة 50 ml.
- سحاحة أو ماصة.
- خلايا زجاج.

خطوات العمل:

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

١ - حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1 g/20 من никيل الموجود في نترات никيل وذلك في دورق قياسي سعة 250 ml.

٢ - باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: 1 g/15, 12, 9, 6, 3 في دوارق قياسية سعة 50 وذلك من محلول الأساس (1 g/20).

ثانياً: تحديد الطول الموجي المناسب λ_{max} :

١ - ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.

٢ - باستخدام محلول الحالي والمحلول ذي التركيز الأعلى فقط ابدأ بقياس تغير الامتصاص مع الأطوال الموجية (370 nm - 410 nm) ثم سجل النتائج في جدول.

٣ - حدد الطول الموجي المناسب λ_{max} والذي يكون عنده أعلى امتصاص.

ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:

١ - ثبت λ_{max} بالجهاز، واجعل الامتصاص يقرأ 0.0 باستخدام محلول الحالي.

٢ - ابدأ بقياس الامتصاص للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأقل تركيز ثم الأعلى وهكذا..... ثم سجل النتائج في جدول.

٣ - ضع محلول المجهول وسجل له الامتصاص.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب أوجد ما يلي:

- ١ - وزن نترات النيكل اللازم لتحضير $1\text{ g}/20$ من النيكل في دورق قياسي سعة 250 ml .
- ٢ - الأحجام المأخوذة من المادة القياسية الأساسية لتحضير المحاليل القياسية التالية: $(3, 6, 9, 12, 15\text{ g/l})$.
- ٣ - نتائج الامتصاص المقابلة للأطوال الموجية المختلفة في الجدول المرفق.
- ٤ - الطول الموجي المناسب λ_{\max} .
- ٥ - نتائج الامتصاص المقابلة للتراكيز المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
- ٦ - تحقق من قانون بيرلامبرت برسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والامتصاص، وإذا لم يتحقق القانون فما هو السبب وماذا تقترح؟
- ٧ - حدد تركيز المجهول من الرسم.
- ٨ - حدد تركيز المجهول من القانون $A_1 \bullet C_2 = A_2 \bullet C_1$.

• يتم إيجاد قيم ε_x^1 ، ε_x^2 و ε_y^1 ، ε_y^2 عن طريق محاليل قياسية لكل من x، y كل على حدة

باستخدام العلاقة $\frac{A}{c} = \varepsilon$ علماً بأن عرض الخلية (1) = b.

• قيم A^1 و A^2 يمكن إيجادهما بقياس امتصاص الخليط عند λ_1 و λ_2 .

• بحل المعادلتين 1 و 2 السابقتين يمكن إيجاد تركيز مكونات الخليط c_x و c_y كما يأتي:

$$C_x = \frac{\frac{1}{1} A \bullet \frac{2}{2} \varepsilon_y - \frac{2}{2} A \bullet \frac{1}{1} \varepsilon_y}{\frac{1}{1} \varepsilon_x \bullet \frac{2}{2} \varepsilon_y - \frac{2}{2} \varepsilon_x \bullet \frac{1}{1} \varepsilon_y}3$$

$$C_y = \frac{\frac{2}{2} A \bullet \frac{1}{1} \varepsilon_x - \frac{1}{1} A \bullet \frac{2}{2} \varepsilon_x}{\frac{2}{2} \varepsilon_y \bullet \frac{1}{1} \varepsilon_x - \frac{1}{1} \varepsilon_y \bullet \frac{2}{2} \varepsilon_x}4$$

المواد الكيميائية المطلوبة:

- حمض الكبريتيك المركز.
- فوق أيودات البوتاسيوم KIO_4 .
- محلول قياسي من كبريتات المنجنيز (M) 0.002 (0.002 M) ويحضر كما يلي:
جفف g 1.0 من كبريتات المنجنيز لمدة ساعة في درجة حرارة C 110°. برد لمدة 30 دقيقة في مجفف ثم زن منها g 0.08 وضعها في كأس سعة ml 400 ثم ذوبها في ml 150 من الماء المقطر ثم انقل محتويات الكأس إلى دوارق قياسي سعة ml 250 وأكمل الحجم بالماء المقطر إلى العلامة.
- محلول قياسي من دايكرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$ (M) 0.017 (0.017 M) في دوارق سعة ml 250 ويحضر كما يلي:
جفف g 2.0 من دايكرومات البوتاسيوم لمدة ساعتين على الأقل في درجة حرارة C 120°. برد لمدة 30-40 دقيقة ثم زن منها g 1.25 وضعها في كأس سعة ml 400 ثم ذوبها في ml 150 من الماء المقطر ثم انقل محتويات الكأس إلى دوارق قياسي سعة ml 250 وأكمل الحجم بالماء المقطر إلى العلامة.

الأدوات المستخدمة:

- دوارق مخروطية سعة ml 250.
- مخبأ مدرج سعة ml 10.
- ميزان حساس.
- دوارق قياسية سعة ml 250.
- كأس سعة ml 400.
- فرن تجفيف.

خطوات التجربة:

- ١ - تحديد معامل الامتصاص المولاري (ε) للبرمنجنات:
 - ١- انقل الأحجام التالية: 25 ml , 15 ml , 10 ml من محلول البرمنجنات القياسي إلى ثلاثة دوارق مخروطية سعة ml 250 بها ml 50 ماء.
 - ٢- أضف لكل دوارق ml 10 من حمض الكبريتيك المركز بحذر شديد باستخدام مخبأ مدرج ثم أضف g 0.5 من فوق أيودات البوتاسيوم KIO_4 لكل دوارق.
 - ٣- سخن كل الدوارق حتى الغليان لمدة عشر دقائق.

٤- برد ثم انقل محتوى كل دورق مخروطي إلى دوارق قياسية سعة ml 250 وأكمل بالماء المقطر حتى العلامة.

٥- قس الامتصاص للدوارق الثلاثة في طول موجي nm 440 و 545 واستخدم M من حمض الكبريتيك ك محلول خالي.

٦- احسب معامل الامتصاص المولاري ϵ حيث: $\frac{A}{C} = \epsilon$ في الطول الموجي nm 440 و 545 .nm

ب - تحديد معامل الامتصاص المولاري (ϵ) للدايكرومات:

١- انقل الأحجام التالية: ml 25 ، 15 ، 10 من محلول الدايكرومات القياسي إلى دوارق قياسية سعة ml 250 ثم أضف لكل دورق 100 ml ماء مقطر.

٢- أضف لكل دورق ml 10 من حمض الكبريتيك المركز بحذر شديد وذلك باستخدام مخبر مدرج ثم اخلط جيداً ثم أكمل بالماء المقطر حتى العلامة.

٣- قس الامتصاص للدوارق الثلاثة في طول موجي nm 440 و 545 واستخدم M من حمض الكبريتيك ك محلول خالي.

٤- احسب معامل الامتصاص المولاري ϵ في الطول الموجي nm 440 و 545 nm .

ج - تحليل الخليط:

- تحصل على خليط MnO_4^- و $Cr_2O_7^{2-}$ من المدرب ثم قس الامتصاص للخليط في الطول الموجي nm 440 و 545 nm .

النتائج والحسابات:

في كراسة المدرب قم بما يلي:

١- حول أحجام البرمنجنات والدايكرومات المأخوذة من المحاليل القياسية إلى تركيز المولارية.

٢- سجل قيم الامتصاص لمحاليل البرمنجنات والدايكرومات.

٣- من قيم الامتصاص احسب ϵ للبرمنجنات والدايكرومات في الطول الموجي nm 440 و 545 nm للتراكيز المختلفة.

٤- احسب متوسط ϵ لكلٍ من البرمنجنات والدايكرومات في الطول الموجي nm 440 و 545 nm .

-٥ سُجّل قيم الامتصاص لخلط البرمنجنات والدايكرومات في الطول الموجي nm 440 و .545 nm

-٦ مستخدماً قيم ϵ_{440nm} و ϵ_{545nm} للبرمنجنات وقيم ϵ_{440nm} و ϵ_{545nm} للدايكرومات وامتصاص الخليط (A) عند $\lambda_{max} = 545$ nm و $\lambda_{max} = 440$ nm احسب تركيز البرمنجنات والدايكرومات في الخليط باستخدام المعادلات الآتية:

$$C_{MnO_4^-} = \frac{(\epsilon_{Cr440} \times A_{545}) - (\epsilon_{Cr545} \times A_{440})}{(\epsilon_{Cr440} \times \epsilon_{Mn545}) - (\epsilon_{Mn440} \times \epsilon_{Cr545})}$$

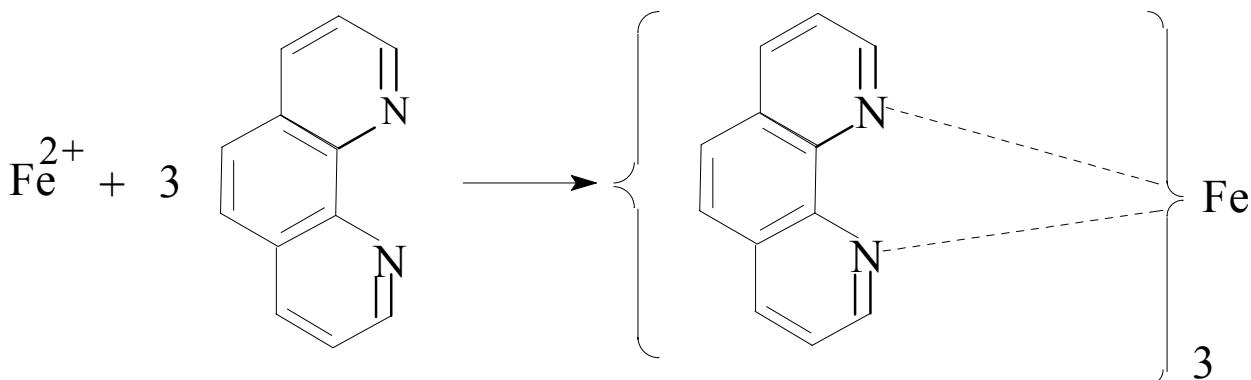
$$C_{Cr_2O_7^{2-}} = \frac{(\epsilon_{Mn545} \times A_{440}) - (\epsilon_{Mn440} \times A_{545})}{(\epsilon_{Cr440} \times \epsilon_{Mn545}) - (\epsilon_{Mn440} \times \epsilon_{Cr545})}$$

تجربة رقم ١-٤

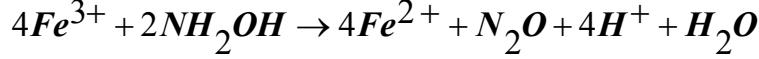
تقدير الحديد طيفياً باستخدام جهاز الأشعة المرئية

فكرة التجربة:

تعتمد فكرة هذه التجربة على إضافة العامل الطيفي ١٠، فناشرولين إلى الحديد Fe^{2+} ، وينتج عن تفاعلهم مركب معقد ذو لون أحمر برتقالي.



ويستفاد من هذا اللون الناتج في تحليل الحديد طيفياً في المجال المرئي، حيث يتم أولاً إيجاد λ_{max} عن طريق رسم الطيف للحديد باستخدام محلول ذي التركيز الأعلى ثم يثبت λ_{max} ويتم قياس المحاليل القياسية الأخرى والجهول ويرسم منحنى التدرج القياسي ويتم تحديد تركيز الحديد.
يجب ملاحظة أن هذه التجربة يتم إجراؤها في pH حوالي 3.5 وذلك لمنع ترسب بعض أملاح الحديد، كما ويضاف هيدروكسيل أمين كعامل مخترل وذلك لاختزال جميع أملاح الحديد في المجهول إلى Fe^{2+} :



المواد الكيميائية المطلوبة:

- محلول قياسي من الحديد الثنائي p.p.m 10 ويتم تحضيره عن طريق وزن 0.0702 g من كبريتات الحديدوز الأمونية $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ وإذابتها في الماء المقطر في دورق قياسي سعة لتر ، ثم إضافة 2.5 ml من حمض الكبريتيك المركز وتكملاً للحجم إلى واحد لتر.
- محلول العامل الطيفي: ويحضر بإذابة 0.1 g من ١٠ فناشرولين في 100 ml من الماء المقطر ويحفظ في إناء بلاستيكي.
- محلول الهيدروكسيل أمين: يذاب 10 g من هيدروكسيل أمين في أقل كمية من حمض الهيدروكلوريك HCl وتكملاً بالماء المقطر حتى حجم 100 ml.

- محلول خلات الصوديوم: يذاب g 10 من خلات الصوديوم في ml 100 من الماء المقطر.

الأدوات المستخدمة :

- دورق قياسي سعة 1L.
- ميزان حساس.
- إناء بلاستيكى.
- دوارق قياسية سعة 100 ml.
- ماصة.

خطوات العمل :

١. انقل بالماصة ml 1, 2, 5, 10, 25 من محلول الحديد القياسي إلى خمسة دوارق قياسية سعة .100 ml
٢. انقل ml 50 من الماء المقطر إلى دورق قياسي آخر سعة ml 100 كمحلول خالي.
٣. ضع محلول الحديد المجهول التركيز في دورق قياسي سعة ml 100 بالاتفاق مع المدرب.
٤. أضف إلى كل دورق من الدوارق القياسية السابعة السابقة ml 1 من محلول الهيدروكسيل أمين و ml 5 من محلول العامل الطيفي ثم أضف ml 8 من محلول خلات الصوديوم وذلك لمعادلة الحمض وتثبيت الرقم الهيدروجيني عند القيمة المطلوبة.
٥. انتظر حوالي 15 دقيقة على الأقل بعد إضافة العامل الطيفي حتى يتكون المركب المعقد، وعند تكوونه يظل ثابتاً لمدة طويلة.
٦. خفف محاليل الدوارق السبعة حتى العلامة بالماء المقطر ثم احسب تركيز المحاليل القياسية بالـ p.p.m مستعيناً بالأحجام المأخوذة في الخطوة رقم ١.
٧. استخرج طيف الامتصاص باستخدام محلول القياسي ذي التركيز الأعلى والمحلول الحالي وذلك بقياس الامتصاص عند أطوال الموجات المختلفة مبتدأً من حوالي nm 400 إلى nm 700 ثم ارسم العلاقة بين الامتصاص وطول الموجة ثم أوجد λ_{max} .
٨. ارسم منحنى التدرج القياسي للمحاليل القياسية وذلك بقياس امتصاص المحاليل القياسية للحديد مقابل محلول الحالي عند λ_{max} ، وكذلك قيس امتصاص محلول المجهول عند λ_{max} ، ومن هذا المنحنى أوجد تركيز المجهول.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب قم بما يلي:

- ١ - احسب تركيز المحاليل القياسية المحضرّة في الخطوة ٦.
- ٢ - حدد λ_{max} من الطيف الناتج.
- ٣ - سجل الامتصاص للمحاليل القياسية والجهول في الجدول المعد لك.
- ٤ - ارسم منحنى التدريج القياسي ومن ثم أوجد تركيز المجهول بالـ p.p.m .
- ٥ - احسب ϵ (معامل الامتصاص المولاري) باستخدام امتصاص أحد المحاليل القياسية وذلك بعد تحويل التركيز من p.p.m إلى مولارية.

تجربة رقم ١- ٥**تقدير البوتاسيوم باستخدام طيف الأشعة فوق البنفسجية****فكرة التجربة:**

نهدف من هذه التجربة التحقق من قانون بيرلامبرت باستخدام مادة غير ملونة، بالإضافة لاكتساب بعض المهارات الجديدة في تحديد الطول الموجي المناسب، حيث سيتم تحديد الطول الموجي المناسب عن طريق رسم العلاقة بين الطول الموجي والنفاذية كطريقة أولى، ورسم العلاقة بين الطول الموجي والامتصاص كطريقة ثانية.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- نترات البوتاسيوم.
- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ميزان حساس.
- كأس سعة 100 ml.
- دوارق قياسية سعة 25 ml.
- دورق قياسي سعة 100 ml.
- سحاحة أو ماصة.
- خلايا كوارتز.

خطوات العمل:**أولاً: تحضير المحاليل القياسية:**

١- حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1 g/l من نترات البوتاسيوم وذلك في دورق قياسي سعة 100 ml.

٢- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: $1, 2, 3, 4, 5 \text{ g/l}$ في دوارق قياسية سعة 25 ml وذلك من محلول الأساسي (10 g/l).

ثانياً: تحديد الطول الموجي المناسب λ_{max} :

- ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
- باستخدام محلول الحالي والمحلول ذي التركيز الأعلى فقط ابدأ بقياس تغير النفاذية ثم الامتصاص مع الأطوال الموجية (240 nm - 340 nm) ثم سجل النتائج في جدول.
- حدد الطول الموجي المناسب λ_{max} والذي يكون عنده أعلى امتصاص وأقل نفاذية.

ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:

- ثبت λ_{max} بالجهاز، واجعل الامتصاص يقرأ 0.0 باستخدام محلول الحالي.
- ابدأ بقياس الامتصاص للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأقل تركيز ثم الأعلى وهكذا..... ثم سجل النتائج في جدول.
- ضع محلول المجهول وسجل له الامتصاص.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب أوجد ما يلي:

- ١- وزن نترات البوتاسيوم اللازم لتحضير 10 g في دورق قياسي سعة 100 ml.
- ٢- الأحجام المأخوذة من المادة القياسية الأساسية لتحضير المحاليل القياسية التالية: .(1, 2, 3, 4, 5 g/l)
- ٣- نتائج النفاذية المقابلة للأطوال الموجية المختلفة في الجدول المرفق.
- ٤- رسم العلاقة بين الطول الموجي والنفاذية لتحديد λ_{max} .
- ٥- نتائج الامتصاص المقابلة للأطوال الموجية المختلفة في الجدول المرفق.
- ٦- رسم العلاقة بين الطول الموجي والامتصاص لتحديد λ_{max} .
- ٧- نتائج الامتصاص المقابلة للتركيز المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
- ٨- تحقق من قانون بيرلامبرت برسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والامتصاص.
- ٩- حدد تركيز المجهول من الرسم.
- ١٠ - حدد تركيز المجهول من القانون $A_1 \cdot C_2 = A_2 \cdot C_1$

تجربة رقم ٦ - ١-

تقدير النسبة المئوية للنحاس في إحدى سبائكه باستخدام جهاز الأشعة المرئية UV-1601PC

فكرة التجربة:

نهدف من هذه التجربة إكساب المتدرب مزيداً من المهارات لتحليل بعض العينات التي قد يتعرض لها كثيراً في واقعه، مثل النحاس وسبائكه، وذلك باستخدام أجهزة الأشعة المرئية مما يؤهله ليكون أكثر إتقاناً لتشغيل أجهزة الأشعة المرئية.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- كبريتات النحاس المائية.
- سبيكة من النحاس.
- حمض النيتريل المركز.
- حمض الكبريتيل المركز.
- كلوريد الباريوم.
- أمونيا.
- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

- كأس سعة ml. 100.
- دورق قياسي سعة ml. 500.
- دورق قياسي سعة ml. 1000.
- دوارق قياسية سعة ml. 100.
- ساق زجاجية.
- قمع ترشيح زجاجي.
- ورق ترشيح.
- ميزان حساس.
- سخان كهربائي.

خطوات العمل:**أولاً: تحضير العينة:**

١. يذاب 1.0 g من السبيكة في 10 ml من حمض النيتريك المركز (HNO_3) في كأس سعة 100 ml.

٢. يتم التسخين في دولاب الغازات لطرد NO_2 ذي الأبخرة البنية السامة، ويستمر في التسخين حتى قرب الجفاف.

٣. يُبرد الكأس.

٤. يضاف بحذر 5 ml من حمض الكبريتيك المركز.

٥. يتم التسخين في دولاب الغازات حتى انتهاء الأبخرة البنية (NO_2) تماماً، وتكون الأبخرة المتتصاعدة كبريتات فقط.

٦. يتم التأكد من ذلك بتقريب ساق زجاجية مبللة بمحلول كلوريد الباريوم فيتكون على الساق مادة بيضاء من كبريتات الباريوم.

٧. يُترك الكأس ليبرد.

٨. يتم الترشيح في دورق سعة 500 ml.

٩. يخفف الرشيح بالماء المقطر حتى العلامة.

ثانياً: تحضير المحاليل القياسية:

١. حضر محلولاً قياسياً تركيزه p.p.m 1000 من النحاس من مادة كبريتات النحاس المائية في دورق قياسي سعة 1000 ml.

٢. باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية بالـ p.p.m: 200, 400, 600, 800, 1000 في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من المحلول الأساسي (1000 p.p.m).

ثالثاً: تحديد الطول الموجي المناسب λ_{max} :

١ - ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.

٢ - باستخدام المحلول الحالي والمحلول ذي التركيز الأعلى فقط ابدأ بقياس تغير الامتصاص مع الأطوال الموجية (390 nm _ 800 nm) ثم سجل النتائج في جدول.

٣ - حدد الطول الموجي المناسب λ_{max} والذي يكون عنده أعلى امتصاص.

رابعاً: إيجاد تركيز المجهول:

- ١ - ثبت λ_{max} بالجهاز، واجعل الامتصاص يقرأ 0.0 باستخدام محلول الحالي.
- ٢ - ابدأ بقياس الامتصاص للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأقل تركيز ثم الأعلى وهكذا..... ثم سجل النتائج في جدول.
- ٣ - ضع محلول المجهول وسجل له الامتصاص.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب أوجد ما يلي:

- ١ - وزن كبريتات النحاس المائية اللازمة لتحضير p.p.m 1000 من النحاس في دورق قياسي سعة 1000 ml.
- ٢ - الأحجام المأخوذة من المادة القياسية الأساسية لتحضير المحاليل القياسية التالية:
- ٣ - (100, 200, 400, 600, 800, 1000 p.p.m) في دوارق سعة 100 ml.
- ٤ - نتائج الامتصاص المقابلة للأطوال الموجية المختلفة في الجدول المرفق.
- ٥ - الطول الموجي المناسب λ_{max} .
- ٦ - نتائج الامتصاص المقابلة للتركيزات المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
- ٧ - ارسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والامتصاص.
- ٨ - حدد تركيز المجهول من الرسم بال p.p.m.
- ٩ - أوجد النسبة المئوية للنحاس في العينة.

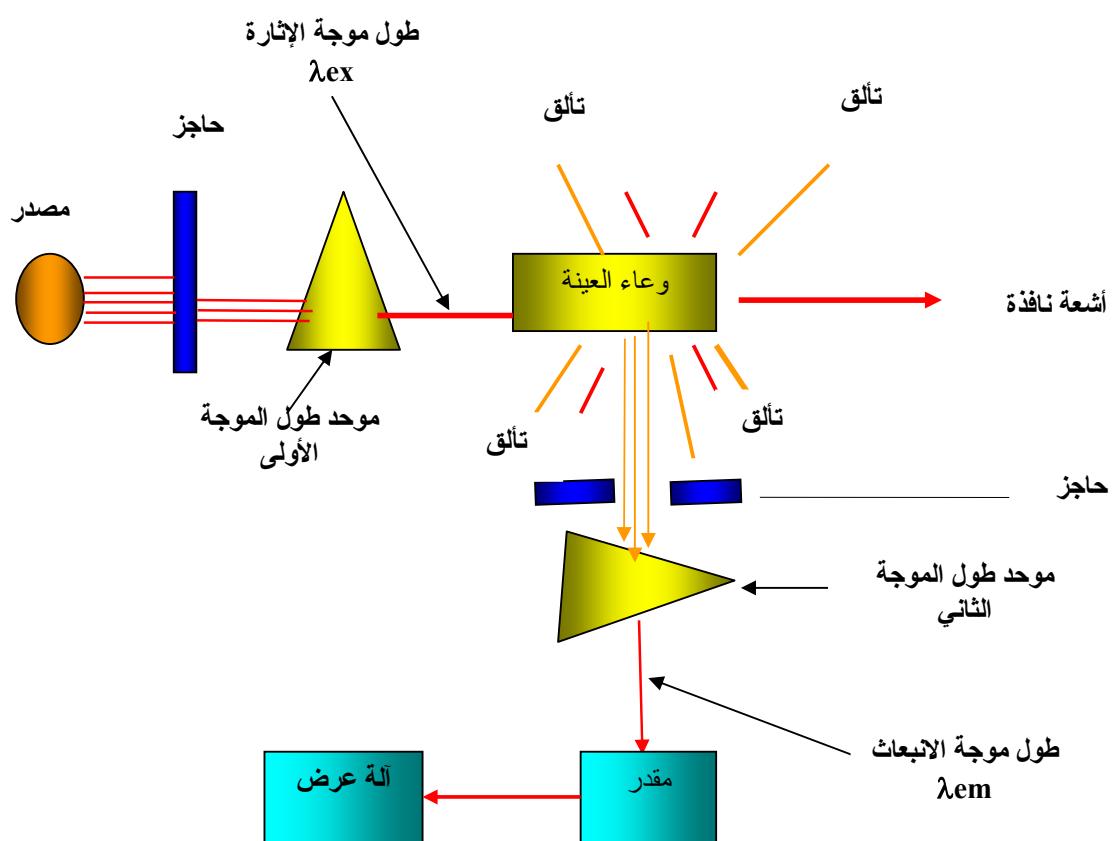
الفصل الثاني

تجارب في الانبعاث (التألق) الجزيئي

المقدمة:

التألق fluorescence يعتبر نوع من أنواع الضيائية والتي يحدث بها الانبعاث بسرعة عالية في زمن وقدره $10^{-6} - 10^{-9}$ sec وذلك نتيجة فقد الطاقة الممتصة. يجب ملاحظة أن ظاهرة التألق تظهر في عدد قليل من الجزيئات التي تميز بتركيب صلب غير مرن مثل المجموعات الحلقية.

الشكل رقم (٦) يوضح جهاز التألق الجزيئي:



شكل (٦): رسم يوضح جهاز التألق الجزيئي

المصدر يتكون من مصباح زينون أو مصباح الزئبق ويمكن استخدام خلايا أسطوانية أو مضاعفة مصنوعة من الزجاج أو الكوارتز. شدة التألق F تعتمد على شدة الأشعة الممتصة. علمًا بأنه في التراكيز المخففة جداً يمكن الوصول للمعادلة التالية والتي تعتمد على ترتيب قانون بير - لامبرت:

$$F = K\varnothing I_0 (2.303 \epsilon b c)$$

ونظراً لأن كل العوامل في المعادلة أعلاه ثابتة ما عدا F ولذا يمكن كتابة المعادلة بالصورة المبسطة:

$$F = Kc$$

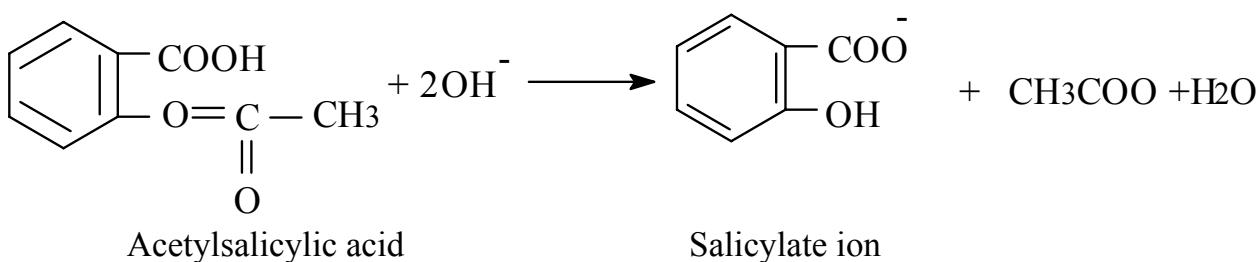
يتضح من ذلك أن العلاقة بين F و c تشبه العلاقة بين A و c في قانون بير - لامبرت. لذا فإن رسم العلاقة بين F و c يعطي خطًا مستقيماً للتراكيز المخففة.

تجربة رقم ١ - ٢

تقدير تركيز أستايل حمض السالسيليك في عينة الأسبرين باستخدام طريقة التألق الجزيئي

فكرة التجربة :

في هذه التجربة يتم ذوبان عينة من الأسبرين بالماء المقطر ومن ثم يتم تحويله إلى أيون السالسيلات بإضافة هيدوركسيد الصوديوم كما في المعادلة التالية:



ونلاحظ أن أيون السالسيلات يتألق في طول موجي حوالي nm 400 (نانومتر) بعد إثارته بطول موجي حوالي nm 310 (نانومتر).

المواد الكيميائية المطلوبة :

- أسبرين.
- حامض السالسيليك.
- هيدوركسيد الصوديوم تركيزه 4 M (مولار).

الأدوات المستخدمة :

- كأس سعة ml 100.
- ميزان حساس.
- كأس سعة L 2.
- ورق ترشيح.
- دورق قياسي سعة L 1.
- قمع ترشيح زجاجي.
- دوارق قياسية سعة ml 100.

خطوات العمل:

- ١- اطحـن عـيـنة الأـسـبـرـين ثـم أـوزـن g 0.1 فيـ كـأسـ سـعـة ml 100 .
- ٢- سـخـنـ حـوـالـي لـتـرـ منـ المـاءـ المـقـطـرـ فيـ كـأسـ سـعـة L 2 إـلـىـ ماـ يـقـارـبـ درـجـةـ الغـلـيـانـ.
- ٣- ضـعـ وـرـقـ تـرـشـيـحـ فيـ قـمـعـ زـجاجـيـ ثـمـ ضـعـ قـمـعـ فـوـقـ دـورـقـ قـيـاسـيـ سـعـة L 1 .
- ٤- حـولـ المـادـةـ الـصـلـبـةـ إـلـىـ قـمـعـ باـسـتـخـدـامـ زـجاجـةـ الغـسـيلـ.
- ٥- بـيـطـءـ اـسـكـبـ المـاءـ السـاخـنـ منـ خـلـالـ المـادـةـ الـصـلـبـةـ (ـ فيـ حدـودـ ml 500) .
- ٦- دـعـ الدـورـقـ الـقـيـاسـيـ ليـبـرـدـ إـلـىـ درـجـةـ حـرـارـةـ الغـرـفـةـ ثـمـ أـكـمـلـ إـلـىـ العـلـامـةـ بـالـمـاءـ المـقـطـرـ.
- ٧- حـضـرـ ml 100 p.p.m منـ حـامـضـ السـالـسـيلـيكـ كـمـحـلـولـ قـيـاسـيـ فيـ دـورـقـ سـعـة ml 100 .
- ٨- عـلـمـ 6 دـوـارـقـ قـيـاسـيـ سـعـة ml 100 كـالـآـتـيـ: (U، 5، 4، 3، 2، 1) .
- ٩- ضـعـ 2 ml منـ هـيـدـرـوـكـسـيدـ الصـوـدـيـومـ فيـ كـلـ الدـوـارـقـ الـقـيـاسـيـ وـالـمـجـهـولـ .
- ١٠- ضـعـ فيـ الـخـمـسـةـ الدـوـارـقـ الـأـوـلـىـ منـ (1-5) الـأـحـجـامـ الـأـتـيـةـ منـ حـامـضـ السـالـسـيلـيكـ الـقـيـاسـيـ: (ml 5، 4، 3، 2، 1) ثـمـ أـكـمـلـ بـالـمـاءـ المـقـطـرـ لـلـعـلـامـةـ .
(اـحـسـبـ تـرـكـيزـ الـمـحـالـلـ الـقـيـاسـيـ فيـ الدـوـارـقـ الـخـمـسـةـ) .
- ١١- فيـ الدـورـقـ الـقـيـاسـيـ (U) ضـعـ 5ml منـ مـحـلـولـ الأـسـبـرـينـ ثـمـ أـكـمـلـ بـالـمـاءـ المـقـطـرـ حتـىـ العـلـامـةـ (ـ يـعـتـبـرـ هـذـاـ الدـورـقـ الـمـحـلـولـ الـمـجـهـولـ الـتـرـكـيزـ) .
- ١٢- تـابـعـ خـطـوـاتـ التـشـغـيلـ لـلـجـهاـزـ ثـمـ أـوـجـدـ تـرـكـيزـ أـسـتـايـلـ حـمـضـ السـالـسـيلـيكـ (ـ يـؤـخـذـ فيـ الـاعـتـبارـ عـامـلـ التـخـفـيفـ) بـالـ p.p.m وـمـنـ ثـمـ بـالـنـسـبـةـ الـمـؤـيـةـ .

مثال:

تم تحليل عينة من الأسبرين وزنها g 0.1 بجهاز التألق الجزيئي. فإذا كان تركيز حمض السالسيлик يساوي p.p.m 3.65 أوجد النسبة المئوية لحمض أستاييل حمض السالسيليك في العينة.

الحل:

$$\text{تركيز حمض السالسيليك بالـ } \text{p.p.m} = 3.65$$

$$\text{تركيز حمض السالسيليك بالـ } \text{mg} = mg = 3.65$$

$$\text{تركيز حمض السالسيليك بالـ } \text{g} = g = 3.65 \times 10^{-3}$$

$$\text{عدد مولات السالسيليك} = \frac{3.65 \times 10^{-3}}{2.64 \times 10^{-5}} = \frac{\text{الوزن بالـ } g}{\text{الوزن الجزيئي}} = \frac{3.65 \times 10^2}{138.12}$$

١٠ عدد مولات السالسليك = عدد مولات حمض أستايل السالسليك (من المعادلة)

$$\bullet \quad \text{عدد مولات حمض أستايل السالسليك} = 2.64 \times 10^{-5}$$

$$\bullet \quad \text{وزن أستايل السالسليك بال g} = \text{عدد المولات} \times \text{الوزن الجزيئي}.$$

$$4.76 \times 10^{-3} \text{ g} = 180.12 \times 2.64 \times 10^{-5} =$$

$$\bullet \quad \text{وزن أستايل السالسليك قبل التخفيف} = 0.096 \text{ g} = \frac{100}{5} \times 4.76 \times 10^{-3}$$

$$\therefore \text{النسبة المئوية لأستايل حمض السالسليك} = \frac{\text{تركيز بال g}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

$$96\% = 100 \times \frac{0.096}{0.1} =$$

النتائج والحسابات:

من النتائج التي تحصل عليها من الجهاز سُجّل الآتي في كراسة المتدرب:

- وزن العينة المراد تحليلها.
- طول موجة الإثارة.
- طول موجة التألق.
- تركيز السالسليك بال p.p.m.
- الوزن بال mg ثم بال g.
- عدد مولات السالسليك (علماً بأن مولاً واحداً منه تحول إلى مول من أستايل السالسليك).
- عدد مولات أستايل السالسليك.
- وزن أستايل السالسليك بال g.
- النسبة المئوية لأستايل السالسليك.

تجربة رقم ٢ - ١**تقدير فيتامين B_2 باستخدام جهاز التألق الجزيئي****فكرة التجربة:**

يعطي فيتامين B_2 (Riboflavin) تألقاً جزيئياً قوياً في محلول 5% من الخل، ويمكن تقديره بناءً على قياس التألق.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- فيتامين B_2
- حمض الخل 5% V/V

الأدوات المستخدمة:

- ميزان حساس.
- كأس سعة 100 ml.
- دورق قياسي سعة 1000 ml.
- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل:**أولاً: تحضير المحاليل القياسية:**

١. حضر محلولاً قياسياً تركيزه p.p.m 100 من فيتامين B_2 وذلك بإذابة g 0.01 منه في محلول 5% V/V من حمض الخل وتكملاً للحجم إلى لتر واحد.

٢. باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: 1, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 0.100 ml. p.p.m وذلك بإذابتها في حمض الخل 5% في دوارق قياسية سعة 100 ml.

ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة معه.
٢. استخدم محلول الذي تركيزه p.p.m 0.0 كمحلول خالٍ، وذلك لأنّه يحتوي على حمض الخل فقط.

٣. باستخدام محلول القياسي الذي تركيزه 0.6 p.p.m قسْ تركيز كل من طيف الامتصاص (الإثارة) وطيف التألق، ومن هذين الطيفين حدّ طول موجة الإثارة وطول موجة التألق المناسبتين.

٤. قسْ تألق كل المحاليل القياسية المحضرّة.

٥. قسْ تألق محلول المجهول.

٦. استنّتِج تركيز المجهول.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب قم بما يلي:

- حدّد كيف أمكن تحديد وزن فيتامين B_2 بـ 0.01 g .
- حدّد الأحجام المأكولة لتحضير المحاليل القياسية ($0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1 \text{ p.p.m}$) من محلول القياسي الأساسي 100 p.p.m .
- كيف يمكن تحضير محلول $V/V 5\%$ من حمض الخل.
- أرفق الرسم البياني الذي حصلت عليه من الجهاز.
- حدّد تركيز المجهول.

الفصل الثالث

تجارب في التحليل الطيفي في مجال الأشعة تحت الحمراء

Infra-red Spectroscopy

المقدمة :

يؤدي امتصاص الأشعة المرئية وفوق البنفسجية إلى حركة إلكترونية (انتقال إلكتروني) بينما يؤدي امتصاص الأشعة تحت الحمراء إلى حركة اهتزازية للذرات المكونة لجزيء.

ينشأ عن الحركة الاهتزازية للذرات بالنسبة لبعضها البعض تغير دوري في:

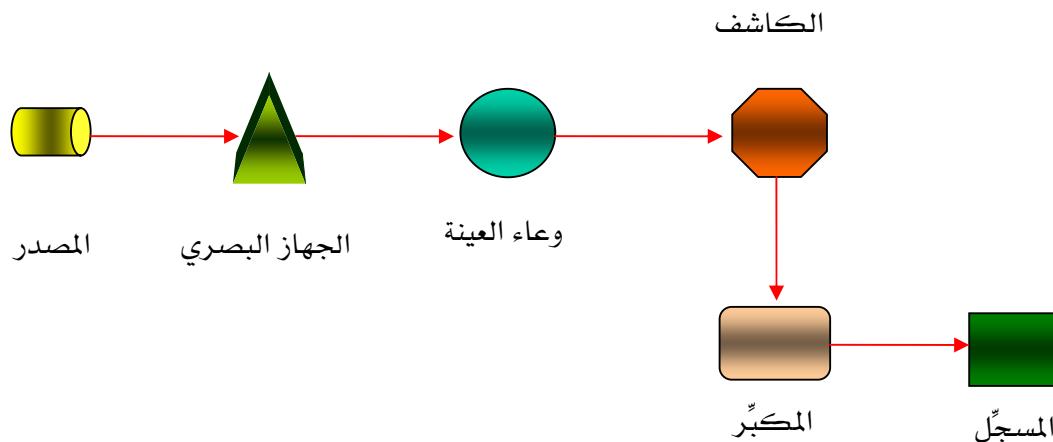
- أ - طول الروابط الكيميائية.
- ب - الزوايا بين هذه الروابط.

توقف طاقة الأشعة الممتصة لأي من الحركات الاهتزازية في الجزيء على:

- أ. نوع الذرات.
- ب. طبيعة الروابط الكيميائية المتضمنة في الحركة الاهتزازية.

لذا فإنه بتحليل طيف الامتصاص للأشعة تحت الحمراء يمكن معرفة طاقة الامتصاص، ومنها يمكن معرفة نوع الذرات والروابط الموجودة في الجزيء (المجموعات الوظيفية) بالتحليل النوعي، وعليه يعتبر طيف الأشعة تحت الحمراء إحدى الوسائل المألوفة لتشخيص المجاميع الوظيفية، ولكن للتعرف الكامل على عينة ما لا يمكن الوصول إليها إلا بمساندة طرق أخرى مثل طيف الكتلة mass spectroscopy ، وطيف الأشعة فوق البنفسجية، وطيف الرنين المغناطيسي N.M.R.

تقاس أطيف الأشعة تحت الحمراء عن طريق معرفة طول موجة الأشعة λ التي تمتصها مادة ما ويعتبر микرون μm وحدة قياس الطول الموجي. كما يمكن قياس هذه الأطيفات بواسطة وحدات التردد التي يعبر عنها بالعدد الموجي cm^{-1} عند دراسة الأشعة تحت الحمراء.



شكل(٧): رسم يوضح مكونات جهاز الأشعة تحت الحمراء

مكونات جهاز الأشعة تحت الحمراء:

يتكون هذا الجهاز كما في الشكل (٧) من:

المصدر: هنالك أنواع عديدة منها ، مصباح نيرنست المتوهج ومصباح جلوبر المتوهج.

الجهاز البصري وخلايا العينة: بما أن الزجاج يمتص في هذا المجال لذا لا يمكن استخدامه، وعليه فإن النواخذ الضوئية وخلية العينة والمنشور يجب أن تصنع من مادة بلورية كأملام الهايدرات.

الجدول رقم(١) يوضح عدداً من المواد التي تتفذ الأشعة تحت الحمراء:

مجال أطول الموجات النافذة (μm)	المادة
0.16 ____ 4	السليكا
0.13 ____ 9	فلوريد الليثيوم
0.13 ____ 12	فلوريد الكالسيوم
0.2 ____ 25	كلوريد الصوديوم
0.25 ____ 40	بروميد البوتاسيوم

جدول(١): جدول يوضح بعض المواد التي تتفذ الأشعة تحت الحمراء

وبما أن عدداً من المواد أعلى تذوب في الماء يجب أن تكون أجزاء الجهاز المصنوعة من هذه المواد محمية بصورة كاملة من الرطوبة الخارجية.
ومن الواضح أنه لا يمكن استعمال المحاليل المائية في خلايا العينات، لهذا ينبغي أن تحفظ هذه الخلايا في مجفف في حالة عدم استعمالها.

المقدّر(الكافش): أكثر الكاشفات استعمالاً في جهاز الأشعة تحت الحمراء هي:

- مقياس الطاقة الحرارية.
- المقاوم الحراري.
- المزدوج الحراري.
- كاشف جولي.

جدول (٢) : يوضح موقع حزم الامتصاص للمجموعات الوظيفية.

موقع الامتصاص كعدد موجي cm^{-1}	نوع الرابطة
٢٨٥٠ - ٣٠٠٠ ٣٠٠٠ - ٣١٠٠ ٣٠٥٠ - ٣١٥٠ ٣٣٠٠ { ٢٨٠٠ - ٢٩٠٠ ٢٧٠٠ - ٢٨٠٠ }	ألكانات C - H ألكينات (شد) المركيبات الاروماتيه (شد) ألكاينات الدهيد
١٦٠٠ - ١٦٨٠ ١٤٧٥ و ١٦٠٠	ألكينات C = C مركبات أروماتيه
٢١٠٠ - ٢٢٥٠	ألكاينات C ≡ C
١٧٢٠ - ١٧٤٠ ١٧٠٥ - ١٧٢٥ ١٧٠٠ - ١٧٢٥ ١٧٣٠ - ١٧٥٠ ١٦٤٠ - ١٦٧٠ ١٦٧٠ و ١٨١٠ ١٨٠٠	ألهيد C = O كيتون أحماض كربوكسيلية أستر أميد أنهيدريد كلوريد الحمض
١٠٠٠ - ١٣٠٠	كحولات ، أيثرات C - O أسترات ، أحماض كربوكسylie وأنهيدريدات
٣٦٠٠ - ٣٦٥٠ ٣٢٠٠ - ٣٥٠٠ ٢٤٠٠ - ٣٤٠٠	كحولات . فنيولات حرة O - H مرتبط برابطة هيدروجينية أحماض كربوكسيلية
٣٠٠ - ٣٥٠٠	N - H الأمينات الأولية والثانوية والأميدات
١٠٠٠ - ٣٥٠	أمينات C - N
١٦٤٠ - ١٦٩٠	اكزيمات إمينات C = N
٢٢٤٠ - ٢٢٦٠	نتريلات C ≡ N
١٣٥٠ - ١٥٥٠	
١٠٠٠ - ١٤٠٠ ٦٠٠ - ٨٠٠ أقل من ٦٦٧	ناترو N = O فلوريد X = C-X كlorيد = بروميد وiodيد =

تجربة رقم ١ - ٣

الكشف عن المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية السائلة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)

فكرة التجربة :

يستعمل طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للتعرف على المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية، حيث يتم التعرف على هذه المجموعات من خلال مواقعها في طيف الأشعة تحت الحمراء وبالتالي إعطاء صورة تقريبية لبنية المركب المراد الكشف عنه.

المواد الكيميائية المطلوبة :

- رابع كلوريد الكربون.
- حمض الخل.
- نيتروبنزين.
- أسيتون.

الأدوات المستخدمة :

- أقراص بروميد البوتاسيوم .KBr

خطوات العمل :

أولاً: إعداد العينة :

١. تنظيف أقراص بروميد البوتاسيوم بالاسيتون.
٢. أخذ نقطة صغيرة من المادة العضوية السائلة الأولى ووضعها على قرص بروميد البوتاسيوم ثم يوضع قرص آخر فوق هذه النقطة فينتشر السائل على هيئة غشاء رقيق ، ثم تثبت هذين القرصين على حامل معدني.

ثانياً: التعرف على المجموعات الوظيفية :

- ١- ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة بالجهاز.
- ٢- ضع الحامل المعدني لأقراص بروميد البوتاسيوم في مسار الأشعة.

-٣- من خلال جدول موقع المجموعات الوظيفية تعرف على المجموعات الوظيفية للعينة ومن

ثم تعرف على بنية المركب.

-٤- كرر الخطوات أعلاه للعينات السائلة الأخرى.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب قم بما يلي:

- حدد موقع المجموعات الوظيفية لـكل عينة في جدول.
- تعرف على بنية المركب لـكل عينة.

تجربة رقم ٢ - ٣ -**الكشف عن المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية الصلبة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)****فكرة التجربة:**

يستعمل طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للتعرف على المجموعات الوظيفية للمركبات العضوية، حيث يتم التعرف على هذه المجموعات من خلال مواقعها في طيف الأشعة تحت الحمراء وبالتالي إعطاء صورة تقريرية لبنية المركب المراد الكشف عنه.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- حمض البنزويك (صلب).
- بروميد البوتاسيوم.
- أسيتون.

الأدوات المستخدمة:

- حامل العينة الصلبة.
- المطحن.
- ملعقة صغيرة.

خطوات العمل:**أولاً: إعداد العينة:**

- ١ - زن 0.001 g من حمض البنزويك.
- ٢ - زن 0.1 g من بروميد البوتاسيوم.
- ٣ - اخلط الوزنين في المطحن، ثم اطحن لمدة عشر دقائق في القاع بشكل دائري.
- ٤ - انقل الخليط إلى القطعة المخصصة للكبس ووزعه على السطح بشكل متساوٍ، ثم ضعه في المكبس.
- ٥ - شغل الكمبرسور لمدة عشر دقائق لسحب الغازات والرطوبة.
- ٦ - اقفل الصمام الجانبي والكمبرسور بالعصا إلى 1000 kg لمدة ربع ساعة.
- ٧ - نزل الضغط ببطء إلى الصفر.
- ٨ - اقفل الجهاز، ثم أخرج القرص برفق باستخدام ملعقة صغيرة.
- ٩ - ضع القرص في حامل العينة الصلبة.

ثانياً: التعرف على المجموعات الوظيفية:

- ١ - ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة بالجهاز.
- ٢ - ضع الحامل المعدني للعينة الصلبة في مسار الأشعة.
- ٣ - من خلال جدول مواقع المجموعات الوظيفية تعرف على المجموعات الوظيفية للعينة، ومن ثم تعرف على بنية المركب.

النتائج:

في كراسة المتدرب قم بما يلي:

- حدد موقع المجموعات الوظيفية لحمض البنزويك في الجدول المرفق.
- تعرف على بنية المركب.

امتحان ذاتي رقم (١)

أجب على الأسئلة التالية:

- (١) - عدّ المكونات الرئيسية في أجهزة الطيف المرئي وفوق البنفسجي.
- (٢) - اذكر المجالات المستخدمة في قياس الطيف المرئي وفوق البنفسجي.
- (٣) - متى لا يتحقق قانون بير.
- (٤) - اذكر قانون ايجاد معامل الامتصاص ϵ .
- (٥) - ما هي λ_{\max} .
- (٦) - ما العلاقة بين التركيز والامتصاص.
- (٧) - ما نوع التحليل الأكثر استخداماً في طيف الأشعة تحت الحمراء.
- (٨) - ما هي الوزنة المطلوبة من كبريتات الكوبالت المائية $(CoSO_4 \cdot 7H_2O)$ اللازمة لتحضير محلول قياسي من الكوبالت تركيزه (1.0 g/l) في دورق قياسي سعة $ml. 100$.
- (٩) - كيف تحضر محلول تركيزه (2.0 g/l) في دورق سعته $ml. 100$ من محلول قياسي آخر تركيزه (10 g/l) .
- (١٠) - ما هي الوزنة المطلوبة من حمض السالسيليك اللازمه لتحضير محلول قياسي منه تركيزه (100 p.p.m) في دورق قياسي سعة $ml. 100$.

امتحان ذاتي رقم (٢)

علل لما يلي:

- (١) - ضبط الرقم الميدروجيني $\text{PH}=3.5$ عند تقدير تركيز الحديد الثنائي.
- (٢) - إضافة هيدروكسيد الصوديوم في تجربة تعيين أستايل حمض السالسليك في عينة الأسبرين.
- (٣) - استخدام خلايا الكوارتز في تجارب طيف الأشعة فوق البنفسجية.
- (٤) - عدم استخدام كأس أو مخار مدرج لأخذ الأحجام عند تحضير المحاليل القياسية.
- (٥) - عدم استخدام الماء مطلقاً في تنظيف أقراص KBr في تجارب الأشعة تحت الحمراء.
- (٦) - وجود موحد طول الموجة بين مصدر الأشعة ووعاء العينة في أجهزة الطيف المرئي وفوق البنفسجي.
- (٧) - يفضل نظام شائي الحزمة على نظام أحادي الحزمة في أجهزة الطيف المرئي وفوق البنفسجي.
- (٨) - إضافة ١٠ فنانثرولين عند تقدير الحديد الثنائي.

امتحان ذاتي رقم (٣)

اختر الإجابة الصحيحة فيما يلي:

(١) - يرمز لنفاذية بالرمز:

د. E

T% ج.

ب. A

أ. M.

(٢) - يقاس الامتصاص بـ:

د. mg

nm ج.

ب. ليس له وحدة

أ. μg

(٣) - يقاس الطول الموجي λ بـ:

د. mg

nm ج.

ب. ng

أ. μg

(٤) - يستخدم محلول الخالي في الأجهزة لـ:

ب. قياس أقل نفاذية في الجهاز

أ. ضبط pH في الجهاز

د. تصوير الجهاز

ج. قياس أعلى امتصاص في الجهاز

(٥) - أساس استخدام المحاليل القياسية في منحنى التدرج القياسي هو لـ:

ب. قياس أقل نفاذية في الجهاز

أ. إيجاد تركيز المجهول

د. تصوير الجهاز

ج. قياس أعلى امتصاص في الجهاز

(٦) - لقياس عينة ما في جهاز الأشعة المرئية لا بد وأن تكون العينة:

د. شفافة.

ج. معتمة

ب. ملونة

أ. عديمة اللون

(٧) - تركيز 1 p.p.m يساوي:

د. 1 $\mu\text{g}/\text{ml}$

ج. 1 ng/ml

ب. 1 $\mu\text{g}/\text{l}$

أ. 1 g/l

(٨) - لديك محلول قياسي من الحديد تركيزه 150 p.p.m طلب منك أن تحضر منه محلول قياسي آخر

تركيزه 15 p.p.m في دورق قياسي سعته 50 ml فكم يكون الحجم المأخوذ منه:

د. 45 ml

ج. 5 ml

ب. 0.2 ml

أ. 500 ml

(٩) - لديك عينة تركيزها 0.01 مolar، وامتصاصها 0.61 ، يكون معامل امتصاصها 6 يساوي:

د. 61

ج. 6.1

ب. 0.061

أ. 0.0061

(١٠) - تركيز 1 mole/l (مولار) من الصوديوم والذي وزنة الذري 23 يعادل:

د. 23000 p.p.m

ج. 2300 p.p.m

ب. 230 p.p.m

أ. 23 p.p.m

إجابة الامتحان الذاتي رقم (١)

- (١) - أ.المصدر ب. موحد طول الموجة ج. المقدر د. المسجل.
- (٢) - المجال المستخدم في الطيف المرئي (380-780 nm)
- المجال المستخدم في الطيف فوق البنفسجي (200-380 nm)
- (٣) - في التراكيز العالية.
- (٤) - $\epsilon = \frac{A}{C}$
- (٥) - هو طول الموجة الذي يحدث عنده أعلى امتصاص.
- (٦) - علاقة طردية، يزداد الامتصاص بزيادة التركيز.
- (٧) - التحليل النوعي، حيث يمكن التعرف على ماهية المركب من خلال التعرف على المجاميع الوظيفية.
- (٨) - الوزنة المطلوبة كما يلي:

$$\text{الوزنة المطلوبة} = \frac{\text{الحجم بال ml}}{1000} \times \frac{\text{الوزن الجزيئي للمركب}}{\text{الوزن الذري للعنصر} \times \text{عدد ذراته}} \times \text{التركيز بال g/l}$$

$$\frac{100}{1000} \times 1 \times \frac{281.10}{1 \times 58.93} = 0.477 \text{ g} =$$

(٩) - من القانون: $C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$

$$\frac{C_2 \times V_2}{C_1} = \text{الحجم المأخوذ من محلول الأساسي (10 g/l)}$$

$$V_1 = \frac{V_2 \times C_2}{C_1} = \frac{2 \times 100}{10} = 20 \text{ ml}$$

(١٠) - الوزنة المطلوبة كما يلي:

$$\text{الوزنة المطلوبة} = \frac{\text{الحجم بال ml}}{1000} \times \frac{\text{التركيز بال p.p.m}}{1000} \times \frac{\text{الوزن الجزيئي للمركب}}{\text{الوزن الجزيئي للمركب}}$$

$$\frac{138.12}{138.12} \times \frac{100}{1000} \times \frac{100}{1000} = 0.01 \text{ g}$$

إجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)

- (١) - لترسيب أملاح الحديد.
- (٢) - يضاف هيدروكسيد الصوديوم لتحويل الأسبرين إلى أيون السالسيلات.
- (٣) - لأن الكوارتز لا يمتص في مجال الأشعة فوق البنفسجية، على عكس الزجاج.
- (٤) - لأنها أدوات غير دقيقة حجمياً.
- (٥) - لأنة يعمل على إذابة أقراص KBr.
- (٦) - لكي يسمح بمرور الطول الموجي المناسب للعينة المراد قياسها دون غيره من الأطوال الموجية المختلفة.
- (٧) - لأن نظام أحادي يقيس مجموع الأشعة المفقودة وليس فقط الجزء الممتص بواسطة المادة، أضف إلى ذلك أن الخطأ الناتج عند عدم ثبات شدة أشعة المصدر لا يمكن تلافيه باستعمال هذا النظام حتى ولو استخدم محلول الحالي.
- (٨) - لكي يتفاعل الحديد الثنائي ويعطي مركب ملون فيمكن بذلك تقدير الحديد باستخدام الأشعة المرئية.

إجابة الامتحان الذاتي رقم (٣)

- (١) - ج
- (٢) - ب
- (٣) - ج
- (٤) - د
- (٥) - أ
- (٦) - ب
- (٧) - د
- (٨) - ج
- (٩) - د
- (١٠) - د



طرق التحليل الطيفي (عملي)

التحليل الطيفي الذري

الجذارة:

معرفة الطرق الصحيحة لتحليل العينات كمياً بطرق الامتصاص الذري والانبعاث الذري.

الأهداف:

عندما تكتمل هذه الوحدة يكون لديك القدرة على:

١- تحليل العينات بإتباع الآتي:

- تحديد الظروف المناسبة لتحليل العنصر مثل ضبط تيار المصباح والطول الموجي.
- تحضير المحاليل القياسية.
- رسم منحنيات المعايرة.
- تحديد تركيز المادة المراد تحليلها.

٢-

تشغيل الأجهزة الخاصة بالطرق المذكورة أعلاه واتباع قواعد السلامة لإشعال اللهب بالطرق

الصحيحة.

مستوى الأداء المطلوب:

أن يصل المتدرب إلى إتقان هذه الجذارة بنسبة ١٠٠٪.

الوقت المتوقع للتدريب:

١٦ ساعة.

الوسائل المساعدة:

محاليل قياسية، دوارق قياسية، كؤوس، سجاجات، ماصات، محاليل مانعة للتداخل،
دوارق ترشيح، ورق ترشيح، أقماع زجاجية.

متطلبات الجذارة:

احتياز الوحدة الأولى.

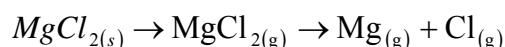
الفصل الأول

تجارب في الانبعاث الذري باللهم

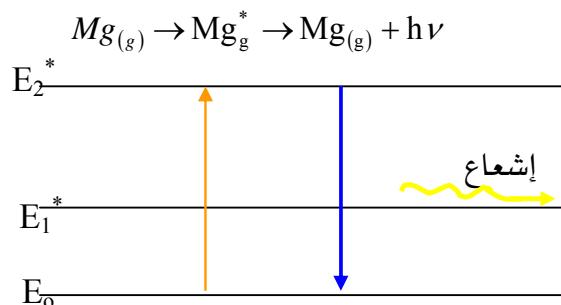
مقدمة

عند تمرير العينة في شكل رذاذ عن طريق المرشة إلى داخل اللهم تحدث الخطوات التالية بتباطع سريع.

- تبخر المذيب أو احتراقه مخلفاً جسيمات صلبة من المركبات المذابة في محلول.
- تتبخر أو تصهر الجسيمات الصلبة وتتحول جزئياً إلى ذرات مستقرة في الحالة الغازية كما يلي:

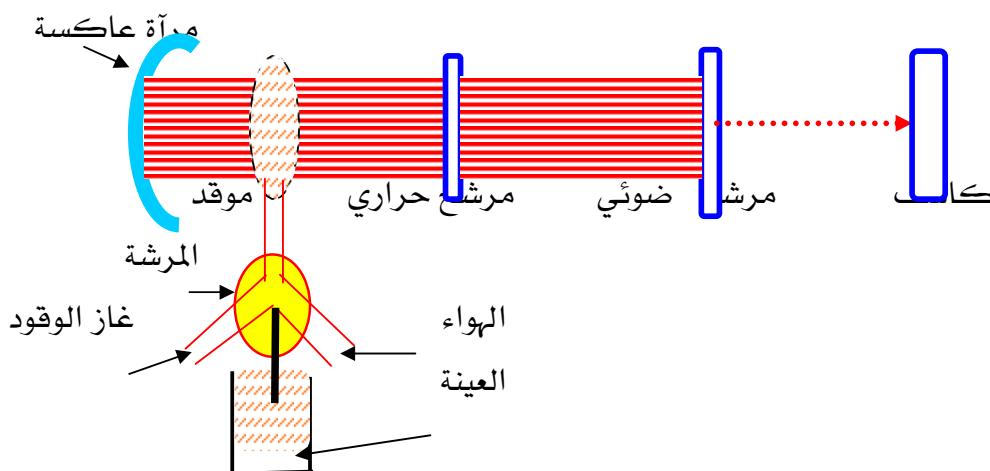


- يُثار جزء قليل جداً من هذه الذرات الحرة المستقرة بواسطة الطاقة الحرارية ولأنها غير مستقرة فإنها تعود بسرعة إلى حالة الاستقرار فقد طاقتها المكتسبة على هيئة انبعاث أشعة مرئية أو فوق بنفسجية مميزة لكل عنصر كما يلي:



شدة الأشعة المنبعثة تتاسب طردياً مع عدد الذرات وبالتالي مع التركيز (تحليل كمي).

وبيين الشكل (٨) رسم تخطيطي لجهاز الانبعاث الذري اللهي.



شكل(٨) : رسم تخطيطي يبين أجزاء جهاز الانبعاث الذري اللهي

٢- ١- تجربة رقم ١

تحليل الماء باستخدام جهاز الانبعاث الذري.

فكرة التجربة:

أهم الأيونات الموجودة في الماء هي الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم وتوجد عناصر أخرى بكميات ضئيلة مثل الماغنيسيوم والليثيوم. تراكيز هذه العناصر في الماء لها أهميتها من الناحية الطبية والصناعية والزراعية. وتكون أهمية تحليل الماء لتأثيره على خواص التربة وبالتالي على النبات. ويمكن في هذه التجربة تقدير العناصر مثل الصوديوم والبوتاسيوم باستخدام طريقة الانبعاث الذري.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- كلوريد الصوديوم.
- كلوريد البوتاسيوم.
- الماء المقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ميزان.
- كأس سعة 100 ml.
- دوارق قياسية سعة 1000 ml.
- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل:

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

- حضر محلولاً قياسياً تركيزه p.p.m 1000 من البوتاسيوم من مادة كلوريد البوتاسيوم في دوarق قياسي سعة 1000 ml.
- باستخدام قانون التخفيف خفف المحلول الأساسي p.p.m 1000 إلى p.p.m 100 في دوarق قياسي سعة 1000 ml.
- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: (5, 10, 15, 20, 25 p.p.m) في دوarق قياسية سعة 100 وذلك من محلول البوتاسيوم 100 p.p.m.
- أعد الخطوات السابقة لتحضير الصوديوم من مادة كلوريد الصوديوم.

ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز لقياس البوتاسيوم حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
٢. باستخدام محلول الخلالي والمحلول ذي التركيز الأعلى اضبط حساسية الجهاز.
٣. ابدأ بقياس الانبعاث للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأدنى ثم الأعلى، ثم سجل النتائج في جدول.
٤. قس انبعاث المجهول (ماء الصنبور، ماء الصحة).
٥. كرر الخطوات أعلاه لقياس الصوديوم.

النتائج والحسابات.

في كراسة المتدرب أوجد ما يلي:

١. وزن كلوريد البوتاسيوم اللازم لتحضير p.p.m 1000 من البوتاسيوم في دوغرق قياسي سعة 1000 ml.
٢. الحجم المأخذ من محلول الأساسي p.p.m 1000 لتحضير p.p.m 100 في دوغرق قياسي سعة 1000 ml.
٣. الأحجام المأخوذة من محلول القياسي p.p.m 100 لتحضير المحاليل القياسية التالية: (5,10,15,20,25 p.p.m) في دوغرق سعة 100 ml.
٤. نتائج الانبعاث المقابلة للتركيز المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
٥. رسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والانبعاث.
٦. حدد تركيز المجهول من الرسم.
٧. جميع ما سبق مع عنصر الصوديوم.

تجربة رقم ٢ - ١

تحديد تلوث ملح الطعام بالبوتاسيوم والكالسيوم باستخدام جهاز الانبعاث الذري.

فكرة التجربة:

يتكون ملح الطعام من كلوريد الصوديوم (NaCl)، إلا أن ملح الطعام يمكن أن يحتوي على بعض الشوائب ومن أهمها أملاح البوتاسيوم والكالسيوم ولذلك فمن الضروري تحديد هذه الشوائب في ملح الطعام، وذلك عن طريق رسم منحنى التدرج القياسي باستخدام محاليل قياسية من البوتاسيوم والكالسيوم وإيجاد تراكيز المجهول من الرسم.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- كلوريد البوتاسيوم.
- نترات الكالسيوم.
- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ميزان.
- كأس سعة 1000 ml.
- دوارق قياسية سعة 1000 ml.
- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل:

أولاً: تحضير المحاليل القياسية:

- حضر محلولاً قياسياً تركيزه 1 p.p.m من البوتاسيوم من مادة كلوريد البوتاسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.
- باستخدام قانون التخفيف خفف محلول الأساسي 1000 p.p.m إلى 100 p.p.m في دورق قياسي سعة 1000 ml.
- باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: (5, 10, 15, 20, 25 p.p.m) في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول البوتاسيوم 100 p.p.m.

٤. أعد الخطوة رقم ١ لتحضير الكالسيوم من مادة نترات الكالسيوم، وأعد الخطوة رقم ٣ لتحضير محليل قياسية من الكالسيوم في دوارق سعة 100 ml تركيزها كما يلي: (125, 100, 75, 50, 25) p.p.m وذلك من محلول الأساسي للكالسيوم (1000 p.p.m).

ثانياً: إعداد المجهول (ملح الطعام):

١ - أذب 10g من ملح الطعام NaCl في دورق سعة 100 ml.

ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز لقياس البوتاسيوم حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
٢. باستخدام محلول الخلالي والمحلول ذي التركيز الأعلى اضبط حساسية الجهاز.
٣. ابدأ بقياس الانبعاث للمحاليل القياسية مبتدئاً بالأدنى ثم الأعلى، ثم سجل النتائج في الجدول المرفق في كراسة المتدرب.
٤. قس انبعاث المجهول.
٥. كرر الخطوات أعلاه لقياس الكالسيوم.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب أوجد ما يلي:

١. وزن كلوريد البوتاسيوم اللازم لتحضير 1000 ml من البوتاسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.
٢. الحجم المأخذ من محلول الأساسي 1000 p.p.m لتحضير 100 p.p.m في دورق قياسي سعة 1000 ml.
٣. الأحجام المأخذة من محلول القياسي 100 p.p.m لتحضير المحاليل القياسية التالية: (5, 10, 15, 20, 25) p.p.m في دوارق سعة 100 ml.
٤. نتائج الانبعاث المقابلة للتركيزات المختلفة للمحاليل القياسية والمجهول في الجدول المرفق.
٥. رسم منحنى التدرج القياسي بين التركيز والانبعاث.
٦. حدد تركيز المجهول من المنحنى.
٧. ثم احسب تركيز المجهول بـ (i) $\mu\text{g/g}$ (ii) $\%(\text{g/g})$ كنسبة مئوية.

باتباع:

$$(i) \text{ (} \mu\text{g/g) p.p.m = } \frac{p.p.m (\mu\text{g/ml}) \times \text{final volume} \times \text{d. factor}}{\text{weight of the sample (g)}}$$

$$(ii) \% = \frac{p.p.m (\mu\text{g/ml}) \times \text{final volume} \times \text{d. factor} \times 10^{-4}}{\text{weight of the sample(g)}}$$

٨. أوجد جميع ما سبق مع عنصر الكالسيوم مع مراعاة عدم تخفيف محلول الأساسي للكالسيوم ، واستخدام محاليل قياسية تركيزها : (25, 50, 75, 100, 125 p.p.m).

مُسَأَّلَة:

عند إضافة g 10 من ملح الطعام (كلوريد الصوديوم) في ml 100 ، وقياس تركيز البوتاسيوم في هذا محلول عن طريق الرسم المنحني التدرج القياسي كان التركيز (p.p.m) 11 μg/ml ، أوجد تركيز البوتاسيوم بـ (i) μg/g (p.p.m) و (ii) %.

الجُل:

$$(i) \text{ (} \mu\text{g/g) (p.p.m) = } \frac{11 \mu\text{g} \times 100 \text{ml}}{10 \text{g}} = 110 \mu\text{g/g}$$

$$(ii) \% = \frac{11 \mu\text{g/ml} \times 100 \text{ml} \times 10^{-4}}{10 \text{g}} = 0.011\%$$

الفصل الثاني

تجارب في الامتصاص الذري باللهب

مقدمة:

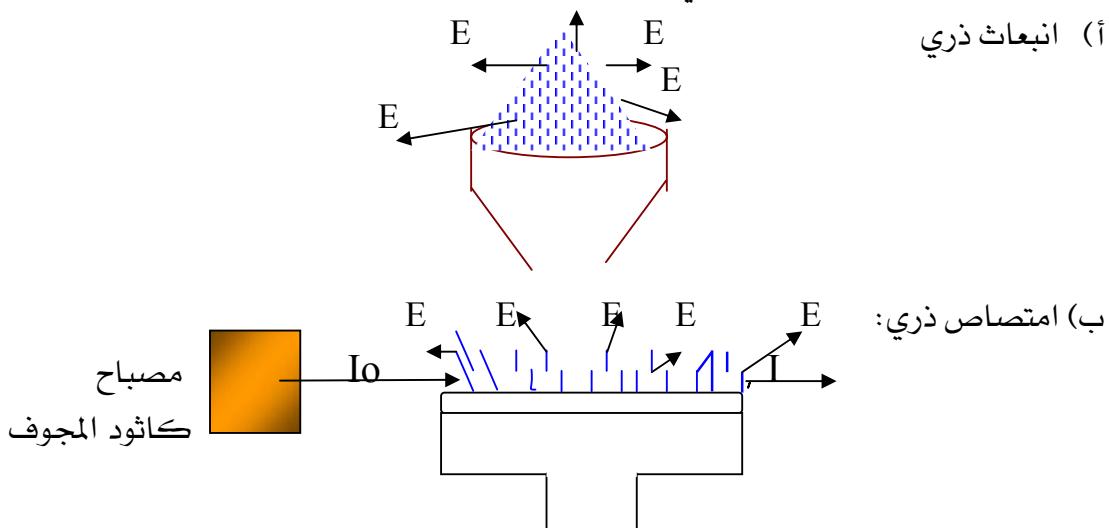
الامتصاص الذري Atomic Absorption والذى يعرف اختصاراً بـ "AA" من الطرق التحليلية المعتمدة على امتصاص أشعة فوق بنفسجية أو مرئية بواسطة ذرات المادة في الحالة الغازية، يتم تحويل العينة إلى ذرات بواسطة بخ محلول العينة إلى اللهب ، هذه الذرات المتكونة تمتص أشعة آتية من مصدر مصباح كاثود المجوف ..يعتبر جهاز الامتصاص الذري من أكثر الاجهزة استخداماً في المختبرات في مجال التحليل الطيفي الذري وذلك بسبب البساطة والحساسية العالية التي قد تصل إلى جزء في البليون p.p.b

المبدأ:

عند سحب محلول العينة إلى داخل اللهب بواسطة المرشة atomiser ، يتبخّر أو يحترق المذيب تاركاً العينة والتي بدورها تتفوّك بواسطة الطاقة الحرارية إلى ذرات . الجزء الأكبر من هذه الذرات تكون في حالة الاستقرار، وجزء يسير منها (حوالى ٪ ٥) يثار ويعثّر أشعة (في شكل خطوط) مميزة للعنصر (طريقة الانبعاث الذري).

أما الذرات المستقرة (حوالى ٪ ٩٥) فتمتص أشعة خاصة بها آتية من مصباح كاثود المجوف (الكاثود مصنوع من المادة المراد تحليلها). الامتصاص الناتج يتاسب طردياً مع عدد الذرات والذي بدوره يتاسب طردياً مع التركيز، إذاً تحليل كمي.

ويمكن تمثيل الطريقتين كما يلي:

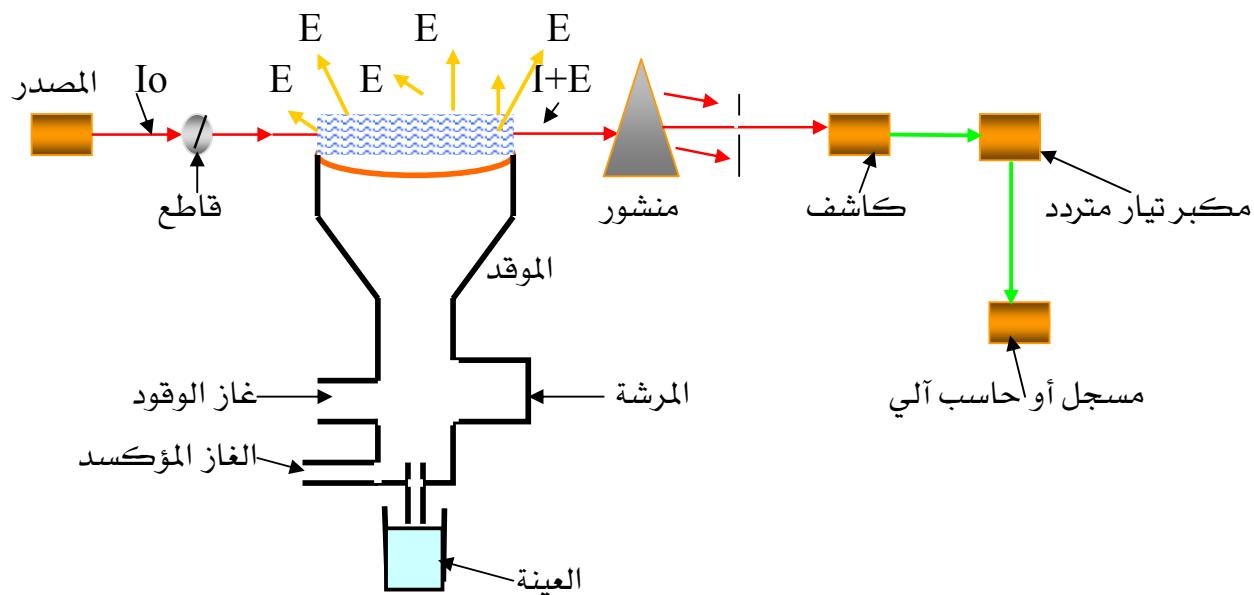


نلاحظ أن الانبعاث يحدث في طريقة الامتصاص الذري أيضا ولكن لتفادي هذه الظاهرة والتأكد من أن الامتصاص فقط هو الذي يقاس يتم إخضاع الجهاز إلى عملية تعديل modulation

مكونات جهاز الامتصاص الذري:

يتكون الجهاز من الأجزاء الرئيسية التالية كما في الشكل رقم (٩)

- ١ - مصدر خطى لإصدار الأشعة، وهذا في العادة عبارة عن المصباح ذي المهبط المجوف.
- ٢ - وسيلة لتحويل المادة إلى ذرات حرة، ويتم ذلك عن طريق اللهب أو بالتسخين الكهربائي.
- ٣ - موحد طول الموجة، وذلك لفصل خط الرنين المطلوب.
- ٤ - مُقدّر، ويستخدم عادة الخلية الضوئية المضاعفة، كما تكبر استجابة المقدّر بالاستعانة بمكّبر، ومن ثم تعرض هذه الاستجابة على آلة عرض مناسبة، والتي قد تكون مسجلًّا أو مقياس مدرج أو رقمي.



شكل رقم (٩) رسم تخطيطي يبين مكونات جهاز الامتصاص الذري

تجربة رقم ١ - ٢

تقدير تركيز الماغنيسيوم باستخدام جهاز الامتصاص الذري

فكرة التجربة:

في هذه التجربة يتم تقدير عنصر الماغنيسيوم، وذلك عن طريق تحضير محلائل قياسية من الماغنيسيوم، وتقدير امتصاصها، ورسم منحنى التدرج القياسي، ومن ثم تقدير امتصاص المجهول، وإيجاد تركيزه من الرسم البياني.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- كlorيد الماغنيسيوم.
- ماء مقطّر.

الأدوات المستخدمة:

- ميزان حساس.
- كأس سعة ml 100.
- دورق قياسي سعة ml 1000.
- دوارق قياسية سعة ml 100.

خطوات العمل:

أولاً: تحضير محلائل القياسية:

- حضر محلولاً قياسياً تركيزه p.p.m 1000 من الماغنيسيوم من مادة كلوريد الماغنيسيوم في دورق قياسي سعة ml 1000.
- باستخدام قانون التخفيف خفف محلول الأساس p.p.m 1000 إلى p.p.m 100 في دورق قياسي سعة ml 100.
- باستخدام قانون التخفيف حضر محلائل القياسية التالية: (5, 10, 15, 20, 25 p.p.m) في دوارق قياسية سعة ml 100 وذلك من محلول الماغنيسيوم .100 p.p.m

ثانياً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة.
٢. قسْ امتصاص المحاليل القياسية.
٣. قسْ امتصاص المجهول.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب أوجد ما يلي:

١. وزن كلوريد الماغنيسيوم اللازم لتحضير p.p.m 1000 من الماغنيسيوم في دورق قياسي سعة 1000 ml.

٢. الحجم المأخذ من محلول الأساسي p.p.m 1000 لتحضير p.p.m 100 في دورق قياسي سعة 100 ml.

٣. الأحجام المأخذة من محلول القياسي p.p.m 100 لتحضير المحاليل القياسية التالية:
(5,10,15,20,25 p.p.m) في دوارق سعة 100 ml.

٤. أرفق النتائج والرسم البياني التي حصلت عليها من الجهاز.
٥. تركيز الماغنيسيوم للعينة المجهولة.

تجربة رقم ٢ - ٢

تقدير النحاس في الشاي باستخدام جهاز الامتصاص الذري

فكرة التجربة:

في هذه التجربة يتم تقدير عنصر النحاس، ويمكن تطبيق هذه الطريقة لتقدير العناصر الأخرى مثل النبيكل. أملأ النحاس والنبيكل تستخدما عادةً لحماية نبات الشاي من الآفات الزراعية والقرود التي تحدث من الفطريات والتي تؤثر على الشاي، ويتم تقدير هذه العناصر للتأكد من الجودة النوعية لعينات الشاي. المحاليل القياسية في هذه التجربة لابد وأن تحتوي على نفس الوسط وذلك للتخلص من تداخلات العناصر مثل: الصوديوم والبوتاسيوم والألومنيوم.

المواد الكيميائية المطلوبة:

- عينة من الشاي.
- حمض النيتريك المركز.
- كبريتات النحاس.
- كلوريد الصوديوم.
- كلوريد البوتاسيوم.
- كلوريد الألومنيوم.
- ماء مقطر.

الأدوات المستخدمة:

- ميزان حساس.
- سخان كهربائي.
- كأس سعة 250 ml.
- كأس سعة 100 ml.
- دورق قياسي سعة 25 ml.
- دوارق قياسية سعة 100 ml.

خطوات العمل:

أولاً: إعداد العينة:

١. زن 0.5 g من عينة الشاي في كأس.
٢. أضف 5 ml من حمض النيتريك المركز إلى محتويات الكأس ثم حرك محلول لكي يتفاعل الحمض مع العينة.
٣. في دولاب الغازات ضع محلول على سخان كهربائي وبخر الحمض إلى أن يصبح حجم محلول 1 ml تقريرياً.
٤. برد محلول ثم أضف 10 ml من الماء المقطر ثم رشح محلول في دورق قياسي سعة 25 ml، وأكمل إلى العلامة بالماء المقطر.

ثانياً: تحضير المحاليل القياسية:

١. حضر محلولاً قياسياً من النحاس تركيزه p.p.m 100 من ملح كبريتات النحاس في دورق قياسي سعة 100 ml.
٢. حضر محلولاً قياسياً يحتوي على: Na, K, Al في دورق قياسي سعة 100 ml وسائل مدرب العملي عن طريقة تحضيره وتركيزه.
٣. باستخدام قانون التخفيف حضر المحاليل القياسية التالية: (2, 4, 6, 8, 10) p.p.m في دوارق قياسية سعة 100 ml وذلك من محلول النحاس p.p.m 100 مع ملاحظة إضافة 1 ml من محلول الذي يحتوي على: Na, K, Al

ثالثاً: إيجاد تركيز المجهول:

١. ابدأ بتشغيل الجهاز حسب الخطوات المرفقة مع الجهاز.
٢. قيس امتصاص المحاليل القياسية.
٣. قيس امتصاص المجهول.

النتائج والحسابات:

في كراسة المتدرب قم بما يلي:

١. أوجد وزن كبريتات النحاس اللازم لتحضير p.p.m 100 من النحاس في دورق سعة 100 ml.
٢. أوجد الأحجام المناسبة المأخوذة من محلول الأساسي p.p.m 100 لتحضير المحاليل القياسية: 2, 4, 6, 8, 10 p.p.m في دوارق سعة 100 ml.

٣. أرفق النتائج والرسم البياني المأخوذة من الجهاز.
٤. سجل تركيز النحاس.
٥. أوجد تركيز النحاس في عينة الشاي ب (i) $\mu\text{g/g}$ (p.p.m) كنسبة مئوية % (ii)

مسألة:

إذا أخذت 0.5 g من الشاي لقياس تركيز النحاس فيه، ثم أجريت عليه عدد من العمليات لتهيئته ثم أكمل الحجم في دورق قياسي سعة ml 25 ، ثم استخدمت جهاز الامتصاص الذري لقياس تركيز النحاس فيه وكان التركيز $3 \mu\text{g/ml}$ (p.p.m) ، أوجد تركيز النحاس بال $\mu\text{g/g}$ (p.p.m) ؟
الحل: اكتب حل هذه المسألة كما في المثال الموجود في التجربه رقم ٢ - ١ - ٢ ، ضمن تقرير هذه التجربة.

امتحان ذاتي رقم (١)

أجب على الأسئلة التالية:

- (١) - من خلال قراءتك لمبدأ عمل جهاز الانبعاث الذري، من أي أنواع الذرات تتبع الأشعة التي يفصلها موحد طول الموجة ؟
- (٢) - في جهاز الانبعاث الذري ما هو الجزء المسؤول عن إثارة الذرات ؟
- (٣) - ما أهم الأيونات الموجودة في الماء ؟
- (٤) - مم يتكون ملح الطعام ؟ واذكر أهم الشوائب الموجودة فيه .
- (٥) - كم تبلغ نسبة الذرات المستقرة وغير المثارة عندما يمرر محلول المادة إلى اللهب في جهاز الامتصاص الذري ؟
- (٦) - ما هي الوسائل التي يمكن استخدامها لتحويل المادة إلى ذرات حرة في أجهزة الامتصاص الذري ؟
- (٧) - ما أهم الشوائب الموجودة في الشاي ؟ وكيف توصلت إليه ؟
- (٨) - كم تزن من مادة كلوريد الكالسيوم CaCl_2 ذات الوزن الجزيئي 110.99 g/mole لكي تُحضر محلول قياسي من الكالسيوم تركيزه 100 p.p.m في دورق قياسي سعته 1000 ml ؟
- (٩) - لديك محلول قياسي تركيزه 1000 p.p.m ، ما هو الحجم المأخوذ منه لكي تُحضر محلول آخر تركيزه 100 p.p.m في دورق قياسي سعته 1000 ml ؟
- (١٠) - عند إذابة 2.0 g من ملح الطعام في 100 ml ، وقياس تركيز البوتاسيوم في هذا محلول عن طريق الرسم لمنحنى التدرج القياسي، كان التركيز $(\text{p.p.m}) = 4 \mu\text{g/ml}$. أوجد تركيز البوتاسيوم بوحدة $(\mu\text{g/g}) (\text{p.p.m})$ ؟

امتحان ذاتي رقم (٢)

علل لما يلي:

- (١) - تبخير المذيب أو احتراقه بواسطة اللهب في جهاز الانبعاث الذري.
- (٢) - فقدان الذرات المثارة باللهب لطاقتها المكتسبة بسرعة.
- (٣) - استخدام موحد طول الموجة في جهاز الانبعاث الذري.
- (٤) - استخدام المُقدّر في جهاز الانبعاث الذري.
- (٥) - تقدير الأيونات مثل: الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم عند تحليل الماء.
- (٦) - استخدام المصباح ذي المبهط المجوف في جهاز الامتصاص الذري.
- (٧) - جهاز الامتصاص الذري يعتبر أكثر دقة من جهاز الانبعاث الذري.
- (٨) - إضافة 1.0 ml من محلول الذي يحتوي على: Na, K, Al إلى المحاليل القياسية عند تقدير النحاس في الشاي.

امتحان ذاتي رقم (٣)

اختر الإجابة الصحيحة فيما يلي:

(١) - يقاس الانبعاث بـ:

mg د. nm ج. ب. ليس له وحدة μg أ.

(٢) - عينة مجهولة مخففة من الماغنيسيوم Mg قُرِأ تركيزها من الجهاز $p.p.m$ 10 وكان معامل التخفيض لها 5، احسب تركيزها النهائي:

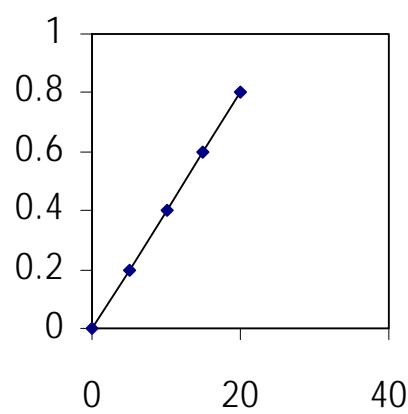
50 p.p.m د. 15 p.p.m ج. 5 p.p.m ب. 2 p.p.m أ.

(٣) - محلول قياسي من النحاس Cu تركيزه 100 $p.p.m$ ، حُضُر منه محلول قياسي آخر مخفف تركيزه $p.p.m$ 20 في دورق سعته 100 ml فكان الحجم المأخوذ من محلول القياسي الأول يساوي:

5 ml د. 20 ml ج. 10 ml ب. 2 ml أ.

(٤) - أوجد تركيز العينة المجهولة المخففة من الصوديوم قبل التخفيض مستعيناً بالرسم ، إذا علمت أن معامل التخفيض لها هو 5 وامتصاصها هو 0.5:

40 p.p.m د. 15 p.p.m ج. 12.5 p.p.m ب. 62.5 p.p.m أ.



p.p.m

(٥) - لديك عينة مجهولة من البوتاسيوم امتصاصها 0.4، أوجد تركيزها باستخدام محلول قياسي من البوتاسيوم تركيزه 10 p.p.m وامتصاصه 0.6 :

د. 6.7 p.p.m ج. 7.6 p.p.m ب. 6 p.p.m أ. 4 p.p.m

(٦) - تركيز 1 mole/ل (مولار) من الصوديوم والذي وزنه الذري 23 يعادل:

د. 23000 p.p.m ج. 2300 p.p.m ب. 230 p.p.m أ. 23 p.p.m

(٧) - أفضل جهاز لقياس المحاليل المخففة بالـ p.b هو جهاز:

ب. الامتصاص الذري ذو الفرن الكهربائي أ. الانبعاث الذري

د. الأشعة المرئية وال فوق بنفسجية ج. الانبعاث الذري

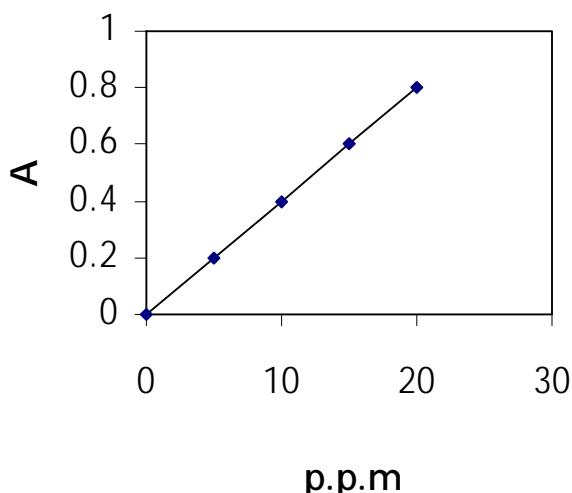
(٨) - لديك عينة ماء حجمها 50 ml أردت أن تقيس تركيز الصوديوم فيها فقمت بتحضير المحاليل

القياسية لها كما هو واضح في الرسم أدناه ، ولكن عند قياس امتصاص عينة الماء وجدت أنه

عالي ويساوي 2 ، ما هي الخطوة التي يجب إجراؤها للحصول على نتيجة صحيحة لتركيز العينة:

ب. أخفف العينة أ. أزيد في امتداد خط الرسم

د. أقيس 25 ml فقط من العينة ج. أزيد في تراكيز المحاليل القياسية



(٩) - كم تزن من مادة كلوريد الصوديوم NaCl ذات الوزن الجزيئي 58.54 g/mole لكي تحضر محلول قياسي من الصوديوم تركيزه p.p.m 100 في دورق قياسي سعته ml 100 إذا علمت أن الوزن الذري للصوديوم هو 23 g/mole

- أ. 2.54 g ب. 0.025 g ج. 0.39 g د. 0.0039 g

(١٠) - لديك عينة مجهرولة من الماغنيسيوم قسّت امتصاص الماغنيسيوم فيها فكان 0.6 ثم أردت أن تعين تركيزها ولم يتوفر لديك سوى محلول قياسي واحد من المغنيسيوم تركيزه p.p.m 1200 والذي أوجدت امتصاصه بالتجربة فكان 0.5 فكم يكون تركيز العينة التي لديك:

- أ. 1000 p.p.m ب. 360 p.p.m ج. 1440 p.p.m د. 4000 p.p.m

إجابة الامتحان الذاتي رقم (١١)

- (١) - الذرات المثارة.
- (٢) - اللهب.
- (٣) - الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم.
- (٤) - كلوريد الصوديوم NaCl . البوتاسيوم والكالسيوم.
- (٥) - حوالي ٩٥٪.
- (٦) - اللهب والمسخن الكهربائي.
- (٧) - النحاس والنيكل. عن طريق استخدامها كمبيدات لآفات وفطريات نبات الشاي.
- (٨) - الوزنة المطلوبة كما يلي:

$$\frac{\text{الحجم بال ml}}{1000} \times \frac{\text{التركيز بال p.p.m}}{1000} \times \frac{\text{الوزن الجزيئي للمركب}}{\text{الوزن الذري للعنصر} \times \text{عدد ذراته}} = \text{الوزنة المطلوبة}$$

$$\frac{1000}{1000} \times \frac{100}{1000} \times \frac{110.99}{1 \times 40} =$$

$$0.277 \text{ g} =$$

(٩) - من القانون: $C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$

$$\frac{C_2 \times V_2}{C_1} = (1000 \text{ p.p.m}) - \text{الحجم المأخوذ من محلول الأساسي}$$

$$V_1 = \frac{V_2 \times C_2}{C_1} = \frac{1000 \times 100}{1000} = 100 \text{ ml} -$$

(١٠) - تركيز البوتاسيوم بال $\mu\text{g/g}$ كما يلي:

$$\mu\text{g / g} = \frac{4.0 \mu\text{g / ml} \times 100 \text{ ml}}{2.0 \text{ g}} = 200 \mu\text{g/g}$$

إجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)

- (١) - لكي نحصل على جزيئات المذاب الصلبة والتي بدورها تتصهر وتفتكك إلى ذرات حرة في الحالة الغازية بفعل حرارة اللهب.
- (٢) - لأنها ذرات غير مستقرة.
- (٣) - لكي يفصل الخط ذو الشدة الأعلى المنبعث من الذرات المثاره للعنصر عن باقي خطوط طيف العنصر.
- (٤) - يستخدم لقياس شدة الأشعة المفصولة بموحد طول الموجة.
- (٥) - لأهميتها من الناحية الطبية والصناعية والزراعية.
- (٦) - يستخدم كمصدر خطي لإصدار الأشعة المميزة للعنصر.
- (٧) - لأن نسبة الذرات المستقرة الموجودة في اللهب والتي تمتص الأشعة القادمة من مصدر الأشعة ٩٥٪ وذلك في جهاز الامتصاص الذري، بينما الذرات المثاره بواسطة اللهب في جهاز الانبعاث الذري ٥٪ فقط.
- (٨) - ملاءمة ومماثلة وسط المحاليل القياسية مع العينة.

إجابة الامتحان الذاتي (٣)

- (١) - ب
- (٢) - د
- (٣) - ج
- (٤) - أ
- (٥) - د
- (٦) - د
- (٧) - أ
- (٨) - ب
- (٩) - ب
- (١٠) - ج

توجيهات وإرشادات السلامة العامة

يجب على كل طالب قراءة الإرشادات التالية و من لم يتقييد بها لا يسمح له بدخول المختبر:

أولاً: تبيؤ المتدرب للجلسة العملية:

١. يقوم المتدرب بشكل مستقل بتحضير التجربة العملية وقراءتها ودراستها قبل حضوره إلى المختبر.
٢. يجب مراعاة الحضور للدروس العملية في الوقت المحدد و الدخول إلى المختبر بنظام و هدوء.
٣. يجب على المتدرب مراعاة لبس البالطو والنظارات الواقية و القفاز والأحذية المقفلة عند دخوله إلى المختبر.

ثانياً: قواعد عامة:

١. يجب على المتدرب مراعاة الوقوف في المكان المخصص له بصفة دائمة.
٢. يجب مراعاة عدم التدخين أو الأكل أو الشرب في المختبر.
٣. لا يجوز تحت أي ظروف إجراء تجارب بدون إشراف.
٤. قبل استعمال الأوعية الزجاجية، تأكد من نظافتها لكي تتحصل على نتائج جيدة.
٥. تأكد من اسم المادة الكيميائية التي ترغب في استخدامها و ذلك بقراءة اسمها أكثر من مرة.
٦. لا تتدوّق المواد الكيميائية أبداً.
٧. أثناء استخدام الماصة، لا تستعمل الفم لسحب السائل أبداً.
٨. لا تسحب المحاليل مباشرة من قنية الكاشف، بل من الكأس.
٩. لا ترجع الزائد من الكاشف إلى القنية.
١٠. ارجع قناني الكواشف إلى أماكنها بعد استعمالها و لا تنسى أن تغلقها.
١١. لا تبدل سدادات قناني الكواشف لكي لا تلوث المحاليل الموجودة فيها.
١٢. لا تلمس بيديك أي مادة كيميائية سائلة أو صلبة.
١٣. لا تمسح المواد الكيميائية بشيابك.
١٤. لا تستعمل مقياس الحرارة (ترمومتر) للخلط.
١٥. أبعد الوعاء الذي تسخن فيه السائل عن نفسك و عن الآخرين.
١٦. لا تضع المواد القابلة الاشتعال قرب اللهب.
١٧. اترك صبور الماء مفتوحاً قبل و بعد سكب المحاليل في الحوض.
١٨. يجب التخلص من المواد الكيميائية الصلبة والأوراق والزجاج المكسر في سلة المهملات.

١٩. بعد الانتهاء من إجراء التجارب، يجب على المتدرب أن يرتب وينظف مكانه جيداً ويفصل الزجاجيات التي استعملها.

٢٠. يجب مراعاة عدم الإكثار من الحركة من غير ضرورة داخل المختبر.

ثالثاً: قواعد التعامل مع الأجهزة:

١. يتم وصل الجهاز بالمنبع الكهربائي بعد استشارة المدرب.
٢. يتم قطع التيار الكهربائي عن الجهاز في نهاية التجربة من قبل المتدرب.
٣. في حالة انقطاع التيار الكهربائي، يتم فصل الجهاز عن المنبع، ووصله بعد عودة التيار.
٤. يغطى الجهاز بعد الاستخدام، ويوضع الغطاء أشلاء الاستخدام بعيداً، وفي إحدى الخزن الموجودة تحت منضدة العمل.
٥. ينبغي عدم ترك المختبر أشلاء عمل الجهاز، وفي حالة الضرورة القصوى يطفأ الجهاز.
٦. يتم التعامل مع الأجهزة برفق متناه ويراعى عدم اللعب بالأزرار واللواكب الخاصة بالأجهزة دون مبرر.
٧. أبعد الماء والسوائل الأخرى والمواد الكيميائية المختلفة عن الأجهزة.
٨. ينبغي مراعاة الحرص على تنظيف الأدوات المستخدمة في التحليل حتى لا تؤثر على نتائج التحليل ولا تفسد أجزاء الجهاز.

المراجع

- 1) Gary D. Chritian, *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, Holt Rinehart & Winston, New York, 1991.
- 6) PAVIA & LAMPMAN, Introduction to spectroscopy, Saunders College Publishing.

- 7) عبدالفتاح البسطاوي. عبد العزيز السباعي. توفيق عميرة، الكيمياء التحليلية. بعض الأسس النظرية لطرق التحليل الآلي، الطبعة الأولى، جامعة الملك عبدالعزيز، ١٩٨٦م.

- 8) إبراهيم الزامل، الكيمياء التحليلية - التحليل الآلي، الطبعة الثالثة، دار الخريجي للنشر، ١٩٩٨م.

- 9) عبد المنعم محمد السيد الأعسر، التحليل الطيفي للأنظمة الكيميائية والبيوكيميائية، الطبعة الأولى، الدار العربية للنشر والتوزيع.

المحتويات

الصفحة	الموضوع
الوحدة الأولى: التحليل الطيفي الجزيئي	
الفصل الأول: تجارب في الامتصاص الجزيئي للطيف المرئي والفوق بنفسجي	
٣	تقدير الكوبالت باستخدام جهاز الأشعة المرئية
٥	تقدير النيكل باستخدام جهاز الأشعة المرئية Spectronic 20D
٨	تحليل البرمنجنات والدايكرومات في خليط واحد باستخدام الأشعة المرئية
١١	تقدير الحديد طيفياً باستخدام جهاز الأشعة المرئية
١٦	تقدير البوتاسيوم باستخدام طيف الأشعة فوق البنفسجية
١٩	تقدير النسبة المئوية للنحاس في إحدى سبائكه باستخدام جهاز الأشعة المرئية UV-1601PC
٢١	الفصل الثاني: تجارب في الانبعاث (التلألق) الجزيئي
٢٤	تقدير تركيز أستايل حمض السالسليك في عينة الأسبرين باستخدام طريقة التلألق الجزيئي
٢٦	تقدير فيتامين B_2 باستخدام جهاز التلألق الجزيئي
٣١	الفصل الثالث: تجارب في التحليل الطيفي في مجال الأشعة تحت الحمراء Infra-red Spectroscopy
٣٥	الكشف عن المجموعات الوظيفية لمركبات العضوية السائلة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)
٣٧	الكشف عن المجموعات الوظيفية لمركبات العضوية الصلبة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء (IR)
٣٩	امتحان ذاتي رقم (١)
٤٠	امتحان ذاتي رقم (٢)
٤١	امتحان ذاتي رقم (٣)
٤٢	إجابة الامتحان ذاتي رقم (١)

٤٣	إجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)
٤٤	إجابة الامتحان الذاتي رقم (٣)
الوحدة الثانية: التحليل الطيفي الذري		
٤٦	الفصل الأول: تجارب في الانبعاث الذري باللهم
٤٧	تحليل الماء باستخدام جهاز الانبعاث الذري
٤٩	تحديد تلوث ملح الطعام بالبوتاسيوم والكلاسيوم باستخدام جهاز الانبعاث الذري
٥٢	الفصل الثاني: تجارب في الامتصاص الذري باللهم
٥٤	تقدير تركيز الماغنيسيوم باستخدام جهاز الامتصاص الذري
٥٦	تقدير النحاس في الشاي باستخدام جهاز الامتصاص الذري
٥٩	امتحان ذاتي رقم (١)
٦٠	امتحان ذاتي رقم (٢)
٦١	امتحان ذاتي رقم (٣)
٦٤	إجابة الامتحان الذاتي رقم (١)
٦٥	إجابة الامتحان الذاتي رقم (٢)
٦٦	إجابة الامتحان الذاتي رقم (٣)
٦٩	المراجع

تقدير المؤسسة العامة للتعليم الفني والتدريب المهني الدعم

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

GOTEVOT appreciates the financial support provided by BAE SYSTEMS

