جامعة تكريت
كلية علوم الأغذية
قسم علوم وتكنولوجيا الالبان

الكيمياء التحليلية العملي

Practical Of Analytical Chemistry

المرحلة الأولى

الكورس الاول

اعداد
م.م. نمير مؤيد خلف
MSC nameer muayad

المحاضرة الأولى

السلامة والأدوات المستخدمة في المختبرات

قواعد السلامة الاساسية

- ارتداء معطف المختبر Lab Coat.
- ارتداء نظارات السلامة.
- تغطية الشعر عند التعامل مع المواد الحارقة.
- يجب على العامل ارتداء القفازات وأدوات الحماية الأخرى وفقاً لطبيعة التجربة والمواد التي تشمل عليها.
- الابتعاد عن ارتداء الأحذية المفتوحة عند استعمال المواد الكيميائية لعدم تعرض الجلد لهذه المواد.
- تجنب ارتداء الملابس المصنوعة من الألياف الصناعية بسبب قابليتها للاشتعال السريع، كما تميل تلك الألياف إلى الذوبان والالتصاق بالجلد.
- يفضل استعمال النظارات الواقية لحماية العيون من المواد الكيميائية الضارة والغازات.
- عدم ارتداء المجوهرات أو أي نوع من أنواع الزينة مثل الخواتم لاسيما عند التعامل مع المسننات أو الأدوات الدوارة أو المحركات.

MSC nameer muayad

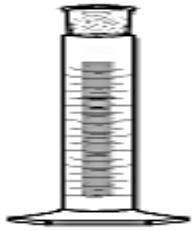
- تأدية التجربة بحرص وهدوء يقيك من الحوادث.
- تجنب الأحاديث الجانبية مع زملائك أثناء القيام بالتجربة.
- بلغ فني المختبر عن الحوادث مهما كانت صغيرة.
- اسأل الأستاذ عما لا تعرف.
- عدم شم أو استنشاق روائح المواد الكيميائية.
- عدم لمس أو تذوق المواد الكيميائية.
- عدم الأكل أو الشرب داخل المختبرات

علامات و رموز المخاطر المختبرية

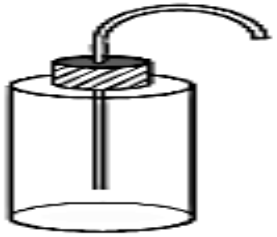
علامات السلامة الكيميائية

أهم الأجهزة والزجاجيات المستخدمة في مختبر الكيمياء التحليلية

ماصة
Pipette



إسطوانة مدرجة
Cylinder



قنينة غسل
Washing Bottle

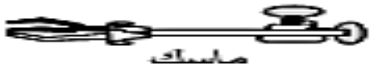
بيكر
Beaker

قمع
Funnel

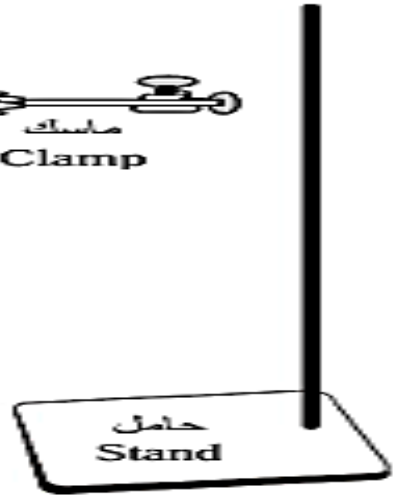
قنينة حجمية
Volumetric Flask

سحّاحة
Burette

دورق مخروطي
Conical Flask

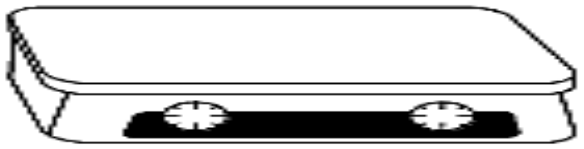


ماسك
Clamp



حامل
Stand

فرن تجفيف
Drying Oven

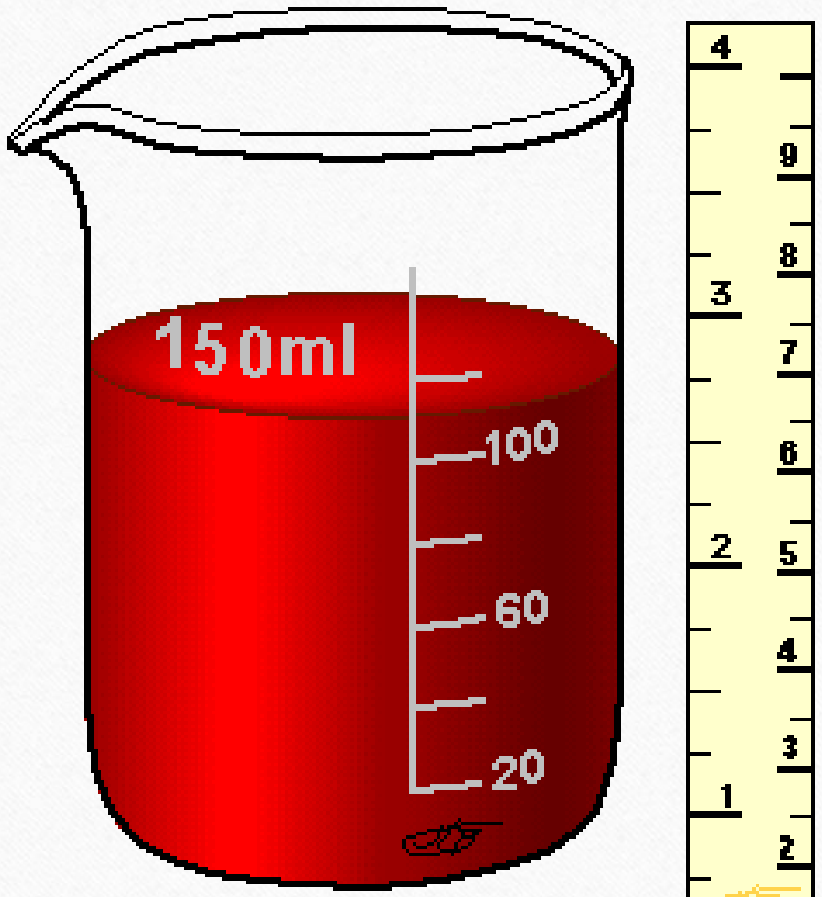


هيتر
Hotplate

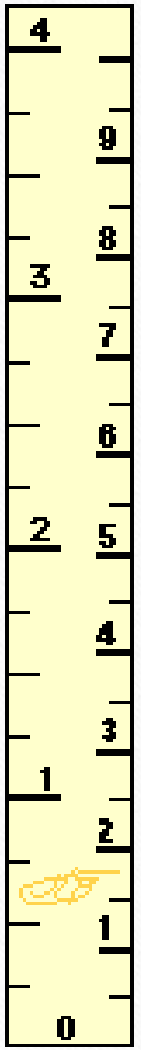
ميزان حساس
Electronic Balance

حمام مائي
Water Bath

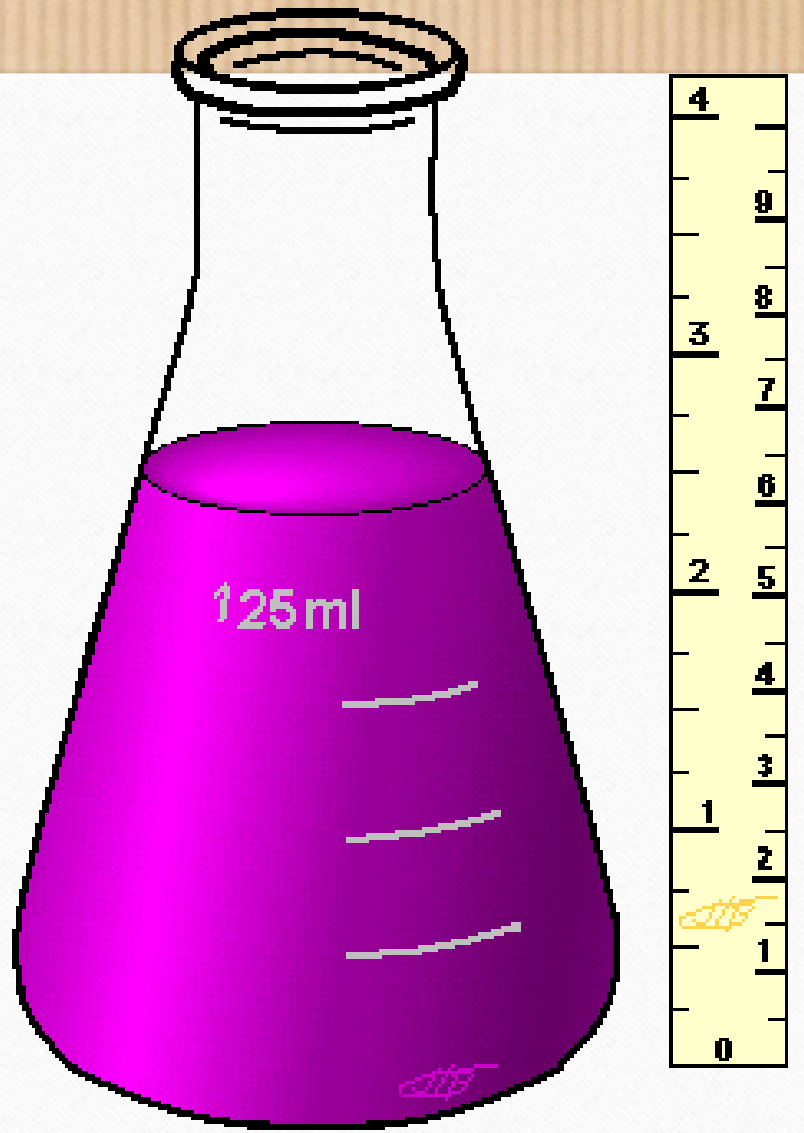
MSC nameer muayad



Beaker

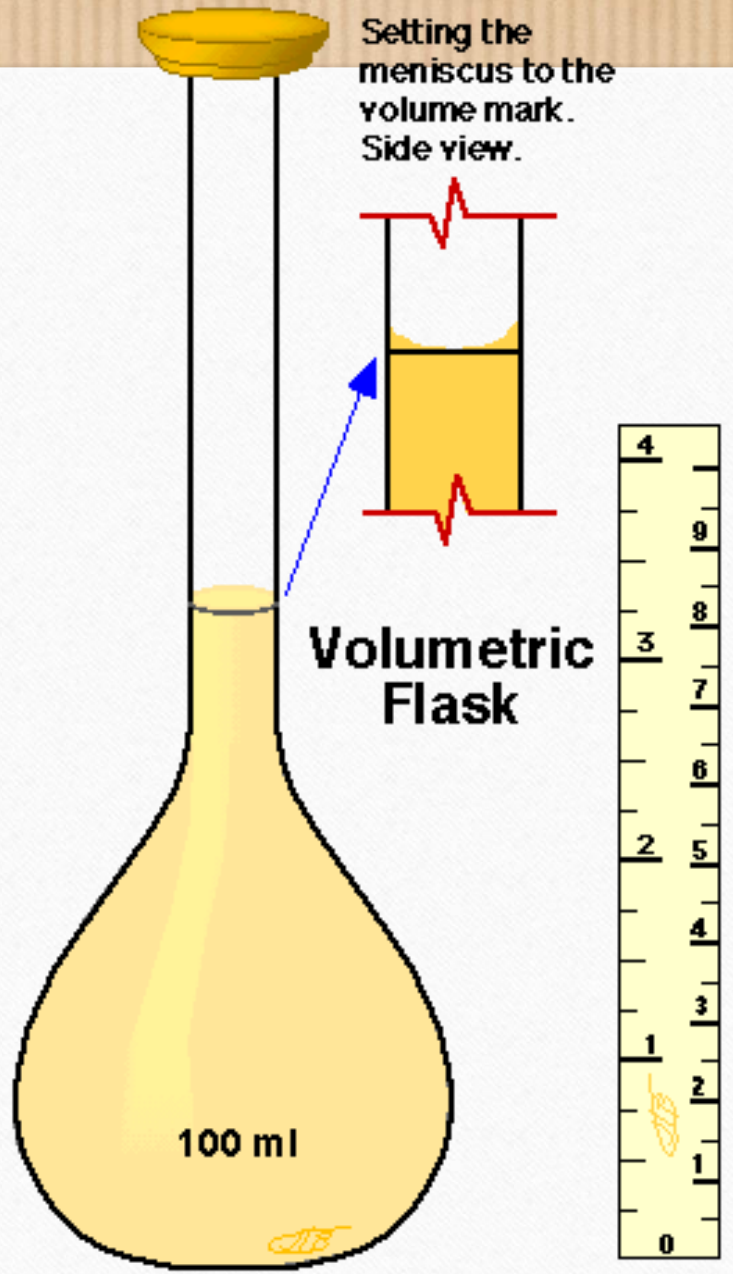


MSC nameer muayad

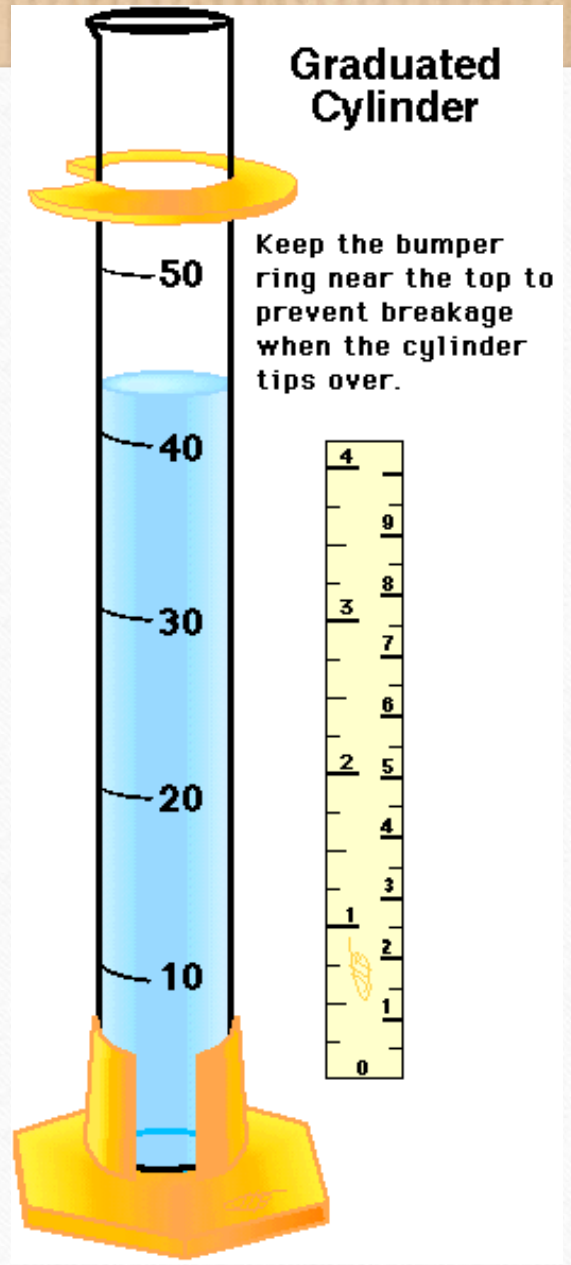


Erlenmeyer Flask

MSC nameer muayad

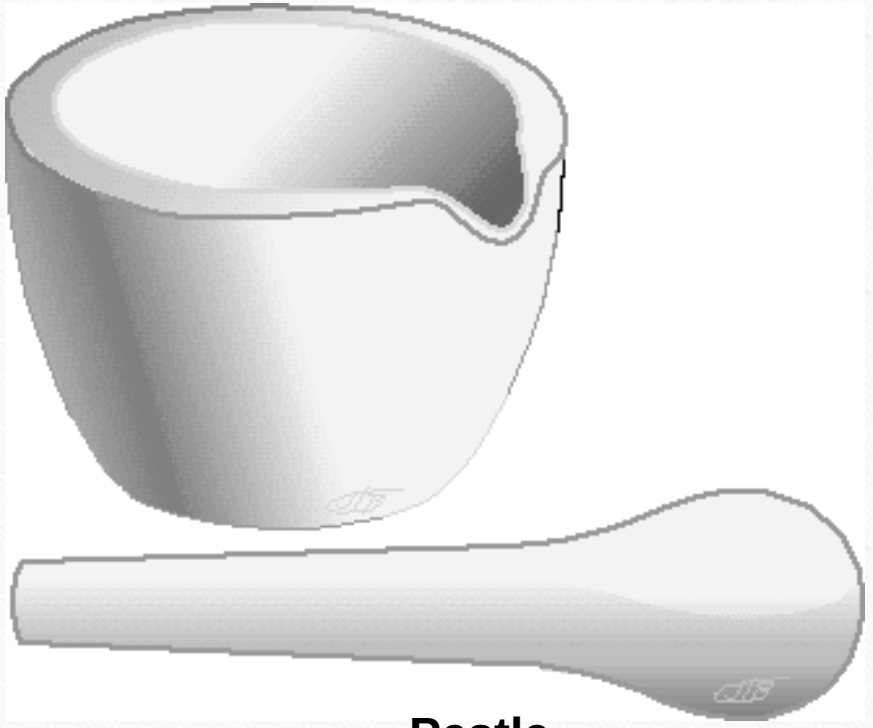


MSC nameer muayad

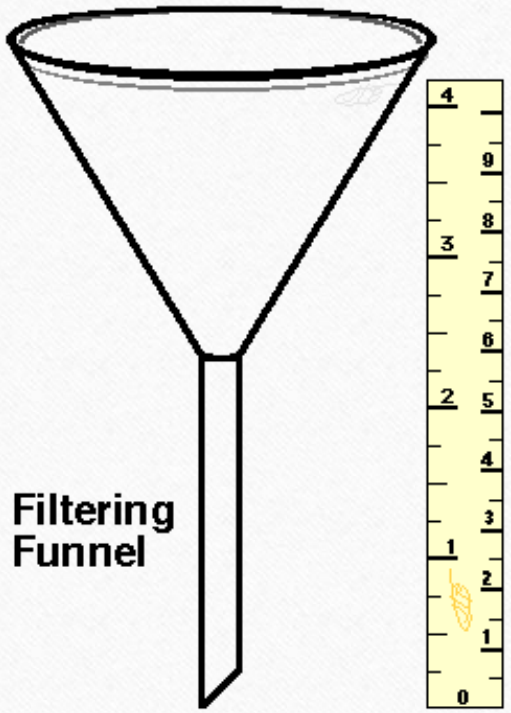


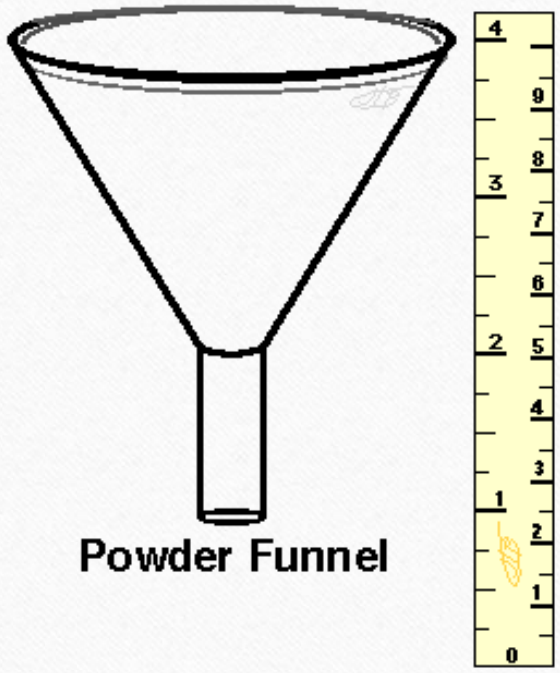
MSC nameer muayad

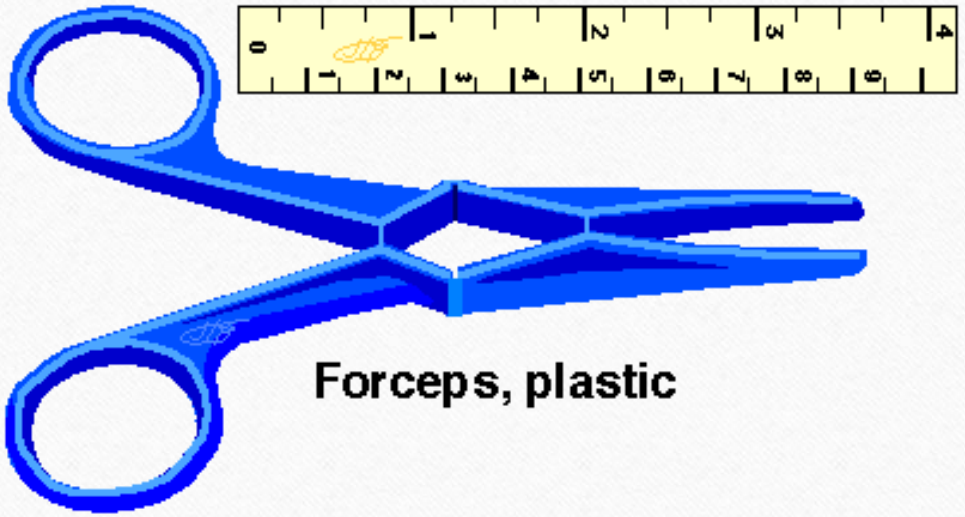
Mortar



Pestle

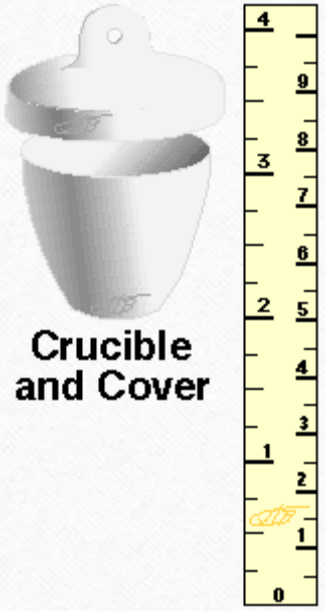

Filtering
Funnel


Powder Funnel

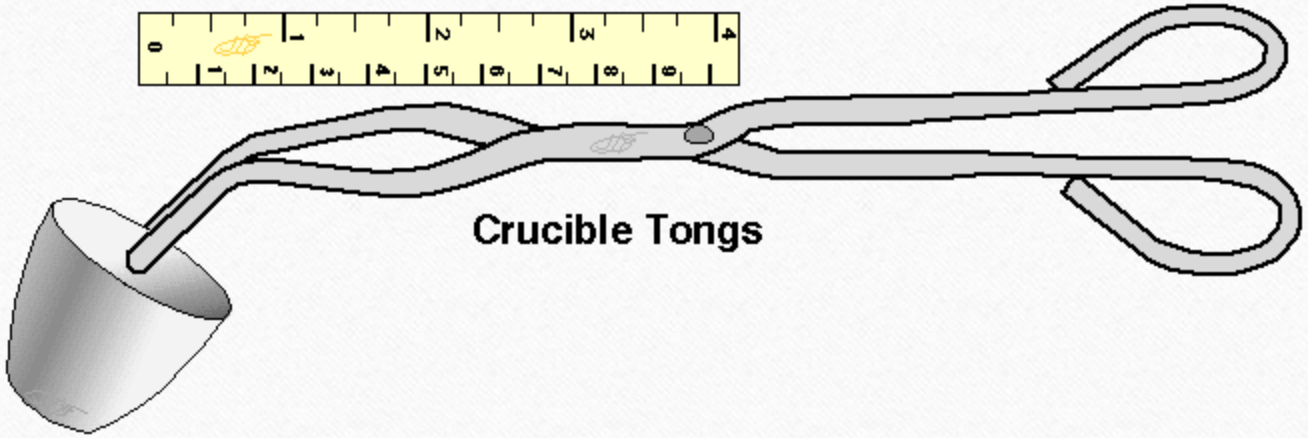


Forceps, plastic

Forceps, metal

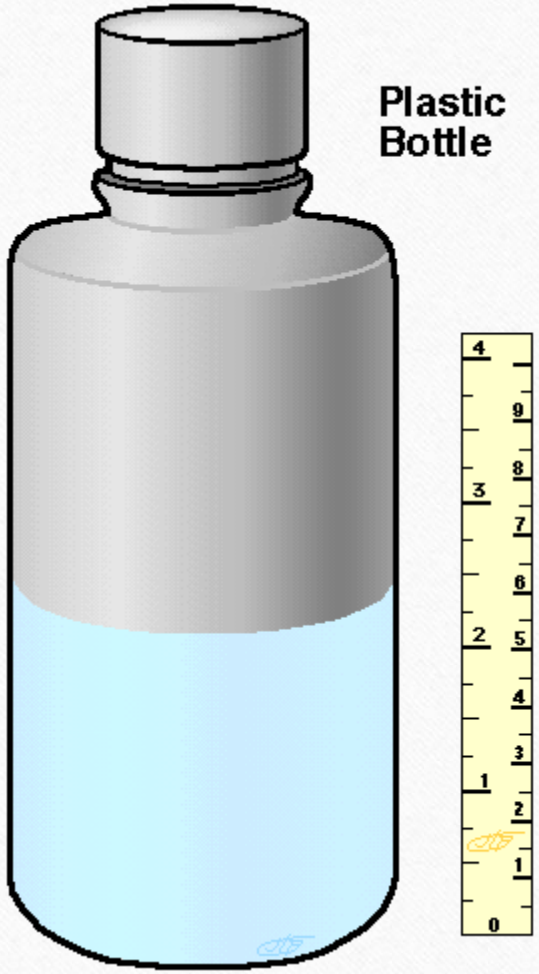


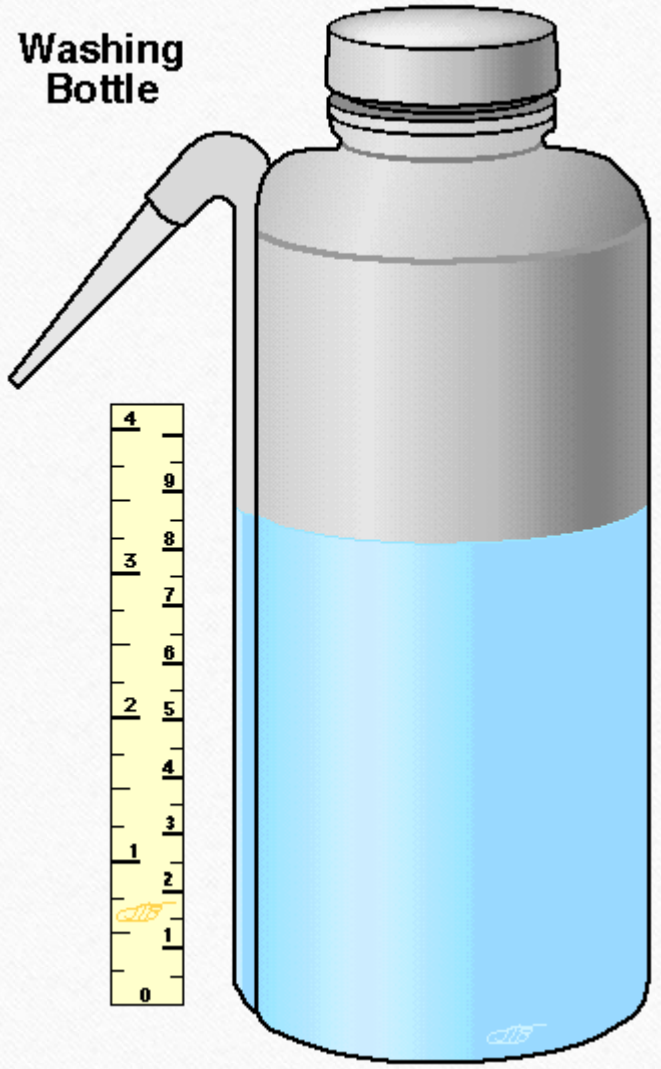
Crucible and Cover



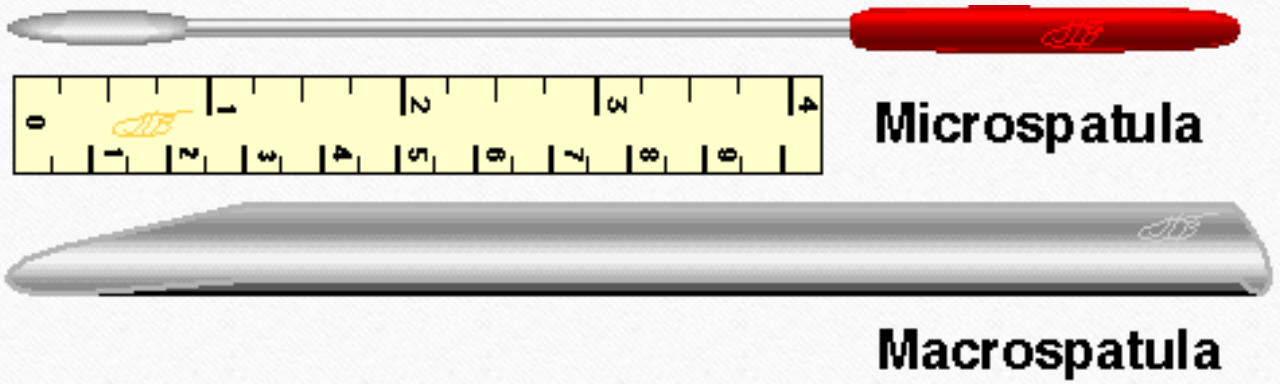
Crucible Tongs

MSC nameer muayad





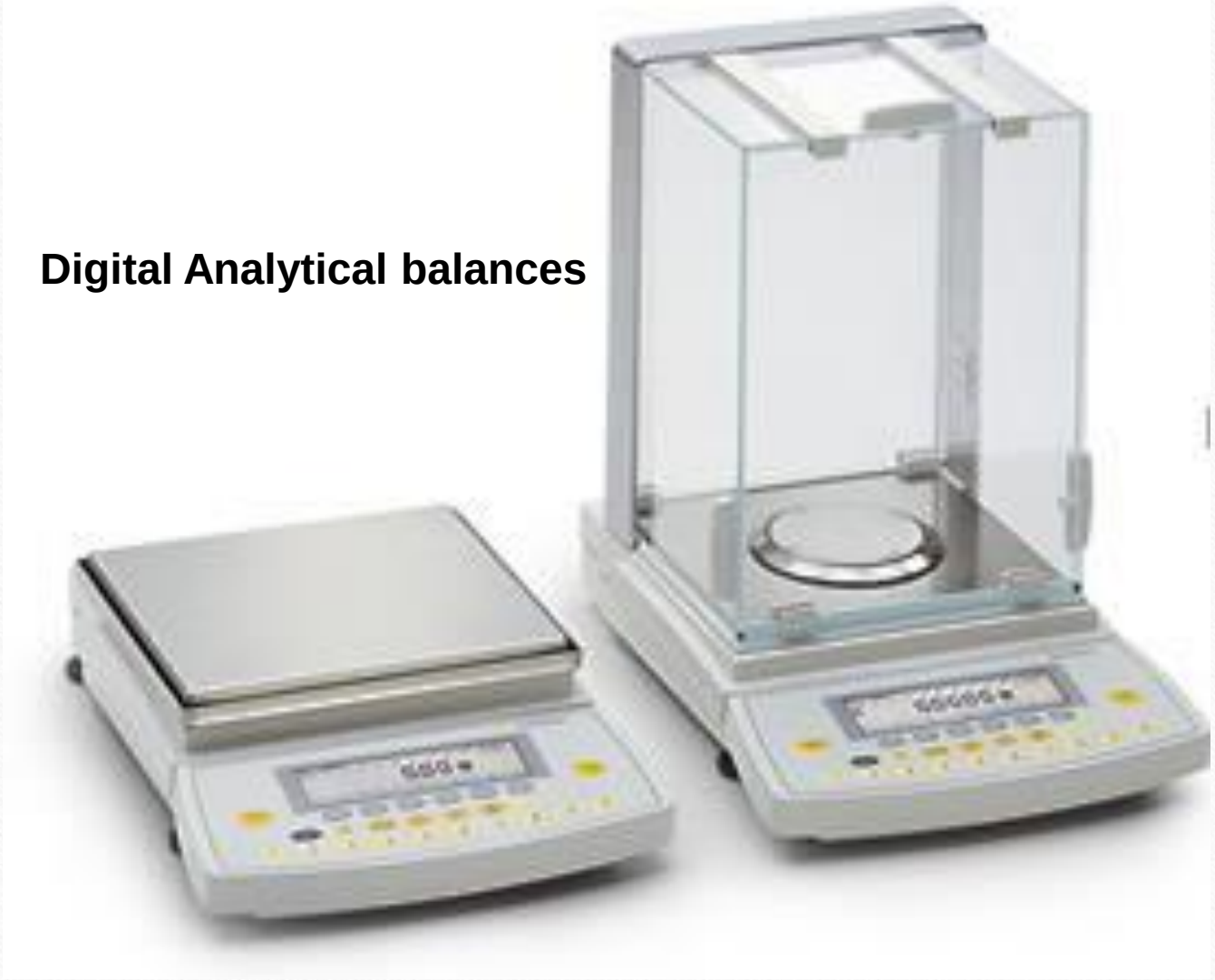
MSC nameer muayad



Weighing paper (pergamyne)

Weighing boats

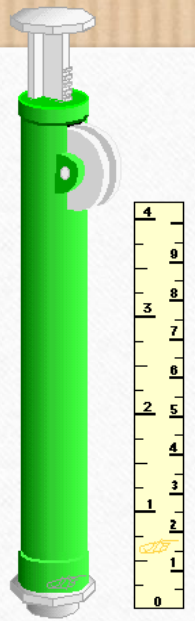
Digital Analytical balances



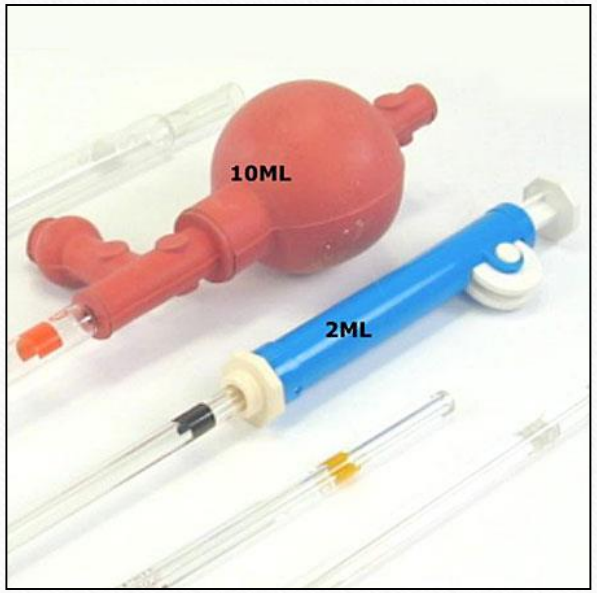
Volumetric Pipet

Graduated Pipet

Pasteur Pipet a.k.a Medicine Dropper



Pipet Filler, pump type



MSC nameer muayad

Pipette Tips

MSC nameer muayad

High speed centrifuge

Bench-top centrifuge

Vacuum concentrator

Micro test tube centrifuge

MSC nameer muayad

جامعة تكريت
كلية علوم الأغذية
قسم علوم وتكنولوجيا الالبان

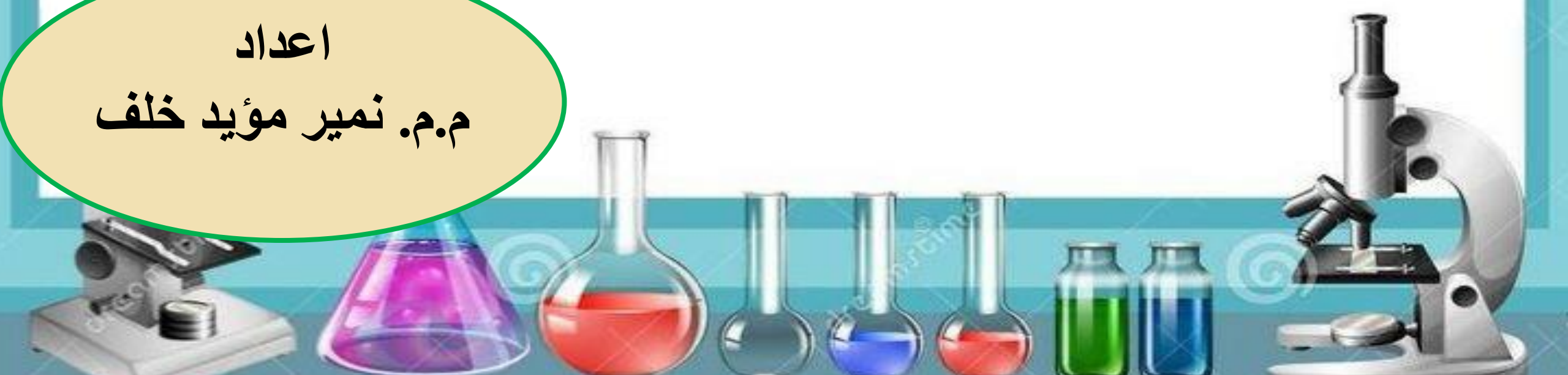
الكيمياء التحليلية العملي

Practical of Analytical Chemistry

المحاضرة الثانية

تحضير 0.1 مولاري من محلول حامض الهيدروكلوريك HCl

اعداد
م.م. نمير مؤيد خلف

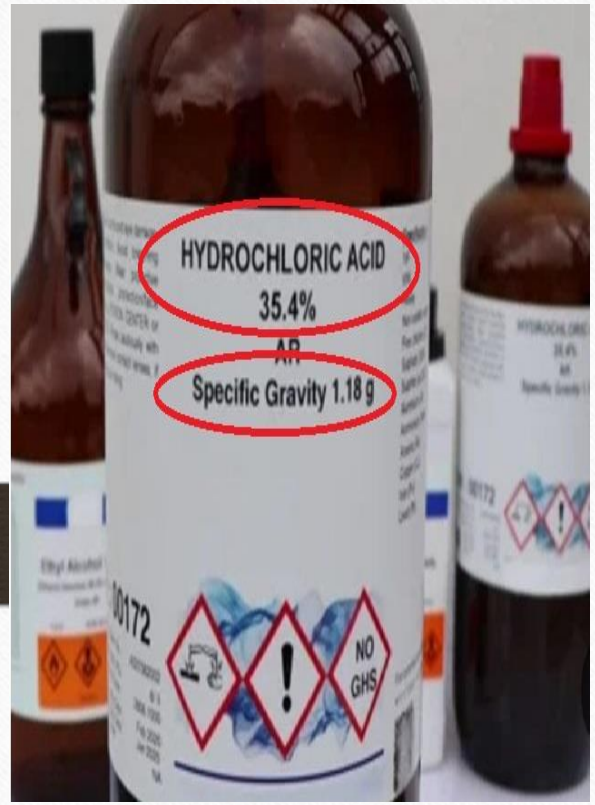


مقدمة :

حامض الهيدروكلوريك HCl هو سائل لزج كاوٍ للجلد وحارق للملابس كتلته المولية 36.46 غرام/مول . ومتوفر تجاريا بهيئة محلول مركز ذو تركيز 37% وزن/حجم وكثافته 1.18 غرام/مل ويفضل استعماله على الحوامض الأخرى لان معظم الكلوريدات ذائبة في الماء لكن هذا الحامض لايعتبر مادة قياسية أولية لكونه مادة متطايرة. لذلك عند استعماله في التحليل يلجأ الى معايرته مع مادة قياسية أولية

المواد والأدوات المستخدمة:

1. محلول حامض الهيدروكلوريك التجاري تركيزه 33 % وزن/حجم وكثافته 1.169 غرام / مل
2. بيكر زجاجي صغير نظيف وجاف
3. دورق حجمي سعته 500 مليلتر جاف ونظيف
4. ماصة
5. قمع صغير
6. ماء مقطر



طريقة التحضير:

من المعلومات المثبتة على قنينة حامض الهيدروكلوريك نستخرج المولارية

$$M = \frac{\% \; x \; d \; x \; 10}{M.wt}$$

M= المولارية

%= النسبة المئوية

M.wt = الوزن الجزيئي

d= الكثافة او الوزن النوعي

1. نحسب الوزن الجزيئي للحامض:

$$M.wt = (35.46 \times 1) + (1 \times 1)$$

$$M.wt = 36.46\ g/mol$$

2. نطبق قانون حساب المولارية

$$M = \frac{35.46\ x\ 1.18\ x\ 10}{36.46}$$

$$M = 11.476\ mol/l$$

3. نستخدم قانون التخفيف لإيجاد حجم الحامض المطلوب

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

قبل التخفيف بعد التخفيف

$$11.476 \times V1 = 0.1 \times 500$$

$$V1 = \frac{0.1\ x\ 500}{11.476}$$

$$V1 = 4.36\ ml$$

الحجم اللازم لتحضير 0.1 مولاري من HCL

طريقة العمل

1. باستخدام الاسطوانة المدرجة الجافة قم بقياس 4.36 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز (HCl)
2. ضع كمية من الماء المقطر في القنينة الحجمية حوالي 50 مل . لماذا؟
3. ثبت القمع الزجاجي داخل القنينة الحجمية واسكب خلاله الحامض المقاس
4. اغسل الاسطوانة عدة مرات (2-3)بالماء المقطر واسكب ماء الغسل داخل القنينة الحجمية .لماذا؟
5. اكمل الحجم في القنينة الحجمية لحد العلامة (500 مل) بالماء المقطر
6. قم برج المحلول عدة مرات

Distilled Water

جامعة تكريت
كلية علوم الأغذية
قسم علوم وتكنولوجيا الالبان

الكيمياء التحليلية العملي

Practical of Analytical Chemistry

Lab. 3

تحضير 0.1 مولاري من محلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH

اعداد
م.م. نمير مؤيد خلف

مقدمة :

يوجد هيدروكسيد الصوديوم النقي على هيئة صلبة عند درجة حرارة الغرفة وهو مادة متميئة اذ تمتص الرطوبة من الجو عند تعرضها للهواء ولهذا السبب لا يمكن القول بشكل قاطع أن وزن كتلة معينة منه يمثل الوزن الحقيقي لهيدروكسيد الصوديوم إذ أنها تحتوي أيضا على جزء ممتص من الماء، ولهذا فلا يمكن اعتبار هيدروكسيد الصوديوم من المواد القياسية الأولية . بالإضافة تفاعله مع ثاني أكسيد الكربون الموجود في الهواء . وتجدر الإشارة إلى أن ذوبان هيدروكسيد الصوديوم في الماء هو عملية باعثة للحرارة بالإضافة إلى انه قلوي حارق للجلد لذا يجب الحذر عند استخدامه.

المواد والأدوات المستخدمة

1. حبيبات هيدروكسيد الصوديوم
2. بيكر زجاجي صغير نظيف وجاف
3. دورق حجمي سعته 500 مليلتر جاف ونظيف
4. ماء مقطر
5. ميزان حساس
6. ملعقة Spatula

طريقة التحضير

1- نستخرج مولارية هيدروكسيد الصوديوم من المعادلة الاتية

$$M = \frac{wt\ x\ 1000}{M.wt\ x\ V(ml)}$$

M= المولارية
wt =وزن المادة الصلبة
M.wt = الوزن الجزيئي
V= حجم المحلول المراد تحضير

2. نحسب الوزن الجزيئي لهيدروكسيد الصوديوم:

M.wt = (23 x 1) + (16 x 1)+(1x1)
M.wt = 40 g/mol

3. نطبق قانون حساب المولارية

$$M = \frac{wt\ x\ 1000}{M.wt\ x\ V(ml)}$$

$$0.1 = \frac{wt\ x\ 1000}{40\ x\ 500(ml)}$$

$wt = 2\ g$ الوزن اللازم لتحضير 0.1 مولاري من NaOH

طريقة العمل

1. نوزن 2 غرام من مادة هيدروكسيد الصوديوم بواسطة الميزان الحساس
2. ضع كمية من الماء المقطر في القنينة الحجمية حوالي 50 مل
3. انقل الوزن المقاس الى القنينة الحجمية ثم رج المحلول لكي تذوب المادة الصلبة
4. اكمل الحجم في القنينة الحجمية لحد العلامة (500 مل) بالماء المقطر
5. قم برج المحلول عدة مرات

sartorius
0.0000
1.93502.0521
500g
EMPLURA®
Sodium hydroxide pellets

جامعة تكريت
كلية علوم الأغذية
قسم علوم وتكنولوجيا الالبان

الكيمياء التحليلية العملي
Practical Of Analytical Chemistry

التجربة الرابعة
تسحيح التعادل

اعداد
م.م. نمير مؤيد خلف

مقدمة تسحيح التعادل

- يتفاعل الحامض مع القاعدة مهما كانت قوة الحامض أو القاعدة و نحصل على ملح و ماء
- يرافق هذا التفاعل تغيرات في قيمة pH المحلول تبعا لتغير تركيز أيونات H^+ و OH^- و تأخذ قيم $0 \leq pH \leq 14$.
- عند معايرة حامض مع قاعدة قياسية ينخفض تركيز الحامض بشكل تدريجي في وعاء التحليل و بذلك تزداد قيمة pH حتى الإقتراب من نقطة التكافؤ التي يكون التغير حولها حادا و مفاجئا ، بعدها يختفي الحامض تماما و يصبح الوسط قلويا و تزداد قيمة pH ببطء مع ازدياد كمية القاعدة المضافة تزداد دقة المعايرة مع تزايد القفزة المرافقة لقيمة pH المحلول قرب نقطة التكافؤ (أي قبل و بعد نقطة التكافؤ) .

اسم التجربة

تعيين تركيز محلول حامض الهيدروكلوريك(HCl)

بمعايرته بمحلول قياسي من هيدروكسيد الصوديوم القاعدي (NaOH).

هدف التجربة

- تهدف هذه التجربة إلى تعيين تركيز محلول حامض الهيدروكلوريك وذلك بمعايرته مع محلول كاشف من هيدروكسيد الصوديوم القياسي معلوم التركيز(0.1M). ويتفاعل هيدروكسيد الصوديوم مع الحامض وفقاً للمعادلة التالية:

$$NaOH + HCl \longrightarrow NaCl + H_2O$$

- وعند نقطة النهاية يكون الوسط متعادلاً وباستخدام دليل الفينولفثالين فإن لونه عند هذه النقطة يتغير من عديم اللون في الوسط الحامضي إلى الأحمر الوردي.

الأدوات والمواد المستخدمة

- دورق مخروطي سعته (250 ml).
- ماصة (10 ml).
- سحاحة (50 ml).
- حامض الهيدروكلوريك (HCl) المجهول التركيز.
- محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH)معلوم التركيز(0.1 M) .
- بيكر سعة (100ml) عدد اثنان أحدهما للحامض والآخر للقاعدة.
- قنينة غسيل بلاستيكية تملأ بالماء المقطر.
- دليل الفينولفثالين (ph. ph).

طريقة العمل

- – اغسل السحاحة بالماء العادي ثم بالماء المقطر مرتين أو ثلاثاً ثم اغسلها بمحلول هيدروكسيد الصوديوم القاعدي.
- 2–املأ السحاحة مستخدماً قمع بمحلول هيدروكسيد الصوديوم ذو التركيز. **(0.1M)**
- 3–اغسل دورقاً مخروطياً سعته **(250ml)** بالماء العادي ثم بالماء المقطر.
- 4–اغسل ماصة سعتها **(10ml)**بالماء المقطر ثم بمحلول حامض الهيدروكلوريك .
- 5– اسحب **(10ml)** من محلول حمض الهيدروكلوريك بالماصة ثم ضعها بالكامل في الدورق المخروطي.

5-ابدأ المعايرة بإضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم الموجود بالسحاحة تدريجياً إلى محلول حامض الهيدروكلوريك الموجود بالدورق المخروطي مع رج الدورق المخروطي باستمرار أثناء المعايرة.

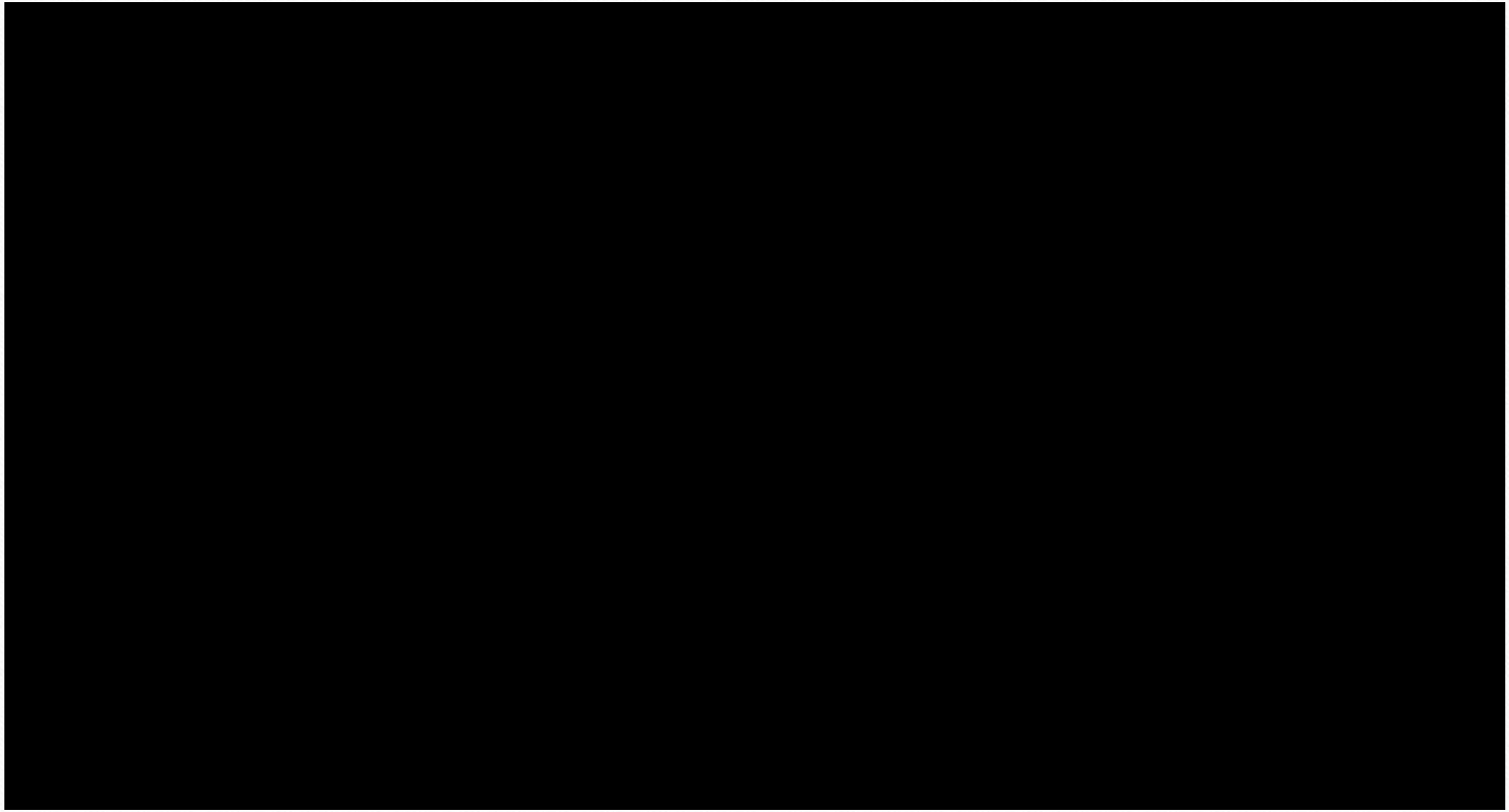
6- وعند نقطة النهاية **(end point – e.p)** وهي النقطة التي يتفاعل عندها جميع حامض الهيدروكلوريك في الدورق المخروطي مع القاعدة وفقاً للتفاعل التالي:

$$NaOH + HCl \longrightarrow NaCl + H_2O$$

7- فإن الدليل يصبح وردي اللون .وعند الحصول على هذا التغير في اللون نوقف المعايرة على الفور.

8- سجل حجم محلول هيدروكسيد الصوديوم الذي عايرت به الحمض.

9- كرر الخطوات السابقة 3 مرات ثم احسب المتوسط.



النتائج والحسابات

الحجم الابتدائي لمحلول NaOH بالسحاحة	الحجم النهائي لمحلول NaOH بالسحاحة	حجم NaOH اللازم للمعايرة	متوسط حجم NaOH

حساب تركيز (HCl) المجهول:

$$(M.V)_{acid}=(M'.V')_{base}$$

للمناقشة

س/ ماذا حصل داخل الدورق المخروطي اثناء التسحيح ؟

جامعة تكريت
كلية علوم الأغذية
قسم علوم وتكنولوجيا الالبان

الكيمياء التحليلية العملي

Practical Of Analytical Chemistry

ترسيب وفصل ايونات المجموعة الأولى

Ag^{+} , Hg_2^{+2}, Pb^{+2}

اعداد
م.م. نمير مؤيد خلف

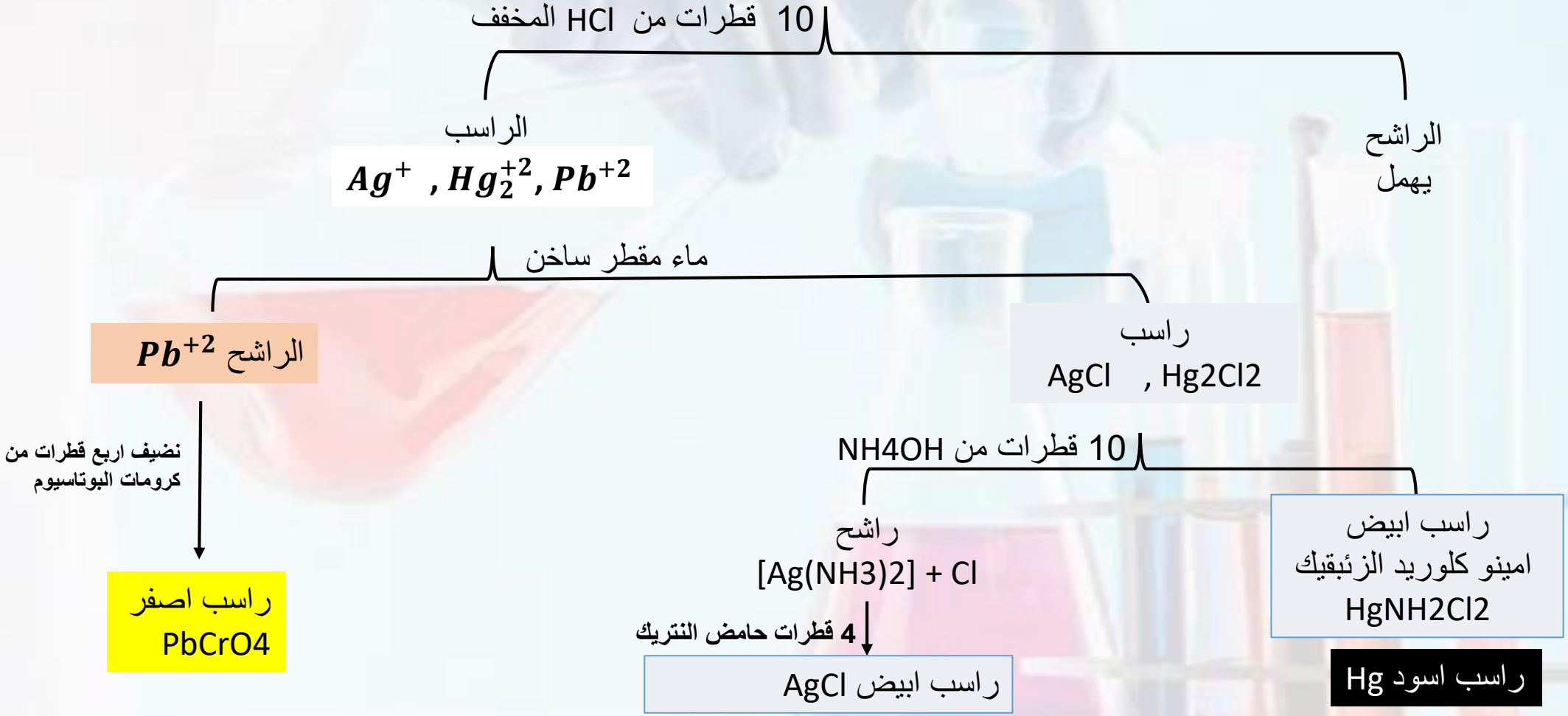
تحليل المجموعة الأولى للأيونات الموجبة

تضم هذه المجموعة الايونات الموجبة التي تكون كلوريدات عديمة الذوبان في الحوامض المخففة وهي ايونات الفضة Ag^{+} والرصاص Pb^{+2} و الزئبقوز Hg_2^{+2} لذا تترسب هذه الايونات على شكل كلوريدات عند إضافة حامض الهيدروكلوريك المخفف في حين تبقى كلوريدات بقية الايونات بشكل غير ذائب

MSC Nameer M. Khalaf

مخطط تحليل ايونات المجموعة الأولى

$$Ag^{+}\ ,Hg_2^{+2},Pb^{+2}$$



MSC Nameer M. Khalaf

التفاعلات الكيميائية الخاصة بالمجموعة الأولى

❖ ترسيب ايونات المجموعة

$$Ag^{+1} + Cl^{-} \longrightarrow AgCl \downarrow (White)$$

$$Hg^{+2} + 2Cl \longrightarrow HgCl_2 \downarrow (White)$$

$$Pb^{+2} + 2Cl \longrightarrow Pb_2Cl2 \downarrow (White)$$

في هذا التفاعل يستعمل حامض الهيدروكلوريك المخفف وليس المركز اذ يعمل الحامض المركز على تذويب الرواسب بعد تكوينه وبالتالي نخسر الراسب بعد تكوينة كما في المعادلات التالية

$$Ag^{+1} + Cl^{-} \longrightarrow AgCl$$

$$AgCl + Cl^{-} \longrightarrow AgCl_2$$

الراسب المتكون حامض مركز معقد ذائب

MSC Nameer M. Khalaf

فصل ايون الرصاص

يفصل الرصاص بالماء الحار لكون قابلية ذوبان كلوريد الرصاص اعلى من كلوريد الفضة والزئبقوز اذ تكون قابلية ذوبان كلوريد الرصاص أكبر بألف مرة من قابلية كلوريد الفضة والزئبقوز.

ت	المادة	KSP
1	$PbCl_2$	$1 * 10^{-4}$
2	Hg_2Cl_2	$2 * 10^{-18}$
3	AgCl	$1.56 * 10^{-10}$

بعد فصل ايونات الرصاص بشكل راشح ساخن يتم تميزة بواسطة كاشف كرومات البوتاسيوم لتكوين راسب اصفر من كرومات الرصاص

$$Pb^{+2} + Cro_4^{-2} \longrightarrow PbCro_4 \downarrow$$

راسب اصفر

MSC Nameer M. Khalaf

فصل الفضة عن الزئبقوز

❖ معاملة كلوريدي الفضه والزئبقوز بالامونيا

تتفاعل الامونيا مع الكلوريديين حيث تكون مقعد ثائب مع كلوريد الفضه هو ثنائي امين الفضه

$$AgCl + 2\,NH_3 \longrightarrow Ag(NH_3)_2^+ + Cl^-$$

ثاني امين الفضة

بينما عندما تتفاعل مع كلوريد الزئبقوز تسلك كوسط لفعل تفاعل الاكسدة والاختزال لتكوين الزئبق الأسود واميني كلوريد الزئبقيك الأبيض وهما راسبان يعطيان مزيج رمادي اللون.

$$Hg_2Cl_2 + 2NH_3 \longrightarrow HgNH_2Cl + Hg + NH_4Cl$$

اسود ابيض

❖ تأكيد وجود الفضة

يتحول $Ag(NH_3)_2^+$ الى AgCl في وسط حامضي

$$Ag(NH_3)_2^+ + Cl^- + 2HNO_3 \longrightarrow AgCl + 2NH_4 + 2NO_3$$

MSC Nameer M. Khalaf

جامعة تكريت
كلية علوم الأغذية
قسم علوم وتكنولوجيا الالبان

الكيمياء التحليلية العملي

Practical Of Analytical Chemistry

ترسيب الايونات السالبة
الكلوريد Cl^- و البروميد Br^-

اعداد
م.م. نمير مؤيد خلف

ترسيب الأيونات السالبة

الايونات السالبة الكلوريد والبروميد متشابهة في خواصها لذا سيتم دراستها بشكل منصل وليس كمزيج .

العوامل المرسب لهذا الانيونات هما حامض الكبريتيك H_2SO_4 المركز و نترات الفضة $AgNO_3$

MSC Nameer M. Khalaf

ايون الكلوريد

H_2SO_4 conc.

$AgNO_{3(g)}$

HCl gas

$AgCl_{(s)}$

راسب ابيض

$NH_4OH_{(g)}$

$NH_4OH_{(g)}$

$NH_4Cl_{(s)}$

راسب

ذوبان الراسب المتكون

MSC Nameer M. Khalaf

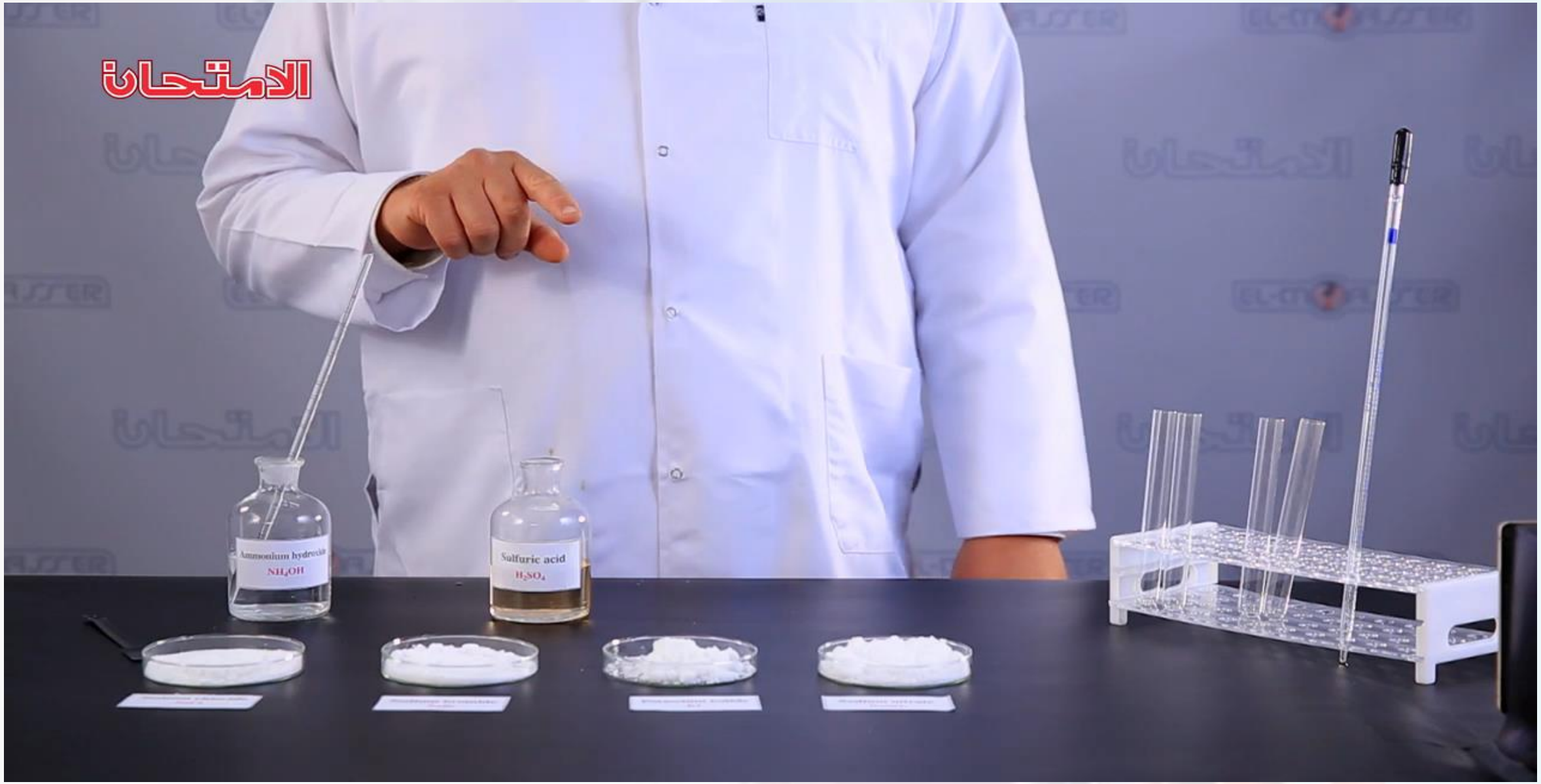
المعادلات الكيميائية

$$2NaCl + H_2SO_4\ conc. \xrightarrow{\Delta} Na_2SO_4 + 2HCl\uparrow$$

$$HCl_{(g)} + NH_4OH_{(g)} \longrightarrow NH_4Cl_{(s)}$$

$$NaCl_{(aq)} + AgNO_{3(g)} \longrightarrow NaNO_{3(aq)} + AgCl_{(s)}$$

MSC Nameer M. Khalaf



MSC Nameer M. Khalaf

ايون البروميد

H_2SO_4 conc.

HBr gas $\longrightarrow Br_2$

بخار برتقالي

النشا

تلون النشا باللون البرتقالي

$AgNO_{3(g)}$

$AgBr_{(s)}$

راسب ابيض مصفر

$NH_4OH_{(g)}$

ذوبان الراسب المتكون

MSC Nameer M. Khalaf

المعادلات الكيميائية

$$NaBr + H_2SO_4\ conc. \xrightarrow{\Delta} Na_2SO_{4(aq)} + 2HBr_{(g)}$$

$$HBr_{(g)} + H_2SO_4\ conc. \xrightarrow{\Delta} SO_{2(g)} + 2H_2O_{(l)} + Br_{2(v)}$$

بخار برتقالي اللون

$$NaBr_{(aq)} + AgNO_{3(g)} \longrightarrow NaNO_{3(aq)} + AgCl_{(s)}$$

راسب ابيض مصفر

MSC Nameer M. Khalaf

MSC Nameer M. Khalaf

شكراً لإصغائكم

MSC Nameer M. Khalaf