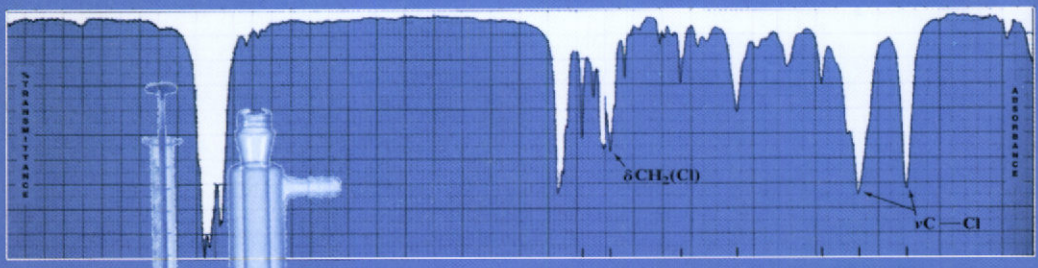
١٣٧٧ - ١٤٢٧ هـ

التجارب العملية في الكيمياء التحليلية



تأليف
أ.د حسن بن محمد السويدان

جامعة الملك سعود
النشر العلمي و المطابع

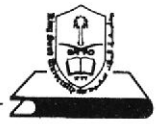
بدر
بسم الله الرحمن الرحيم

التجارب العملية في الكيمياء التحليلية

تأليـــف

أ.د. حسن بن محمد السويدان

قسم الكيمياء، كلية العلوم، جامعة الملك سعود



النشر العلمي والمطابع - جامعة الملك سعود

ص.ب ٦٨٩٥٣ - الرياض ١١٥٣٧ - المملكة العربية السعودية

ح جامعة الملك سعود، ١٤٢٧هـ (٢٠٠٦م)

فهرسة مكتبة الملك فهد الوطنية أثناء النشر

السويدان، حسن محمد

التجارب العملية في الكيمياء التحليلية- حسن بن محمد السويدان — الرياض، ١٤٢٦هـ.

٤١٤ص؛ ١٧سم × ٢٤ سم

ردمك: ٩-٨٦٥-٣٧-٩٩٦٠

١- الكيمياء التحليلية أ- العنوان

ديوي٥٤٦ ١٤٢٥/ ٣٠٧٨

رقم الإيداع: ١٤٢٥/ ٣٠٧٨

ردمك: ٩-٨٦٥-٣٧-٩٩٦٠

حكمت هذا الكتاب لجنة متخصصة شكلها المجلس العلمي بالجامعة، وقد وافق المجلس العلمي على نشره، بعد الاطلاع على تقارير المحكمين في إجتماعه السادس عشر للعام الدراسي ١٤٢٥/١٤٢٦هـ، المنعقد بتاريخ ١٤٢٦/٣/٩هـ الموافق ٢٠٠٥/٤/١٨م.

النشر العلمي والمطابع ١٤٢٧هـ

الإهداء

إلى طلاب العلم والباحثين والفنيين، أقدم كتاب التجارب العملية في الكيمياء التحليلية، علّه يكون إضافة نافعة إلى المكتبة العربية في جامعات الوطن العربي.

مقدمة المؤلف

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

نعتبر الكيمياء التحليلية أحد أهم فروع الكيمياء ؛ وذلك لتنوع تطبيقاتها في المجالات المختلفة ذات الأهمية البالغة من النواحي العلمية والعملية. وفيها تتم عملية التعرف على مكونات المادة الأساسية من النواحي الكيفية والكمية. وإجراء التجارب العملية تحتاج إلى طرق مدروسة للتوصل إلى الهدف المنشود. وبالرغم من ظهور العديد من الكتب في مجال الكيمياء التحليلية إلا أن وجود مراجع بالمكتبة العربية في التجارب العملية في الكيمياء التحليلية يعتبر نادراً ، لذا فان وجود مرجع باللغة العربية في هذا المجال أصبح مطلباً ملحاً حتى يتمكن الباحث والطالب العربي من التحصيل والتدريب العلمي الجيد والسهل ، ومتابعة كل ما يستجد في هذا المجال باللغة العربية ، أتقدم بهذا العمل البسيط ، وهو التجارب العملية في الكيمياء التحليلية ، والذي حاولت فيه شرح طرق التجارب بصورة علمية سهلة. ولي الأمل الكبير أن أكون قد أعطيت الموضوع جزءاً من حقه ، كما آمل أن يجد الطالب والقارئ العربي السهولة في متابعة طرق التجارب العملية وتطبيقاتها.

يشتمل هذا الكتاب على تسعة فصول رئيسية ؛ يحتوي الفصل الأول على مقدمة عامة للمبادئ والقوانين الأساسية والوحدات المستخدمة في الكيمياء التحليلية ،

بالإضافة لتوضيح الاحتياطات المعملية والقواعد العامة لإجراء التجارب؛ بينما يضم الفصل الثاني تجارب التحليل الوصفي بنوعيه الكشف عن الأنيونات، والكشف عن الكاتيونات؛ أما الفصل الثالث فيختص بتجارب التحليل الكمي الحجمي من معايرات مختلفة مثل الأحماض والقواعد، الترسيب، الأكسدة والاختزال ومعايرات التعقيد؛ في حين يشتمل الفصل الرابع تجارب التحليل الوزني؛ أما الفصل الخامس فيحتوي على تجارب طرق الفصل المهمة في تحليل المركبات المعقدة وتطبيقاتها المختلفة في المجالات الصيدلانية؛ والطبية أما تجارب التحليل العضوي فتظهر في الفصل السادس؛ ويشمل الفصل السابع على تجارب الطرق الطيفية والكهربية وتطبيقاتها المختلفة، والتي تعتبر الأساس في تصميم العديد من الأجهزة المستخدمة في التحليل الكيميائي؛ أما تجارب التحليل البيئي فيتضمنها الفصل الثامن؛ أما الفصل الأخير يختص بالحسابات الإحصائية في الكيمياء التحليلية.

ويسرني أن أتوجه بالشكر لكل من ساعد في إخراج هذا الكتاب، وأخص منهم السيد كمال الدين عمر أحمد لعمله الدؤوب ومساعدته، وجميع أفراد العائلة على صبرهم وتشجيعهم لي أثناء تأليف هذا الكتاب.

وأسأل الله أن يوفقني لما فيه الخير لأبنائي الطلاب.

المؤلف

المحتويات

Contents

الموضوع	الصفحة

الفصل الأول: مقدمة

مقدمة ١
الأمان المعملي ١
حرائق المختبرات ومكافحتها ٤
الإسعافات الأولية للحوادث في المختبرات ٥
الإحتياطات المعملية ٦
التخلص من النفايات الكيميائية للمختبرات ٨
المواد الكيميائية الخطرة ٩
تأثير بعض المواد الكيميائية الخطرة والسامة ١١
القواعد العامة لإجراء التجارب ١٤
القياسات التحليلية ومداها ١٩
القواعد الأساسية لوحدات الكيمياء التحليلية ٢٠

الفصل الثاني: تجارب التحليل الوصفي

الكشف عن الأنيونات ٣١
التصنيف الأول للأنيونات ٣١
التصنيف الثاني للأنيونات ٣٢
التصيف الثالث للأنيونات ٣٤
الطرق المتبعة للكشف عن الأنيونات ٣٥
الكشف عن المجموعات ٣٦
الكشف عن الأنيونات المؤكسدة ٣٦
الكشف عن الأنيونات المختزلة ٣٦
الكشف عن الأنيونات المتطايرة ٣٦
الكشف عن الأنيونات الكبريتية ٣٧
الكشف عن أنيونات المجموعة الأولى ٣٧
الكشف عن انيونات المجموعة الثانية ٣٨
الكشف عن أنيونات المجموعة الثالثة ٣٨
الكشف عن الكاتيونات ٤٨
المجموعة الأولى ٤٨
المجموعة الثانية ٥١
المجموعة الثالثة ٥٨
المجموعة الرابعة ٦٣
المجموعة الخامسة ٦٨
تحليل الكاتيونات ٦٩

الفصل الثالث: تجارب التحليل الحجمي

معايرات الأحماض والقواعد ٧١
التجربة الأولى : تقييس محلول هيدروكسيد الصوديوم بواسطة محلول قياسي من فثالات البوتاسيوم ٧٥
التجربة الثانية : تقدير تركيز حمض الهيدروكلوريك بمعايرته مع محلول قياسي من هيدروكسيد الصوديوم ٧٨
التجربة الثالثة : تقدير محلول كربونات الصوديوم بواسطة محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك HCl..... ٨١
التجربة الرابعة : تقدير تركيز مخلوط من كربونات وهيدروكسيد الصوديوم بمعايرته مع محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك HCl ٨٣
التجربة الخامسة : تقدير تركيز مخلوط من كربونات وبيكربونات الصوديوم بمعايرته مع محلول قياسي من حمض الهيدروكلوريك ٨٥
التجربة السادسة : معايرة حمض الفوسفوريك بواسطة محلول قياسي من هيدروكسيد الصوديوم ٨٨
لتجربة السابعة : تقدير الحمضية الكلية في الخل التجاري(حمض الخليك) ٩١
التجربة الثامنة : تقدير الحموضة الكلية Total Acidity في المشروبات الغازية ٩٣
معايرات الترسيب ٩٥
التجربة التاسعة : تقدير تركيز محلول كلوريد الصوديوم بطريقة موهر ٩٥
التجربة العاشرة: تقدير تركيز كلوريد الصوديوم بطريقة فاجان ٩٨
التجربة الحادية عشر: تقدير تركيز محلول ثيوسيانات البوتاسيوم بطريقة فولهارد ٩٩

التجربة الثانية عشر : تقدير تركيز محلول كلوريد الصوديوم بالمعايرة الخلفية ١٠٣
التجربة الثالثة عشر: تقدير تركيز محلول بروميد الصوديوم بالمعايرة الخلفية ١٠٤
التجربة الرابعة عشر : تقدير تركيز هيدروكسيد الصوديوم NaOH وكلوريد الصوديوم NaC في خليط لهما ١٠٦
معايرات الأكسدة والاختزال ١٠٨
التجربة الخامسة عشر: تقدير محلول برمنجنات البوتاسيوم بمعايرته مع محلول قياسي من اكسالات الصوديوم ١١١
التجربة السادسة عشر: تقدير تركزي محلول حمض الأكساليك بمعايرته مع محلول قياسي من برمنجنات البوتاسيوم ١١٢
التجربة السابعة عشر : تقدير وتركيز محلول كبريتات الحديدوز النشادرية باستخدام محلول قياسي من برمنجنات البوتاسيوم..... ١١٤
التجربة الثامنة عشر: تقدير تركيز محلول كبريتات الحديدوز النشادرية بمعايرته مع محلول قياسي من ثاني كرومات البوتاسيوم ١١٥
التجربة التاسعة عشر: تقدير تركيز محلول مخلوط من حمض الأكساليك وأكسالات الصوديوم بمعايرته مع محلول قياسي من برمنجنات البوتاسيوم..... ١١٧
التجربة العشرون : تقدير الحديد الكلي في التربة ١٢٠
التجربة الحادية والعشرون : معايرة ملح موهر بواسطة البرمنجنات ١٢٣
التجربة الثانية والعشرون: معايرة الماء الأكسجيني (فوق أكسيد الهيدروجين) بواسطة برمنجنات البوتاسيوم ١٢٤

التجربة الثالثة والعشرون: تقدير تركيز محلول اليود باستخدام محلول قياسي من ثيوكبريتات الصوديوم ١٢٥

التجربة الرابعة والعشرون : تقدير تركيز محلول ثيوكبريتات الصوديوم باستخدام محلول قياسي من ثاني كرومات البوتاسيوم ١٢٧

التجربة الخامسة والعشرون: تقدير مولارية وتركيز كبريتات النحاس باستخدام ثيوكبريتات الصوديوم ١٢٩

التجربة السادسة والعشرون: معايرة الكلور في مسحوق قصر الألوان معايرات التعقيد ١٣٠

التجربة السابعة والعشرون: تقدير العسر الدائم للماء ١٣٢

التجربة الثامنة والعشرون: تقدير العسر المؤقت للماء ١٣٤

التجربة االتاسعة والعشرون: تقدير النحاس بمعايرته مع محلول قياسي من الاديتا ١٣٥

الفصل الرابع: تجارب التحليل الوزني

مقدمة ١٣٧

التجربة الأولى: تقدير عدد جزيئات ماء التبلر بكلوريد الباريوم المائي ١٤٢

التجربة الثانية: تقدير الكلوريد ١٤٣

التجربة الثالثة: تقدير الصوديوم ١٤٥

التجربة الرابعة: تقدير النيكل ١٤٧

التجربة الخامسة: تقدير المغنيسيوم ١٤٩

التجربة السادسة: تقدير الرصاص ١٥١

التجربة السابعة: تقدير الكروم ١٥٣

التجربة الثامنة: تقدير مجموعة الكبريتات..... ١٥٥
التجربة التاسعة: تقدير الحديد..... ١٥٧
التجربة العاشرة: تقدير الألومنيوم ١٥٩
التجربة الحادية عشر: تقدير النحاس..... ١٦١
التجربة الثانية عشر: تقدير مجموعة الثيوسيانات ١٦٣
التجربة الثالثة عشر: تقدير الزئبق ١٦٥
التجربة الرابعة عشر: تقدير السيلينيوم ١٦٧
التجربة الخامسة عشر: تقدير الكالسيوم ١٦٩

الفصل الخامس: تجارب طرق الفصل

مقدمة..... ١٧١
التجربة الأولى: الاستخلاص بالمذيبات ١٧٥
لتجربة الثانية: تقدير الرصاص طيفيا باستخدام طريقة الاستخلاص..... ١٧٨
التجربة الثالثة: استخلاص وتقدير الحديد..... ١٨٠
التجربة الرابعة: اختيار المذيب المناسب لفصل الحبر التجاري بالكروماتوجرافي الورقية ١٨٢
التجربة الخامسة: فصل الحبر التجاري بواسطة الكروماتوجرافي الورقية ١٨٣
التجربة السادسة: فصل الحبر الجاف بالكروماتوجرافي الورقية ١٨٤
التجربة السابعة: فصل الأحماض الأمينية بالكروماتوجرافي الورقية ١٨٦
التجربة الثامنة: فصل محلول برمنجنات البوتاسيوم عن ثاني كرومات البوتاسيوم بطريقة الإزاحة التدريجية عن طريق كروماتوغرافيا العمود..... ١٨٨

التجربة التاسعة: فصل مجموعة الكلوريد عن مجموعة الكبريتات (مواد غير ملونة) عن طريق كروماتوغرافيا العمود ١٩١

التجربة العاشرة: تقدير تركيز كلا من حمض الهيدروكلوريك وكلوريد البوتاسيوم في خليط منهما بواسطة التبادل الايوني..... ١٩٣

التجربة الحادية عشر: فصل مخلوط من الصباغ بواسطة كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة ١٩٥

التجربة الثانية عشر: فصل مخلوط من الهيدرازونات بواسطة كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة ١٩٧

التجربة الثالثة عشر: فصل خليط من الكحولات وصفياً بواسطة جهاز الكروماتوجرافيا الغازية ١٩٩

التجربة الرابعة عشر: دراسة تأثير درجة الحرارة على زمن المكوث بواسطة جهاز الكروماتوجرافيا الغازية ٢٠٠

التجربة الخامسة عشر: تقدير تركيز محلول مجهول باستخدام المنحنى القياسي بواسطة الكروماتوجرافيا الغازية ٢٠٢

التجربة السادسة عشر: فصل وتقدير فيتامين C في عصير الفواكه باستخدام كروماتوجرافي الضغط العالي ٢٠٣

الفصل السادس : تجارب التحليل العضوي

التجربة الأولى: تقدير الهالوجينات بطريقة "سيبانوف" المعدلة (طريقة الصوديوم-أحادي إيثانول الأمين) ٢٠٥

التجربة الثانية: تقدير مجموعة الهيدروكسيد بواسطة بلاماء حمض الخل في البيريدين ٢٠٨

التجربة الثالثة: تقدير الكحولات متعددة الهيدروكسيد بواسطة البيرأيودات ٢١٠
التجربة الرابعة: تقدير الكحولات متعددة الهيدروكسيد بواسطة المعايرات اليودية ٢١٢
التجربة الخامسة: تقدير الفينولات بالبرومة..... ٢١٤
التجربة السادسة: تقدير الفينولات عن طريق معايرتها كحمض في وسط لا مائي..... ٢١٧
التجربة السابعة: تقدير الأمينات عن طريق معايرتها كقواعد في وسط لا مائي... ٢١٨
التجربة الثامنة: تقدير الأمينات بالبرومة ٢٢٠
التجربة التاسعة: تقدير رابع هاليد الأمونيوم عن طريق معايرته بواسطة حمض البير كلوريك المذاب في حمض الخل ٢٢٣
التجربة العاشرة: تقدير الحموض الأمينية عن طريق معايرته بواسطة حمض البيركلوريك المذاب في حمض الخل ٢٢٥
التجربة الحادية عشر: تقدير الحموض الأمينية عن طريق معايرة الفورمالدهيد..... ٢٢٧
التجربة الثانية عشر: تعيين الوزن المكافىء لحمض كربوكسيلي بمعايرات اليود .. ٢٢٨
التجربة الثالثة عشر: تعيين الوزن المكافىء لحمض كربوكسيلي بمعايرته مع قاعدة ٢٣٠
التجربة الرابعة عشر: تقدير أملاح الحموض الكربوكسيلية باستخدام حمض البيركلوريك المذاب في حمض الخل ٢٣٢
التجربة الخامسة عشر: تقدير بلاماءات الحموض العضوية بواسطة كاشف المورفولين ٢٣٤

التجربة السادسة عشر: تقدير السترات بواسطة التصبن ٢٣٦
التجربة السابعة عشر: تقدير خلات الأسترات بواسطة هيدروكسيد الصوديوم .. ٢٣٨
التجربة الثامنة عشرة: تقدير الألدهيد أو الكيتون بطريقة هيدروكلوريد هيدروكسيد الأمين – البيريدين ٢٤٠
التجربة التاسعة عشر: تقدير الألدهيدات عن طريق كبريتيت الصوديوم..... ٢٤٢
التجربة العشرون: تقدير عدم التشبع بواسطة معايرة البرومات-البروميد..... ٢٤٤
التجربة الحادية والعشرون: تقدير عدم التشبع بواسطة معايرة البروم - البروميد . ٢٤٧
التجربة الثانية والعشرون: تقدير عدم التشبع بواسطة معايرة البروم - البروميد .. ٢٤٨
التجربة الثالثة والعشرون: تقدير السلفونااميدات عن طريق المعايرة الحمضية في مذيب لا مائي ٢٥٠
التجربة الرابعة والعشرون: تقدير السلفونااميدات عن طريق المعايرة الحمضية في مذيب لا مائي ٢٥٢
التجربة الخامسة والعشرون: تقدير الثيولات (المركبتانات) بواسطة نترات الفضة ٢٥٣
التجربة السادسة والعشرون: تقدير الثيولات (المركبتانات) عن طريق اكسدتها بواسطة اليود ٢٥٥
التجربة السابعة والعشرون: تقدير مجموعة الألفا-إيبوكسي ٢٥٦
التجربة الثامنة والعشرون: تقدير مركبات الألفا- إيبوكسي في حمض الخل الجليدي ٢٥٩
التجربة التاسعة والعشرون: تقدير البيروكسيدات العضوية ٢٦٠
التجربة الثلاثون: تقدير الثيوسيانات والأيزوثيوسيانات ٢٦٢

الفصل السابع: تجارب التحليل الآلي

تجارب طرق التحليل الطيفي ٢٦٥
مقدمة..... ٢٦٥
التجربة الأولى: تقدير المنجنيز طيفياً ٢٦٨
التجربة الثانية: التحليل الطيفي لمخلوط من البرمنجنات والدايكرومات ٢٧٠
التجربة الثالثة: تقدير الحديد الكلي طيفياً ٢٧٣
التجربة الرابعة: التقدير اللوني للحديد في التربة باستخدام جهاز الطيف المرئي .. ٢٧٦
التجربة الخامسة: التقدير الطيفي غير المباشر للكبريتات ٢٧٨
التجربة السادسة: دراسة طيفية لتركيب المركبات المعقدة ٢٨٠
التجربة السابعة: المعايرة الطيفية للنحاس الثنائي باستخدام الـ EDTA ٢٨٢
التجربة الثامنة: تقدير المواد الحافظة مثل حمض البنزويك في المشروبات الغازية بطريقة الامتصاص الجزئي للأشعة فوق البنفسجية ٢٨٤
التجربة التاسعة: تقدير فيتامين B بطريقة التألق الجزيئي ٢٨٦
التجربة العاشرة: تقدير الكافيين في البيبسي كولا باستخدام الطيف فوق البنفسجي ٢٨٧
التجربة الحادية عشر: تقدير الصوديوم والبوتاسيوم في الماء بطريقة الانبعاث الذري اللهبي ٢٨٩
التجربة الثانية عشر: دراسة ظروف تقدير الكالسيوم بطريقة الامتصاص الذري..... ٢٩١
التجربة الثالثة عشر: تقدير الكالسيوم في الحليب السائل بطريقة الامتصاص الذري ٢٩٤

التجربة الرابعة عشر: تحلـيل الأسمنت (تقدير المنجنيز) باستخدام جهاز الامتصاص الذري..... ٢٩٦
التجربة الخامسة عشر: تقدير عنصر الرصاص في البويه (الدهان) بطريقة الامتصاص الذري ٢٩٧
طرق التحليل الكهربي وتطبيقاتها..... ٢٩٩
التجربة السادسة عشر: تقدير حمض الفسفور باستخدام طريقة التغير في الرقم الهيدروجيني ٣٠٩
التجربة السابعة عشر: المعايرة الجهدية لمخلوط من الكلوريد واليوديد..... ٣١١
التجربة الثامنة عشر: المعايرات الجهدية لتفاعلات الأكسدة والاختزال بين الحديد الثنائي والسيريوم الرباعي ٣١٢
التجربة التاسعة عشر: الترسيب الكهربائي للنحاس والنيكل ٣١٥
التجربة العشرون: المعايرة الكولوميترية للزرنيخ الثلاثي بواسطة اليود ٣١٧
التجربة الحادية والعشرون: الدراسة البولارجرافية للفلزات ٣١٩
التجربة الثانية والعشرون: المعـايرة الامبيرومترية للرصاص بالدايكرومات مستخدما قطب الزئبق المتساقط..... ٣٢٢
التجربة الثالثة والعشرون: المعايرات بالتوصيل ٣٢٣

الفصل الثامن: تجارب التحليل البيئي

مقدمة ٣٢٧
التجربة الأولى: تقـدير ثاني أكسـيد الكبريت الموجود في الهواء بواسطة التحليل اللوني..... ٣٣١
التجربة الثانية: تقدير النحاس في الشاي باستخدام طريقة الامتصاص الذري.... ٣٣٤

التجربة الثالثة: تقدير الفوسفات في التربة ٣٣٥
التجربة الرابعة: تقدير الرصاص في أوراق الأشجار طيفيا بواسطة الاستخلاص بالمذيبات ٣٣٧
التجربة الخامسة: تقدير حمض الخل في الخل ٣٤٠
التجربة السادسة: تقدير الرصاص (pb) في الجازولين (البنزين) ٣٤٣
التجربة السايعة: تقدير فيتامين C في عصير الفواكه باستخدام الأندوفينول ٣٤٤
التجربة الثامنة: تقدير ثاني أكسيد الكبريت (SO) الموجود في الهواء بطريقة المعايرة ٣٤٦
التجربة التاسعة: تقدير الكادميوم Cd في الغبار باستخدام طريقة الامتصاص الذري اللهبي ٣٤٨
التجربة العاشرة: تقدير الفلوريد في الماء بواسطة قطب الفلوريد الانتقائي ٣٤٩
المواصفات القياسية لمياه الشرب ٣٥٢

الفصل التاسع: الحسابات الإحصائية في الكيمياء التحليلية

مقدمة ٣٥٥
حد الثقة ٣٥٩
الاختبارات القياسية للطرق التحليلية ٣٦٠
التقليل التربيعي الخطى ٣٦٥
معامل الارتباط ٣٦٦
المراجع ٣٦٧
الملاحق Appendixes ٣٦٩
ثبت المصطلحات (إنجليزي – عربي) ٣٧٣
كشاف الموضوعات ٤١٣