ارشادات الأمن والسلامة في مختبر الكيمياء

يجب أن تتبع التعليمات الآتية:

- 1- استمع جيداً إلى إرشادات المعلم، ولا تجر تجارب لم تطلب منك إلا بعد استشارته.
- 2- تأكد من أسماء المواد الكيميائية قبل استعمالها، وانتبه لأي تحذيرات حول استخدامها، فبعضها قد يكون حارقاً أو كاويّاً أو ساماً، ولا تستعمل أي مادة من المواد الخطرة كالأحماض المركزة أو القواعد المركزة إلا بعد معرفة شروط استخدامها.
 - 3- لا تلمس ولا تتذوق ولا تشم أي مادة كيميائية.
- 4- عند استعمال اللهب، تأكد جيداً أن المواد القريبة منك غير قابلة للاشتعال (الإيثير ، الكحول ، البنزين ، والمذيبات العضوية الأخرى)، لا تلق عود الثقاب في أي مكان، بل تأكد من إطفائه ووضعه في سلة المهملات، أطفئ اللهب مباشرة فور الانتهاء من استعماله
- 5- استخدم ماسك الأنابيب عند تسخين أية مادة في أنبوبة الاختبار، مع مراعاة عدم توجيه فوهة الأنبوبة إلى وجهك أو وجه أحد زملائك.
- 6- سخّن أنابيب الاختبار بتمريرها على اللهب من أسفل إلى أعلى بطريقة مستمرة مع عدم تركيز التسخين في منطقة واحدة، لكي لا يندفع المحلول منها مرة واحدة مسبباً حروقاً.
- 7- يُفضَّل إجراء التجارب التي يتصاعد منها غازات أو أبخرة في خزانة الغازات الموجودة في المختبر مع تجنب شم رائحة الغازات المتصاعدة من التجارب، فقد تكون غازات سامة أو ضارة.
- 8- لا تضف الماء إلى الحمض المركز، بل أضف الحمض إلى الماء وبكميات قليلة في كل مرة مع الرج أو التحريك، وبرد المحلول إذا ارتفعت درجته الحرارية.
- 9- عند أخذ أية مادة كيميائية كعينة من زجاجات المواد لا تترك غطاء الزجاجة على طاولة المختبر، خذ حاجتك وأغلق الزجاجة ثم أعدها إلى مكانها ولا تنقل زجاجات المواد بعيداً عن أماكنها،
- 10- عند التخلص من أية مادة سائلة ألقها في الحوض الخاص بذلك وصب عليها كمية كبيرة من الماء ، مع مراعاة غسل يديك جيداً بالماء فور الانتهاء من استعمال أية مادة كاوية مثل الأحماض والقواعد.
- 11- لا تلق المواد الصلبة الزائدة عن حاجتك وكذلك أوراق الترشيح المستعملة في الحوض، بل ضعها في السلات الخاصة بها.
- 12- يجب عدم الإسراف في استعمال المواد الكيميائية المستخدمة، وكذلك المياه أو الكهرباء أو الغاز.
- 13- عند الانتهاء من كل تجربة قُم بتنظيف الأدوات التي استخدمتها وأعدها إلى مكانها في المختبر، مع مراعات تنظيف طاولتك بين فترة وأخرى قبل مغادرتك المختبر.
 - 14- احرص على تدوين ملاحظاتك مما تشاهده أولاً بأول وكل ما تستنتجه من مشاهدات.

- 15- قُم بتبليغ مدرسك فور وقوع حادث لك أو لزملائك حتى لو كان الحادث بسيطاً، وذلك ليتم تقديم المساعدة اللازمة فوراً.
- 16- تأكّد من وجود أجهزة إطفاء الحريق ووسائل السلامة الأخرى ومخرج للطوارئ في المختبر.

مقدمة

التحليل الألى Instrumental analysis

بعد دراسة الكيمياء التحليلية في المراحل السابقة في هذا الفص يتم دراسة التحليل الآلي و هو تطور للكيمياء التحليلية, و على ذلك يفترض أن يكون الطالب ملماً بالمفاهيم الرئيسية للكيمياء التحليلية و الحسابات الكيميائية.

المجالات الأساسية للتحليل الآلي هي طرق التحليل الطيفي (سبكتروفوتوميتر, الامتصاص الذري), طرق التحليل الكهركيماوية (مثل مقياس pH) و طرق الفصل (الرحلان الكهربائي و الكروماتوغرافيا). أما غاية أو استخدامات التحليل الآلي فهي التحليل الوصفي و التحليل الكمي.

اي ان في التحليل الالي يتم الاعتماد على الاجهزه في التحليل والتي تعتمد على قياس بعض الخواص التي ترتبط نوعيا بصورة مباشرة او غير مباشرة مع تركيز المادة المراد تحليلها كميا كخواصها الكيميائية او الفيزياوية وفيه تقدر المادة بقياس إحدى اوبعض خواصها الفيزياوية او الكيميائية مثل الكثافة واللون ومعامل الانكسار والتوصيلية الكهربائية والتغيرات الكهربائية او الحرارية . وتتضمن الطرق الآلية استخدام آلات معقدة وتعتمد على الكهرباء والبصريات والحرارة حيث يجب قياس الطاقة التي لها علاقة بتركيز النموذج Sample .

من ميزات طرق التحليل الالي

- 1- يكون التعيين سريعا
- 2- يمكن استخدام نموذج صغير
- 3- يمكن تحليل النماذج المعقدة
- 4- الحصول على حساسية عالية
- 5- الحصول على قياسات موثوق بها

لكن هذه الطرق تعانى من عدة صعوبات منها:

- 1- تحتاج الى تعيير Calibration اولى
- 2- غالبا ما تكون والدقة النهائية final accuracy بحدود (5%+,-)
- 3- تعتمد الحساسية والدقة على مرجع الاله او الطرق الكيميائية المستخدمة للتعيير

4- تكون تكاليف وادامة الاجهزه معقدة وغالية الثمن

5- تحتاج الى مكان او مختبر اوسع

6- تتطلب تريبا ومهارات خاصة

وتقسم طرق التحليل الالي الى ثلاثة اقسام رئيسية هي :

1- الطرائق البصرية Optical methods

2- الطرائق الكهربائية Electrical methods

3- الطرائق الكروموتوغرافية Chromatographic methds

العوامل التى بموجبها يتم انتخاب طريقة التحليل

هناك امور أساسية يجب ان ياخذها الكيميائي بنظر الاعتبار عند البحث عن واحدة او اكثر من هذه الطرق اهمها:

1- طبيعة مكونات العينة المطلوب تحليلها

2- الوقت المتاح للتحليل

3- التركيز المتوقع للمادة عندما يكون المطلوب ايجاد التركيز

4- عدد النماذج التي يطلب تحليلها

5- دقة النتائج المطلوبة

مراجعة لاهم طرق التعبير عن التركيز

يتم التعبير عن كمية المادة المذابة في المحلول بعدة طرق منها:

أ - التركيز الجزيئي M (المولاري) : و هو عدد المولات من المادة المذابة في لتر واحد من المحلول ، أي أن :

المولارية تعطى بالعلاقة التالية:

$$M = \frac{w}{m.wt} \times \frac{1000}{V}$$

حيث تمثل V حجم المحلول المطلوب تحضيره بوحدة الميللتر.

w= الوزن

m.wt الوزن الجزيئي

ب - التركيز العياري N: عدد الأوزان المكافئة الغرامية من المادة المذابة في لتر من المحلول Eq/L .

$$N = \frac{w}{eq.wt} \times \frac{1000}{V}$$

يعطى الوزن المكافىء الغرامي بالعلاقة التالية:

E = عدد المكافئات الغرامية في المول Eq/mol

g/mol وزن المول بالغرام M

n = عدد المتبادلات

و عليه فإن:

الحموض
$$n = 3$$
 حمض أحادي $n = 1$ حمض $n = 1$ ثنائي ثاني

القلويات n=3 قلوي أحادي n=2 قلوي ثنائي n=1

مادة مؤكسدة أو مختزلة n = عدد الإلكترونات المفقودة أو المكتسبة

فلز n = تكافؤ الفلز

ملح n = عدد ذرات الفلز في تكافؤه

N=n M

حيث n= عدد المكافئات

قانون اخر للتخفيف X 1000 الوزن النوعي X النسبة المئوية / الوزن المكافىء

قوانين مهمة اخرى للتعبير عن التركيزفي التحليل الالي

Methods Expressing طرق التعبير عن التركيز Concentration

• التعبير عن التركيز بـ g/L ويمثل بالعلاقة الآتية:

Conc.=
$$\frac{\text{wt.(g)}}{V_{\text{I}}}$$
 (1)

•التعبير عن التركيز بـ mg/mL ويمثل بالعلاقة الآتية:

Conc.=
$$\frac{\text{wt.(mg)}}{V_{\text{mL}}}$$
 (2)

•التعبير عن التركيز بـ mg/L أو ماتعرف بـ ppm ويمثل بالعلاقة الآتية:

Conc.=
$$\frac{\text{wt.(mg)}}{V_{\text{I}}}$$
 (3)

•التعبير عن التركيز بـ µg/L أو ماتعرف بـ ppb ويمثل بالعلاقة الآتية:

Conc. =
$$\frac{\text{wt.}(\mu g)}{V_I}$$
 (4)

مثال: حضر محلول لكلوريد الصوديوم باذابة 5g منه في 500mL من الماء المقطر، ، عبر عن تركيز المحلول بـ ppm ، g/L و ppb

Conc.(g/L) =
$$\frac{\text{wt.(g)}}{\text{V}_{\text{L}}}$$

Conc.(g/L) = $\frac{5}{0.5}$ = 10 g/L = 10000 mg/L = 10000ppm = $10^7 \mu \text{g}$ /L = 10^7 ppb

Molarity (M) المولارية

$$m = \frac{\text{wt.(g)}}{\text{Mo.wt}} \times \frac{1000}{\text{wt.of solv.(g)}}$$

مثال: احسب التركيز المولاري لـ NaOH مذاب في مثال: من Mo.wt.= 40 g mole-1.

$$\mathbf{M} = \frac{4}{40} \times \frac{1000}{500}$$

Normality (N) العيارية

$$N = \frac{\text{wt.(g)}}{\text{eq.wt}} \times \frac{1000}{V_{\text{mL}}}$$
 (15)

مثال: احسب عيارية محلول HCl الذي يحتوي على 4.01 g/L

$$N = \frac{\text{wt.(g)}}{\text{eq.wt.}} \times \frac{1}{V_L}$$

$$N = \frac{4.01}{36.45.} \times \frac{1}{1}$$
$$= 0.11$$

س/ ماهو التركيز اللازم لتحضير محلول 0.1 عياري من حامض الهيدروكلوريك اذا علمت ان الوزن النوعي له 1.18 وكثافته 30% ؟

س/ ماهو الوزن اللازم لتحضير محلول بيكاربونات الصوديوم بتركيز 0.1 عياري وبحجم 100مل ؟

س/ ماهو التركيز المولاري والعياري لهيدروكسيد الصوديوم اذا كان الوزن اللازم لتحضيرة 2غم وبحجم 250 مل ؟

طرق التحليل الآلي

تقدر المادة بقياس بعض من خواصها الفيزيائية أو الكيميائية مثل الكثافة واللون ومعامل الإنكسار والتوصيلة الكهربائية والتغيرلت الحرارية والكهربائيةالخ وتعتمد هذه الطرق أساسًا على القياسات الآتية :

1. انبعاث الطاقة الضوئية

يتضمن هذا القياس إثارة المادة إلى مستويات عالية من الطاقة بالطاقة الضوئية أو الكهربائية ثم رجوعها إلى مستوى طاقة منخفض فينبعث منها من الطاقة الممتصة وتكون مقياسًا لكمية المادة وذلك بواسطة الطرق الآتية:

- طرق تسجيل الطيف الانبعاثي، حيث تثار المادة باستخدام القوس الكهربائي.
- المطياف الفوتومتري باللهب، حيث تثار المادة باستخدام أنواع مختلفة من اللهب وبعد رجوع المادة إلى حافة طاقة منخفضة تقاس كمية الضوء المنبعثة.
- وميض الأشعة السينية حيث تثار المادة بأشعة سينية ذات طول موجي معين وبعد رجوعها إلى حالة طاقة منخفضة تقاس الأشعة المنبعثة وهي التي تقوم بتمييز العنصر.

2. امتصاص الطاقة الضوئية

ويتضمن قياس كمية الطاقة الضوئية عند طول موجه معينة تمتصها المادة المراد تحليلها، ولهذا يمكن استخدام مايلي:

- أ الطرق الطيفية اللونية.
- ب الطرق الطيفية في المنطقة فوق البنفسجية.
 - جـ الطرق الطيفية في المنطقة تحت الحمراء.
 - د طريقة الأشعة السينية.
- هـ الرنين النووي المغناطيسي: تتضمن هذه الطريقة التفاعل بين موجات الراديو وأنوية الذرات التي تكون في مجال مغناطيسي.

3 . الطرق الكهربائية

- أ التحليل بطريقة التوصيل الكهربائي حيث يقاس التغير في معامل التوصيل الكهربائي لمحلول النموذج.
- ب التحليل بقياس فرق الجهد حيث يقاس الجهد الكهربائي المتغير في أثناء التفاعل عند وضع القطب في المحلول ويمكن معرفة انتهاء التفاعل ومن ثم يمكن حساب تركيز المواد المتفاعلة.
 - جـ التحليل بقياس الكمية الكهربائية حيث تقاس الكمية الكهريائية بالكولوم اللازمة لإكمال التفاعل الكهروكيميائي.

4. التحليل الكروماتوجرافي

يعتمد هذا النوع من التحليل على اختلاف المواد بعضها عن بعض في ميلها للأمتزاز أو التجزئة أو التبادل خلال سطح مغلف بمذيب مناسب أو خلال مادة كيميائية ومن ثم يمكن أن تنفصل تلك المواد ، وتنقسم طرق التحليل الكروماتوجرافي إلى :

- 1. كروماتوجرافيا الادمصاص: ويقصد به التحليل الكروماتوجرافي عن طريق الأدمصاص على السطح.
- 2. كروماتوجرافيا التبادل الأيوني: ويقصد به التحليل الكروماتوجرافي عن طريق تبادل الأيونات بين مادة التقدير وبين أيونات السطح الذي يحدث عملية التبادل وهي مادة كيميائية راتنجية.
 - 3. كروماتوجرافيا التجزئة: ويقصد به التحليل الكروماتوجرافي عن طريق الفصل التجزيئي لمخلوط من عدة مواد وتنقسم هذه الطريقة إلى كروماتوجرافيا العمود بالتجزئة ويتم فيها التحليل على عمود معبأ بمادة معينة.
 - 4. كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة: وفيه يتم التحليل الكروماتوجرافي بالادمصاص أو التوزيع على ألواح زجاجية تنثر عليها مادة مسامية يجرى عليها الفصل والتحليل.
- 5. كروماتوجرافيا الغاز: ويتضمن هذا التحليل الكروماتوجرافي باستخدام غاز ناقل يقوم بحمل أبخرة المواد المحللة فيتم اتصال أبخرة هذه المواد تبعًا لدرجات غليانها أي تظهر أولا المواد ذات درجات الغليان المنخفضة يتبعها المواد ذات درجات الغليان العالية وتخرج هذه الأبخرة لتنضم إلى الغاز الناقل ومن ثم يمكن فصل هذه المواد عن بعضها وتعينها ويمكن أيضًا بطريقة كروماتوجرافيا الغاز إجراء التقدير الكمي لهذه المواد المنفصلة.

*طرق اخرى مختلفة

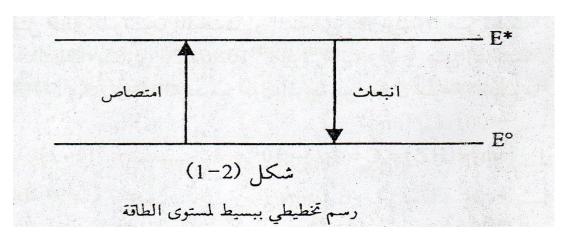
- 1. التحليل باستخدام البولاروميتر: يقاس مقدار الانحراف الناتج عند مرور الضوء المستقطب خلال المحلول.
- 2. التحليل بقياس انكسار الضوء: يقاس معامل الانكسار الذي يقوم بتعيين التركيب الكيميائي للخليط.
- 3. مطياف الكتلة: يمكن بهذه الطريقة قياس النسبة بين شحنة كتلة أيونات مختلفة ناتجة من تكسير جزيئات كبيرة ومنه يمكن إيجاد الوزن الجزيئي والتركيز.
 - 4. التوصيل الحراري: وفيه يقاس التوصيل الحراري ويستدل منه على تركيب المادة.
- 5. طرق تحليل المواد المشعة: وفيه تشع المادة المادة لتصبح ذات نشاط إشعاعي ثم تعد
 الأشعة أو الجسيمات المتدفقة منها لغرض تقديرها كميًا.

امتصاص وانبعاث الاشعة الكهرومغناطيسية

Absorption and Emission of Electromagnetic Spectrum

عند امتصاص الطاقة من قبل ذرة او جزيئة تنتقل او تتحرك الذرة او الجزيئة الى حالة ذات طاقة عالية ولكل حالة متهيجة عدد معين من مستويات الطاقة وتكون المستويات متعددة ممكنة من خصائص ذرة او جزيئة معينة كما في الشكل دناه

رسما تخطيطيا بسيطا لمستويات طاقة ذرة او جزيئة , ويشير الخطان الافقيان الى مستويات طاقة الجسيم وان E هي الحالة الالكترونية المستقرة ذات الطاقة الواطئة عالية ground state وان E* هي الحالة الالكترونية المتهجية ذات الطاقة عالية الالكترونية المتهجية فان Electronic excited state . عند اعطاء طاقة على شكل حرارة او ضوء فان للالكترون المقدرة على الانتقال من E* الى E*.



بحيث تكون الذرة او الجزيئة . بعد امتصاص هذه الطاقة في حالة متهجنة ويمكن ان يفقد الجسم وهو في حالة تهيج – الزيادة في الطاقة بعدد من العمليات هي :

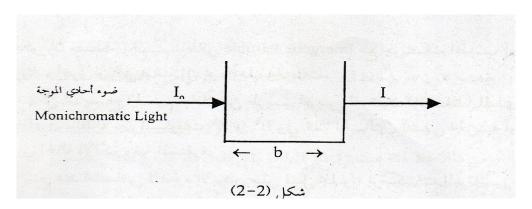
اولا: يمكن ان يصطدم الجسم الطافي Energetic particle مع جزئيات المذيب او اي جزيئات اخرى وتنقل طاقته الى محيط هذه الجزيئات.

ثانيا: يمكن ان يصبح الجسيم خاملا عن طريق تحرير الفوتون (انبعاث) الذي يكافئ الفرق بالطاقة بين المستويات E* وE° في كلتا الحالتين تنتهي الجزئية او الذرة الى الحالة الالكترونية المستقرة.

ان حركة او انتقال الالكترون من E° و E* (الامتصاص) يتطلب اضافة طاقة وان طاقة هذا الانتقال تساوي الفرق بين مستويات الطاقة . اما الانبعاث فيكون على عكس هذه الحالة اذ يعود الالكترون من E* الى E° ويصاحب هذه العملية انبعاث فوتون photon وان طاقة الشعاع المنبعث مكافئ الفرق بين E° و E*

قانون لامبرت lamber law

يدعى هذا القانون بقانون بوكارس ايضا (bouguer's law) وينص على انه في حالة مرور ضوء احادي الموجة خلال محلول ذي تركيز ثابت فان امتصاص المحلول يتناسب بشكل مباشر مع عرض الخلية التي تحتوي عليه النموذج



(مرور شعاع احادي الموجة خلال محلول تركيزه ثابت (c) في خلية عرضها السم)يبين الشكل اعلاه عملية سقوط الاشعة .

فاذا كان يمثل شدة الشعاع الساقط Incident beam و اشدة الشعاع النافذ عرض الخلية بالسنتمتر. T النفاذية b.transmitted beam تساوي

فان قانون لامبرت, حسب التعريف, يعبر عنها بالمعادلة التالية

حيث ان A= الامتصاص (absorbanice) و a ثابت الامتصاص (absorptivity)

قانون بیر (bear's law<u>)</u>

عند مرور ضوء احادي الموجة خلال محلول في خلية ذات عرض ثابت فان الامتصاص من قبل المحلول يتناسب طرديا مع تركيز المحلول ويعبر عن هذا القانون بالمعادلة التالية

A = a.b.c

حيث ان c= تركيز المحلول مول / لتر

قانون لامبرت – بير

يدعى هذا القانون بقانون لامبرت بير ايضا نتيجة اندماج قانوني بير ولامبرت ويمكن توضحيه بالمعادلة الاتية:-

log = lo / l = abc

A=abc

حيث A= الامتصاصية (ِ Absorbanice) = ثابت الامتصاصية c= تركيز المحلول مول التر

T=I /lo

حيث T= النغاذية

A = €bc

علما بان (€) هو معامل الامتصاص المولاري (molar absorptivituoy) وحدة

(لتر . او لتر / مول . سم)

مصادر الانحرافات قانون بير

هناك مصادر مسؤلة او التي تسبب مثل هذه الانحرافات هي :-

- 1. محيط التجربة: مثل درجة الحرارة والضغط المتذبذب
- 2. <u>الاخطاء الالية:</u> تنشأ نتيجة بعض عيوب الالة المستخدمة مثل ضياع الاشعة وقلة استقرارية المصدر الضوئي
- 3. الانحرافات الكيميائية: التغيرات في التوازن الكيميائي والاس الهيدروجيني (ph) ووجود كواشف معتمدة.
- 4. معامل الانكسار النموذج: يعتمد معامل الامتصاص المولاري على معامل انكسار النموذج وهكذا فان تغيير التركيز يسبب تغيير معامل انكسار المحلول ينتج عند انحراف قانون بير
 - 5. عدم امكانية الحصول على اشعة ضوئية: احادية الموجة بصورة عملية

صفات المحاليل الملونة التي تقاس بالمطياف الفوتومتري

- 1- ان يكون لون المحلول ذات شدة عالية يسمح بتقدير كميات ضئيلة من المادة المحللة ولا يضمحل بسرعة
 - 2- ان لا يتاثر اللون نسبيا بتغيير الدالة الحامضية (pH) ودرجة الحرارة
- 3- ن لا يظهر اللون بسرعة كما يجب ان يكون الكاشف الكيميائي ذاته غير ملون او ان لا يعطي امتصاصا شبيها بالمركب الملون
 - 4- ان يكون التفاعل ذا انتقائية عالية
- •من المحبذ ان يمتص المحلول الملون بقوة في منطقة الطيف المرئية افضل من امتصاصه في المنطقة فوق البنفسجية وذلك لان هناك عدد كبير من المواد التي من المحتمل ان يتداخل امتصاصها في المنطقة فوق البنفسجية.

أجهزة الطيف الكهرومغناطيسي

المطياف(spectrometer)

هو جهاز يستعمل لقياس الخواص الضوئية عبر نطاق معين من طيف الموجات الكهرومغناطيسية بصفة خاصة يقوم بالتحليل الضوئي للتعرف على مكونات المواد ويستعمل المطياف لتكوين تحليل طيفي الذي يظهر في هيئة خطوط ضوئية ملونة نظرا لاختلاف طول الموجة لكل خط عن الاجهزة التي تقوم بقياس طول موجة الاشعة في نطاق واسع مع طول الموجة من اشعة جاما ذات طول الموجة القصيرة جدا الى منطقة الاشعة السينية الى منطقة الضوء المرئي ذات طول موجة متوسطة الطول, الى نطاق الاشعة تحت الحمراء ذات الموجات الطويلة

اختيار الاطوال الموجية

المرشحات

هو اداة تسمح بمرور الاشعة لاطوال موجية معينة وتمتص كليا او جزئيا بقية الاطوال الموجية . هناك انواع متعددة من المرشحات متعددة للاستعمال اما وحدها او مجتمع لاختيار الاطوال الموجية في اي منطقة من مناطق الطيف , اي من اشعة -x الى منطقة تحت الحمراء.

موحدات اللون

هو اداة يمكنها عزل واختيار حزم من الاطوال الموجية من مدى طيفي عريض, ويمكن تنظيمها يدويا او اليا لاختيار الطول الموجي, يتكون من مادة مشتتة (مثل الموشور او المحزز) مع استعمال شقين ضيفين ليتم مرور الاشعة الداخلة والاشعة الخارجة من خلالها.

راسم الطيف

هو جهاز يشبه موحد اللون بعد حذف شق الهروج ليوضع في جهته لوح فوتوغرافي لتسقط الاشعة باطوالها الموجية المتعاقبة عليه وبهذا يتم تسجيل الطيف باكمله وفي ان واحد على اللوح الفوتوغرافي.

التحليل الطيفى (السبيكتروسكوبي) Spectroscopy

هو فرع من الفيزياء والكيمياء يهتم بدراسة التداخلات بين الضوء أو أي إشعاعات كهرومغنطيسية أخرى مثل الموجات اللاسلكية مع المادة . وتحمل الموجات المختلفة كميات مختلفة من الطاقة وتؤدي إلى تداخلات مختلفة مع المادة . ويعتبر فرع التحليل الطيفي أداه قوية للغاية لاكتشاف وتحليل الجزيئات للعديد من الأسباب:

فهو يمتاز بأنه:

1-حساس ولا يتطلب إلا كميات ضئيلة جداً من المادة المطلوب التعرف عليها

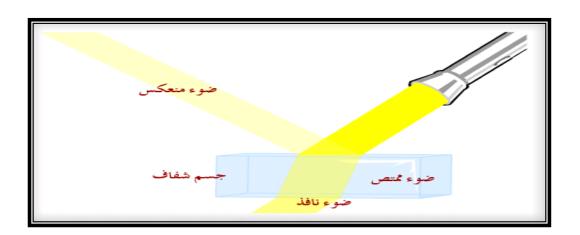
التحليل الكيميائي الالى العملى للمرحلة الرابعة - قسم العلوم - كيمياء حمدرس المادة أمرحيم جعفر

2-يمكن تنفيذه على عينات بعيده جداً ، ولذلك يستخدم في علم الفلك

3-في معظم الأحيان لا يكون متلفا للعينة محل الاختبار

4-يمكن أن يعطينا معلومات مكانية زمانية

وعند مرور حزمة ضوئية مكونة من خليط من الموجات في محلول مادة ما فان الضوء الساقط على المادة قد يتوزع في ثلاثة اتجاهات وهي:



ينعكس Reflected في اتجاه معاكس لاتجاه الضوء الاصلي الساقط على المادة.

يمتص Absorbed من قبل المادة نفسها.

1- ينفذ Transmited من خلال المادة اذا كانت شفافة.

2- ونتيجة لامتصاص جزء من الضوء فان المادة تظهر ملونة للعين واللون الظاهر هو اللون المار.

3- هذا الجدول يمثل الالوان التي يمكن للعين البشرية رؤيتها.

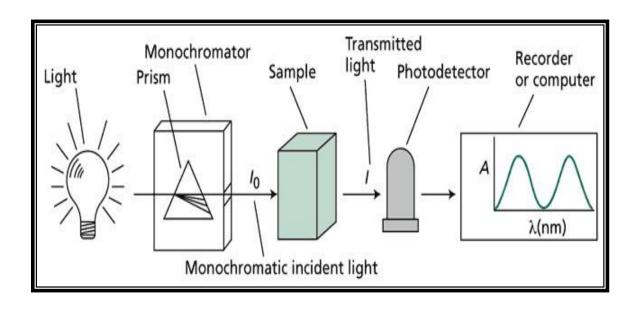
اللون	الطول الموجي (نانومتر)
احمر	760 - 620
برتقالي	620 – 595
اصفر	595 – 560
اخضر	560 - 500
ازرق	500 – 460
نيلي	460 – 430
بنفسجي	430 - 380

وان سرعة الضوء في الفراغ هي 3 × 10 10 سم / ثانية بغض النظر عن الطول الموجي.

جهاز التحليل الطيفي Spectrophotometer

يستخدم هذا الجهاز في تحليل المواد الكيميائية أي حساب تركيز المركبات داخل العينات وهذا يعتمد على امتصاص جزيئات المركب للضوء ونسبة الضوء الداخل للعينه والضوء الخارج يحدد الامتصاصية للضوء . ويتالف المطياف الاعتيادي البسيط (spectrophotometer)من مصدر الاشعة (cell of sample) والفرق (detec) والكاشف (cell of sample) وخلية النموذج (cell of sample) والكاشف





طريقة استخدام جهاز سبكتروفوتوميتر نوع ابل Apel- 303

تصفير الجهاز وتكون بالخطوات التالية:

- T الخطوة الاولى تصفير الجهاز بدون خلية (Cuvt) فارغة ثم نضع العتلة على الاتجاه T ثم نصفر القراءة من العتلة الوسط (T-0%) الى ان نحصل علة قراءة 00.00 .
- 2- ثم نصفر بوضع الخلية (cuvt) بعد ملئها بالماء النقطر في مكانها المخصص ثم نضع العتلة ايظا على T ثم نصفر من العتلة الاخيرة (100% T) بحث يكون التصفير بالحول على القراءة 100.0
 - 4- ثم نضع العتلة على A ونصفر من العتلة (OBS -0) العتلة الاولى من اليسار بحث نحصل علة قراءة (00.00).
- *- مثلا لاجراء فحص السكر في الدم نضع العتلة الدوارة للطول الموجي على الطول الموجي 505
 - *ثم نجري تصفير الجهاز كم في السابق
- *بعدها يتم وضع العينة المراد فحصها مثلا نحصل على قراءة 0.27 هذه النتيجة نضربها في عامل (FACTAR) مثلا 2.6 نحصل على قراءة معينة???؟

تجربة رقم (1)

أسم التجربة تعيين الطول الموجي الاعظم لامتصاص (Amax) لمحلول برمنكنات البوتاسيوم (KMno4).

الغرض من التجربة:

قياس الطول الموجي لاعظم امتصاص (Amax) لمحلول برمنكنات البوتاسيوم لمدى من الاطوال الموجية يتراوح بين (max - 480 – 480).

الجزء النظرى:

مقياس الفوتوميتر الطيفي spectrophotometer

ان الاجزاء الرئيسية المكونة لجهاز مقياس الامتصاص الكهروضوئي هي مصدر الضوء مع مرشح لاعطاء ضوء احادي اللون, خلايا زجاجية للمحاليل اوالمذيب وخلية كهروضوئية مربوطة الى جهاز القياس وعليه يقاس التيار الكهروضوئي الناتج من قبل الضوء بعد مروره خلال المذيب او المحلول ويجب اجراء عملية المعايرة calibration للتاكد من ان جهاز مقياس الامتصاص الكهروضوئي يعمل بصورة صحيحة لذا يجب فحصه تحت ظروف مشابهة لظروف استخدامه.

يحدث الامتصاص للاشعاع من قبل المادة المار خلالها عندما يكون تردد الاشعاع مكافئا للطاقة لايصال النظام الالكتروني للمادة الى مستوى عالي مسموح به حيث يقصد بالامتصاص ازالة الترددات معينة من الاشعاع الكهرومغناطيسي خلال نفاذه من طبقة شفافة صلبة او سائلة او غازية لقد تبين ان شدة الاشعاع تتناقص كلما كان تركيز المادة المار خلالها اعلى اي كلما زاد

عدد الدقائق الماصة للاشعاع كما عبر عنها القانون الرياضي لعلاقة بير- لامبرت اذ يتناسب الامتصاص (A) طرديا مع التركيز وكما ياتي :

$$A = \Sigma . C . X$$

حيث ان:

(L. mol -1 .cm -1) الامتصاصية المولارية ووحداتها Σ

C= التركيز للمحلول ووحداته (mol/L)

x = سمك الخلية ووحداتها (cm)

كما يمكن قياس الامتصاص باستخدام العلاقة التالية:

$$A = log \frac{Io}{I}$$

حيث أن:

o|= شدة الاشعاع الساقط

ا= شدة الاشعاع النافذ

حيث تدعى النسبة (I / Io) بالنفاذية إذ يمكن حساب الامتصاص عن طريق العلاقة التالية :

A= - log T

تتضمن الطرق الطيفية spectrophotometric تتضمن قياس شدة الضوء الساقط والضوء النافذ عند طول موجي معين باستخدام مكشاف مثل الخلية الضوئية وكما يمكن استخدام طبيعة الامتصاص في التحليل النوعي للمادة الماصة.

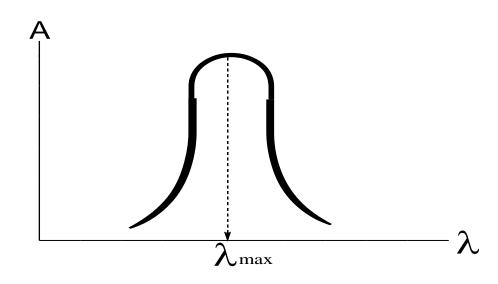
الاجهزة والمواد الكيميائية

جهاز المطياف spectrophotometer , دورق (100ml) , برمنكنات البوتاسيوم , ماصة (100 ml) , ماصة (5ml) .

طريقة العمل

- 1- يحضر محلول مائي لبرمنكنات البوتاسيوم باذابة (0.0316gm) منه في (100ml) من المعطر ثم يجري سحب (5ml) من المعلول المحضر ويخفف لحد العلامة.
 - 2- يتم تهيئة جهاز المطياف spectrophotometer
- 3- نملا احدى الخليتين بالماء المقطر اذ يطلق على هذه الخلية اسم خلية بلانك ثم نقوم بتصفير الجهاز وذلك بجعل قيمة الامتصاص تساوي صفرا .
- 4- نقوم بوضع الخلية الاخرى الحاوية على محلو \underline{U} (KMno4) في الجهاز ونقيس الامتصاص لذلك المحلول لمدى من الاطوال الموجية يتراوح بين (580-580 nm)

ينظم جدولا للنتائج برسم العلاقة بين (A) و (λ) ويتم تعيين (λmax) من خلال اعلى قيمة للامتصاص من الرسم البياني:



رقم التجربة: (2)

اسم التجربة: ايضاح قانون بير - لامبرت

الغرض من التجربة: تطبيق القانون باستخدام برمنكنات البوتاسيوم KMnO4

الجهاز المستخدم: Spectrophotometer

الجزء النظرى

يعتبر قانون بير - لامبرت من اهم القوانين الرياضية التي تتضمن المعالجة الكمية لامتصاص الطاقة الاشعاعية من قبل المادة فعندما نوجه شعاع احادي اللون Monochromatic شدته (Io) بصورة عمودية على خلية من الزجاج او الكوارتز وبعد مرور مسافة (b) خلال العينة التي تجتوي على (N) من الدقائق الماصة للاشعاع تقل شدة الاشعاع النافذ من الجهة الاخرى الى (1) حيث ان النقصان في شدة الشعاع المار يتناسب طرديا مع عدد الدقائق الممتصة الموجودة في المحلول والتي تعترض طريق الشعاع.

ينص قاتون بير-لامبرت على:

ان الزيادة المتتابعة في عدد الجزيئات المتماثلة الماصة للاشعاع والواقعة في طريق حزمة من اشعاع احادي اللونتمتص اجزاء متساوية من الطاقة الاشعاعية التي تمر بها .

Log $Io/I = a = \varepsilon bc$

يعبر عنه رياضيا بالصيغة التالية:

A = abc

حيث ان:

شدة الضوء الساقط على المحلول

شدة الضوع النافذ

Molar Absorpivity ثابت التناسب ويسمى بالامتصاصية المولية $\mathbf{\epsilon}$ **Specific Absorptivity**

ثابت التناسب ويسمى بالامتصاصية النوعية

طول ممر الضوع خلال المحلول

C تركيز المحلول

ال تعرف بالنفاذية Transmittance ويرمز لها ب

اما Log Io/l تعرف بالامتصاصية Absorbance ويرمز لها بـ A . نظريا فان رسم العلاقة بين A و C يجب ان تكون علاقة خطية تمر بقطة الاصل وعمليا وجد ان العلاقة بين الامتصاص والتركيز يمكن حصول انحراف مع ثبات مسار الاشعاع بما يعني عدم مطاوعة قانون بير او الانحراف عنه وحينئذ تنحرف القيمة الحقيقية انحراف موجبا اوانحراف سالبا.

طريقة العمل

- 1- يتم تحضير عدد من المحاليل القياسية من مادة برمنكنات البوتاسيوم والتي تركيزها 0.002m وذلك بسحب 1 , 2 , 3 , 4مل بواسطة ماصة مدرجة ووضعها في قنينة حجمية سعة 25 مل ونمل الحجم الى حد العلامة بواسطة الماء .
 - 2- نشغل الجهاز ونثبت الطول الموجى عند 520 nm .

- 3- نملا احدى خليتي الجهاز بالماء ونضعها في المكان المخصص ونصفر الجهاز اي نجعل قراءة الامتصاص A مساوية الى الصفر.
- 4- نملا الخلية الثانية بالمحلول الاول المحضر في الخطوة 1 ونضعها في الجهاز ونسجل قيمة A .
 - 5- نعيد الخطوة السابقة على المحاليل المحضرة الاخرى .
 - 6- ناخذ المجهول ونكمل الحجم الى حد العلامة بواسطة الماء ويتم قياس الامتصاص له عند نفس الطول الموجى ونسجل القراءة .
 - 7- نرسم البياني بين قيم الامتصاص ٨ للمحاليل مقابل تركيزها
 - 8- نستخرج تركيز المجهول من الرسم البياني

الحسابات

يتم حساب تركيز المحاليل المحضرة من خلال العلاقة

C1V1 = C2 V2

حيث ان:

C1 تركيز المحلول الاصلى

V1 الحجم المأخوذ من المحلول الاصلى

C2 تركيز المحلول المحضر

V2 حجم المحلول المحضر

ولايجاد تركيز المجهول (Unknown) نرسم العلاقة بين الامتصاصية عند الطول الموجي 520 (A520) مقابل التركيز (C/M)

الامنصاصية	التركيز

<u>تمرین</u>

س1 / من خلال استخدام تركيز معين من كلوريد الكوبلت تم قياس الامتصاصية () والطول الموجي (0) وكانت النتائج كما مبين في الجدول ادناه . المطلوب ؟ مستعينا بالرسم البياني للعلاقة بين الطول الموجي والامتصاصية من الجدول ماهو ()

	380	500	560	630	650	600	500	450
Α	0.10	0.18	0.33	0.40	0.34	0.50	0.60	0.68

س2/ ماهو تركيز المجهول من محلول كلوريد الكوبلت اذا علمت ان امتصاصيته كانت 0.40 مستعينا بالجول ادناه من خلال رسم العلاقة بين التركيز والامتصاصية للمحلول ؟

الامتصاصية	التركيز g/l	رقم
		المحلول
o.10	0.5	1
0.18	1.0	2
0.27	1.5	3
0.36	2	4
0.45	2.5	5
0.50	3	6
0.60	3.5	7
0.73	4	8
0.4	المجهول	9

تجربة رقم (3)جهاز pH

جهاز مقياس الحموضة (ph meter): هو جهاز لقياس الرقم الهيدروجيني ph للمحاليل الكيميائية .

الرقم الهيدروجيني :-

هو مقياس يعبر عن درجة تركيز أيونات H+ في المحلول ومقدار تأينها في الماء وهو الرقم المشار له في قائمة الالوان الخاصة بنتائج الكاشف الورقي العالمي .

معايرة درجة الحموضة ل جهاز pH اليدوي :-

علما يوجد محاليل جاهزة من pH7 و pH4

- 1) ادخل طرف مجموعة الالكترود في مقبس mv / pH .
 - 2) حرك مفتاح التشغيل الى الوضع ph.
- 3) اغمس الالكترود في ماء مقطر لبضع ثواني ثم انقله الى محلول بفر PH= 7.
- 4) اضبط مفتاح pH= 7 cal تحصل على قراءة صحيحة تساوي pH= 7.00 .
- 5) انقل الالكترود من المحلول و غمسه في ماء مقطر لبعض ثوان ثم اغمسه في محلول بفر pH=4.
 - 6) اضبط مفتاح pH=4 cal حتى تحصل على قراءة صحيحة 00. pH= 4.00

ملاحظات للحفاظ على الجهاز من التلف و الحصول على قراءات دقيقة --

- 1) لا تعمد على تحريك مفتاحي ph=7 cal ،pH=4 cal بعد ضبط المعايرة
 - 2) لا تعمد على تحريك مفتاح temp بعد ضبط المعايرة .
- 3) يجب استبدال البطارية عند ظهور علامة البطارية او رؤيتك للعلامة Bat على الجانب الايسر من الشاشة.
 - 4) استخدم بطارية 9 فولت.
- 5) يجب ازالة البطارية من الجهاز عند عدم الاستخدام لفترات طويلة (نصف ونهاية العام الدراسي) حتى لا تتلف حافظة بطارية الجهاز .

تشغيل ومعايرة جهاز pH meter نوع (

اعداد الجهاز

- 1- شغل مقياس الأس الهيدروجيني. عليك أولًا تشغيل مقياس الأس الهيدروجيني وتركه يحمى لوقت كاف قبل أن تبدأ معايرته واستخدامه. يجب أن يستغرق هذا 30 دقيقة تقريبًا لكن راجع كتيب تشغيل المقياس لمعرفة الوقت الدقيق. [١
- 2-ظف القطب الكهربي. أخرج القطب من محلول الحفظ واشطفه بالماء المقطر في وعاء زجاجي فارغ جففه عن طريق التربيت بالمناديل بعد الشطف. [

3-جهز المحاليل المنظمة. ستحتاج في العموم لأكثر من محلول منظم لمعايرة مقياس الأس الهيدروجيني. سيكون الأول محلولًا منظمًا "متعادلًا" بمعامل قلوية 7 ويجب أن يكون الثاني قريبًا من الأس الهيدروجيني المتوقع للعينة سواءً كان 4 أو 9,21. يفضل معايرة المحاليل المنظمة ذات الأس الهيدروجيني المرتفع(9,21) لقياس القلويات بينما يفضل استخدام المحاليل المنظمة ذات الأس الهيدروجيني المنخفض (4) لقياس العينات الحمضية. اترك المحاليل المنظمة تصل لنفس درجة الحرارة بعد اختيارها لأن قراءات الأس الهيدروجيني تعتمد على الحرارة. اسكب المحاليل المنظمة في أوعية زجاجية منفصلة للمعايرة.

معايرةالجهاز

- 1-ضع القطب في المحلول المنظم ذو الأس الهيدروجيني 7 وابدأ القراءة. اضغط زر القياس أو المعايرة لبدء قراءة الأس الهيدروجيني فور وضع القطب في المحلول المنظم. اترك الأس الهيدروجيني يستقر قبل الضبط بتركه لمدة 1-2 دقيقة
- 2-ضبط الأس الهيدروجيني. اضبط المقياس على قيمة الأس الهيدروجيني للمحلول المنظم بعد أخذ قراءة ثابتة عن طريق ضغط زر القياس مرة أخرى. سيمكنك ضبط مقياس الأس الهيدروجيني بعد استقرار القراءة من أخذ قراءة أكثر دقة وصحة.
- 3-شطف القطب بالماء المقطر. اشطف القطب بين المحاليل عن طريق التربيت بنسيج خال من الوبر مثل كيمويبز أو شرويبز.
- 4-ضع القطب في المحلول المنظم ذو الأس الهيدروجيني 4 وابدأ القراءة. اضغط زر القياس لتبدأ قراءة الأس الهيدروجيني بعد وضع القطب في المحلول المنظم.
- 5-ضبط الأس الهيدروجيني مرة ثانية. اضبط مقياس الأس الهيدروجيني على قيمة الأس الهيدروجيني للمحلول المنظم بأن تضغط زر القياس بعد استقرار القراءة..
- 6-شطف القطب. يمكنك استخدام الماء المقطر للشطف. استخدم نسيجًا خاليًا من الوبر مثل كيمويبز أو شرويبز بين المحاليل لتجفيف القطب.

استخدام مقياس الاس الهيدروجيني

- 1-ضع القطب في العينة وابدأ القراءة. اضغط زر القياس بعد وضع القطب في العينة واتركه بها لمدة 1-2 دقيقة تقريبًا.
- 2-اضبط نسبة الأس الهيدروجيني. اضغط زر القياس بعد استقرار القراءة. هذه نسبة الأس الهيدروجيني للعينة
- 3-نظف القطب بعد الاستخدام. اشطف القطب بالماء المقطر وجففه بالترتيب بنسيج خال من الوبر. يمكنك حفظ المقياس بعد تنظيفه وتجفيفه.

تجربة رقم (4) كروموتكرافيا الطبقة الرقيقة

تستخدم في عمليات الفصل السريع و في تحليل الكميات القليلة من المواد و يعود ذلك للاسباب التالية:

- 1- بساطة الطريقة و عدم الحاجة الى اجهزة معقدة .
- 2- إمكانية الوصول الى جودة الفصل نفسها التي تعطيها الطرق الكروماتوغرافية الاخرى .
 - 3- إمكانية الوصول الى فصل انتقائى باستخدام كواشف خاصة .
- و تتم عملية الفصل على طبقة رقيقة من مادة الوسط الثابت المفروشة على الواح مصنوعة من الزجاج او البلاستيك او الالمنيوم.
- و يعتمد الفصل في هذه الطرق اما على ظاهرة الادمصاص او ظاهرة الاستبدال الايوني و هذه الظاهر تعتمد على تركيب كل طبقة من الوسط الثابت و الوسط المتحرك الا ان تطبيقاتها المعتمدة على ظاهرة الادمصاص هي الشائعة حيث ينظر الى كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة على انها كروماتوغرافيا ادمصاص

خطوات العمل بكروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة:

- 1- تجهيز الواح الطبقة الرقيقة .
- 2اختيار الوسط المتحرك المناسب.
- 3- وضع عينة على لوح الطبقة الرقيقة .
- 4- تظهير البقع المفصولة و التعرف على مكوناتها.
- 5- حساب معامل الاعاقة Rf(Refracive index

(1) تجهيز الواح الطبقة الرقيقة (الوسط الثابت):

ان المواد المدمصة في TLC هي نفسها المدمصة في كروماتوغرافيا الاعمدة. هذه الالواح تكون مصنوعة و مجهزة للاستخدام مباشرة.

(2) اختيار المذيب المناسب (الوسط المتحرك)

يعتمد اختيار المذيب على نوع المادة المراد فصلها و قد يكون ضروريا اختيار عدد من المذيبات لاجراء عملية الفصل و يكون الاختيار التقريبي سهلا فالمذيب الذي له قطبية عالية يؤدي الى تحريك البقع مع جبهة المذيب، في حين ان المذيب غير القطبي لا يؤدي الى تحريك البقع مع المذيب، و يعتبر الكلوروفورم و البنزين من المذيبات المتوسطة القطبية التى تستخدم بصورة واسعة لفصل العديد من المركبات .

(3) وضع العينة

- يتم وضع حجم معين في حدود 5-20 ميكرولتر من العينة التي تركيزها 0.1-5% بواسطة ماصة دقيقة او محقن دقيق على خط نقطة البداة الذي بيعد 2 سم من احد اضلاع اللوح.
- و ينبغي الا يزيد قطر البقعة عن 1سم . و للمحافظة على بقاء البقعة صغيرة توضع العينة باحجام صغيرة عدة مرات مع التجفيف بعد كل اضافة.

(4) طرق تظهير البقع المفصولة (Visualization Method)

- طرق الفصل سهلة في حالة المواد المفصولة ملونة ، الا انه في اغلب الحالات تكون المواد المفصولة عديمة اللون و يجب جعلها في هذه الحالة ملونة باستعمال بعض الكواشف ، و تسمى هذه بكواشف التظهير .
- يعتبر اليود من اكثر كواشف التظهير استخداما حيث يتفاعل مع اغلب المواد العضوية معطيا متراكبات لها الوان اما بنية او صفراء . و هناك طرق اخرى مثل تظهير هاليدات الالكيل برش لوح الطبقة الرقيقة بمحلول مخفف من نترات الفضة حيث تتكون هاليدات الفضة التي تتفكك بتأثير الضوء معطية بقع سوداء من رقائق الفضة على الطبقة الرقيقة .
- ايضا هناك استخدام مصباح الاشعة فوق البنفسجية و هي غالبا ما تظهر المركبات المفصولة على شكل بقع براقة ساطعة على الطبقة الرقيقة و بعضها يظهر عليه فقط خاصية التالق(Flourescence).
- و هناك ايضا اضافة مادة متالقة الى الوسط الثابت في الطبقة الرقيقة مثل خليط من كبريتات الزنك و الكادميوم . و اذا كانت المركبات المفصولة تسبب اخماد التالق (quenching flourescence) فانها ستظهر على هيئة بقع سوداء على الصفيحة عند تعرضها للاشعة فوق البنفسجية .

(5) معامل الاعاقة

- عند تثبيت كل الظروف على الطبقة الرقيقة و التي تشمل:
 - 1-المذيب المستخدم.
 - 2- المادة المدمصة المستخدمة كوسط ثابت.
 - 3- سمك الطبقة الرقيقة
 - 4- كمية العينة.
- فإن اي مركب سيقطع مسافة ثابتة بالنسبة الى المسافة التي تقطعها جبهة المذيب. و تعرف النسبة بين المسافة التي تقطعها المادة المفصولة و المسافة التي تقطعها الجبهة المذيب بمعامل الاعاقة و يرمز لها بالرمز Rf.
 - و معامل الاعاقة = المسافة التي تقطعها المادة اللمسافة التي تقطعها جبهة المذيب
- و يكون معامل الاعاقة ثابتا للمركب المعطى عندما تكون كل ظروف التجربة هي نفسها و هو يمثل احد الصفات الفيزيائية لهذا المركب .

و يمكن التعرف الى المادة المجهولة عن طريق حساب تلك المسافات من نقطة البداية الى مركز القطعة.

تقنية الفصل:

يتم الفصل بهذه الطريقة بوضع قطرة من المحلول الذي يحتوي على الخليط المراد فصل مكوناته على بعد 2سم من احد اضلاع اللوح . ثم يوضع اللوح في وعاء مغطى يحتوي على كمية من المذيب المستخدم بحيث لا يزيد ارتفاع المذيب في الوعاء عن 1سم . و بعد وقت قصير يبدأ المذيب في التحرك الى اعلى مارا بالبقعة التي تحتوي على الخليط و يبدا فصل مكوناته حسب قوة ادمصاص كل منها على سطح الوسط الثابت ، و ينتج عن ذلك فصل بقعة الخليط الى عدة بقع . و عندما تقترب جبهة المذيب من نهاية اللوح نخرج اللوح من الوعاء و نقوم بتحديد المكان الذي وصلت اليه جبهة المذيب لمعرفة المسافة التي قطعها المذيب . ثم نحدد مواقع البقع المفصولة . و تقاس المسافة التي قطعتها البقع مباشرة اذا كانت هذه المواد المفصولة ملونة اما اذا كانت غير ملونة فلابد من اتباع احد الطرق المذكورة سابقا لتظهير البقع .



فصل الكاربوهيدرات باستخدام الطبقة الرقيقة

تستخدم الالواح المطلية بجلاتين السيلكا بنجاح لفصل مزيج من الكاربوهيدرات وعملية التظهير لاتستغرق سوى 40 دقيقة .

المحاليل والكواشف

1- محلول مزيج يحوي كل 1 مل منه على 1ملغم من الكاربوهيدرات التالية:

كلوكوز Glucose , فركتوز , Glucose سكروز Sucrose

- 2- لوحة جاهزه مغطاة بطبقة رقيقة من جلاتين السيلكا .
 - 3- مذيب مكون من المزيج التالي:

4- 9 حجوم بيوتانول (n-butanol) + 6 حجوم حامض الخليك +3حجوم ايثر اثيلى + 1حجم ماء.

5- كاشف رش مكون من:

18 حجم ایثانول + 1حجم حامض الکبریتیك + 1حجم من anisaldehyde (p-methoxybenzaldehyde)

طرقة العمل

ايجلب النموذج على شكل قطرة على نقطة مؤشرة على بعد 2سم من احدى نهايتي اللوح الجاهزه كما في التجارب السابقة.

2 - يوضع المذيب في قعر الحوض الكروماتوغرافيوبعد ربع ساعة يوضع اللوح الجاهز في داخل الحوض بالطريقة المشروحة سابقا.

1- يترك اللوح لمدة 40-50 دقيقة.

2- يرفع اللوح من الحوض ويجفف بدرجو 100م لمدة 5-10 دقائق

3- يرش اللوح بكاشف الرش, حيث تظهر بقع ملونه كالاتى:

Rf	لون البقعة	المركب
0.55	ازرق خفیف	كلوكوز
0.45	بنفسجي	فركتوز
0.31	بنفسجي	سكروز

تجربة رقم (6)

اسم التجربة: كروماتوغرافيا الورق Paper chromatography

كروماتوغرافيا الورق: هي احدى طرق التحليل الكيميائية الكروماتوغرافيا - هي كلمة مكونة من مقطعين :كرومو وتعني لون ,وغرافيا وتعني كتابة . وقد سميت بهذا الاسم لأسباب تاريخية حيث كانت تستعمل في البداية لفصل المواد الملونة.

الاساس النظرى

الكروماتوغرافيا بصورة عامة هي طريقة تستعمل خاصة لفصل خليط من المواد الى مكونات نقية اعتمادا على اختلاف ذوبان تلك المواد في مذيب معين وعلى درجة امدصاصها فوق سطح معين والذي قد يكون شريحة من ورق ترشيح او طبقة خفيفة من جلاتين السيلكا اوحبيبات ناعمة من الفحم

في هذه التجربة سوف نستعمل شريحة من ورق ترشيح نوع واتمان رقم (1) لفصل خليط من الدلائل Indicators الحامضية - القاعدية ذات الالوان البراقة في وسط معلوم رقمه الهيدروجيني pH.

ان هذه الطريقة (كروماتوغرافيا الورق) تستعمل لفصل المواد والتعرف عليها اذا كانت موجودة بكميات ضئيله جدا لاتتجاوز مئة مايكروغرام في النموذج الذي يوضع قرب نهاية شيريحة من ورق الترشيح وبعدها تغمس هذه النهاية بصورة عامة في مذيب معين حيث سيرفع ذلك المذيب على تلك الشريحة بواسطة الخاصية الشعرية حاملا معه محتويات الى الاعلى الى مسافة تعتمد على درجة ذوبانها في ذلك المذيب وقدرتها على الامتصاص على الشريحة. وسيستمر المذيب في مساره الى اعلى من المسافة التي سارها المذاب فمن قياس المسافة التي سارها المذاب (سم) والمسافة التي سارها المذيب (سم) يمكن حساب قيمة عامل الاعاقة Rf

المسافة التي يقطعها المذاب Rf المسافة التي يقطعها المذيب

حيث ان لكل مادة معينة قيمة معينة من Rf تختلف عنها لمادة اخرى تحت الضروف نفسها لطريقة التحليل

عامل الإعاقة (fR)

ويستفاد من تقنية كروماتو غرافيا الورق في تشخيص المركبات العضوية فقط, حيث يمكن معرفة قيمة عامل الإعاقة (fR) للمركبات, ومن ثم مقارنته مع عامل الإعاقة للمركب القياسي (المعروف الهوية) فإذا تطابق كان المركب مماثل للمركب القياسي أي إن عامل

الإعاقة (fR) هو مقياس لسرعة حركة المكون نسبة إلى الطور المتحرك. ويتم قياس المسافة اعتبارا من خط الابتداء, أي من مركز البقعة.

الأصل عن نقطة الأصل / بعد المذيب عن نقطة الأصل (f R)

في عملية الفصل الكروماتوغرافي نضع قليلا من المخلوط الذي نود فحصه وذلك على الجزء الثابت, ومن ثم نضع هذا الجزء الثابت في سائل يكون عبارة الجزء المتحرك. حيث يقوم السائل بالسريان اخذا معه المخلوط. بطبيعة الحال ليست كل المواد ذات نفس سرعة الحركة على الجزء الثابت وذلك يرجع إلى عاملين اثنين رئيسيين:

- 1- ميل المادة إلى الالتصاق بالجزء الثابت.
- 2 ميل المادة إلى الذوبان في الجزء المتحرك.

المواد والاجهزة المستخدمة

- 1- المذيب المزيج Elutig solvent ويحضر باشباع مادة الكحول البيوتيلي الاعتيادي Normal Butanol بمحلول الامونيا المركز.
 - 2- محاليل الكواشف التالية
 - صبغة المثيل البرتقالي
 - صبغة الفينولفثالين
 - صبغة البرموثامول الازرق
 - صبغة الفينول الاحمر
 - 3- شرائح ورق الترشيح
 - 4- انابیب اختبار
 - 5۔ مسطرۃ

طريقة العمل

- 1- حضر ورقة ترشيح قياس 5 x 10 سم
- 2- ضع خطا بواسطة قلم الرصاص على مسافة 2 سم من احد نهايتي الشريحة
- 3- ضع قطرة من الدلائل اعلاه بواسطة الانبوبة الشعرية على خط قلم الرصاص بحث لاتتجاوز القطرة اسم واتركها فترة حتى تجف او باستخدام مجفف (الشسوار)
- 4- ضع المذيب (المزيج) 50 مل في بيكر ثم ضع ورقة الترشيح اعلاه دون غمر بقع النماذج في المذيب .
 - 5- دع المذيب يرتفع في الشرائح لمدة (10-15) دقيقة
 - 6- ارفع الشريحة واشر بقلم الرصاص الى نهاية صعود المذيب والبقع
 - 7- قس المسافة التي قطعها المذيب والمسافة التي قطعها (كل نموذج) والدلائل المستخدمة
 - 8- ثم احسب قيمة Rf لكل من الدلائل اعلاه

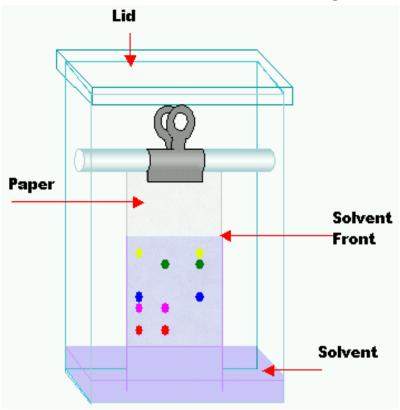
ملاحضات

- تظهير البقع بواسطة بخار الامونيا في الوسط القاعدي او حامض HCl في الوسط الحامضي
- بعض الالوان قد يفتح لونها بسرعة مثل دليل الفينولفثالين وعليه يتوجب والحالة هذه سرعة قياس المسافة حال ظهور اللون
 - في حالة تداخل الالوان على بعضها في محلول ما ممكن التعرف على محتويات ذلك المجهول في اختلاف اللون في الوسط الحامضي عنه في الوسط القاعدي

الحسابات

اللون في الوسط	اللون في	Rf	المسافة	المسافة	المادة	ت
الحامضي HCl	الوسط القاعدي		التي	التي قطعها المذيب		
	الامونيا		قطعتها	المذيب		
			المادة			
						1
						2
						3
						4
						المجهول

شكل كروماتكرافيا الورق



تجربة رقم (7) تحاليل اللهب : (Flame Photometry)

تدرس طرق الإنبعاث الذري للعناصر التي تثار بواسطة اللهب بصورة منفصلة عن تحاليل الإنبعاث الذري الأخرى . وقد وجد أن إستعمال اللهب للإثارة مفيد في تحاليل الفلزات القلوية والفلزات القلوية الأرضية (alkali and alkaline earth elements) وعدد قليل من الفلزات الأخرى .

هذا وينبغي أن تكون درجة حرارة اللهب أعلى في الإنبعاث الذري منها في حالة الإمتصاص الذري حيث أن الجزء الأكبر من الذرات المتبخرة ينبغي أن يكون في الحالة المثارة وليس في الحالة الذرية فقط لكن الإرتفاع الكبير في درجة الحرارة قد يسبب تحول بعض الذرات إلى أيونات ويستعمل في تحاليل الإنبعاث الذري الموقد كامل الإستهلاك total)

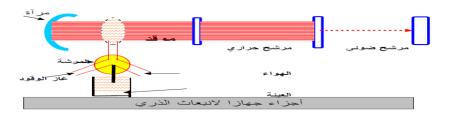
(consumption burnerعيث تنفث العينة في اللهب إما بواسطة الغاز المحترق أو الغاز المساعد على الإحتراق دون مزج الغازات مسبقاً. واللهب الناتج يركز الإنبعاث في مساحة صغيرة جداً.

ويمكن إستعمال الأستيلين المحروق بالأكسجين إلى جانب أنواع اللهب الأخرى المستخدمة . ويمكن إستعمال الأستيلين المحروق بالأكسجين إلى جانب أنواع اللهب الأخرى المستخدمة . وتتناسب شدة الشعاع المنبعث عند طول موجة مميزة لعنصر ما مع تركيز ذلك العنصر . ويجري تصحيح في البداية للإنبعاث الناتج عن اللهب وللضوء المشتت عند المنشور) . . (back ground correction ويعطي طيفاً يغطي مجالاً واسعاً . بالإضافة إلى إمكانية وجود العينة تداخلاً حيث أن كل عنصر يعطي طيفاً يغطي مجالاً واسعاً . بالإضافة إلى إمكانية وجود بعض التأثيرات المتبادلة للمكونات (specific interaction) التي ربما تزيد أو تنقص من شدة الشعاع المنبعث . ويمكن التغلب على هذه الصعوبة بإضافة كمية كبيرة من المادة التي تسبب التداخل قبل التحليل فمثلاً تحاليل المياة الطبيعية الحاوية على الصوديوم

من شدة الشعاع المنبعث . ويمكن التغلب على هذه الصعوبة بإضافة كمية كبيرة من المادة التي تسبب التداخل قبل التحليل فمثلاً تحاليل المياة الطبيعية الحاوية على الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم والماغنيسيوم يتداخل في تحليل كل عنصر فيها وجود العناصر الثلاثة الأخرى ويلغى هذا التأثير بإستعمال منظم شدة الإشعاع . (radiation buffer) فعند تقدير الصوديوم يضاف ل25 ميليلتر من محلول العينة والمحاليل القياسية للصوديوم الميليلتر من محلول العينة والمحاليل القياسية للصوديوم الميليلتر من محلول مشبع بكلوريد البوتاسيوم والكالسيوم والماغنيسيوم ثم تؤخذ القراءات والتغير البسيط في تركيز الأيونات المتداخلة يمكن إهماله بالمقارنة للكمية الكبيرة المضافة . وكذلك عند تقدير البوتاسيوم يضاف ل25ميليلتر من العينة والمحاليل القياسية للبوتاسيوم الكالسيوم والماغنيسيوم . وهكذا في حال تقدير الكالسيوم والماغنيسيوم والماغنيسيوم والحساسية تكون بالمليون من الصوديوم أو البوتاسيوم و8- 4 جزء بالمليون من الكالسيوم والحساسية تكون أقل في حالة الماغنيسيوم . كما يمكن إزالة تأثير التداخل بطريقة الإضافة القياسية)

standard addition method) .

ويبين الشكل أدناه رسم تخطيطي لجهاز الانبعاث الذري اللهبي.



خطوات تشغيل جهاز مطياف اللهب

Flame Photometer

- 1- تحضير محاليل مخففه من المحلول القياسى للعنصر المطلوب قياس تركيزه
 - 2- تشغيل الجهاز واختيار العنصر. ويتم تشخيله بالخطوات التالية:
 - أ- تشغيل زر Power ثم فتح الغاز من القنينة
 - ب- تدويلر المفتاح Fuel ثلاث دورات عكس عقرب الساعة (فتح)
- ج- الضغط على زر Ignition لحين اشتعال اللهب وظهور علامة حمراء على الشاشة وعندها نترك زر Ignition
- 3- وضع انبوب السحب في المادة المذيبة (Blank) مع تحريك زر التصفير (Blank) لحين الحصول على قراءة صفر.
- 4- وضع التركيز الاعلى في مكان المذيب وتدوير زر Fine لحين ظهور تركيز المحلول واذا لم ينفع نستخدم زر Course ثم
 - 5- اعادة انبوب السحب داخل المادة المذيبة (Blank) وعندها نحصل على القراءة صفر .
 - 6- تعاد الخطوة 4 باستخدام التخفيف الاقل وهكذا بالنسبة لباقي التخافيف على ان تعاد الخطوة 5 بعد قراءة كل تخفيف.
 - 7- وضع انبوب السحب في المحلول المجهول وتسجيل القراءة.
 - 8- اعادة الخطوة 5.
- 9- اطفاء الجهاز يتملابعكس خطوات التشغيل حيث يتم اولا غلق صنبور الغاز ثم تدوير الغاز العادة الغاز Fule ثلاث دورات مع عقارب الساعى (غلق) ثم ضغط زر Power عدة مرات للتاكد من عدم وجود غاز متبقي في الجهاز ثم يتم اطفاء زر

تجربة رقم (8): مطيافية الامتصاص والانبعاث

Absorption and Emission Spectrometery

مقدمة:

يعمل مطياف الامتصاص الذري مطياف المعتصلة أثناء اثارة ذرات العناصر ، بينما يعمل مطياف فحص أطوال موجات الفوتونات الممتصة أثناء اثارة ذرات العناصر ، بينما يعمل مطياف الانبعاث الذري Atomic Emission Spectrometer على فحص أطوال موجات الفوتونات المنبعثة من الذرات أثناء إنتقالها من الحالة المثارة إلى الحالة المستقرة أو ذات الطاقة الأقل ، ومن المعروف أن كل عنصر يبعث مجموعة مميزة من الأطوال الموجية المنفصلة طبقا لتركيبه الإلكتروني ، وبدراسة هذه الأطوال الموجية يمكن معرفة العناصر المكونة للعينة.

تقوم مطيافيات الامتصاص والانبعاث الذري بتقدير العناصر في محاليلها كطريقة من طرق القياسات الطيفية spectroscopy ، وتعتمد فكرة التقدير على تحويل محلول العينة الى رذاذ atomization ، ثم خلط الرذاذ مع مخلوط من الغازات مثل الأسيتيلين والهواء أو الأسيتلين ، وأكسيد النيتروز ويتم حرق العنصر بواسطة اللهب الناتج عن خلط هذه الغازات ويتحول العنصر الى الصورة الذرية والتي تتعرض الى لمبة كاثود Hollow cathode خاصة بالعنصر المراد قياسه.

وتعطي لمبة الكاثود الخاصة بكل عنصر ضوء ذو تردد معين مشابه للطيف الذري للعنصر المطلوب قياسه ، فتمتص ذرات العنصر قدر من هذا الضوء يتناسب مع تركيزها في اللهب أي أنه كلما كان عدد ذرات العنصر أو تركيز ذرات العنصر في اللهب عالي فانه يحدث امتصاص لقدر كبير من الطاقة ، وعن طريق مقارنة كمية الطاقة الممتصة أو المنبعثة بواسطة تركيزات معلومة من العنصر بكمية الطاقة الممتصة بواسطة العينات المجهولة التركيز لنفس العنصر يتم التقدير.

و هناك عدة مراحل تحدث للعينة خلال تكوين طيف الامتصاص أو الانبعاث عن طريق اللهب:

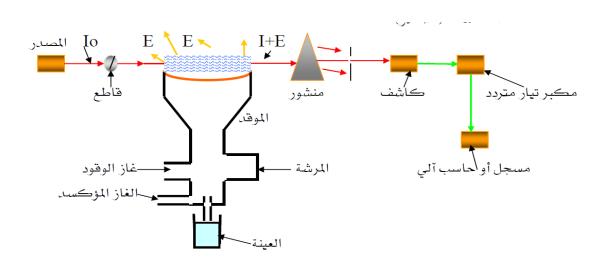
1. التبخير Evaporation: يحدث تجفيف dehydration للعينة المحتوية على المعدن بسبب حرارة اللهب ويتبخر المذيب.

2. مرحلة التكسير Dissociation: وفيها تتحول الجزيئات الى ذرات.

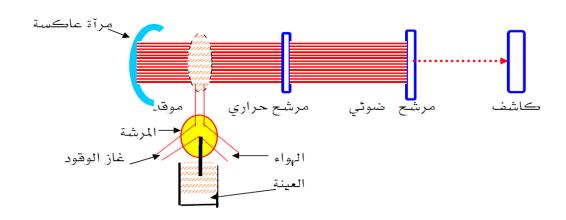
3. التحويل الى ذرات Atomization: يتم اختزال أيونات المعدن التي كانت ذائبة في مذيب العينة الى ذرات المعدن ، على سبيل المثال تحول أيونات المغنسيوم الى ذرات المغنسيوم

$$Mg_{(aq)}^{++}$$
 + 2e \rightarrow $Mg_{(g)}$

4. الاثارة Excitation: تمتص أليكترونات المعدن الطاقة من حرارة اللهب وتنتقل بذلك الى مستويات طاقية أعلى ، أي يحدث لها اثارة . وتتوقف كمية الطاقة الممتصة على قوى التجاذب الأليكتروستاتيكية بين الأليكترونات السالبة الشحنة ونواة الذرة الموجبة الشحنة والتي بدورها تتوقف على عدد البروتونات داخل النواة



شكل مطياف الامتصاص الذري عن طريق اللهب Flame atomic absorption spectrometer



شكل مطياف الانبعاث عن طريق اللهب

Flame emission spectrometer

وهذا الامتصاص أو الانبعاث الاشعاعي يكون في نطاق الطيف المرئي لبعض المعادن. ولأن اليكترونات الذرة أساسا في مستويات طاقية مختلفة فانها كلها تمتص ضوء اللهب وبذلك ينبعث خليط من الأطوال الموجية المختلفة للذرة الواحدة.

وببساطة شديدة يمكن ملاحظة طيف الانبعاث عن طريق اللهب وذلك باستخدام موقد بنزن Bunsen burner وعينات من المعادن ، فمثلا عند وضع معدن الصوديوم على اللهب فانه يتوهج باللون الأصفر بينما يتوهج معدن الكالسيوم باللون الأحمر والنحاس باللون الأخضر.

مطياف الامتصاص الذري Atomic Absorption Spectrometer (AAS)

طرق تقدير الامتصاص الذري:

يوجد أكثر من طريقة technique لتقدير الامتصاص الذري للعناصر ، وهي تختلف على حسب نوع ، وتركيز العنصر المراد تقديره في العينة.

أولا: الامتصاص الذري للعناصر بطريقة اللهب

Flame Atomic Absorption (Direct Aspiration method)

وهنا يتم تحويل العنصر الى الحالة الذرية عن طريق اللهب حيث يتم تسليط حزمة ضوئية من لمبة كاثود - مصنوعة من نفس العنصر المراد تقديره - خلال اللهب الى موحد الموجات ثم الى كشاف لقياس كمية الضوء الممتص بواسطة اللهب ، ويعتمد الامتصاص على وجود ذرات حرة في حالتها المستقرة في اللهب ، ويتم تقدير العناصر بهذه الطريقة في حدود تركيزات من العنصر بالجزء في المليون ppm

ثانيا: الامتصاص الذري للعناصر بطرق أخرى غير اللهب

Flameless Atomic Absorption

وهنا يتم تحويل العنصر الى الحالة الذرية بطرق أخرى غير اللهب ، مثل: - استخدام الأفران الكهربية ، أو الاعتماد على بعض التفاعلات الكيماوية مثل توليد هيدريدات الغازات المتطايرة volatile gaseous hydrides

والأنتيمون ، والقصدير عن طريق اضافة مادة مختزلة ، أو على بعض الخصائص الكيمائية مثل ظاهرة التسامي لتقدير بعض العناصر مثل الزئبق والتي يتحول فيها العنصر الى بخار بدون تسخين سواء باللهب أو بالأفران الكهربية.

مكونات مطياف الامتصاص الذري:

يتكون مطياف الامتصاص الذرى للعناصر من الوحدات الأساسية التالية:-

مصدر الضوء Light Source

مصدر الضوء في مطياف الامتصاص الذري لعناصر لمبة الكاثود هو Cathode Lamp ، وهي تعطي طيفا في المدى 800 nm ، وه



شكل لمبة الكاثود Hollow Cathode lamp

وينبعث الضوء من اللمبة على ثلاث مراحل process

أولا: مرحلة التهيج sputtering : عند توصيل التيار الكهربي يحدث فرق في الجهد بين الأنود والكاثود فينتج عنه تأين لبعض جزيئات الغاز الخامل الموجود داخل اللمبة.

ثانيا: مرحلة الاثارة excitation: تنجذب أيونات الغاز الخامل الموجبة الى سطح الكاثود المحمل بشحنة سالبة وتصطدم به وينشطر بعض ذرات العنصر التي تعمل كطبقة تغطي سطح الكاثود.

ثالثا: مرحلة الانبعاث emission: بعض ذرات العنصر المنشطرة من سطح الكاثود تكون مثارة وبالتالي تعود تلقائيا الى حالة الاستقرار وينبعث منها أشعة لها نفس التردد والطول الموجي الخاص بطيف العنصر المراد قياسه. يمتص جزء من هذه الأشعة عند مرورها على ذرات العنصر في اللهب ويقاس تركيز هذه الذرات بمقدار كمية من الطاقة الممتصة.

وحدة مكونات العينة Sample compartment

يتم تقدير العنصر في صورة بخار ذري ، وتتكون وحدة مكونات العينة من مرذاذ Burner ، وموقد Nebulizer

1- المرذاذ Nebulizer

وظيفة المرذاذ nebulizer هي سحب محلول العنصر المطلوب تقديره وتحويله الى رذاذ دقيق

2- الموقد burner

ويوجد نوعان من الموقد Burner وهما: 1- الموقد سابق الخلط Total وهما: 2- الموقد كامل الاحتراق

combustion type

ويتم خلط كل من العينة والوقود والمادة المؤكسدة في النوع الأول - الموقد سابق الخلط - قبل الوصول الى اللهب في غرفة خلط الغازات ، حيث يتم سحب المحلول داخل المرذاذ ويدفع في صورة رذاذ دقيق في غرفة خلط الغازات التي تحتوي على فتحتين أحدهما يدخل منها الوقود ، والأخري العامل المؤكسد لحدوث الاشتعال ، ويدفع تيار الغاز حبيبات الرذاذ معه الى رأس الموقد Burner head فيتم الاشتعال والاحتراق ، ويتم تحويل العنصر الى ذرات. ويصنع رأس الموقد من مادة غير قابلة للتأكسد في درجات الحرارة العالية.

3-اللهب Flame

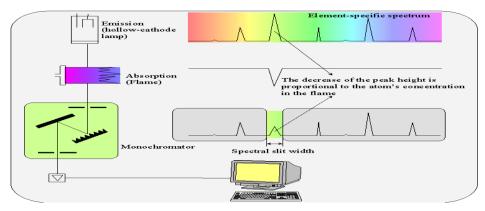
يشترط في أجهزة flame atomic absorption أن تكون حرارة الشعلة 2000 k أو أكثر ولهذا يتم اشعال الغاز مع عامل مؤكسد ، مثل الهواء ، أو أكسيد النيتروز ، أو الأكسيجين مخلوطا مع النتروجين أو الأرجون.

قاطع الضوء Chopper

يقوم بالتحكم في مرور الأشعة modulate the radiation source حيث يمنع ثم يسمح بمرور الأشعة الناتجة من مصدر الضوء الى اللهب بسرعة ثابتة على التوالي (switched on and off) ، مما يؤدي الى تكبير الأشعة الناتجة من مصدر الضوء في فترة السماح بمرور هذه الأشعة وعدم السماح بمرور الضوء المنبعث من اللهب في فترة الظلام.

موحد الموجات Monochromator

يستخدم المحزوز grating كموحد للموجات في مطياف الامتصاص الذري لتمييز الأطوال الموجية المنبعثة من مصدر الضوء والمارة باللهب وذلك للسماح فقط بمرور الأطوال الموجية المطلوبة دون مرور الموجات الأخرى لتصل الى الكشاف photomultiplier



شكل (8-14): موحد الموجات في مطياف الامتصاص الذري monochromator

الكشاف Detector

تستخدم أنابيب تكبير الضوء photomultiplier tube الكشف عن شدة الشعاع الساقط على الخلية عليها وذلك بتحويلها الى تيار كهربي يعتمد في شدته على شدة الضوء الساقط على الخلية الضوئية. ثم يتم تكبير التيار الكهربي الناتج من الخلية الضوئية ويحول الى قياسات تدل على مقدار امتصاص العينة من الضوء Absorbance على شاشة رقمية تتراوح قراءتها بين مقدار امتصاص العينة من الضوء Beer ، وفي الأجهزة الحديثة تحول القراءة مباشرة الى تركيز العنصر في العينة معبرا عنها بوحدات (ppm)

تجربة رقم (9)

الأشعة تحت الحمراء Infrared Waves

تعني كلمة Infra تحت وهذا يعني اننا في منطقة الاشعة تحت الحمراء والتي ترددها اقل من تردد الاشعة الحمراء في الطيف الكهرومغناطيسي المرئي. الاجهزة التي تستخدم الاشعة تحت الحمراء يمكنها الرؤية في الظلام الدامس لأنها تعتمد على الاشعاع الحراري المنطلق من الاجسام. ويسمى الجهاز المستخدم للرؤية الليلية بالبالوميتر Balometers. يقع طيف الاشعة تحت الحمراء بين الطيف المرئي وطيف اشعة المايكروويف. تغطي الاشعة تحت الحمراء منطقة واسعة من الطيف الكهرومغناطيسي ككل

وتقسم إلى ثلاثة مناطق وهي على النحو التالي

الاشعة تحت الحمراء القريبة Near infrared وهي الاقرب إلى الاشعة المرئية وبالتحديد اللون الأحمر

الاشعة تحت الحمراء البعيد Far infrared وهي التي تكون الاقرب إلى اشعة المايكروويف الاشعة تحت الحمراء الوسطى Med infrared وهي التي تقع بين المنطقتين السابقتين

الأشعة تحت الحمراء

هي أشعة حرارية وتنبعث من كافة الاشياء من حولنا مثل الفرن او المصباح الحراري أو من الاحتكاك أو من تسخين أي جسم وتنبعث كذلك من اجسامنا وهي الاشعة التي تصلنا من الشمس ويشعر الجلد بالدفء عند التعرض إلى اشعة الشمس.

ولهذا تستخدم الاشعة تحت الحمراء في بعض الاحيان لتسخين الطعام أو الابقاء عليه ساخناً. يجب التأكيد على نقطة هامة وهي أن الاشعة تحت الحمراء القريبة لا تعد ساخنة ولا يمكن الشعور بها وهي التي تستخدم في أجهزة الرموتكنترول للتحكم بالاجهزة عن بعد. العديد من الاشياء تصدر اشعة تحت الحمراء مثل جسم الانسان والحيوان والنباتات وكذلك الكرة الأرضية والشمس والاجرام السماوية، هذه الاشعة ليمكن رؤيتها بالعين المجردة وباستخدام اجهزة خاصة تمكن الانسان من الرؤية في الظلام الدامس باستخدام هذه الاشعة.

تطبيقات الاشعة تحت الحمراء

لطب

يستخدم الأطباء الأشعة تحتالحمراء لمعالجة الأمراض الجلدية ولتخفيف الألم التي قد تصيب العضلات. يتم في هذه المعالجة تسليط الاشعة تحت الحمراء على جسم المريض حيث تخترق الجلد وتعمل على تدفأة الجلد بدرجة معينة لتنشيط الدورة الدموية

الصناعة:

استخدمت الاشعة تحت الحمراء في بعض الافران الخاصة للطلاء الجاف للاسطح مثل الجلد والمعادن والاوراق والاقمشة.

طيفية الأشعة تحت الحمراء-:

هي قياس شدة امتصاص الأشعة تحت الحمراء في منطقة تحت الحمراء الوسطية-mid " " pnid المنطقة التي يبلغ طول الموجة فيها من

 $(2.5 - 50 \, \mu \text{m}, 4000 - 200 \, \text{cm}^{-1})$

الوحدة المستخدمة في أطياف IR هي (cm-1)

، وهي وحدة تتناسب مع التردد وتساوي عدد الموجات في 1 سم. لكن معظم الأوراق التي ترسم عليها الأطياف تُظهر تدريجياً مقابلاً بوحدة طول موجي كانت تستخدم الميكرون (٣)

طرق تعيين أطيافا

يمكن تعيين أطياف IR بإحدى الطرق التالية:

1- إذابة المركب في مذيب مناسب مثل شريطة أن يكون جافاً نقياً. وفي هذه الحالة تستخدم خلية أخرى فيها مذيب نقي في جهاز يقسم الشعاع إلى قسمين ، فيمر قسم في خلية المحول والقسم الأخر في خلية المذيب . وبهذا تحذف الامتصاصات الخاصة بالمذيب ويسجل الجهاز الامتصاصات الخاصة بالمذاب فقط ..

2 -إذا كان المركب سائلاً ، فإنه يوضع دون مذيب على صورة غشاء رقيق في الخلية أو بين قرصين من. NaCl وإذا كان المركب صلباً يتوصل إلى عمل غشاء رقيق بصحنه مع زيت معدني " مخلوط الكانات " تكون امتصاصاته محدودة العدد معروفة المواقع وبعد الصحن التام تفرش المادة بين قرصين من NaCl ويسجل الطيف...

3-طريقة قرصKBr وهذه الطريقة صالحة للمواد الصلبة ، وفيها يصحن المركب مع قليل م

KBrلجاف ثم يوضع المسحوق في قالب قرصي ويعرض لضغط عالي ، فيتكون قرص رقيق ينتشر المركب فيه خلال بانتظام تقريباً ويسجل الطيف بوضع القرص في حامل..

ويوضح هذا الجدول ترددات والأطوال الموجية التي تظهر عندها بعض المجموعات الوظيفية الشائعة:

Functional Group	Molecular motion	Wave number (cm ⁻¹)
alkanes	C-H stretch	2950-2800
	CH ₂ bend	~ 1465
	CH₃ bend	~1375
	CH2 bend (4 or more)	~720

alkenes	=CH stretch	3100-3010
	C=C stretch (isolated)	1690-1630
	C=C stretch	1640-1610
	(conjugated)	
	C-H in -plane bend	1430-1290
	C-H bend	~990& ~910
	(monosubstituted)	
	C-H bend	970
	disubstituted -E	
alkynes	Acetylenic C-H	~3300
	stretch	
	C ,C triple bond	~2150
	stretch	
	Acetylenic C-H bend	650-600

Functional Group	Molecular Motion	Wave number (cm ⁻ 1)
aromatics	C -H stretch	3020 – 3000
	C=C stretch	~1600 &~1475
	C – H bend (mono)	770-730 &715-685
	C – H bend (ortho)	770-735
	C -H bend(meta)	~880&~780&~690
	C -H bend (para)	~3650 or 3400-3300
alcohols	O-H stretch	~3650 or 3400 –
		3300
	C – O stretch	1260-1000
Aldehydes	C-H aldehyde stretch	~2850&~2750
	C=O stretch	~1725
ketones	C=O stretch	~1715
	C-C stretch	1300-1100
Carboxylic acids	O-H stretch	3400-2400
	C=O stretch	1730-1700
	C-O stretch	1320-1210

	O-H bend	1440-1400
esters	C=O stretch	1750-1735
	C-C (O) -C stretch	1260-1230
	(acetates)	
	C-C (O) -C stretch	1210-1160
	(all others)	
Acid chlorides	C=O stretch	1810-1775
	C-CI stretch	730-550
anhydrides	C=O stretch	1830-1800 &1775-
		1740
	C-O stretch	1300-900
amines	N-H stretch (1 per	1300-900
	N-H bond)	
	N-H bend	3500-3300
	C-N stretch (alkyl)	1640-1500
	C-N stretch (aryl)	1360-1250
	N-H (oop)	~800

Functional Group	Molecular Motion	Wave number (cm ⁻ 1)
amides	N-H stretch	3500-3180
	C=O stretch	1680-1630
	N-H bend	1640-1550
	N-H (bend (1)	1570-1515
Alkyl halides	C-F stretch	1400-1000
	C-Cl stretch	785-540
	C-Br	650-510
	C-I	600-485
nitriles	C,N triple bond stretch	~2250
Isocyanates	-N=C=O stretch	~2270
Isothiocyanates	-N=C=S stitch	~2125
Imines	R2C=N-R stretch	1690-1640
Nitro groups	-NO2 (aliphatic)	1600-1530&1390-
		1300

	-NO2 (aromatic)	1550-1490&1355-
		1315
Mercaptans	S-H stretch	~2550
Sulfoxides	S=O stretch	~1050
Sulfones	S=O stretch	~1300& ~1150
sulfonates	S=O stretch	~1350&~11750
	S-O stretch	1000-750
Phosphines	P-H stretch	2320-2270
	PH bend	1090-810
Phosphine oxide	P=O	1210-1140

وسئميت ببصمات الأصابع التي تميّز الشخص عن غيره. فإذا وضع طيفان أحدهما لمركب معروف والأخر لعينة مجهولة، ووجد أنهما يتطابقان في هذه المنطقة فبالتأكيد ستكون لمركبواحد، ذلك أنه لا يوجد مركبان يتطابق فيهما طيفا IR دون أي فروق.

جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء: InfraredSpectroscopy

هو أحد أجهزه تحاليل الطيف وتستخدم به مرايا محدبه ومقعره عاكسه على سطحها الأمامي ولهذه المرايا العديد من المميزات فهي ليس لها معامل إنكسار chromatic)

(aberrationويمكن صنعها من مواد صلبه وقاسيه دون النظر إلى النفوذيه الضوئيه كما أنه من السهل تثبيتها في الأجهزه.

أما النوافذ الضوئيه كالتي تحمي الكشاف (detector) وخلية العينه والمنشور فينبغي أن تصنع من ماده بلوريه صلبه تسمح للضوء ذو طول الموجه المعنيه بالنفاذ بصوره كامله إذا استعمل المنشور كموحد لطول الموجه فينبغي أن تحكم حمايته من الرطوبه مع وضع مجفف ليضمن عدم وصول الرطوبه إليه

لايمكن إستعمال المحاليل المائيه في خلايا العينات ولكن تأثر الخليه بالماء ليس السبب الوحيد في عدم إمكانية إستعمال المحاليل المائيه فالماء ذاته يمتص الأشعه تحت الحمراء بصوره كبيره ولذا لايمكن استعماله كمذيب.

هذا وينبغي أن تحفظ خلايا العينات في مجفف في حالة عدم إستعمالها.



المصادر الضوئيه:

إن المصادر الضوئيه الأكثر إستعمالاً هما مصباح نيرنست المتوهج (Nernst) ومصباح جلوبرالمتوهج (Globar) الأول عباره عن قضيب مكون من أكاسيد الزوركونيوم والسيريوم والثوريوم يسخن كهربائياً إلى درجة حرارة تتراوح بين 1000- 1800 درجة منويه أما الثاني فيتكون من قضيب من كربيد السيليكون Sintered Silicon) مؤيله أما الثاني يسخن إلى نفس درجة المصباح الأول. وعند هذه الدرجة المرتفعه يبث كل من هذين المصدرين الأشعه تحت الحمراء. وكلا المصدرين يحقق مطلبين هامين في المصدر الضوئي وهما عدم ذبذبة الشعاع الضوئي وثبات شدته لفتره طويله. ولكن نجد عملياً أن شدة الأشعه الضوئيه ليست هي نفسها عند كل الترددات المستخدمه.

الكشافات:

أكثر الكشافات إستعمالاً في أجهزة الأشعه تحت الحمراء هي مقياس الطاقه الحراريه) (bolometer) والمقاوم الحراري) : (thermocouple)

تحضير العينات وأنواع الخلايا المستعمله:

يستعمل طيف إمتصاص الأشعه تحت الحمراء لتعيين هوية المركبات الصلبه والسائله والغازيه ومن الطبيعي أن تعامل العينات بطرق مختلفه تتناسب مع حالة كل منها. في العينات الصلبه تسحق ثم تجعل على شكل عجينه مع ماده سائله عالية اللزوجه مثل زيت البرافين النيوجل (Nujol) أوشحم كلورو فلورو كربون ثم توضع كميه بسيطه من

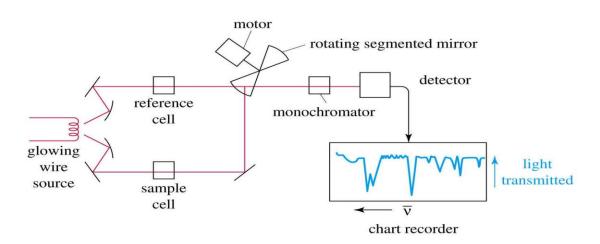
هذه العجينه بين قرصين من بروميد البوتاسيوم أو كلوريد الصوديوم لتكون طبقه رقيقه جداً. في العينات السائله فأبسطها هي التي يمكن أن توضع مباشره في خلية من كلوريد الصوديوم أو بروميد البوتاسيوم أوبروميد الثوريوم ثم يسجل طيف إمتصاص الأشعه تحت الحمراء للماده المراد دراستها . وفي الجهاز ثنائي الشعاع تستعمل خليه مماثله تحوي على ماده قياسيه (reference material) كالمذيب مثلاً . وينبغي حماية الخلايا من الرطوبه كما ينبغي تجفيف المذيبات العضويه قبل إستعمالها لأن وجود كميات قليله من الماء تؤثر على جدار الخليه مما ينتج عليه أخطاء كبيره وهذه الطريقه مناسبه للتحاليل الكيفيه والكميه . كما يمكن وضع قطره من العينه بين قرصين من بروميد البوتسيوم أو كلوريد الصوديوم كما يمكن وضع قطره من العينه بين قرصين من بروميد البوتسيوم أو كلوريد الصوديوم التكون طبقه رقيقه جداً ويسجل الطيف لها . ولكن هذه الطريقه لاتصلح إذا كانت الماده سريعة التبخر كما أنها لاتصلح للتحليل الكمي.

. في العينات الغازيه توضع في خلايا كبيره غالباً مايكون طولها 10 سم وتصنع نهاياتها من كلوريد الصوديوم أوبروميد البوتاسيوم.

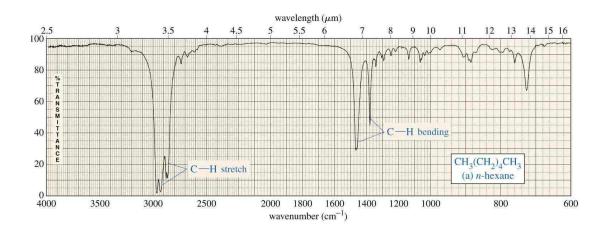
تطبيقات امتصاص الأشعه تحت الحمراء:

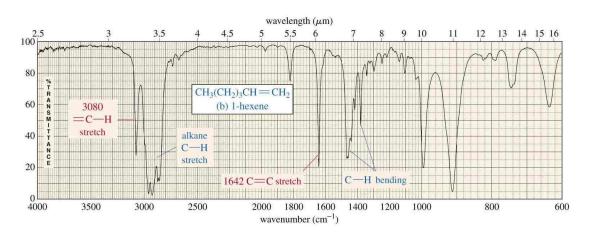
هو التحليل الكيفي للكثير من المركبات العضويه في حالتها النقيه أو في مزيج منها . كما أن تردد الشعاع الذي يمتصه جزيء من ماده ما تردد ثابت وهذا يعني إمكانية معرفة وجود ذلك الجزيء إذا عين طيف إمتصاصه . بالإضافه إلى ذلك فإن المجموعات الفعاله) (functional groups يمكن أن تسلك سلوكاً وكأنها كتل منفصله وتعطي طيف إمتصاص محدد لها . وهذه الحقيقه تمكننا من التعرف على العديد من المجموعات الفعاله المهمه في المركبات العضويه بواسطة مقارنة طيف المركب المجهول بأطياف المجموعات الفعاله الفعاله .

مخطط لجهاز الاشعة تحت لحمراء Schematic of a dispersive IR absorption spectrometer



الاتى عدد من الامثلة التطبيقية للاشعة تحت الحمراء





الجامعة المستنصرية كلية التربية الاساسية قسم العلوم / فرع الكيمياء

كيمياء التحليل الالي العملي

للمرحلة الرابعة قسم العلوم – فرع الكيمياء للسنة الدراسية 2018 - 2019

مدرس المادة أم رحيم جعفر عزيز

