وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

كلية التربية الاساسية –قسم العلوم /فرع الكيمياء

المرحلة:- الاولى /Group :

مختبر:الكيمياء العامة

اسم التجربة:----------

الغرض من التجربة:----------

تاريخ اجراء التجربة: / /2016

تاريخ تسليم التقرير: / /2016

اسماء الطلاب المشتركين بالتجربة:

مقدمة:-
يمتاز علم الكيمياء بأنه علم مخبري ، لذا فإن الاستعداد الجيد للتجربة ، بالقراءة المتأنية وفهم خطواتها واتباع إجراءات السلامة المرافقة لها يساعدك على الفهم الجيد للمادة ، ويقلل من التعرض للحوادث أثناء العمل في المختبر .

ومن أهم القواعد الواجب إتباعها لتحقيق السلامة في المختبر :
1- عدم العمل منفردا من دون مرشد في المخبر .
2- التحضير الجيد للتجربة بقراءتها بفهم والتأكد من جميع الإجراءات المزمع إتباعها عند التنفيذ .
3- الامتناع عن الأكل والشرب في المختبر .
4- ارتداء واقيات العين عند إجراء التجارب .
5- ارتداء الملابس المناسبة للعمل وغير المفتوحة أو الفضفاضة ، وعدم ارتداء الأحذية المفتوحة أو المشي حافيا .
6- ارتداء معطف المختبر لحماية الملابس .
7- عدم لمس أو تذوق أو استنشاق أية مادة كيميائية .
8- معرفة أماكن أدوات الإطفاء وكيفية استخدامها .
9- إبلاغ الشرف عن أية حادثة مهما كانت بسيطة.
10- إجراء التجارب المتوقع خروج أبخرة سامة أو قابلة للاشتعال منها ، داخل خزانة الغازات .
11- عدم ترك اللهب من دون مراقبة في التجارب التي تستلزم ذلك .
12- تنظيف ما يقع على الطاولات من مواد كيميائية مباشرة وأية زجاجيات مكسورة ، وترك المكان نظيفا بعد الانتهاء من العمل .
13- غسل اليدين جيدا بالماء والصابون ،بعد الإنتهاء من التجربة وقبل مغادرة المختبر .

المختبر (laboratory):

هو المكان الذي تتم فيه التجارب العملية وهو يحتوي على غاز للإمداد بالطاقة الحرارية ومصدر للماء ويكون عبارة عن صنبور للماء ويحتوي المختبر على أدراج تحوي بداخلها الأدوات الكيميائية وأيضا المواد الكيميائية وفي مختبراتنا يتم وضع ملصق على كل درج يوضح ما يحتويه حتى يمكن أن يتم إتمام التجربة بكل سلاسة ويسر ولكي يتم ذلك لابد للطالبة أن تعطي جزء من وقتها في التعرف على المختبر وما يحتويه ويكون ذلك في أول محاضرة أو في وقت مبكر قبل البدء بعمل التجارب وذلك من أجل أن توفر الوقت والتقليل من العامل النفسي أثناء عمل التجارب والقسم يتيح للطالبات التعلم في كل وقت وفي هذا ضمان لسلامتها أيضا.

كما يحوي المختبر على دولاب شفط الغازات (Hood) وفيه يتم عمل التجارب التي تشمل مواد مركزة أو تلك التي ينتج عنها روائح نفاذة.

والآن نأتي إلى الأدوات التي نرى من المهم معرفتها لأنه لا يخلو أي مقرر تقريبا من استخدامها أو بعضها وهي تفيد الطالبة حتى في التخصصات الأخرى ولعلنا نعرج على البعض منها.

الميزان(balance):

ويستخدم لقياس كتلة المواد الكيميائية وله أشكال مختلفة فمنها مايقيس لرقمين عشريين وهو الأكثر شيوعا في هذا المقرر ومنها ما يصل لقراءة خمس أرقام عشرية وتكون القراءة لبعض الموازين بأن تتأكد الطالبة من حالة الحلقة الدائرية وهي عبارة عن فراغ دائري والتي تكون خلف الميزان بأن تثبت في الوسط وهذه عادة تقوم بعملها فنية المختبر قبل بدء التجربة, ثم يتم تشغيل الجهاز عن طريق الضغط على زر (Off\On) ثم يصفر الجهاز ثم يوضع فيه ورق الوزن فيظهر وزنه ثم نقوم بتصفير الجهاز حتى يلغي وزنه ثم نضع المادة المراد قياسها على الورقة حتى يكون الرقم الظاهر هو الرقم الخاص بالمادة فقط هذا إذا كانت المادة صلبة أما إذا كانت المادة سائلة فإننا نستخدم الكأس بدل الورقة ونقوم بعمل ما قمنا به سابقا.

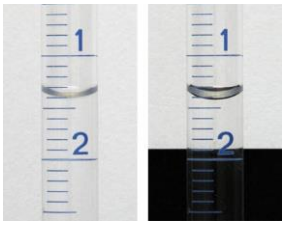
الثرمومتر (thermometer) :

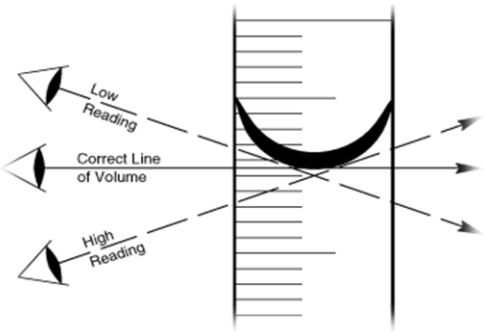
أو الميزان الحراري وهو الذي يقيس حرارة المحاليل وكما هو ظاهر بالرسم يتكون من تدريج يختلف حسب صنع الترمومتر ويقع بأسفله إنتفاخ يوجد به زئبق حساس لدرجة حرارة الجسم الذي يوضع به فيتمدد عبر أنبوبة شعريه للأعلى ليعطي القراءة المطلوبه ونسبة الدقة توضح على الميزان نفسه, ويجب إستخدامه بحذر لخطورة الزئبق .وحيث أن بعض التجارب تتطلب وجوده في أنبوبة داخل حمام مائي يتطلب من الطالبة الانتباه لقراءته أثناء التجربة والتأكد من صحة عمله وهل مازال محتفظ بحساسيته لدرجة حرارة الوسط الموجود فيه,

السحاحة (burette):

وهي من أهم الأدوات المستخدمة في المعايرة لذلك فهي تستخدم للحجوم الدقيقة ,وهي تصنع من الزجاج ولها مقاسات مختلفة ولكن الشائع في مختبرنا والمستخدم السحاحة ذات 50 ml أو Cm^3 حيث يوجد بها تدريج من (0إلى 50 ml) أي أن الحجم خارج هذا التدريج غير محسوب لذلك يجب الدقة أثناء التجربة ,وتعبأ السحاحة بأحد مواد المعايرة عن طريق وضع القمع بالأعلى لكي يتسنى دخول المادة بسهولة وبأمان وهذه المادة إما حمض أو قاعدة أودليل ذاتي أوحسب ما يخدم تجربة الطالب ويحقق له هدفه

وتتم قراءة الحجم النازل من المادة المعبأة في السحاحة عن طريق قراءة الجزء الفارغ من الأعلى وليس الجزء الممتلئ بالمادة كما تتم قراءة الحجم الصحيحة بحيث تكون العين عامودية تماما ومباشرة على أخفض نقطة لتقعر السائل وليست منحرفة للأعلى أو للأسفل كما في الرسم,



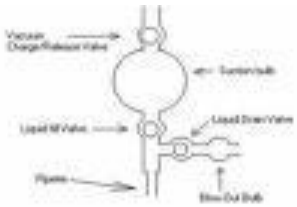


وتسجل تلك القراءة وبطرحها من القراءة الإبتدائية قبل بدء تلك التجربة حتى نحصل على الحجم اللازم للمعايرة. كما يجب التأكد من نظافة السحاحة قبل استخدامها وأنها صالحة للاستعمال بحيث أنها لا يحدث لها تسريب للمادة السائلة بها أثناء المعايرة.

الماصة pipette:

وتستخدم للحجوم الدقيقة أيضا, ولها أحجام مختلفة ولها نوعان ماصة مدرجة وماصة قياسية كما في الشكل التالي

وحتى نفرق بينهما نبدأ بالماصة القياسية ولكل ماصة قياسية حجم خاص بها وهي عبارة عن أنبوبة لها فتحتان و لها إنتفاخ في المنتصف وتنتهي إلى حد معين هذا الحد كتب عليه الحجم اللازم , أما المدرجة فهي لها حجم معين يمكن استيعابه بداخلها لكنه لها تدريج يبدأ من الصفر حتى هذا الحجم أي يمكن سحب أحجام أقل من أو تساوي الحجم اللازم من خلال الماصة المدرجة سواء كانت أرقام صحيحة أو عشرية ويتم سحب المادة من الكأس المحفوظ فيه عن طريق إستخدام مضخة كما في الشكل:



وتعمل بأن يتم تفريغها من الهواء بالضغط على الإنتفاخ في المنتصف ثم تثبيتها في الماصة من الأعلى وغمس الماصه في المحلول المراد السحب منه ثم الضغط على الجزء فوق الانتفاخ ويكتب عليه سهم للأعلى حتى يصل السائل إلى أن تكون أخفض نقطة في التقعر على الخط الموجود في

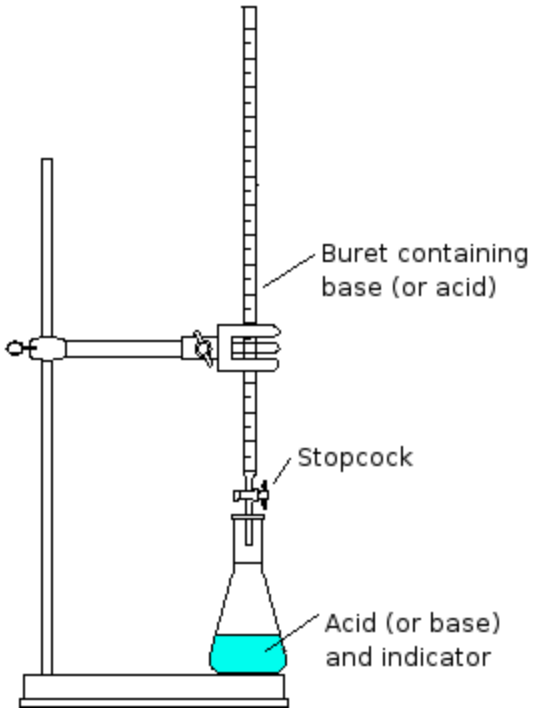
السحاحة إن كانت قياسية أوعلى الخط المطلوب إن كانت مدرجة. إذا تعدت الخط يوجد سهم جانبي يشير لليمين أو اليسار تضغط عليه الطالبة لكي يعمل على إنزال السائل حتى العلامة المطلوبة.

الكأس(beaker) :

يستخدم للحجوم التقريبية وله أحجام مختلفة وفيه تعبأ المواد المستخدمة لكل مجموعة قبل بدء التجربةكما في الرسم,

الدورق المخروطي:

ويطلق عليه كثيرا دورق المعايرة وهو عبارة عن دورق ايرلنماير وتوضع فيه المادة من الماصة غالبا ثم نقوم بعملية المعايرة حيث نقوم بإنزال الحجم المكافئ من السحاحة ولمعرفة ذلك يعتمد على حسب طبيعة المواد المعايرة . ونحتاج أحيانا إلى إضافة كاشف أو دليل وأحيانا يكون الدليل ذاتيا.



القمع : وهو من أدوات المختبر الشائعة ويستخدم للترشيح وفي عملية المعايرة حيث يوضع في السحاحة ثم يضاف السائل المطلوب حتى لا تنسكب المادة ولا تؤذي طالب المعمل.

الدورق القياسي أو الحجمي(standard flask) :

و يستخدم للحجم الدقيق وهو عبارة عن دورق زجاجي طويل العنق ذو إنتفاخ من الأسفل وله أحجام مختلفة أي أن كل دورق له حجم معين يوضح ذلك من خلال علامة موجودة في العنق

الاسطوانة المدرجة:

وهي مصنوعة من الزجاج ويستخدم للحجوم التقريبية كما في الشكل التالي.

قارورة الغسيل:

وهي عبارة عن قارورة مصنوعة من البلاستيك لونها أبيض شفاف غطائها ينتهي بفتحة ضيقة تملأ بالماء المقطر حيث تستخدم عند كل مجموعة من الطالبات لغسيل الأدوات بالماء المقطر وأحيانا تملأ بالأستون لتجفيف وتنظيف إناء التفاعل.

غسيل الأدوات:

يتم غسل الأدوات بالماء العادي ثم المقطر إذا لم تكن متسخة أما إذا كانت متسخة جدا تغسل بمحلول التنظيف ثم الماء العادي ثم المقطر, ويضاف بالنسبة للماصة والسحاحة تغسل في أخر مرحلة بالمادة التي ستوضع بداخلها أما الدورق المخروطي فيغسل بالماء المقطر فقط في أخر مرحلة لأنه الإناء الذي يتم فيه التفاعل.

1. Test Tube
2. Test Tube Rack

Test Tube Holder

Reagent Bottle

Beaker

Bunsen Burner

Stand and Clamp

Crucible

Measuring Cylinder

Dropper

Electronic Balance

Evaporating Dish

Filter Funnel

Flat Bottomed Flask

Safety Glasses

Mortar and Pestle (used for grinding paste or powder)

Round Bottomed Flask

Spatula

Tripod

البلورة وإعادة التبلر: Crystallization and Recrystallization

1-أهداف التجربة :

تعتبر عملية البلورة إعادة البلورة من أفضل الطرق المستخدمة في تنقية المواد الكيميائية الصلبة وهي أكثر استقرار وأسهل تداولاً من السوائل والزيوت إذ يمكن تنقيتها وتشخيصها بسهولة . فأهمية تنقية وبلورة المواد الكيميائية يأتي بعد تحضيرها من موادها الأولية في المختبرات أو استخلاصها وفصلها من المصادر الطبيعية النباتية أو الحيوانية.

2-الخلفية النظرية:

عند تحضير المركبات العضوية الصلبة في المختبرات فإن الناتج معظم حالاته يكون غير نقي ومصحوباً بنواتج ثانوية أخرى أو شوائب بنسب مئوية تختلف وظروف التجربة. ولتنقية هذه المركبات فإن عملية البلورة وإعادة البلورة تعتبر من أفضل الطرق المتبعة لهذا الغرض . فأحد الشروط الأساسية المهمة في عملية البلورة هو اختيار المذيب المناسب والذي يجب أن تتوفر فيه الشروط التالية:

- أن تكون ذوبا نية المادة الصلبة العضوية في هذا المذيب عالية على الساخن (في درجات الحرارة العالية) وضئيلة على البارد.
- أن تكون الشوائب قابلة للذوبان في المذيب على البارد حتى يتم فصلها والتخلص منها بخطوة الترشيح الأخيرة، أو لا تذوب نهائياً فيه حتى بعد التسخين وبذلك يتم فصلها بالترشيح الأول أي بعد تسخين المادة مع المذيب في الخطوة الأولى.
- أن يكون المذيب متوسط أو سريع التطاير حتى يتم تجفيف البلورات بسهولة لتعيين درجة انصهارها .
- أن يكون المذيب غير سام شديد الاشتعال (قدر الإمكان).

فاختيار المذيب المناسب في عملية البلورة يتوقف على تركيب المركب ويتم على أساس قاعدة الذوبانية المعروفة (الشبيه يذيب شبيهه) والمركبات القطبية التي تحتوي على مجاميع هيدروكسيل أو كربونيل أو أمينات أو أحماض كربوكسيلية فإنها تذوب في الماء والكحولات وذلك و عن طريق تكوين روابط هيدروجينية مع المذيب بينما المركبات التي لا تحتوي على مجاميع قطبية فإنها أكثر ذوباناً في الإيثر البترولي والبنزين ورباعي كلوريد الكربون و الدايوكسان ، وهناك مذيبات أخرى لها خصائص مشتركة مثل الأسيتون الذي يذيب النوعين من المركبات .أنظرالجدول (4) لاختيار المذيب المناسب. وفي حالة وجود أكثر من مركب واحد مطلوب من الناتج الخام ، فإنه يجب عمل البلورة الجزئية (Fractional Crystallization) وذلك بإذابة الناتج الخام في مذيب مناسب وغليه حتى درجة الإشباع . وفي هذه الحالة فإن المحلول الناتج سيكون مشبعاً بأحد المركبات وغير مشبع بالمركب الآخر ، يبرد المحلول تدريجياً حتى ينفصل المركب الأول بشكل بلورات

نقية ثم يفصل بالترشيح , أما الراشح المتبقي فيغلى حتى يتبخر جزء من المذيب ويصبح مشبعاً لأحد مكوناته الذي ينفصل بصورة نقية بالتبريد البطيء.

تكرر العملية عدة مرات في كل مرة تختبر نقاوة البلورات المنفصلة وذلك بواسطة تعيين نقاط انصهارها ، وقد تحتاج العملية إلى إعادة بلورة حتى نحصل على مركبات عالية النقاوة . فهناك بعض التحضيرات العضوية تنتج مشتقات لها أشكال بلورية مختلفة ومتقاربة في سرعة انفصالها وبلورتها وفي هذه الحالة يفضل التبريد البطيء جداً لكي يعطي فرصة كافية للبلورات كي تنمو وتكبر بصورة جيدة حتى يمكن تمييزها إما بالعين المجردة أو بواسطة المجهر وهناك احتمال فصلها بواسطة الإبرة وهذا ما تم فعلاً في فصل أنداد ملح حمض الطرطريك المكونة من نوعين مختلفين من البلورات بواسطة العدسة والملقط من قبل العالم (باستور) عام 1848.

فعملية انفصال البلورات من المحاليل قد تتأخر في بعض الأحيان وقد لا تتم نهائياً وفي هذه الحالة تتبع إحدى الطرق التالية :

- – يجب عمل احتكاك مابين جدران الدورق الذي يحتوي على المحلول مع قضيب زجاجي أو معدني.
- – إضافة عدة بلورات من المركب النقي إن كان متيسراً.
- – إضافة مذيب آخر قابل للامتزاج مع المذيب الأول وأقل تذويباً للمركب المطلوب والتعكير الناتج في البداية يمكن إزالته بالرج ، يستمر بإضافة المذيب ويسخن المحلول حتى يتكون تعكير ثابت يعمل كنواة لتجميع الجزيئات الأخرى حولها بشكل بلوري أثناً التبريد البطيء للمزيج . فالحالات التي يتحول فيها المركب الصلب إلى سائل زيتي داخل المحلول في درجة حرارة الغرفة يستحسن التبريد في حمام ثلجي مع الاستمرار في حك جدار الدورق الذي يحتويها بقضيب زجاجي أو معدني كما ذكرنا أعلاه. إن الحالات التي يصعب فيها اختيار مذيب مناسب لذوبان المركبات العضوية الصلبة يستحسن فيها استخدام مذيبات أعلى في السلسلة الكربونية حيث أن ارتفاع درجات غليانها قد يساعد على الذوبان ولذلك يستبدل البنزين بالتلوين أو الزايلين في إذابة المركبات غير القطبية أو تستخدم الكحولات العالية في إذابة المركبات القطبية بدلاً من الكحول الإيثيلي ، وقد يستخدم البيريدين وحمض الفورميك النيترو بنزين في حالات أخرى .

2-2- إعادة البلورة:

يتم اختبار المذيب المناسب المذيب المناسب الذي لا يتفاعل مع المادة الصلبة المراد تنقيتها والذي يذيبها عند درجة حرارة مرتفعة ولا يذيبها عند درجات الحرارة العادية ، وبذلك تترسب المادة عندما يبرد المحلول . وغالباً ما يستخدم الفحم النباتي أثناء عملية البلورة ليمتز الشوائب الملونة.

تجربة (بلورة حمض بنزويك):

زن حوالي 1.5جم من حمض بنزويك , وضعه في دورق مخروطي Conical flask سعته 100 مل . بعد ذلك أضف 35مل ماء مقطر.

وقليلاً من الفحم النباتي وخرزتا غليان , ثم سخن الدورق حتى غليان الماء باستخدام موقد بنزين مع تحريك الدورق حتى ذوبان الحمض . رشح المحلول الساخن للتخلص من الفحم النباتي وأية شوائب أخرى غير ذائبة وذلك باستخدام ورقة ترشيح ذات طيات في قمع ترشيح مع ملاحظة الإسراع بعملية الترشيح هذه حتى لا يترسب أي من بلورات الحمض على ورقة الترشيح ولتفادي ذلك يستخدم قمع ترشيح ساخن . دع الراشح يبرد حتى تنفصل بلورات الحمض (يمكن استخدام حمام ثلجي لنتأكد من أن جميع بلورات الحمض قد انفصلت من المذيب). بعد ذلك رشح بلورات الحمض باستخدام قمع بوخنر يوضع في قمع بوخنر ورقة ترشيح لها نفس مساحة قاع القمع ثم تلصق في القاع باستخدام قليل من المذيب المستخدم للبلورة . خذ بلورات الحمض وضعها في جفنه وجففها بوضعها في غرفة سحب الغازات لمدة يوم أو في مجفف يحتوي على مادة مجففة للماء مثل كلوريد الكالسيوم . بعد ذلك قس درجة انصهار الحمض النقي وقارنها بدرجة انصهار الحمض قبل البلورة (كلما ازدادت الشوائب كلما انخفضت درجة الانصهار) وكذلك عين وزن بلورات الحمض النقية واحسب النسبة المئوية للشوائب الموجودة في الحمض.

: تقدير ماء التبلور في كبريتات النحاسيك المائية

نظرية التجربة:

كبريتات النحاس الثنائي

كبريتات النحاس الثنائي مركب كيميائي له الصيغة CuSO4 ، ويكون على شكل مسحوق بلورات زرقاء عندما يكون خماسي الماء $CuSO_4 . 5H2O$، في حين أنه يكون على شكل مسحوق ذي لون أبيض إلى رمادي عندما يكون بالشكل اللامائي. صيغة جزيئية $CuSO_4$ والكتلة المولية = 159.609 غ/مول (لامائي) ويساوي 249.68 غ/مول (خماسي الماء)المظهر مسحوق أبيض للملح اللا مائي ويكون بشكل بلورات زرقاء اذا كان خماسي الماء. الذوبانية في الماء31. 6 غ/100 مل ماء عند 0 °س .

الخواص

ينحل مركب كبريتات النحاس بشكل جيد في الماء 36.6 غ لكل 100 مل ماء عند الدرجة 20°س. ينحل بصعوبة في الميثانول، لكنه غير منحل في الإيثانول . للمحاليل المائية من كبريتات النحاس صفة حمضية ضعيفة، الأس الهيدروجيني pH لمحلول 0.2 مولي مقداره 4. يؤدي التسخين إلى فقدان الماء البلوري بشكل تدريجي، حيث يفقد جزيئتي ماء عند الدرجة 95°س ليصبح ثلاثي هيدرات. باستمرار التسخين إلى الدرجة 110°س يفقد أربع جزيئات ماء ليصبح أحادي هيدرات. نحصل على الشكل الخالي من الماء بالتسخين فوق 150°س. يتفكك المركب إذا جرى تسخينه فوق الدرجة 650°س إلى أكسيد النحاس الثنائي وغاز ثلاثي أكسيد الكبريت حسب المعادلة:

$$CuSO_4 \rightarrow CuO + SO_3$$

التحضير

يحضر مركب كبريتات النحاس الثنائي من حل (إذابة) فلز النحاس في حمض الكبريتيك المدد والساخن بوجود أكسجين الهواء

$$Cu + H_2SO_4 + 1/2\ O_2 \rightarrow CuSO_4 + H_2O$$

طريقة العمل:

1- تسخين بوتقة خزفية فرن وعند درجة حراره 115-120 مْ ولمدة 15 دقيقة ثم توزن بدقة في ميزان تحليلي حساس . تعاد العملية عدة مرات الى ان يثبت الوزن (ملاحظة :يقبل الوزن او يعتبر ثابتا عندما يكون الفرق بين الوزنتين المتعاقبتين 0.1 ملغم .

2- ضع في البوتقة 1.0- 1.5جرام من كبريتات النحاس المائية.

3- سخن البوتقة في فرن التجفيف عند درجة حرارة 150- 160º م لمدة نصف ساعة.

4- دع البوتقة تبرد لمدة 5- 10 دقائق في المجفف ثم أوزنها. وتعاد العملية عدّة مرات الى ان يثبت الوزن

الحسابات:

وزن البوتقة فارغة = X جم

وزن البوتقة فارغة + الملح المائي = Y جم

وزن البوتقة فارغة + الملح بعد التجفيف = Z جم

وزن الملح المائي = X -Y جم

وزن ماء التبلور الموجود بالملح = Z -Y جم

وزن الملح المائي بالعينة(Y-X جم = وزن ماء تبلور(Z-Yجم) * (X MWt. H_2O /MWt. $CuSO_4.XH_2O$)

حيث X هو عدد جزيئات الماء. (يقرب الرقم إلى اقرب عدد صحيح)

النسبة المئوية النظرية للماء = الجزء / الكل × 100= (عدد جزيئات الماء *وزن جزيئي للماء/ وزن جزيئي للملح المائي) * 100

النسبة المئوية العملية يمكن حسابها من خلال عمل التجربة

كيفية حساب الخطأ المطلق :

الخطأ المطلق = القيمة العلمية – القيمة النظرية

كيفية حساب الخطأ النسبي :

$$\text{الخطأ النسبي} = \frac{\text{الخطأ المطلق}}{\text{النسبة المئوية النظرية}} \times 100$$

الاسئلة :

1.قارن بين النسبة المئوية العملية والنظرية لكمية الماء في النموذج ؟

2.احسب الخطأ المطلق او الخطأ النسبي ؟

3.لماذا تبرد الجفنة في مجفف بعد تسخينها ؟

4.لماذا يلزم تسخين الجفنة وهي فارغة ؟

5.ماذا تستدل من العبارة التالية :

"لا يمكن تسخين $CuSO4.5H2O$ الى درجة حرارة فوق 650 مئوية لطرد الماء منه

6.هل يمكن تقدير الماء في المواد التالية بنفس الطريقة اعلاه؟

$(BaCl_2.2H_2O)$, $Na_2B4O_7.10H_2O$, $MgSO_4.7H_2O$

7.احسب نقاوة الملح (النموذج) المستخدم في التجربة

8.احسب عدد جزيئات الماء في الملح المستخدم عمليا.