كلية العلوم

القسم : **الكيمياء**

السنة : **الثالثة**

المادة : كيمياء بيئية

المحاضرة : ٢+٣/عملي/

{{ مكتبة A to Z }}

Facebook Group : مكتبة A to Z

2026

كلية العلوم ، كلية الصيدلة ، الهندسة التقنية

١٠

يمكنكم طلب المحاضرات برسالة نصية (SMS) أو عبر (What's app-Telegram) على الرقم 0931497960

4-5-3 تحديد تأكسدية الماء

Determination of Water Oxidation

تُعدّ تأكسدية الماء دليلاً غير مباشر على كمية المواد العضوية التي يحتويها، فهي تُعبر عن كمية الأكسجين أو برمنغنات البوتاسيوم $KMnO_4$ المستهلكة في أكسدة المواد العضوية الموجودة في الماء. تقوم هذه الطريقة على مبدأ مفاده أن المحلول الحمضي أو القلوي من $KMnO_4$ يستطيع منح الأكسجين بوجود مواد قادرة على التأكسد كما هو موضح في المعادلة الآتية:

$$2KMnO_4 + 3H_2SO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 3H_2O + 5O$$

- يُرجع الفائض من البرمنغنات بحمض الاكزاليك (الحماض) وفق المعادلة الآتية:

$$2KMnO_4 + 5H_2C_2O_4 + 3H_2SO_4 \longrightarrow K_2SO_4 + 2MnSO_4 + 10CO_2 + 8H_2O$$

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مدرجة حجم" V=20ml من ماء الصنبور، ويُسكب في إرلنماير سعة 250ml، ويُكمل الحجم حتى 100ml بالماء المقطر، ثمَّ يُضاف إليه 5ml من حمض الكبريت 25%.

2- تُملأ السحاحة (1) بمحلول برمنغنات البوتاسيوم 0.01N، والسحاحة (2) بمحلول حمض الاكزاليك 0.01N.

3- يُسخن المحلول حتى الغليان، ثمَّ يُضاف إليه من السحاحة (1) 10ml من محلول 0.01N $KMnO_4$. يُغلى المزيج لمدة عشر دقائق ابتداءً من لحظة ظهور أول فقاعة من الهواء. يجب أن يكون السائل أحمر اللون بعد الغليان مما يُشير إلى وجود فائض من المؤكسد، وإذا لم يتحقق ذلك وجب إعادة التجربة على أن تؤخذ كمية أقل من الماء للتحليل.

4- يُضاف من السحاحة (2) إلى السائل الساخن 10ml من محلول 0.01N $H_2C_2O_4$، فيزول عندئذ لون المحلول.

5- يُعايَر الفائض من $H_2C_2O_4$ بمحلول 0.01N $KMnO_4$ حتى ظهور لون وردي.

6- يُسكب في إرلنماير جديد سعة 250ml ما مقداره 5ml من H_2SO_4 و 100ml من الماء المقطر، ويجرى التحليل كما هو وارد في الخطوات 3 و 4 و 5.

7- تُحسب تأكسدية الماء وفق العلاقة الآتية:

$$X\ (mg/l) = \frac{\left[(V_3+V_1)-(V_3+V_2)\right]\times 0.08\times 1000}{V} = \frac{(V_1-V_2)\times 0.08\times 1000}{V}$$

حيث تمثل: V_3(ml): الحجم المستهلك من محلول 0.01N $KMnO_4$ في عملية الأكسدة.

V_1(ml): الحجم المستهلك من محلول 0.01N $KMnO_4$ في مُعايَرة الفائض من $H_2C_2O_4$ في التجربة الأساسية.

V_2(ml): الحجم المستهلك من محلول 0.01N $KMnO_4$ في مُعايَرة الفائض من $H_2C_2O_4$ في تجربة مقارنة.

0.08: كمية الأكسجين مُقدرة بالغرام والموافقة تماماً لـ 1ml من محلول 0.01N $KMnO_4$.

(V) ml: حجم المحلول المدروس من الماء.

3-5-5 تحديد كمية الأكسجين الذائب (DO) في المياه

Determination of the Amount of Dissolved Oxygen (DO) in Water

تُعدّ طريقة وينكلر (Winkler) المعتمدة على اليود من أكثر الطرائق استخداماً في تحديد كمية الأكسجين الذائب في المياه، وتنحصر فائدة الأكسجين الذائب في المياه ليس فقط بأهميته البالغة لحياة الكائنات الحية المائية وإنما أيضاً بقدرته على أكسدة الشوائب العضوية في المياه، تُعتمد طريقة وينكلر على ترسيب هيدروكسيد المنغنيز الثنائي $Mn(OH)_2$ في الماء، والذي يمتص امتصاصاً تاماً كامل الأكسجين الذائب في المياه متحولاً بذلك تحولاً كمياً وسريعاً إلى هيدروكسيد المنغنيز الثلاثي $Mn(OH)_3$ وفق التفاعل الآتي:

$$4Mn(OH)_2 + 2H_2O + O_2 \longrightarrow 4Mn(OH)_3$$

راسب بني اللون

يذوب الراسب المتشكل بإضافة حمض الفوسفور المركز متحولاً بذلك إلى فوسفات المنغنيز الذي يحرر اليود من يوديد البوتاسيوم (الموجود في كاشف وينكلر) وفق التفاعل الآتي:

$$2Mn(OH)_3 + 2I^- + 6H^+ \longrightarrow 2Mn^{2+} + I_2 + 6H_2O$$

يُعايَر اليود الناتج الذي يكافئ كمياً كمية الأكسجين الذائب في الماء بوساطة

محلول ثيوكبريتات الصوديوم 0.0125M وفق التفاعل الآتي:

$$2Na_2S_2O_3 + I_2 \longrightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI$$

نستنتج من ذلك أن كل 4 مولات من الثيوكبريتات تكافئ مولاً واحداً من الأكسجين

الذائب، تخضع هذه الطريقة لحالة تشويش رئيسة ناجمة عن وجود شوارد النتريت في المياه (خصوصاً المياه التي تعود بمصدرها إلى مياه الصرف الصحي)، يمكن التغلب على هذه الظاهرة بمعالجة عينة المياه الأصلية بأزيد الصوديوم NaN_3 الذي يعمل على تخريب أية كمية من شوارد النتريت في المياه بعد تحميضها وفق التفاعل الآتي:

$$HNO_2 + NaN_3 + HCl \longrightarrow N_2 \uparrow + N_2O + NaCl + H_2O$$

خطوات العمل:

1- تُملأ زجاجة ذات غطاء مصنفر سعة 200-250ml بالماء المراد تحليله مع مراعاة صب الماء على جدار الزجاجة.

2- تقاس درجة حرارة المياه باستخدام ميزان حرارة، يترك لمدة ثلاث دقائق على الأقل في الماء المدروس.

3- يضاف بوساطة الماصة وبالقرب من قعر الزجاجة 1ml من محلول المنغنيز الثنائي 50% (ملاحظة1)، ثم 1ml من محلول كاشف وينكلر (الملاحظتين 2 و3).

4- تغلق الزجاجة مع توخي الحذر من تشكل فقاعات هوائية داخلها، تُخض الزجاجية (يجب الانتباه إلى الغطاء خشية وقوعه) مرات عدة، ثمَّ تترك جانباً حتى إتمام الترسيب (15min على الأقل)، ويترسب هيدروكسيد المنغنيز الثلاثي على هيئة راسب بني اللون.

5- يضاف إلى الراسب بوساطة الماصة وبالقرب من قعر الزجاجة حجم" مقداره 2ml من محلول حمض الفوسفور المركز 85%، وتجدر الإشارة إلى أنه كلما كان اللون أحمراً غامقاً وسميكاً، دلَّ ذلك على وجود الأكسجين بكمية أكبر.

6- تُغلق الزجاجة من جديد، وتُقلب بحذر رأساً على عقب مرات عدة حتى الذوبان الكامل للراسب، وتحرر اليود في المحلول (ملاحظة4).

7- يؤخذ بوساطة اسطوانة مُدرَّجة حجم" مقداره 100ml من عينة الماء الموجود في الزجاجة. تنقل إلى إرلنماير سعة 250ml.

8- تملأ السحاحة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم العياري 0.0125 M.

9- يُعايَر اليود المُتحرر الذي يكافئ كمية الأكسجين الذائب في الماء بإضافة محلول

ثيوكبريتات الصوديوم العياري من السحاحة على دفعات مع التحريك الدوراني المستمر للإرلنماير. ينخفض تركيز اليود أثناء المُعايَرة، فيتحول لون المحلول تدريجياً إلى الأصفر، ثمَّ إلى الأصفر الباهت، ويُضاف عندئذ 2ml من محلول مطبوخ النشاء، ويمزج المحلول جيداً فيتلون بلون أزرق داكن.

10- تتابع المُعايَرة من جديد بإضافة محلول ثيوكبريتات الصوديوم بحذر وببطء حتى لحظة اختفاء اللون الأزرق تماماً من المحلول وتحوله إلى عديم اللون، مما يشير إلى نهاية المُعايَرة. يُسجَّل حجم ثيوكبريتات الصوديوم.

11- يُحسب محتوى الماء من الأكسجين المذاب بواحدة mg/l حيث أن:

$$1ml(Na_2S_2O_3)\ \ 0.0125M \cong 1mg \text{ (أكسجين مذاب)}$$

ملاحظات:

1- يُحضَّر محلول المنغنيز الثنائي بإذابة 50g من كبريتات المنغنيز الثنائي خماسي الماء في دورق مُعايَرة سعة 100ml يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر، ويُمدَّد المحلول بعد ذلك بالماء المقطر حتى إشارة التدريج الموجودة على عنق الدورق.

2- يُحضَّر كاشف وينكلر بإذابة 40g من هيدروكسيد الصوديوم النقي و 20g من يوديد البوتاسيوم في دورق مُعايَرة سعة 100ml ويحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر، ويُمدَّد المزيج بعد ذلك بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.

3- يضاف إلى كاشف وينكلر المُحضَّر في الملاحظة (2) 0.5g من أزيد الصوديوم NaN_3 بغية التخلص من شوارد النتريت في حال وجودها في عينةالماء(عينة صرف صحي).

4- ينبغي في حال عدم ذوبان الراسب ذوباناً تاماً إضافة كمية قليلة فائضة (قطرات عدة) من حمض الفوسفور.

6-5-3 تحديد كمية الأكسجين المستهلك حيوياً (BOD) في المياه

Determination of Biological Oxygen Demand in (BOD) in Water

تؤثر في كمية الأكسجين المذاب في الماء عوامل عدة منها إعادة التهوية وهي عملية يدخل فيها الأكسجين إلى الماء عن طريق ملامسة سطح الماء للهواء الجوي، ويزداد انتقال الأكسجين وذوبانه في الماء بازدياد المساحة السطحية للماء الملامس

للهواء الجوي، فعندما تكون كمية الأكسجين المذاب في الماء أقل من حد الإشباع، فإنّ الأكسجين يذوب في الماء ذوباناً يتناسب طرداً مع نقص الإشباع، وتجدر الإشارة إلى أن الأكسجين يذوب في الماء الجاري بسهولة أكثر من الماء الراكد.

تتم عملية التمثيل الضوئي في النهار، ويتحرر نتيجة لذلك الأكسجين مما يزيد من كمية الأكسجين المذاب في الماء نهاراً، وتتأثر كميته هنا بكمية النباتات المائية وكذلك بشدة الضوء. وتجدر الإشارة إلى أن النباتات المائية تستهلك الأكسجين أثناء التنفس بصورة مستمرة من الماء.

تؤثر أكسدة الفضلات في كمية الأكسجين المذاب في الماء، إذ تستخدم الكائنات الدقيقة وخاصة البكتريا المواد العضوية (بقايا الغذاء ومياه المخلفات البشرية السائلة وبقايا النباتات وغيرها) كغذاء لها، وتجدر الإشارة إلى أن المواد العضوية المُعقَّدة تتحلل خلال هذه العملية إلى مواد عضوية ولاعضوية بسيطة، وهناك نمطان من التحلل هما:

1- التحلل الهوائي Aerobic Decomposition

يحدث التحلل الهوائي في حالة توفر الأكسجين ويتم بالنسبة للسكر على النحو الآتي:

$$C_6H_{12}O_6 + 6O_2 \longrightarrow 6CO_2 + 6H_2O + \text{طاقة}$$

يتم التحلل الهوائي بالنسبة للبروتين وفق التفاعل غير المتوازن الآتي:

$$C_xH_yO_zN_2O + O_2 \longrightarrow CO_2 + 2NH_4^+ + SO_4^{2-} + \text{طاقة}$$

يمكن للبكتريا عند استنفاذ المادة العضوية أن تحصل على الطاقة اللازمة لها من أكسدة أملاح الأمونيوم وفق التفاعل الآتي:

$$NH_4^+ + 2O_2 \longrightarrow 2H^+ + H_2O + NO_3^- + \text{طاقة}$$

تسمى هذه العملية بالنترجة Nitrification.

يتضح مما سبق أن نتائج التحلل الهوائي ليست مزعجة كونها تقتصر فقط على تحول الكربون إلى ثنائي أكسيد الكربون والهيدروجين إلى ماء والآزوت إلى أمونيوم ثمَّ إلى نترات والكبريت إلى كبريتات، إلا أن الملاحظة المهمة التي يجب أخذها بالحسبان هو انتزاع الأكسجين من الماء Deoxygenating أثناء عملية التحلل الهوائي، مما يسبب في انخفاض كمية الأكسجين الذائب في الماء التي قد تصل أحياناً إلى الصفر، وهذا ما يهدد ليس فقط بالقضاء على حياة الكائنات الحية المائية المعتمدة في حياتها على الأكسجين.الذائب في الماء بالدرجة الأولى، وإنما ببدء عملية التحلل اللاهوائي.

2- التحلل اللاهوائي Anaerobic Decomposition

يستمر نشاط البكتريا عند استنفاذ الأكسجين وفق سلسلة من عمليات التحلل اللاهوائي، وتُدعى عمليّة التحلل اللاهوائي للسكاكر بالتخمر Fermentation وللبروتين بالتعفن Putrefaction وذلك وفق التفاعل غير المتوازن الآتي:

$$C_xH_yO_zN_2S_2O_2 + lH_2O \longrightarrow 2NH_3 \uparrow + CO_2 \uparrow + CH_4 \uparrow + 2H_2S \uparrow + \text{طاقة}$$

جمع العالم الفرنسي باستير هاتين العمليتين وأطلق عليهما اسم التعفن والتخمر، لذلك فإنّ التنفس اللاهوائي لبكتريا الآزوت Pseudomonas خلال عملية نزع الآزوت Denitrification والتنفس اللاهوائي لبكتريا الكبريت Sporovibrio خلال عملية نزع الكبريت Desulphurization ما هي إلا عمليات تعفن وتخمر.

تكمن سلبيات عمليات التحلل اللاهوائي في انبعاث الروائح الكريهة لمواد سامة تشمل الأمونياك وغاز كبريت الهيدروجين وغازات أخرى مثل غاز الميثان وغاز ثنائي أكسيد الكربون. تؤدي عملية التحلل اللاهوائي إلى إفساد الماء حيث تخرج منه فقاعات صغيرة من الغازات ذات الرائحة غير المستحبة كما تجعله وسطاً غير ملائم لحياة الكائنات الحية التي تحتاج إلى الأكسجين.

نستنتج من ذلك أن المواد العضوية التي تلوث الماء تصبح غذاءً للكائنات الدقيقة، ومن ضمنها البكتريا الممرضة، وتوفر المواد الغذائية العضوية يؤدي بدوره إلى تكاثر الكائنات الدقيقة التي تستنفذ الأكسجين الذائب في الماء.

يُعدّ تحديد الأكسجين المستهلك حيوياً أفضل مؤشر لقياس درجة تلوث المياه بالمواد العضوية، ويُعرَّف بأنه عبارة عن كمية الأكسجين اللازمة للبكتريا والمتعضيات الحية الدقيقة من أجل أكسدة المواد العضوية الموجودة في ليتر واحد من الماء الملوث وتحويلها إلى مواد ثابتة في الوسط المائي، وكلما كان التلوث العضوي مرتفعاً، كلما ازداد الطلب الحيوي للأكسجين BOD_5^{20}.

اتفق على اختبار قياسي (معياري) لمعرفة كمية الأكسجين المستهلك حيوياً بعد خمسة أيام من الحضن ضمن حاضنة في الظلام وفي درجة حرارة 20°C، وتجدر الإشارة إلى أن درجة الحرارة يجب أن تبقى ثابتة أثناء التجربة، وتسمى عندها BOD_5^{20}.

تقدر النتيجة بالـ mg/l. ويجب أن لا تتجاوز قيمة الـ BOD للماء القابل للشرب

الـ 2 mg/l، وفي مياه الأنهار ذات النوعية الجيدة 1-8 mg/l.

تُعدّ الأكسدة الحيوية عملية بطيئة، ويُعدّ الزمن اللازم لانجاز 90-95% من عملية الأكسدة عشرون يوماً، وينخفض استهلاك الأكسجين عموماً بعد 20 يوماً إلى الصفر. وتجدر الإشارة إلى أنه يتم إنجاز 60-70% من عملية الأكسدة خلال فترة خمسة أيام لاختبار الـ *BOD*.

يتعلق معدل سرعة تفاعل الأكسدة بدرجة الحرارة حيث يزداد مفعول المواد السامة تقريباً بارتفاع درجة الحرارة، ويعود سبب ذلك بالدرجة الأولى إلى انخفاض كمية الأكسجين المذاب في الماء مع ارتفاع درجة الحرارة.

خطوات العمل:

1- تُمدَّد عينة مياه ملوثة (مياه صرف صحي) بالماء المقطر المشبع بالأكسجين عبر رجه في عبوة زجاجية، وذلك بنسبة 1:1 أو 2:1 أو 3:1 حسب نوع المياه.

2- تُرشَّح عينة المياه المراد تحليلها لتخليصها من المواد العالقة والبلانكتون (المكونات الحيوية الدقيقة في المياه الطبيعية).

3- تصب عينة المياه في حوجلة زجاجية وتُرج لمدة دقيقة أو دقيقتين بغية إشباعها بالأكسجين، أو من أجل العودة إلى حالة الإشباع إذا كانت غير مشبعة، وتُترك العينة لمدة دقيقة حتى تخرج الفقاعات الهوائية منها إن وجدت.

4- توزع عينة المياه في ثلاث زجاجات مصنفرة.

5- تُحدَّد مباشرة كمية الأكسجين المذاب في إحدى عينات الماء الثلاثة المدروسة.

6- توضع الزجاجتين الباقيتين في حاضنة في درجة حرارة 20°C في الظلام لمدة خمسة أيام، وتُحدَّد بعد ذلك كمية الأكسجين المذاب فيهما كما ورد في التجربة الأولى. يمكن أيضاً أخذ زجاجة من الزجاجتين بعد يومين من الحضن، وتُحدَّد كمية الأكسجين المذاب فيها، ثمَّ تقدر كمية الأكسجين المُذاب في الزجاجة الأخرى (الثالثة) بعد خمسة أيام من الحضن.

7- يُحدَّد الفرق بين كمية الأكسجين المذاب في الزجاجة الأولى (الشاهد) وكمية الأكسجين المذاب في الزجاجة الثانية BOD_2^{20}، ويُحدَّد الفرق مع كمية الأكسجين المذاب في الزجاجة الثالثة BOD_5^{20}.

7-5-3 تحديد كمية الأكسجين المستهلك كيميائياً (COD) في المياه

Determination of Chemical Oxygen Demand in (COD) in Water

يُعرَّف الأكسجين المستهلك كيميائياً بأنه عبارة عن كمية الأكسجين اللازمة لأكسدة جميع المواد العضوية وغير العضوية (دون تدخل البكتريا) في ليتر واحد من الماء مقدراً بالـmg/l. تتأكسد العديد من المواد العضوية وغير العضوية في الوسط الحمضي، لذا نجد دائماً أن كمية الأكسجين المستهلك كيميائياً أعلى من كمية الأكسجين المستهلك حيوياً؛ نظراً لأن أعداداً كبيرةً من المركبات يمكن أن تتأكسد كيميائياً بدلاً من أن تتأكسد بيولوجياً، وهذا ما يفسر أن قيمة الـCOD تتحدد في فترة زمنية قدرها ثلاث ساعات بالمقارنة مع الـBOD الذي تتحدد قيمته خلال خمسة أيام.

يستخدم اختبار الـCOD في تحديد محتوى الماء الطبيعي أو المخلفات السائلة البشرية والصناعية من المادة العضوية وتكون غالباً سامة للحياة البيولوجية في المياه.

يُحدَّد غالباً الطلب الكيميائي للأكسجين من خلال تحديد استهلاك برمنغنات البوتاسيوم أو ثنائي كرومات البوتاسيوم، وتعتمد عملية أكسدة $KMnO_4$ للمواد العضوية في المياه على عوامل عدة مثل: نوعية المواد العضوية، والفترة الزمنية التي تجري خلالها عملية الأكسدة، والوسط الحمضي، وتركيز $KMnO_4$ وغيرها.

تُعدّ هذه التجربة اختباراً نوعياً لمدى صلاحية مياه الشرب، فإذا كانت كمية الأكسجين المستهلك من قبل المواد العضوية تزيد عن 4mg/l فالمياه غير صالحة للشرب، وإذا كانت محصورة ما بين 2-4mg/l فالمياه مشكوك بصلاحيتها للشرب، أما المياه القابلة للشرب فتكون كمية الـCOD فيها تتراوح ما بين 1-2mg/l، وفي المياه النقية جداً تكون كمية الـCOD فيها أصغر من 1mg/l.

a- طريقة برمنغنات البوتاسيوم:

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مدرجة حجم" V=250ml من عينة مياه صالحة للشرب أو عينة مياه طبيعية، وتُسكب عينة المياه المدروسة في بيشر، وتسخن بلطف في حمام مائي عند الدرجة 27°C.

2- تُنقل عينة الماء إلى عبوة زجاجية نظيفة ذات سدادة، ويضاف إليها 10.0ml من

محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.0125N و 10.0ml من محلول حمض الكبريت تركيزه 20% حجماً. تغلق العبوة بالسدادة، ويمزج المحلول بلطف، ثمَّ يوضع في حاضنة لمدة أربع ساعات في الدرجة 27°C.

3- يجري تفقد المزيج في الحاضنة من فترة لأخرى، فإذا تبين جنوح اللون الوردي للبرمنغنات إلى الاختفاء، يضاف إلى المزيج من جديد 10.0ml من محلول البرمنغنات بغية المحافظة على كمية فائضة منه في المحلول.

4- تُحضَّر في الوقت نفسه عينة شاهدة وذلك بإضافة الحجم نفسه من الكواشف المستخدمة في الاختبار المذكور أعلاه إلى 250ml من الماء المقطر الموجود في عبوة زجاجية نظيفة ذات سدادة. توضع عينة الشاهد في الحاضنة، ويجري تفقدها كما هو الحال بالنسبة للعينة المدروسة.

5- تؤخذ عينة الشاهد والعينة المدروسة من الحاضنة بعد انتهاء الساعات الأربع، ويضاف إلى كل منهما 1.0ml من محلول يوديد البوتاسيوم المُحضَّر مسبقاً بتركيز 10%W/V في محلول مائي.

6- تملأ السحاحة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم العياري 0.0125N.

7- يُعايَر اليود المُتحرر الذي يكافئ كمية البرمنغنات الفائضة عن عملية أكسدة المادة العضوية وذلك بإضافة محلول ثيوكبريتات الصوديوم العياري من السحاحة على دفعات مع التحريك المستمر، ينخفض تركيز اليود أثناء المُعايَرة، فيتحول لون المحلول تدريجياً إلى الأصفر، ثمَّ إلى الأصفر الباهت، يُضاف عندئذ 2ml من محلول مطبوخ النشاء، ويمزج المحلول جيداً فيتلون بلون أزرق داكن.

8- تُتابع المُعايَرة من جديد بإضافة محلول ثيوكبريتات الصوديوم من السحاحة بحذر وببطء شديد حتى لحظة اختفاء اللون الأزرق تماماً من المحلول وتحوله إلى عديم اللون، مما يشير إلى نهاية المُعايَرة، ويُسجَّل حجم ثيوكبريتات الصوديوم V المستهلك لمُعايَرة العينة المدروسة.

9- تُعايَر عينة الشاهد وفق الخطوات المتبعة لمُعايَرة العينة نفسها، و يُسجَّل حجم ثيوكبريتات الصوديوم "V المستهلك لمعايرة عينة الشاهد.

10- تحسب كمية الأكسجين المستهلك لعملية الأكسدة بواحدة mg/l وفق العلاقة الآتية:

$$COD\ (ppm)mg/l = \frac{\left[V''_{(Volume\ \ repuired\ \ for\ Blank)} - V'_{(Volume\ \ required\ \ for\ Sample)}\right] \times 1000}{a \times V_{(Volume\ \ of\ Sample)}}$$

حيث تمثل a(ml) حجم ثيوكبريتات الصوديوم 0.0125M اللازمة لـــ 10ml مـــن برمنغنات البوتاسيوم 0.0125M.

ملاحظات:

1- تتراوح نسبة الـــ $\frac{BOD}{COD}$ مابين (0.4-0.8).

2- يُحضَّر محلول برمنغنات البوتاسيوم 0.0125N بإذابـــة 0.395g مـــن برمنغنـــات البوتاسيوم يتمتع بدرجة تحليلية في دورق مُعايَرة سعة .1lit يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر، ويُمدَّد المحلول بالماء المقطر حتى إشارة التدريج الموجـــودة علـــى عنق الدورق.

3- يحضر محلول ثيوكبريتات الصوديوم العياري 0.0125 بإذابة 3.1g من ثيوكبريتات الصوديوم ويتمتع بدرجة تحليلية في دورق مُعايَرة سعة .1lit يحتوي على 125.0ml من الماء المقطر، ويُضاف إليه 1g من كربونات الصوديوم الهيدروجينية بدرجة تحليليـــة. ويُمزج المحلول جيداً حتى إتمام الذوبان، ويُمدَّد بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.

4- يُحضَّر محلول مطبوخ النشاء وذلك بإذابة 20g من كلوريد الزنـــك فـــي حـــوالي 100ml ماء مقطر. يُرشَّح المحلول، ويُسخَّن حتى الغليان. يُمزج 4g من النـــشاء فـــي بضع ملليترات من الماء البارد، ويسكب فوق محلول كلوريد الزنـــك مـــع التحريـــك المستمر والثابت، يُنقل المزيج إلى دورق مُعايَرة سعة .1lit، ويُمدَّد المحلـــول بالمـــاء المقطر حتى إشارة التدريج،ويُترك المحلول جانباً حتى إتمام ترسيب الأجزاء العالقـــة، يُرشَّح بعدها المحلول الصافي عبر نسيج قطني.

5- يُحضَّر محلول حمض الكبريت بتركيز 25% حجماً بإضافة 250ml مـــن حمـــض الكبريت المركز يتمتع بدرجة تحليلية بحذر إلى حوالي 700ml من الماء المقطر، يُبرَّد المحلول أثناء الإضافة وبعد الانتهاء يُمدَّد المحلول إلى .1lit.

b- طريقة ثنائي كرومات البوتاسيوم:

تُصنف طريقة ثنائي كرومات البوتاسيوم كواحدة مـــن التطبيقـــات المهمـــة فـــي القياسات البيئية الهادفة إلى تحديد كمية الأكسجين اللازم لأكسدة المادة العـــضوية فـــي عينة ماء ملوثة، مثل مجاري الصرف الصحي، ويُعرف هذا النوع من الأكسجين باسم

الأكسجين المستهلك كيميائياً، أو الطلب الكيميائي للأكسجين (COD)، ويُعبَّر عنه بعدد مليغرامات الأكسجين المستهلكة لأكسدة المادة العضوية في ليتر ماء (mg/l). تجري عملية تحليل عينة ماء ملوثة بالتوازي مع عينة ماء نقية (ماء ثنائي التقطير)، أو ما يطلق عليها اسم عينة بلانك.

خطوات العمل:

1-يؤخذ بوساطة اسطوانة مُدَّرجة حجم" (V=50ml) من عينة الماء المراد تحليله. ينقل إلى إرلنماير أو دورق حجمي ذو قاعدة مُسطحة، يمكن تزويده بمُكثف استردادي من أجل إعادة بعض البخار المتكاثف إلى الإرلنماير.

2- يُضاف 1g من كبريتات الزئبق الثنائي، ثمَّ 80ml من محلول كبريتات الفضة/حمض الكبريت (ملاحظة 1).

3- يُضاف بعد ذلك حوالي 10ml من محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم العياري 0.00833M (ملاحظة 2).

4- يزود الدورق أو الإرلنماير بمُكثف استردادي، ويتم غلي المزيج لمدة 15min.

5- يُشطف داخل المكثف على البارد بـ50ml ماء، ويُضاف إلى محتويات الحوجلة.

6- يُضاف إلى المزيج إما 1ml من مُشعر ثنائي فينيل أمين أو مشعر الفروئين، ويُعايَر المزيج بمحلول عياري من كبريتات الحديدي النشادرية 0.025M (ملاحظة 3).

7- يُبدي ثنائي فينيل أمين عند نقطة نهاية المُعايَرة تغيراً في اللون من الأزرق إلى الأخضر، في حين يبدي الفروئين تغيراً في اللون من أخضر مزرق إلى بني محمر. يُسجل الحجم V_1 اللازم لهذه المُعايَرة.

8- تُكرَّر المُعايَرة العكسية لعينة البلانك، ويُسجل الحجم V_2 المستهلك لهذه المُعايَرة.

9- يُعبر الفرق بين الحجمين عن حجم محلول ثنائي كرومات البوتاسيوم المستخدم في عملية الأكسدة.

10- تُحسب كمية الأكسجين المستهلك كيميائياً (COD) من العلاقة الآتية:

$$COD\ (mg/l) = (V_1 - V_2) \times 0.2 \times 20$$

عندما يكون الفرق 1ml بين المُعايَرات الموافقة لـ0.2mg من الأكسجين المستهلك بوساطة عينة ماء حجمها 50ml (يجب عندها بالطبع إجراء التصحيح إذا تمَّ استخدام

محاليل مختلفة بنسبة ضئيلة في المولارية (ملاحظة 4).

ملاحظات:

1- يُحضَّر المحلول وذلك بإذابة 5g من كبريتات الفضة في 500ml من حمض الكبريت المركز.

2- يتم الحصول على التركيز المطلوب وذلك بوزن 1.225g من ثنائي كرومات البوتاسيوم وإذابته في كمية مناسبة من الماء ثنائي التقطير، ويُنقل المحلول بعد ذلك إلى دورق مُعايَرة سعة 500ml، ويُمدَّد بماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج.

3- تجري إذابة 4.9g من كبريتات الحديدي النشادرية سداسية الماء في 150ml ماء ثنائي التقطير، ويُضاف إليها 2.5ml من حمض الكبريت المُركز. يُنقل المحلول إلى دورق مُعايَرة سعة 500ml، ويُمدَّد المحلول بماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج.

4- تعطي هذه الطريقة نتائج مرتفعة في عينات تحتوي على كميات مرتفعة من الكلوريد، نظراً لحدوث تفاعل ما بين كبريتات الزئبق الثنائية وشوارد الكلوريد، ويُمكن التغلب على هذه الظاهرة وذلك بإضافة كبريتات البوتاسيوم والكروم الثنائية التي تحتوي على اثنتي عشرة جزيئة ماء $Cr\,K(SO_4)_2.12H_2O$ أو $CrKO_8S_2.12H_2O$.

3-5-8 تحديد الكلوريد في مياه الشرب

Determination of Chloride in drinking Water

تُستخدم طريقة مور في المُعايَرة من أجل تحديد كمية الكلوريد في عينات المياه، كما يمكن أيضاً تحديد كمية الكلوريد باستخدام طريقة فولهارد.

يعتمد تحديد الكلوريد وفق طريقة مور على مُعايَرة عينة المياه بمحلول عياري من نترات الفضة بوجود مشعر كرومات البوتاسيوم في وسط معتدل أو ضعيف القلوية (pH = 7- 9). يتم الكشف عن نقطة النهاية بظهور لون أحمر لراسب كرومات الفضة وفق التفاعلين الآتيين:

$$NaCl + AgNO_3 \longrightarrow \underset{\text{راسب أبيض}}{AgCl\downarrow} + NaNO_3$$

$$2AgNO_3 + K_2CrO_4 \longrightarrow \underset{\text{راسب أحمر}}{Ag_2CrO_4\downarrow} + 2KNO_3$$

يُستخدم وسط معتدل أو ضعيف القلوية لأن بعضاً من شاردة الكرومات يتحول

في الوسط الحمضي إلى ثنائي الكرومات وهذا ما يخفض تركيز شوارد الكرومات في المحلول وفق التفاعل الآتي:

$$2CrO_4^{2-} + 2H^+ \rightleftharpoons 2HCrO_4^- \rightleftharpoons Cr_2O_7^{2-} + H_2O$$

يتم في الوسط القلوي تشكل راسب هيدروكسيد الفضة وفق التفاعل الآتي:

$$2Ag^+ + 2OH^- \rightleftharpoons 2AgOH \rightleftharpoons Ag_2O\downarrow + H_2O$$

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة اسطوانة مُدَّرجة حجم" (V_1=100ml) من الماء المراد تحليله. يوضع في إرلنماير.

2- تملأ السحاحة بمحلول عياري من نترات الفضة 0.1N.

3- يغلى المحلول إلى ربع حجمه بغية تركيز شوارد الكلوريد مما يجعل نقطة نهاية المُعايَرة أكثر وضوحاً. يُبرَّد المحلول، ويضاف إليه ثلاث قطرات من مُشعر كرومات البوتاسيوم، فيتلون بلون أصفر باهت.

4- يُعايَر المحلول قطرة قطرة وببطء بمحلول نترات الفضة العياري 0.1N مع التحريك الدوراني المستمر للإرلنماير، وعندما يقترب المحلول من نقطة نهاية المُعايَرة يتحول لون المحلول من الأصفر الباهت إلى الأصفر مع سقوط راسب كلوريد الفضة الذي يأخذ بالتجمع والتخثر مع الاقتراب من نقطة النهاية.

5- تتابع المُعايَرة حتى انقلاب اللون إلى الأحمر الشاحب نتيجة تشكل راسب كرومات الفضة الأحمر.

6- يُسجَّل حجم محلول نترات الفضة V_2 المستهلك للمُعايَرة، وتحسب كمية الكلوريد في الليتر بالعلاقة الآتية:

$$Cg/l = eq.wt(Cl^-) \times N_1$$

$$no.meq(Cl^-) = no.meq(Ag^+)$$

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$N_1 = \frac{N_2 \times V_2}{V_1} = \frac{0.1 \times V_2}{V_1}$$

$$C_{g/l} = \frac{35.5 \times 0.1 \times V_2}{V_1} = \frac{3.55 V_2}{V_1} g/l$$

تمثل هذه الكمية تركيز الكلوريد في ليتر واحد من الماء (Cl ‰).

3-5-9 تحديد الفلوريد في المياه الطبيعية

Determination of Fluoride in Natural Water

يترسب الفلوريد الذي يوجد على هيئة ملح أمونيومي أو ملح لمعدن قلوي بمحلول عياري من كلوريد الكالسيوم، ويتحدَّد الفائض من ملح الكالسيوم بمُعايَرته بمحلول عياري من الملح الصوديوم للـ EDTA ($Na_2H_2Y.2H_2O$) 0.1M.

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة اسطوانة مُدَّرجة حجم" (V=150ml) من الماء المراد تحليله. يوضع في إرلنماير.

2- يُغلى المحلول حتىَ يصبح حجمه ما بين 25-30ml بغية تركيز شوارد الفلوريد. يُبَّرد بعد ذلك، ويضاف إليه حجم" (V=25ml) من محلول كلوريد الكالسيوم 0.1M.

3- يُضاف إلى المزيج حوالي 25ml ايثانول، ويُبرَّد لمدة 10 دقائق في الجليد، ثمَّ يضاف إليه قرص منظم مشعر(يحتوي على الايروكروم الأسود T كمشعر نوعي. تعتمد هذه الأقراص بشكل رئيس على مشعرات المزائج، ويمكن بهذه الوسيلة الحصول على لون حاد جداً يتغير من أحمر إلى أخضر مروراً بالرمادي، ويُساهم استخدام أقراص منظمة مشعرة بدلاً من الأيروكروم الأسود في تحقيق تحديد دقيق ومناسب، كما أن هذه الأقراص تتميز بثباتها).

4- تُملأ السحاحة بمحلول عياري من الـ0.1M EDTA، ويمكن استخدام محلول بتركيز 0.01M.

5- يُعايَر المزيج بمحلول EDTA العياري ببطء منْ السحاحة مع التحريك الدوراني المستمر للإرلنماير وذلك حتى انقلاب اللون إلى الأخضر دليلاً على نهاية المُعايَرة.

6- يُسجَّل حجم الـEDTA (V_2) المستهلك لمُعايَرة الفائض (V_1) من محلول كلوريد الكالسيوم، ثم يُحدَّد حجم كلوريد الكالسيوم اللازم للتفاعل مع الفلوريد في العينة المدروسة.

$$2 \times no.m.mole\,(Ca^{2+}\ \text{فائض}) = no.m.mole\ EDTA$$

$$2 \times M_1 \times V_1\,(\text{فائض}) = M_2 \times V_2\,(EDTA)$$

$$2\times 0.1\times V_1\,(\text{فائض}) = 0.1\times V_2$$

$$V_1\,(Ca^{2+}\ \text{فائض}) = \frac{0.1\times V_2}{2\times 0.1} = \frac{V_2}{2}\,ml$$

7- يُحسب حجم محلول كلوريد الكالسيوم (V') المتفاعل مع شوارد الفلوريد في المحلول على النحو الآتي:

$$V'_{Ca^{2+}}\,(F^-\ \text{متفاعل مع}) = V - V_1 = 25 - \frac{V_2}{2}\,ml$$

8- يتم حساب محتوى عينة الماء المدروسة من الفلوريد وفق العلاقة الآتية:

$$1ml(CaCl_2)\ \ 0.1M \cong 3.801\ mg\ F^-$$

10-5-3 تحديد الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم في مياه الشرب

Determination of Sodium, Potassium and Calcium in Drinking Water

يتم تحديد الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم في مياه الشرب عن طريق تحديد شدة الإصدار لكل من هذه الشوارد باستخدام مطيافية الإصدار باللهب.

خطوات العمل:

1- تُحضَّر المحاليل العيارية اللازمة لرسم منحني المُعايَرة لكل من الصوديوم والبوتاسيوم والكالسيوم على النحو الآتي:

- الصوديوم: يُذاب ما مقداره 2.542g من ملح كلوريد الصوديوم في بيشر يحتوي على كمية مناسبة من ماء ثنائي التقطير، ويُنقل المحلول إلى دورق مُعايَرة سعة 1lit.، ويُمدَّد بالماء ثنائي التقطير حتى اشارة التدريج الموجودة على عنق الدورق، ويحتوي هذا المحلول على تركيز مقداره 1.0mg Na^+ / ml (1000ppm) كما تُحضَّر انطلاقاً منه سلسلة محاليل عيارية توافق التراكيز الآتية: 1.25, 2.5, 5,10 ppm / Na^+.

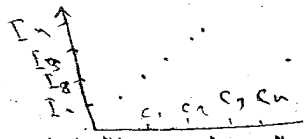
- البوتاسيوم: يُذاب ما مقداره 1.909g من ملح كلوريد البوتاسيوم في كمية مناسبة من ماء ثنائي التقطير ضمن بيشر، ويُنقل المحلول بعد ذلك إلى دورق مُعايَرة سعة 1lit.، ويُمدَّد بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج، ونحصل وفقاً لذلك على محلول تركيزه 1.0mg K^+ / ml (1000ppm)، وتُحضَّر انطلاقاً من هذا المحلول تسلسلة محاليل عيارية وفق التراكيز الآتية: 2.5,5,10,20 ppm / K^+.

– الكالسيوم: يُذاب ما مقداره 2.497g من كربونات الكالسيوم في كمية قليلة من حمض كلور الماء الممدَّد ضمن بيشر، ويُنقل المحلول إلى دورق مُعايَرة سعة 1lit.، ويُمدَّد حتى اشارة التدريج بالماء ثنائي التقطير، ويحتوي هذا المحلول الأم على تركيز يكافئ $1.0mg\,Ca^{2+}/ml$ (1000ppm)، وتُحضَّر من هذا المحلول سلسلة محاليل عيارية وفق التراكيز الآتية: $12.5,25,50,100\,ppm/Ca^{2+}$.

2- يُرسم منحني المُعايَرة لكل عنصر من العناصر السابقة الذكر.

3- تُؤخذ عينة ماء طبيعية أو عينة مياه شرب، وتقاس شدة إصدار كل عنصر من العناصر السابقة في تلك العينة.

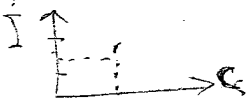
4- يعين تركيز كل عنصر من العناصر المدروسة في العينة المجهولة اعتماداً على المنحني العياري.



ملاحظات:

1- ينبغي تمديد أو تركيز المحلول المجهول حسب الحاجة بغية جعل قراءة شدة إصداره تقع ضمن منحني المُعايَرة.

2- يجري في بعض الحالات تحضير تراكيز أخفض لمنحني المُعايَرة عند تعذر تركيز المحلول المدروس، والعكس صحيح.

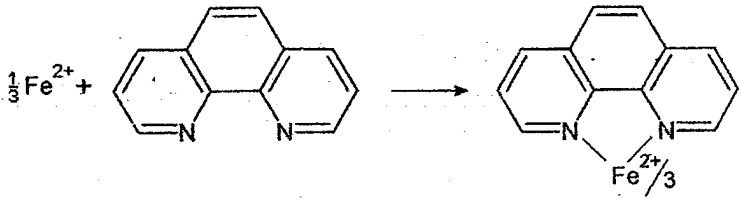


11-5-3 تحديد الحديد في المياه الطبيعية

Determination of Iron in Natural Water

a- طريقة 1،10 فينانثرولين:

يتفاعل الحديد الثنائي مع 1،10 فينانثرولين مشكلاً مُعقداً أحمر– برتقالي من $[(C_{12}H_8N_2)_3Fe]^{2+}$. وفق التفاعل الآتي:



10،1– فينانثرولين مُعقد 10،1– فينانثرولين الحديد II

تكون شدة تلون المُعقَّد المتشكل مستقلة عن حموضة الوسط ضمن مجال لـ pH يتراوح مابين 9-2، وهي ثابتة لفترة زمنية طويلة، ومن ناحية أخرى، يمكن إرجاع

الحديد الثلاثي إلى ثنائي بوساطة كلوريد هيدروكسيل الأمونيوم NH_3ClOH. يجري استخلاص مُعقَّد فينانثرولين الحديد بوساطة النتروبنزن، ويقاس عند طول موجة 515nm (لون الرشاحة أخضر- مزرق) بالمقارنة مع المحلول الفارغ.

يمكن تحديد كلٍّ من الحديد الثنائي والحديد الثلاثي طيفياً، حيث يقوم مُعقَّد الحديد الثنائي الأحمر- البرتقالي بالامتصاص عند طول موجة 515nm، في حين يملك مُعقَّد الحديد الثنائي ومُعقَّد الحديد الثلاثي الأصفر اللون امتصاصية متطابقة عند طول الموجة 396nm، حيث تجمع كمية الحديد الثنائي والثلاثي. يُحمَّض المحلول تحميضاً خفيفاً بحمض الكبريت، ويُعامل بعد ذلك بمحلول 10،1 فينانثرولين، ثمّ ينظم بمحلول فثالات البوتاسيوم الهيدروجينية عند pH=3,9.

توافق الامتصاصية عند طول الموجة 396nm تحديد كمية الحديد الكلية، في حين توافق الامتصاصية عند طول موجة 515nm تحديد كمية الحديد الثنائي.

خطوات العمل:

1-يؤخذ بوساطة أسطوانة مُدرجة حجم" (V=100ml) من الماء المراد دراسته، ويُوضع في بيشر، ويغلى حتى ربع حجمه، وتُحمَّض العينة المائية تحميضاً خفيفاً، وتنقل إلى دورق مُعايَرة سعة 50 ml.

2- يُحدَّد حجم محلول خلات الصوديوم اللازم لبلوغ pH القيمة 3.5 ± 1.0 وذلك باستخدام حجم مشابه للسابق يحتوي على قطرات عدة من أزرق البروموفينول (يتراوح مجال pH له ما بين 4.6 – 2.8 ويكتسب اللون الأصفر في الوسط الحمضي والأزرق في الوسط القلوي).

3- يضاف الحجم نفسه من محلول خلات الصوديوم المُحدَّد في الخطوة 2 إلى العينة الأصلية، ثمّ 4ml لكل من الكينول (quinol) و 10،1 فينانثرولين، ويُمدَّد المحلول بالماء ثنائي التقطير حتى إشارة التدريج، ويمزج جيداً، ويترك جانباً لمدة ساعة من الزمن حتى إتمام إرجاع كامل الحديد الثلاثي إلى ثنائي.

4- تقارن شدة التلون المتشكلة في المحلول مع شدة التلون في محاليل عيارية، وقد جرى تحضيرها بالطريقة الموافقة نفسها وفق التراكيز 0.15,0.3,0.6,1.2ppm وتقاس الامتصاصية عند $\lambda_{max} = ?nm$.

5- يمكن أيضاً استخدام كلوريد هيدروكسيل الأمونيوم من أجل إرجاع الحديد الثلاثي

إلى ثنائي. يضاف لهذه الغاية إلى العينة المدروسة 5ml من محلول كلوريد هيدروكسيل الأمونيوم 10%. تضبط pH لعينة الماء المُحمضَّة تحميضاً خفيفاً ضمن مجال يتراوح ما بين 6-4 وذلك باستخدام محلول خلات الصوديوم المُحدَّد في الخطوة 2. يضاف بعد ذلك 4ml من محلول 10،1 فينانثرولين، ويُمدَّد المحلول حتى 50ml، ويُخلط المزيج جيداً وتقاس الامتصاصية بعد 5-10 دقائق عند طول موجة 515nm.

ملاحظات:

1- يُحضَّر محلول 10،1 فينانثرولين الأحادي الماء بتركيز 0.25% بإذابته في الماء المقطر.

2- يُحضَّر محلول خلات الصوديوم بتركيز 0.2M و 2M.

3-يُحضَّر محلول مائي من هيدروكسيل الأمونيوم 10%، أو محلول من الكينول (بنزن-1، 4 – ديول) (Benzen-1,4-diol) 1% في محلول منظم لحمض الخل عند pH تساوي تقريباً 4,5 (يحضر المحلول المنظم عند الطلب وذلك بمزج 65ml من محلول حمض الخل 0,1M مع محلول خلات الصوديوم 0,1M).

b- طريقة ثيوسيانات البوتاسيوم: تُشكل شوارد الثيوسيانات مع شوارد الحديد شاردة مُعقدة حمراء اللون من $[Fe(SCN)]^{2+}$ وفق التفاعل الآتي:

$$Fe^{3+} + SCN^- \longrightarrow [Fe(SCN)]^{2+}$$
لون أحمر

تتحول الشاردة المُعقَّدة $[Fe(SCN)]^{2+}$ بوجود كمية فائضة من الثيوسيانات إلى الشاردة المُعقَّدة $[Fe(SCN)_6]^{3+}$ ذات اللون الأحمر الدموي وفق التفاعل الآتي:

$$Fe^{3+} + 6SCN^- \longrightarrow [Fe(SCN)_6]^{3+}$$
لون أحمر دموي

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة اسطوانة مُدَّرجة حجم" (V=80ml) من عينة مياه شرب، ثمَّ يُنقل إلى دورق مُعايرة سعة 100ml، ويُضاف إليه 10ml من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم و 10ml من محلول حمض كلور أو حمض الأزوت 4N.

2- يُحضَّر محلول عياري لشوارد الحديد وذلك بنقل وزنة دقيقة مقدارها 0.8608g من كبريتات الحديد النشادرية $(NH_4)Fe(SO_4)_2.12H_2O$ إلى دورق مُعايرة سعة 100ml

يحتوي عل كمية مناسبة من الماء المُقطر كافية لإذابة الكمية الموزونة، ثمَّ يُضاف بعد ذلك إلى المحلول 10ml من حمض كلور الماء المركز، ويُمدَّد المزيج حتى إشارة التدريج بالماء المقطر، فنحصل عل محلول يحتوي على شوارد الحديد بتركيز 0.1g/l.

3- تُحضَّر سلسلة من المحاليل العيارية وفق الآتي:

a- تُنقل أربعة حجوم (V= 1, 2, 4, 6ml) من المحلول الأصلي لشوارد الحديد إلى أربعة دوارق مُعايَرة سعة كل منها 100ml، ويُضاف إلى كل منهم 10ml من محلول ثيوسيانات البوتاسيوم، و 10ml من محلول حمض HCl أو $4N\ HNO_3$، ثمَّ يُمدَّد كل مزيج بالماء المُقطر حتى إشارة التدريج.

4- يُحضَّر محلول الشاهد أو البلانك وذلك بنقل 10ml من محلول الثيوسيانات، و10ml من محلول حمض HCl أو $4N\ HNO_3$ إلى دورق مُعايَرة سعة 100ml، ويُمدَّد كل مزيج بالماء المُقطر حتى إشارة التدريج.

5- يجري مسح" للطيف ضمن مجال لطول الموجة يقع ما بين 380-780nm، وتُحدَّد قيمة $\lambda_{max} = 480nm$.

6- يُرسم منحني المُعايَرة الموافق، ويُحدَّد تركيز الحديد في عينة الماء المجهولة.

ملاحظة:

1- يُحضَّر محلول ثيوسيانات البوتاسيوم (KSCN) وذلك بإذابة 20g من مادته الصلبة في دورق مُعايَرة سعة 100ml يحتوي عل كمية مناسبة من الماء المُقطر، ثمَّ يُمدَّد المحلول حتى إشارة التدريج.

✶ 12-5-3 تحديد الرصاص في المياه الطبيعية

Determination of Lead in Natural Water

يسلك ثنائي فينيل ثيوكربازون (ثنائي ثيزون) في المحلول سلوك مزيج لمماكبين من (C) و(D) على النحو الآتي: