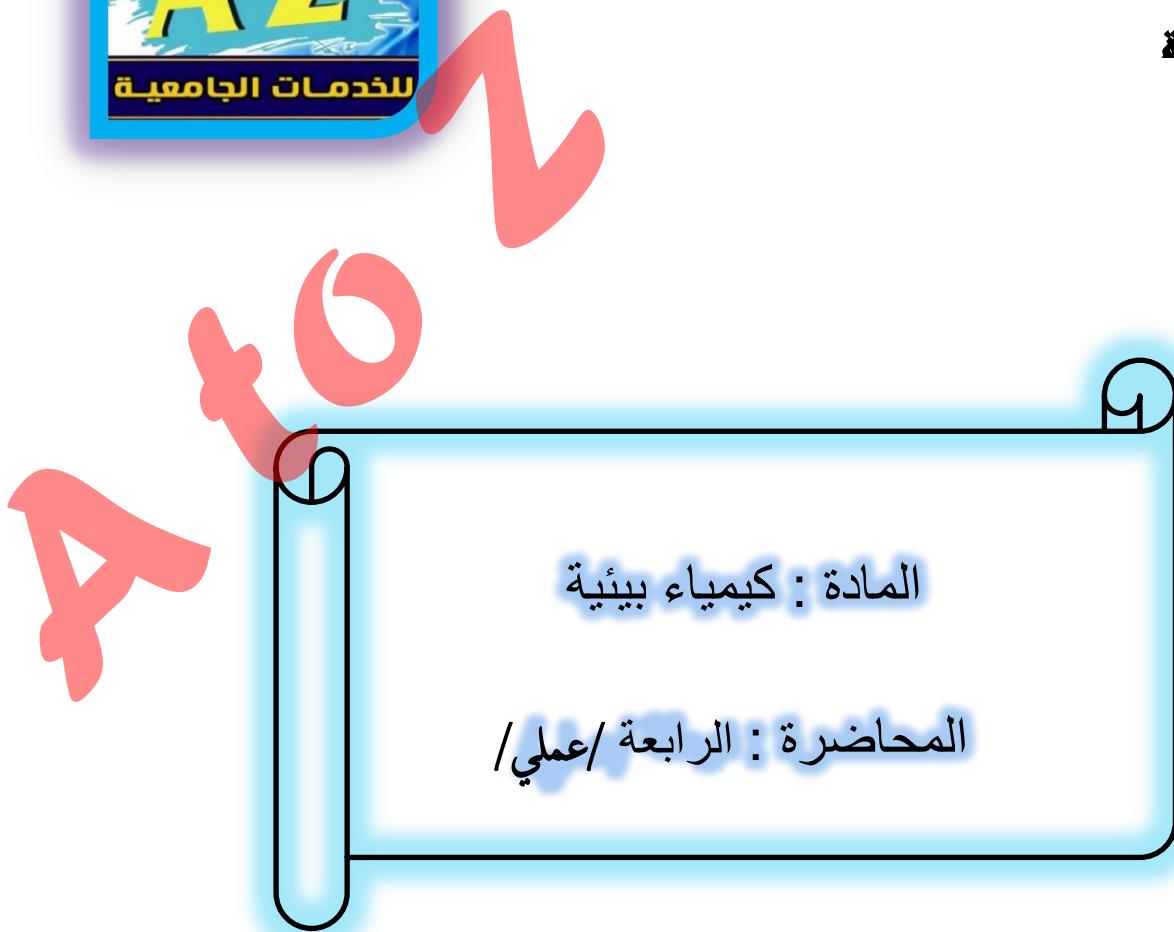


كلية العلوم

القسم : الكيمياء

السنة : الثالثة



{{{ A to Z مكتبة }}}

مكتبة A to Z Facebook Group

كلية العلوم ، كلية الصيدلة ، الهندسة التقنية

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



يلعب ثانوي ثيرون دور حمض وحيد البروتون (حمض أحادي الوظيفة) $pK_a = 4.7$ حتى إلى حوالي $pH = 12$ ، وهو البروتون الحمضي لمجموعة الثيول في المماكب (C). يتشكل معدن أولي لثانوي ثيرون مع المعدن وفق التفاعل الآتي:



تشكل بعض المعادن مثل النحاس، الفضة، الذهب، الرزق، البزموت، والباليديوم معدن ثانوي (يصطلاح على تسميه ثانوي ثيرونات ثانوي) عند مجال مرتفع pH أو بسبب فضور الكاشف وفق التفاعل الآتي:



تعد ثانوي ثيرونات الأولية عموماً ذات فائدة تحويلية بالمقارنة مع ثانوي ثيرونات الثانوية التي تتصف بأنها أقل ثباتاً وأقل ذوباناً في المذيبات العضوية.

يوجد ثانوي ثيرون على هيئة مادة صلبة تتمتع بلون أسود- بنفسجي، لا تذوب في الماء، لكنها تذوب في محلول الأمونياك الممدد، كما أنها تذوب في الكلوروفورم وفي رباعي كلور الكربون وفي ثانوي كلور الميثان مشكلة محلولاً أخضر اللون، ومن ناحية أخرى، تتصف ثانوي ثيرون بأنه كاشف جيد في تحديد كميات صغيرة (μg) للعديد من المعادن، ويمكن استخدامه أيضاً كاشف انتقائي لمعادن محددة.

خطوات العمل:

- 1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُدَرَّجة حجم "V=100ml" من عينة المياه المدرسة، وتنقل إلى قمع فصل سعة 500ml، ويضاف إليها 50ml من المزيرج القلوي (أمونياك - سيانيد - كبريتات)، ثم 30ml من محلول ثانوي ثيرون، تحضير قيمة pH المحلول عند 9.5 بإضافة حمض كلور الماء بحذر، وباستخدام مقاييس pH .
- 2- يخلط المزيرج جيداً لمدة ربع ساعة في قمع الفصل، ثم يترك جانباً حتى يتم فصل الطبقات، ثم تُحصل الطبقة الأقل، وتنقل إلى أنبوب جاف أو دورق معايرة جاف أو ما يعادله.

- 3- تُحضر سلسلة من المحاليل العيارية للرصاص وذلك بإذابة 1.6g من نترات الرصاص في دورق معايرة سعة 1lit. يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر، ويتم محلول بالماء المقطر حتى إشارة التدريج، فتحصل على محلول عياري تركيزه 1000ppm (g/lit). يؤخذ 1ml من هذا محلول، ويتم محلول بالماء المقطر في

دورق معايرة سعة 100ml، فنحصل بذلك على محلول تركيزه 0.01g/lit، حيث يستخدم في تحضير سلسلة المحاليل العيارية المطلوبة بما يتوافق مع تركيز العينة المجهولة.

4- تجربة دراسة منحنى الطيف في المجال ما بين 380-780nm، وتحدد قيمة $\lambda_{\text{max}} = ? \text{nm}$.

5- يرسم المنحنى العاري الموافق لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية المحضرّة، تُقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} ، ويُحدّد تركيز الرصاص في عينة الماء.

ملاحظات:

1- يحضر محلول الكلوري (أمونياك - سباتيد - كبريتيت) وذلك بمزج 350ml من الأمونياك المركزة (وزنها النوعي 0.88) مع 30ml من محلول سباتيد البوتاسيوم تركيزه 10% وزناً، ثم يذاب في هذا المزيج ما مقداره 1.5g من كبريتيت الصوديوم. تبلغ قيمة pH المزيج حوالي 11.

2- يحضر محلول ثاني الثيوزن وذلك بإذابة 7.5mg من المادة الصلبة في 300ml كلوريد الميثيلين (ثاني كلور الميثان)، ويُشترط تحضير المحلول طازجاً في يوم التجربة.

3- ينبغي ترشيح العينة المدروسة والمحاليل العيارية بعد عملية الاستخلاص بغية الحصول على محاليل صافية.

4- يُحظر رمي أي من المحاليل الداخلة في هذه التجربة في المجاري، لأن المحاليل المائية الناتجة تحتوي على السباتيد، مما يقتضي جمع المحاليل المستخدمة في وعاء خاص يحتوي على كبريتات الحديد FeSO₄ (التحول $\text{CN}^- \rightarrow [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$). ويحذر مهما كانت الأحوال إضافة حمض إلى وعاء التجمیع، كما يجب غسل الأدوات الزجاجية بمحلول قلوي وإضافة الغسالة إلى وعاء التجمیع، ثم يجمع في الوعاء أيضاً محليل ثاني كلور الميثان.

13-5-3 تحديد شاردة الفوسفات في المياه الطبيعية

Determination of Phosphorus in Natural Water

يُعد الفوسفور من العناصر الضرورية للحياة، فهو يدخل في تركيب الناتئ

والأنسان، وتنقل الطاقة بوساطته في الخلية من مركب إلى آخر، كما أن المادة الوراثية تنتقل بوساطة بعض مركباته. يعود المصدر الأساسي للفوسفور في أصله إلى تأكل الصخور الأم، كما يوجد مخزون الفوسفور في العظام ومخلفات الأحياء وخاصة براز الطيور البحرية، وهو سماد غني بالفوسفات والأروت، وتنطلق أملال الفوسفور ثانية نتيجة موت الكائنات وتحلل مخلفاتها بوساطة البكتيريا، وبذلك تصبح قابلة للتمثيل حيث تهتص من قبل النباتات، أو تحرف بمياه الأمطار إلى أعماق البحر والبحيرات، أو تحول إلى أملال غير منحلة في التربة وبذلك لا يستطيع النبات امتصاصها في هذه الحالة.

يأتي الفوسفات إلى المياه خاصة من خلال رشح المجاري ومن الأسمدة والمنظفات المختلفة، والحد الأعلى المسموح به في المياه القابلة للشرب هو $5\text{mg PO}_4^{3-}/\text{l}$ ، ويعد الماء ملوثاً عندما يتجاوز تركيز الفوسفات فيه 5mg/l .

يعتمد مبدأ هذه الطريقة في تحديد الفوسفور على تشكيل مُعَقَّد أزرق اللون من خلال إضافة الموليبيدات إلى محلول يحتوي على فوسفور ذاتي فيتشكل مُعَقَّد حمض فوسفوموليبيدات، يتم إرجاعه بكلور القصدير إلى مُعَقَّد الموليبيديوم الأزرق، وتنطلق شدة اللون الأزرق في محلول بعوامل عدة أهمها تركيز الفوسفور الذائب، ودرجة الحموضة، ووجود السيليكات في محلول إضافة إلى وجود عناصر مثل الزرنيخ والثانديوم، والتيتانيوم، والزركونيوم، وكيميات فائضة من أملال الأمونيوم التي تؤثر سلباً في شدة ثلثون محلول.

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُتَرَجَّة حجم "V=25ml" من عينة الماء المدروسة، ويُوضع في دورق حجمي سعة 50ml، ويضاف إليه 2ml من محلول موليبيدات الأمونيوم.

2- يُخلط المزيج جيداً، ويترك لمدة خمس دقائق، ثم يمدد محلول بالماء المقطر إلى ما قبل إشارة التدريج، يضاف إليه بعد ذلك 1ml من محلول كلوريد القصدير SnCl_4 ، فيتشكل مُعَقَّد الموليبيديوم الأزرق اللون.

3- يحضر محلول عياري للفوسفات وذلك بإذابة 0.2197g من فوسفات البوتاسيوم الثنائي الهيدروجين KH_2PO_4 في لماء المقطر، ويكملاً للحجم إلى 1lit بالماء

المقطر. يمثل هذا محلول المحلول الأم تركيز P/I (50 ppm) 0.05g P/I . يُحضر من محلول الأم محلول عياري آخر تركيزه P/I (2 ppm) 0.002g P/I ، وذلك باخذ 40ml من محلول الأصلي ذو التركيز P 50ppm ويمدد بالماء المقطر في دورق معايرة حتى الحجم 1lit.

4- تُحضر سلسلة محليل عيارية على النحو الآتي:

a- يُحضر محلول (1) St(1) وذلك باخذ 1ml من محلول الفوسفات العياري ذي التركيز 2ppm . يوضع في دورق معايرة سعة 50ml ، ويضاف إليه 2ml من الموليبدات، ويمدد بالماء المقطر حتى ما قبل إشارة التدريج، ويضاف إليه بعد ذلك 1ml من محلول كلوريد القصدير، ويُكمِل الحجم حتى إشارة التدريج.

b- يُحضر محلول (2) St(2) وذلك باخذ 2ml من محلول الفوسفات العياري و 2ml من الموليبدات في دورق معايرة سعة 50ml . يُمدد محلول بالماء المقطر حتى ما قبل إشارة التدريج، ويضاف إليه بعد ذلك 1ml من محلول كلوريد القصدير ويُكمِل الحجم حتى إشارة التدريج.

c- يُحضر محلولي (3) St(3) و (4) St(4) بالطريقة السابقة نفسها، وذلك باخذ 3ml و 4ml من محلول الفوسفات العياري. يوضع كل منهما في دورق معايرة سعة 50ml ، ويضاف إليهما 2ml من الموليبدات، ثم 1ml من كلوريد القصدير، ويُكمِل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.

d- يُحضر محلول الشاهد (blank) وذلك باخذ 2ml من الموليبدات في دورق حجمي سعة 50ml ، ويضاف إليه 1ml من محلول كلوريد القصدير، ويُكمِل الحجم حتى إشارة التدريج بالماء المقطر.

5- تجري دراسة منحني الطيف ضمن المجال 380-780nm ، وتحدد قيمة $\lambda_{max} = ?nm$.

6- يرسم المنحني العياري الموافق لامتصاصية سلسلة محليل العيارية المُحضرّة. تُقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} ، ويُحدّد تركيز الفوسفور في العينة المجهولة بالـ mg/l . ثم كمية شاردة الفوسفات وفق العلاقة الآتية:

$$\text{كمية شاردة الفوسفات } / mg = \text{تركيز الفوسفور } / mg \times 3.06$$

ملاحظات:

1- تعامل محليل العيارية ومحلول الشاهد بالطريقة نفسها المتبعة للعينة المدروسة.

2- يُحضر محلول موليدات الأمونيوم $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ وذلك بإذابة 25g من موليدات الأمونيوم النقيّة في بيشر يحتوي على 250ml ماء مقطر ساخن (يجب إذابة الكمية بشكل كامل)، ويترك المزيج ليبرد بعد إتمام الذوبان. ثم يُحضر في الوقت نفسه وبشكل منفصل محلول من حمض الكبريت وذلك بإضافة 250ml من حمض الكبريت المركز إلى 500ml ماء مقطر في دورق معايرة سعة 1lit، ويتم سكب محلول موليدات الأمونيوم البارد مع التحريك إلى محلول حمض الكبريت البارد ويُكمل الحجم إلى إشارة التدريج.

3- يُحضر محلول كلوريد القصدير و وذلك بإذابة 2g من مادته الصلبة $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ في بيشر سعة 250ml. يضاف إليها 20ml من محلول حمض كلور الماء المركز مع التسخين الخفيف والتحريك حتى إتمام الذوبان و ظهور محلول بشكل رائق، ويضاف بعد ذلك 180ml ماء مقطر، ويُمزح محلول. ثم يُصب بعد ذلك في زجاجة خاصة.

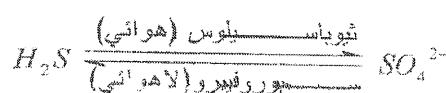
4- يحفظ كلوريد القصدير و ذلك بإضافة 1g من برادة القصدير الناعمة إلى محلول، ويحرك حتى الذوبان، ويُصب فوق سطح محلول قليلاً من الزيت المعذني الأبيض بسمكاهة 1cm تقريباً منعاً لأسدة كلوريد القصدير مما يسمح بحفظه لأسابيع عدة.

14-5-3 تحديد شاردة الكبريتات في المياه الطبيعية

Determination of Sulphate in Natural Water

ينتج الكبريت عن تحلل الصخور الحاوية على كبريتيد الحديد الطبيعي، ويشتّع الماء بشاردة الكبريت عند مروره في أراضي جبسية (تحتوي كبريتات الكالسيوم). ينتج الكبريت أيضاً عند موت الكائنات الحية وتعرضها للتحلل الاهواني، فعند تحلل المواد العضوية الحاوية على الكبريت، تنتج أكسيد الكبريت بوساطة بكتيريا الكبريت ثيوبياسيلوبس (thiobacillus) ذاتية التغذية كيميائياً تقوم بأسدة كبريت الهيدروجين إلى كبريتات.

يتم في حالة التحلل الاهواني إرجاع الكبريتات بوساطة بكتيريا سبوروفيريو (Sporovibrio) إلى كبريت الهيدروجين وفق التفاعل الآتي:



.025N

3- يُعَاَزِرُ الْفَانِصُ مِنَ الْيُودِ بِمَحْلُولِ ثِيُوكَبِرِيَتَاتِ الصُّودِيُومِ الْعِيَارِيِّ 0.025N مِنَ السَّاحَّةِ عَلَى دَفَعَاتٍ مَعَ التَّحْرِيكِ الدُّورَانِيِّ الْمُسْتَمِرِ لِلِّإِرْلَنْمَارِ. يَنْخَفَضُ تَرْكِيزُ الْيُودِ تَدْرِيْجِيًّا أَثْنَاءِ الْمُعَايِرَةِ فَيَتَحَوَّلُ لَوْنُ الْمَحْلُولِ إِلَى الْأَصْفَرِ، ثُمَّ إِلَى الْأَصْفَرِ الْبَاهِتِ، مَمَّا يُشَيرُ إِلَى الْاقْتِرَابِ مِنْ نَقْطَةِ نِهايَةِ الْمُعَايِرَةِ.

4- يُضَافُ إِلَى الْمَحْلُولِ قَطْرَاتٌ عَدَّةٌ مِنْ مَحْلُولِ مَطْبُوخِ النَّشَاءِ، وَيُمْرَجُ جِيدًا فِيَّا لَوْنَ الْمَحْلُولِ بِالْأَزْرَقِ.

5- تَتَابَعُ الْمُعَايِرَةِ بِإِضَافَةِ مَحْلُولِ ثِيُوكَبِرِيَتَاتِ الصُّودِيُومِ بِحَذْرٍ وَبِبَطْءٍ حَتَّى لَحْظَةِ اِنْقَلَابِ لَوْنِ الْمَحْلُولِ مِنَ الْأَزْرَقِ إِلَى الْأَخْضَرِ الْبَاهِتِ. يُسْجَلُ حَجْمُ مَحْلُولِ ثِيُوكَبِرِيَتَاتِ الصُّودِيُومِ الْمُسْتَهَلِكِ لِلْمُعَايِرَةِ، وَيُفَتَّضَ أَنْهُ V_1 .

6- تُعَدُّ الْمُعَايِرَةُ بِاستِخْدَامِ 100ml مِنَ الْمَاءِ ثَانِيِّ التَّقْطِيرِ لِتَحْدِيدِ اسْتَهْلَكِ الْبِلَانِكِ. يُسْجَلُ حَجْمُ مَحْلُولِ ثِيُوكَبِرِيَتَاتِ الصُّودِيُومِ الْمُسْتَهَلِكِ لِلْمُعَايِرَةِ، وَيُفَتَّضَ أَنْهُ V_2 .

7- يَقْدِرُ تَرْكِيزُ الْكَبِرِيتِيدِ بِالـ mg/l وَفِي الْعَلَاقَةِ الْأَتِيَّةِ:

$$\text{S}^{2-}(\text{mg/l}) = (V_1 - V_2) \times 0.025 \times 160$$

8- تُحَسَّبُ كَمِيَّةُ شَارِدَةِ الْكَبِرِيتَاتِ وَفِي الْعَلَاقَةِ الْأَتِيَّةِ:

$$\text{كميَّةُ شَارِدَةِ الْكَبِرِيتَاتِ / mg} = \text{ترْكِيزُ الْكَبِرِيتِ / mg/l} \times 3$$

مَلَاحِظَاتُ:

1- يُحَضِّرُ مَحْلُولُ الْيُودِ 0.025N وَذَلِكَ بِإِذْبَابَةِ 3.175g مِنَ الْيُودِ وَ20g مِنْ يُودِيدِ الْبُوتَاسِيُومِ فِي دُورَقِ مُعَايِرَةِ سَعَةِ 1lit. وَبِاستِخْدَامِ كَمِيَّةٍ مُنَاسِبَةٍ مِنَ الْمَاءِ الْمَقْطَرِ، ثُمَّ يُمْدَدُ الْمَحْلُولُ حَتَّى إِشَارَةِ التَّدْرِيجِ.

2- يُحَضِّرُ مَحْلُولُ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0.025N وَذَلِكَ بِإِذْبَابَةِ 6.2g مِنْهُ فِي دُورَقِ مُعَايِرَةِ سَعَةِ 1lit. وَبِاستِخْدَامِ كَمِيَّةٍ مُنَاسِبَةٍ مِنَ الْمَاءِ الْمَقْطَرِ، ثُمَّ يُمْدَدُ الْمَحْلُولُ حَتَّى إِشَارَةِ التَّدْرِيجِ.

3- يَكَافِئُ 1ml مِنْ مَحْلُولِ الْيُودِ 0.025M مَا مَقْدَارُهُ 400mg كَبِرِيتِيد.

15-5-3 تحديد شاردة النترات في المياه الطبيعية

Determination of Nitrate ion in Natural Water

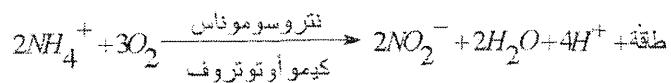
يشكل النتروجين الحر حوالي 78% من حجم الهواء، ويُعد عنصراً هاماً بالنسبة

لجميع الكائنات الحية، حيث يدخل في تركيب الأحماض الأمينية وبالاتني في البروتينات. تعيش في التربة والمياه بعض أنواع البكتيريا والطحالب والتي تدعى مثبتات النتروجين لقدرتها على تحويل النتروجين الجوي الخام إلى مركبات تستطيع النباتات الحصول على الاستفادة منها مثل شاردة النترات NO_3^- الذي يُعدَّ أهم مصادر نتروجيني للنبات على الاطلاق نظراً لسهولة امتصاصه.

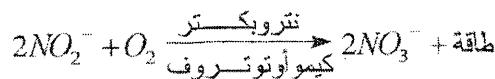
تبدأ دورة النتروجين بقيام النباتة الخضراء بامتصاص النتروجين المثبت بوساطة شعيرات الجذور على شكل نترات NO_3^- وآمونيوم NH_4^+ وأحياناً على شكل آمونياك NH_3 ، حيث تستخدم هذه المركبات النتروجينية في تركيب الأحماض الأمينية التي تُعد حجر الأساس في بناء البروتينات.

يوجد النتروجين في المياه البحرية بأشكال مختلفة منها NH_4^+ , NO_2^- , NO_3^- ونتروجين عضوي. يمكن للعوالق النباتية أن تستمد النتروجين على شكل نترات، أما الأشنيات الزرقاء فتستطيع أن تثبت غاز النتروجين الجوي.

تُعرضن بقايا النباتات وكذلك حشائش الحيوانات الميتة وفضلاتها للتحلل بفضل الكائنات الحية الدقيقة الهاوائية واللاهوائية حيث تتم عملية أكسدة الآمونيوم في وسط يتوفر فيه الأكسجين بوساطة بكتيريا نتروسوموناس (Nitrosomonas) إلى التريت وفق المعادلة الآتية:



تُوكسِّد بكتيريا نتروبكتر (Nitrobacter) التريت إلى نترات التي تمتصها النبتة بسهولة، وتُسمى هذه العملية بالترجة وفق التفاعل الآتي:

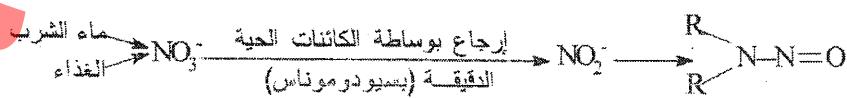


يتم في الشروط اللاهوائية إرجاع النترات بوساطة بعض الكائنات الحية مثل بكتيريا بسيودوموناس (Pseudomonas) إلى تريت، ومنه إلى غاز النتروجين الذي يتتصاعد إلى الغلاف الغازي، وفم بسيط جداً إلى آمونياك وبذلك يتم إرجاع النترات إلى غاز النتروجين وإغلاق دورة النتروجين، وتُسمى هذه العملية بعملية نزع

الاكسجين من المركبات النتروجينية (Denitrification) وفق العمليات الآتية:



تُعد النترات إحدى الملوثات المائية وحسب مواصفات منظمة الصحة العالمية (World Health Organization WHO) يجب أن لا تزيد كمية النترات في مياه الشرب عن 45ppm، وأن لا تزيد كمية النترات التي يأخذها الإنسان في اليوم عن 200mg سواءً بوساطة الشراب أو الطعام، وتتجدر الإشارة إلى أن شوارد النترات تسبب مرض الازرقاق عند الأطفال، كما أنها تُعد المصدر الرئيس لتكوين مركب نتروزوـ أمين الذي يسبب السرطان عند الإنسان وفق التفاعل الآتي:



تكون المياه غنية بالنترات عندما تتجاوز قيمتها 25mg/l. تُعد التertiت وأملاح النترات والأمونيوم من المواد التي تدل على تلوث المياه، ويجب أن تكون في المياه القابلة للشرب قليلة جداً بل معودمة فشاردة الأمونيوم أقل من 0.06mg/l، وشاردة النترات أقل من 44mg/l، وشاردة التertiت أقل من 0.1mg/l.

تعطى شاردة النترات NO_3^- بوجود ساليسيلات الصوديوم بارانتروساليسيلات الصوديوم ذي اللون الأصفر.

خطوات العمل:

- 1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُنْرَجَة حجم "V=10ml" من الماء المراد دراسته، ويُوضع في دورق حجمي، ويضاف إليه 3ml من محلول ماءات الصوديوم 40% و 1ml من محلول ساليسيلات الصوديوم 0.5%.
- 2- يُبخِّر محلول بدرجة 110°C ، ويترك جانبًا ليبرد.
- 3- يضاف إليه 2ml من حمض الكربونيك، ثم يحرك جيداً، ويترك جانبًا لمدة عشر دقائق.

- 4- يضاف إلى المزيج الناتج 15ml من الماء المقطر أو من الماء الثاني التقطير، و 15ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم وطرطرات الصوديوم والبوتاسيوم.
- 5- يحضر محلول عياري لشاردة النترات من خلال إذابة 0.722g من نترات البوتاسيوم الامامي في دورق حجمي سعة 1lit، ويكمم الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدريج، ثم يضاف إليه 1ml من الكلوروفورم للحفظ، فتحصل على محلول تركيز 0.1g N/l.
- 6- يحضر محلول عياري جديد من محلول سابق وذلك بنقل 50ml من محلول الأول إلى دورق حجمي سعة 1lit، ويكمم الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدريج، فتحصل بذلك على محلول تركيز 5mg N/l.
- 7- تُحضر من محلول العياري الجديد سلسلة من المحاليل العيارية وذلك بما يتوافق مع تركيز النترات في العينة المدروسة، تعامل المحاليل العيارية بالطريقة نفسها التي عوملت بها العينة المدروسة.
- 8- تُبخر المحاليل العيارية عند الدرجة 110°C، وتترك جانبًا لتبرد، ثم يضاف إلى كل منها 2ml حمض كبريت مركز، وتحرك جيداً، وتترك جانبًا لمدة عشر دقائق.
- 9- يضاف إلى كل محلول من المحاليل العيارية 15ml ماء مقطر أو ماء ثاني التقطير، ثم 15ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم وطرطرات الصوديوم والبوتاسيوم فيأخذ كل محلول اللون الأصفر.
- 10- يحضر محلول الشاهد بأخذ 10ml من الماء المقطر في دورق حجمي ويعامل بالطريقة نفسها التي عوملت بها المحاليل العيارية والعينة المدروسة.
- 11- يدرس منحني الطيف ضمن المجال 380-780nm، وتحدد قيمة $\lambda_{max} = 420\text{nm}$.
- 12- يرسم المنحني العياري المواقف لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية المُحضرّة، وتقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} ، ويُحدّد تركيز التتروجين الذي يعود بمصدره إلى شاردة النترات، ثم تحدّد كمية شاردة النترات في العينة المجهولة، فنجد العلاقة الآتية:

$$\text{كمية شاردة النترات}/\text{mg} = \text{تركيز التتروجين}/\text{mg/l} \times 4.43$$

ملاحظات:

- 1- يحضر محلول سالبيسليات الصوديوم 0.5% كل أربع وعشرون ساعة وذلك بإذابة

5g من حمض الساليسيليك في دورق حجمي سعة 11lit. ويضاف إليه بعد ذلك 10g من هيدروكسيد الصوديوم، ويحرك المزيج حتى إتمام الذوبان، ثم يكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.

2- يُحضر محلول هيدروكسيد الصوديوم وطرطرات الصوديوم والبوتاسيوم وذلك بإذابة 40g من هيدروكسيد الصوديوم و60g من طرطرات الصوديوم والبوتاسيوم في دورق حجمي سعة 11lit. يُسخن محلول حتى إتمام الذوبان، ويترك ليرد، ثم يكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدريج الموجودة على عنق الدورق. يُحفظ محلول في عبوة بولي إثيلين لحين الاستخدام.

16-5-3 تحديد شاردة النتريت في المياه الطبيعية

Determination of Nitrite ion in Natural Water

خطوات العمل:

1- ينقل بوعصاً طفيفة مُدَرَّجة حجم "V=80ml" من الماء المراد دراسته، ويُوضع في دورق حجمي سعة 100ml، ويضاف إليه 10ml من محلول حمض 4 - أمينو الساليسيليك و 10ml من محلول النافثول-1.

2- يُحضر محلول عياري للنتريت من خلال إذابة 1.499g من نتريت الصوديوم في دورق مُعَالَّة سعة 11lit يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر، ويضاف بعد ذلك إلى محلول الناتج 1ml كلوروفورم عالي النقاوة وفرض واحد من هيدروكسيد الصوديوم، ثم يُمْدَّ المزيج الناتج حتى إشارة التدريج الموجودة على عنق الدورق، فنحصل بذلك على محلول تركيزه $1\text{gNO}_2/\text{l}$.

3- يُحضر محلول عياري جديد من محلول العياري السابق وذلك بنقل 10ml من محلول العياري الأول إلى دورق حجمي سعة 11lit، ويُكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدريج، فنحصل على محلول عياري جديد تركيزه $0.01\text{gNO}_2/\text{l}$.

4- تُحضر من محلول العياري الجديد سلسلة من المحاليل العيارية وذلك بما يتوافق مع تركيز شاردة النتريت في العينة المدروسة، وتعامل سلسلة المحاليل العيارية بالطريقة نفسها التي عولت بها العينة المائية المدروسة (يُؤخذ 1ml و 2ml و 4ml من محلول العياري ذو التركيز $0.01\text{gNO}_2/\text{l}$ ، ثم توضع في ثلاثة دورق مُعَالَّة

سعة 100ml، ويضاف إلى كل منها 10ml حمض 4 - أمينو الساليسيليك و 10ml نافثول-1، ويُمدد المحلول بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.

5- يُحضر محلول الشاهد وذلك بأخذ 80ml ماء المقطر في دورق معايرة سعة 100ml، ويضاف إليه 10ml حمض 4- أمينو الساليسيليك و 10ml من محلول النافثول-1.

6- يدرس منحني الطيف ضمن المجال 380-780nm، وتحدد قيمة $\lambda_{max} = 380\text{nm}$.
7- يرسم المنحني العياري الموافق لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية عند λ_{max} . تُقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} . ويُحدد تركيز النتروجين الذي يعود بمصدره إلى شاردة النتريت، ثم تُتحدد كمية شاردة النتريت في العينة المجهولة وفق العلاقة الآتية:

$$\text{كمية شاردة النتريت mg/l} = \text{تركيز النتروجين mg/l} \times 3.28$$

ملاحظات:

1- يُحضر محلول حمض 4- أمينو الساليسيليك وذلك بإذابة 0.25g من الملح الصوديومي لهذا الحمض في 0.14M من حمض كلور الماء، ثم يُمدد المحلول بحمض كلور الماء 0.14M في دورق معايرة سعة 100ml وذلك حتى إشارة التدريج الموجودة على عنق الدورق.

2- يُحضر محلول النافثول-1 وذلك بإذابة 0.35g من النافثول-1 في دورق معايرة سعة 100ml، يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر ومضاف إليها 1.5g من هيدروكسيد الصوديوم، ويُمدد المزيج بعد ذلك بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.

3- تحديد شاردة الأمونيوم في المياه الطبيعية

Determination of Ammonium ion in Natural Water

تعتمد الطريقة الآتية لتعيين شاردة الأمونيوم NH_4^+ في الماء على استخدام كاشف نسلر وهو محلول يوديد البوتاسيوم الزئتي مرتقع القلوية، ويكون هذا الكاشف ذو لونبني محمر مع وجود الشادر.

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُدَرَّجة حجم "V=100ml" من الماء المراد تحليله، ويُوضع في إرلنماير، ويضاف إليه 5ml من محلول القلوبي (كربونات الصوديوم

- وهيدروكسيد الصوديوم). يترك المزيج لمدة عشر دقائق حتى يسقى (ملاحظة -3).
- 2- يُؤخذ 50ml من السائل الشفاف الطافي، ويوضع في إرلنماير، ويضاف إليه 2ml من محلول كاشف نسلر (المُحضر وفق الملاحظة -2).
- 3- يُحضر محلول الشاهد بأخذ 50ml من الماء المقطر في دورق معايرة، ويعامل بالطريقة نفسها التي عولت بها العينة المدروسة.
- 4- يُحضر محلول عياري لشاردة الأمونيوم من خلال إضافة 3.84g من كلوريد الأمونيوم في دورق حجمي سعة 1lit، ويُكمم محلول بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.
- 5- يُنقل 10ml من محلول العياري السابق إلى دورق حجمي سعة 1lit، ويُمدد محلول بالماء المقطر حتى إشارة التدريج، فتحصل على محلول عياري جديد تركيزه $1.28 \text{ mg NH}_4^+ / \text{l}$ أو $10 \text{ mg N}_2/\text{l}$.
- 6- تُحضر من محلول العياري الجديد سلسلة من المحاليل العيارية وذلك بما يتوافق مع تركيز شاردة الأمونيوم في العينة المدروسة.
- 7- تعامل المحاليل العيارية المُحضرّة وفق الخطوة -6- بالطريقة نفسها التي عولت بها العينة المدروسة.
- 8- يُدرس منحني الطيف ضمن مجال من 380-780nm، وتحدد قيمة $\lambda_{\text{max}} = ? \text{ nm}$.
- 9- يرسم المنحني العياري المُواافق لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية المُحضرّة. تُقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} ، وتحدد كمية الأمونيوم في محلول المدروس بالـ mg/l على النحو الآتي:
- $$\text{كمية شاردة الأمونيوم / mg} = \text{تركيز النتروجين / mg/l} \times 1.28$$
- ملاحظات:**
- 1- تضاف كمية قليلة من محلول كاشف نسلر للماء، فإذا تلون محلول العينة باللون الأصفر، وهذا دليل على وجود شاردة الأمونيوم.
 - 2- يُحضر كاشف نسلر وذلك بإضافة 13.55g من كلوريد الزئبق و 36g من يوديد البوتاسيوم في دورق حجمي سعة 1lit، ويُمدد محلول بالماء المقطر حتى إشارة التدريج، ويُحفظ المزيج في زجاجة عائمة لحين الاستخدام.
 - 3- يُؤخذ 20ml من كاشف نسلر المُحضر، ويضاف إليه 6ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم، ويضاف 2ml من هذا المزيج إلى كل من المحاليل المدروسة.

3- يُحضر المحلول القلوي وذلك بإذابة 200g من كربونات الصوديوم المبلورة و 200g من هيدروكسيد الصوديوم في دورق معايرة سعة 1lit، ويُكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدريج.

ATO 1