



كلية العلوم

القسم :الكيمياء

السنة : الثالثة

المادة : كيمياء بيئية

المحاضرة : الرابعة / عملي

{{ مكتبة A to Z }}

مكتبة A to Z : Facebook Group

كلية العلوم ، كلية الصيدلة ، الهندسة التقنية

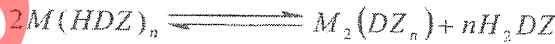
يمكنكم طلب المحاضرات برسالة نصية (SMS) أو عبر (What's app-Telegram) على الرقم 0931497960



يلعب ثنائي ثيزون دور حمض وحيد البروتون (حمض أحادي الوظيفة) $pK_a = 4.7$ حتى إلى حوالي $pH = 12$ ، وهو البروتون الحمضي لمجموعة الثيول في الماكب (C). يتشكل مُعَقَّد أولي لثنائي ثيزون مع المعدن وفق التفاعل الآتي:



تُشكل بعض المعادن مثل النحاس، الفضة، الذهب، الزئبق، البزموت، والبالاديوم مُعَقَّدًا ثانياً (بصطلح على تسميته ثنائي ثيزونات ثانوي) عند مجال مرتفع لـ pH أو بسبب قصور الكاشف وفق التفاعل الآتي:



تعدّ ثنائي ثيزونات الأولية عموماً ذات فائدة تحليلية بالمقارنة مع ثنائي ثيزونات الثانوية التي تتصف بأنها أقل ثباتاً وأقل ذوباناً في المذيبات العضوية. يوجد ثنائي ثيزون على هيئة مادة صلبة تتمتع بلون أسود-بنفسجي، لا تذوب في الماء، لكنها تذوب في محلول الأمونياك المُمدّد، كما أنها تذوب في الكلوروفورم وفي رباعي كلور الكربون وفي ثنائي كلور الميثان مشكلة محلولاً أخضر اللون، ومن ناحية أخرى، يتصف ثنائي ثيزون بأنه كاشف جيد في تحديد كميات صغيرة (μg) للعديد من المعادن، ويمكن استخدامه أيضاً ككاشف انتقائي لمعادن محدّدة.

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُدرّجة حجم " ($V=100ml$) من عينة المياه المدرسة، وتُنقل إلى قمع فصل سعة 500ml، ويضاف إليها 50ml من المزيج القلوي (أمونياك - سيانيد - كبريتيت)، ثمّ 30ml من محلول ثنائي ثيزون. تضبط قيمة pH المحلول عند 9.5 بإضافة حمض كلور الماء بحذر، وباستخدام مقياس pH .

2- يخلط المزيج جيداً لمدة ربع ساعة في قمع الفصل، ثمّ يترك جانباً حتى يتم فصل الطبقات، ثمّ تُفصل الطبقة الأثقل، وتُنقل إلى أنبوب جاف أو ورق مُعايرة جاف أو ما يعادله.

3- تُحضّر سلسلة من المحاليل العيارية للرصاص وذلك بإذابة 1.6g من نترات الرصاص في ورق مُعايرة سعة 1lit. يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر، ويُمدّد المحلول بالماء المقطر حتى إشارة التدرّج، فنحصل على محلول عياري تركيزه 1000ppm (1 g/lit). يؤخذ 1ml من هذا المحلول، ويُمدّد بالماء المقطر في

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

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

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

ملاحظات:

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

2- يُحضّر محلول ثنائي الثيزون وذلك بإذابة 7.5mg من المادة الصلبة في 300ml كلوريد الميثيلين (ثنائي كلور الميثان)، ويشترط 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 تحوي على السيانيد، مما يقتضي جمع المحاليل المستخدمة في وعاء خاص يحتوي على كبريتات الحديد $FeSO_4$ (لتحويل CN^- إلى $[Fe(CN)_6]^{4-}$). ويحذر مهما كانت الأحوال إضافة حمض إلى وعاء التجميع، كما يجب غسل الأدوات الزجاجية بمحلول قلوي وإضافة الغسالة إلى وعاء التجميع، ثم يجمع في الوعاء أيضاً محاليل ثنائي كلور الميثان.

3-5-13 تحديد شاردة الفوسفات في المياه الطبيعية

Determination of Phosphorus in Natural Water

يُعدّ الفوسفور من العناصر الضرورية للحياة، فهو يدخل في تركيب

والأسنان، وتنتقل الطاقة بوساطته في الخلية من مركب إلى آخر، كما أن المادة الوراثية تنتقل بوساطة بعض مركباته. يعود المصدر الأساسي للفوسفور في أصله إلى تآكل الصخور الأم، كما يوجد مخزون الفوسفور في العظام ومخلفات الأحياء وخاصة براز الطيور البحرية، وهو سماد غني بالفوسفات والأزوت، وتطلق أملاح الفوسفور ثنائية نتيجة موت الكائنات وتحلل مخلفاتها بوساطة البكتريا، وبذلك تصبح قابلة للتمثيل حيث تمتص من قبل النباتات، أو تجرف بمياه الأمطار إلى أعماق البحار والمحيطات، أو تتحول إلى أملاح 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 $5\text{mg PO}_4^{3-}/\text{l}$ ، ويحدد الماء ملوثاً عندما يتجاوز تركيز الفوسفات فيه 5mg/l .

يعتمد مبدأ هذه الطريقة في تحديد الفوسفور على تشكيل مُعَقَّد أزرق اللون من خلال إضافة الموليبدات إلى محلول يحتوي على فوسفور ذائب فيتشكل مُعَقَّد حمض فوسفوموليبدات، يتم إرجاعه بكلور القصديري إلى مُعَقَّد الموليبديوم الأزرق، وتتعلق شدة اللون الأزرق في المحلول بعوامل عدة أهمها تركيز الفوسفور الذائب، ودرجة الحموضة، ووجود السيليكات في المحلول إضافة إلى وجود عناصر مثل الزرنيخ والفسفاناديوم، والنتيانيوم، والزركونيوم، وكميات فائضة من أملاح الأمونيوم التي تؤثر سلباً في شدة تلون المحلول.

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُتَرَجَّة حجم ($V=25\text{ml}$) من عينة الماء المدروسة، ويوضع في دورق حجمي سعة 50ml ، ويُضاف إليه 2ml من محلول موليبدات الأمونيوم.

2- يُخلط المزيج جيداً، ويترك لمدة خمس دقائق، ثم يمدد المحلول بالماء المقطر إلى ما قبل إشارة التدرج، يضاف إليه بعد ذلك 1ml من محلول كلوريد القصديري SnCl_2 ، فيتشكل مُعَقَّد الموليبديوم الأزرق اللون.

3- يُحضَّر محلول عياري للفوسفات وذلك بإذابة 0.2197g من فوسفات البوتاسيوم الثلاثية الهيدروجين KH_2PO_4 في الماء المقطر، ويكمل الحجم إلى 1lit بالماء.

المقطر. يمثل هذا المحلول المحلول الأم بتركيز P/I 0.05g (50 ppm).
يُحضّر من المحلول الأم محلول عياري آخر تركيزه P/I 0.002g (2 ppm)، وذلك
بأخذ 40ml من المحلول الأصلي ذو التركيز 50ppm/P ويُمدّد بالماء المقطر في
دورق مُعايرة حتى الحجم 1lit.

4- تُحضّر سلسلة محاليل عيارية على النحو الآتي:

a- يُحضّر محلول St(1) وذلك بأخذ 1ml من محلول الفوسفات العياري ذي التركيز
2ppm. يوضع في دورق مُعايرة سعة 50ml، ويضاف إليه 2ml من الموليبدات،
ويُمدّد بالماء المقطر حتى ما قبل إشارة التدرّج، ويضاف إليه بعد ذلك 1ml من
محلول كلوريد القصديري، ويكمل الحجم حتى إشارة التدرّج.

b- يُحضّر محلول St(2) وذلك بأخذ 2ml من محلول الفوسفات العياري و 2ml من
الموليبدات في دورق مُعايرة سعة 50ml. يُمدّد المحلول بالماء المقطر حتى ما قبل
إشارة التدرّج، ويضاف إليه بعد ذلك 1ml من محلول كلوريد القصديري ويكمل
الحجم حتى إشارة التدرّج.

c- يُحضّر محلولي St(3) و St(4) بالطريقة السابقة نفسها، وذلك بأخذ 3ml و 4ml
من محلول الفوسفات العياري. يوضع كل منهما في دورق مُعايرة سعة 50ml،
ويضاف إليهما 2ml من الموليبدات، ثم 1ml من كلوريد القصديري، ويكمل الحجم
بالماء المقطر حتى إشارة التدرّج.

d- يُحضّر محلول الشاهد (blank) وذلك بأخذ 2ml من الموليبدات في دورق حجمي
سعة 50ml، ويضاف إليه 1ml من محلول كلوريد القصديري، ويكمل الحجم حتى
إشارة التدرّج بالماء المقطر.

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

6- يرسم المنحنى العياري الموافق لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية المُحضّرة.
تقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} ، ويُحدّد تركيز الفوسفور في العينة
المجهولة بالـ mg/l. ثمّ كمية شاردة الفوسفات وفق العلاقة الآتية:

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

ملاحظات:

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

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

3- يُحضّر محلول كلوريد القصديري 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 والتحرك حتى إتمام الذوبان وظهور المحلول بشكل رائق، ويُضاف بعد ذلك 180ml ماء مقطر، ويُمزج المحلول. ثمّ يُصب بعد ذلك في زجاجة خاصة.

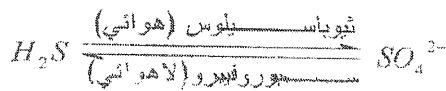
4- يحفظ كلوريد القصديري وذلك بإضافة 1g من برادة القصدير الناعمة إلى المحلول، ويحرك حتى الذوبان، ويُصب فوق سطح المحلول قليلاً من الزيت المعدني الأبيض بسماكة 1cm تقريباً منعاً لأكسدة كلوريد القصديري مما يسمح بحفظه لأسابيع عدة.

3-5-14 تحديد شاردة الكبريتات في المياه الطبيعية

Determination of Sulphate in Natural Water

ينتج الكبريت عن تحلل الصخور الحاوية على كبريتيد الحديد الطبيعي، ويُشبع الماء بشاردة الكبريتيد عند مروره في أراضي جبسية (تحتوي كبريتات الكالسيوم). ينتج الكبريت أيضاً عند موت الكائنات الحية وتعرضها للتحلل الهوائي، فعند تحلل المواد العضوية الحاوية على الكبريت، تنتج أكاسيد الكبريت بوساطة بكتريا الكبريت ثيوباسيلوس (thiobacilluse) ذاتية التغذية كيميائياً تقوم بأكسدة كبريت الهيدروجين إلى كبريتات.

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



0.025N

3- يُعَايَر الفائض من اليود بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم العياري 0.025N من السحاحة على دفعات مع التحريك الدوراني المستمر للإرنماير. ينخفض تركيز اليود تدريجياً أثناء المُعَايَرة فيتحول لون المحلول إلى الأصفر، ثم إلى الأصفر الباهت، مما يُشير إلى الاقتراب من نقطة نهاية المُعَايَرة.

4- يُضاف إلى المحلول قطرات عدة من محلول مطبوع النشاء، ويمزج جيداً فيتلون المحلول باللون الأزرق.

5- تُتابع المُعَايَرة بإضافة محلول ثيوكبريتات الصوديوم بحذر وببطء حتى لحظة انقلاب لون المحلول من الأزرق إلى الأخضر الباهت. يُسجّل حجم محلول ثيوكبريتات الصوديوم المُستهلك للمُعَايَرة، ويُفترض أنه V_1 .

6- تُعاد المُعَايَرة باستخدام 100ml من الماء ثنائي التقطير لتحديد استهلاك البلاك.

يُسجّل حجم محلول ثيوكبريتات الصوديوم المُستهلك للمُعَايَرة، ويُفترض أنه V_2 .

7- يُقدر تركيز الكبريتيد بالـ mg/l وفق العلاقة الآتية:

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

8- تُحسب كمية شاردة الكبريتات وفق العلاقة الآتية:

$$\text{كمية شاردة الكبريتات mg/l} = \text{تركيز الكبريت mg/l} \times 3$$

ملاحظات:

1- يُحضّر محلول اليود 0.025N وذلك بإذابة 3.175g من اليود و 20g من يوديد البوتاسيوم في دورق مُعَايَرة سعة 1lit. وباستخدام كمية مناسبة من الماء المقطر، ثم يُمدّد المحلول حتى إشارة التدرج.

2- يُحضّر محلول $0.025N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ وذلك بإذابة 6.2g منه في دورق مُعَايَرة سعة 1lit. وباستخدام كمية مناسبة من الماء المقطر، ثم يُمدّد المحلول حتى إشارة التدرج.

3- يكافئ 1ml من محلول اليود 0.025M ما مقداره 400mg كبريتيد.

3-5-15 تحديد شاردة النترات في المياه الطبيعية

Determination of Nitrate ion in Natural Water

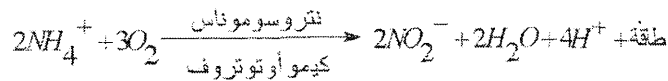
يشكل النتروجين الحر حوالي 78% من حجم الهواء، ويُعدّ عنصراً هاماً بالنسبة

لجميع الكائنات الحية، حيث يدخل في تركيب الأحماض الأمينية وبالآتي في البروتينات. تعيش في التربة والمياه بعض أنواع البكتريا والطحالب والتي تدعى مثبتات النتروجين لقدرتها على تحويل النتروجين الجوي الخامل إلى مركبات تستطيع النباتات الخضراء الاستفادة منها مثل شاردة النترات NO_3^- الذي يُعدّ أهم مصدر نيتروجيني للنبات على الإطلاق نظراً لسهولة امتصاصه.

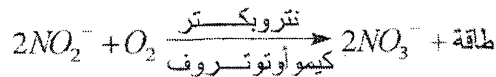
تبدأ دورة النتروجين بقيام النبتة الخضراء بامتصاص النتروجين المثبت بوساطة شعيرات الجذور على شكل نترات NO_3^- و أمونيوم NH_4^+ وأحياناً على شكل أمونياك NH_3 ، حيث تستخدم هذه المركبات النتروجينية في تركيب الأحماض الأمينية التي تُعدّ حجر الأساس في بناء البروتينات.

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

تتعرض بقايا النباتات وكذلك جثث الحيوانات الميتة وفضلاتها التحلل بفعل الكائنات الحية الدقيقة الهوائية و اللاهوائية حيث تتم عملية أكسدة الأمونيوم في وسط يتوفر فيه الأكسجين بوساطة بكتريا نيتروسوموناس (Nitrosomonas) إلى النترت ووفق المعادلة الآتية:

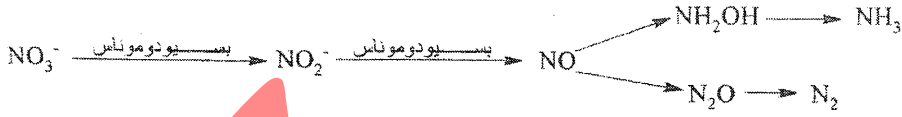


تؤكسد بكتريا نيتروباكتري (Nitrobacter) النترت إلى نترات التي تمتصها النبتة بسهولة، وتسمى هذه العملية بالنترجة ووفق التفاعل الآتي:

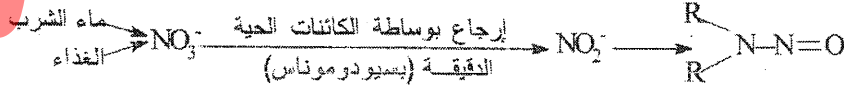


يتم في الشروط اللاهوائية إرجاع النترات بوساطة بعض الكائنات الحية مثل بكتريا بسيودوموناس (Pseudomonas) إلى نترت، ومنه إلى غاز النتروجين الذي يتصاعد إلى الغلاف الغازي، وقسم بسيط جداً إلى أمونياك وبذلك يتم إرجاع النترات إلى غاز النتروجين وإغلاق دورة النتروجين، وتسمى هذه العملية بعملية نزع

الاكسجين من المركبات النتروجينية (Denitrification) وفق العمليات الآتية:



تُعَدّ 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، وتجدر الإشارة إلى أن شوارد النترات تسبب مرض الازرقاق عند الأطفال، كما أنها تُعَدّ المصدر الرئيس لتكوين مركب نتروزو أمين الذي يسبب السرطان عند الإنسان وفق التفاعل الآتي:



تكون المياه غنية بالنترات عندما تتجاوز قيمتها 25mg/l. تُعَدّ النتريت وأملح النترات والأمونيوم من المواد التي تدل على تلوث المياه، ويجب أن تكون في المياه القابلة للشرب قليلة جداً بل معدومة فشاردة الأمونيوم أقل من 0.06mg/l، وشاردة النترات أقل من 44mg/l، وشاردة النتريت أقل من 0.1mg/l. تعطي شاردة النترات NO_3^- بوجود سالييلات الصوديوم بارانتروسالييلات الصوديوم ذي اللون الأصفر.

خطوات العمل:

- 1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُدرّجة حجم " (V=10ml) من الماء المراد دراسته، ويُوضع في دورق حجمي، ويضاف إليه 3ml من محلول ماءات الصوديوم 40% و 1ml من محلول سالييلات الصوديوم 0.5%.
- 2- يُبَخَّر المحلول بدرجة 110 °C، ويترك جانباً ليبرد.
- 3- يضاف إليه 2ml من حمض الكبريت المركز، ثم يحرك جيداً، ويترك جانباً لمدة عشر دقائق.

- 4- يُضاف إلى المزيج الناتج 15ml من الماء المقطر أو من الماء الثنائي التقطير، و 15ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم وطرطرات الصوديوم والبيوتاسيوم.
- 5- يُحضّر محلول عياري لشاردة النترات من خلال إذابة 0.722g من نترات البيوتاسيوم اللامائي في دورق حجمي سعة 1lit، ويكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدرج، ثم يضاف إليه 1ml من الكلوروفورم للحفظ، فنحصل على محلول بتركيز 0.1g N/l.
- 6- يُحضّر محلول عياري جديد من المحلول السابق وذلك بنقل 50ml من المحلول الأول إلى دورق حجمي سعة 1lit، ويكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدرج، فنحصل بذلك على محلول تركيزه 5mg N/l.
- 7- تُحضّر من المحلول 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 جانباً لتبرد، ثم يضاف إلى كل منها 2ml حمض كبريت مركز، وتحرك جيداً، وتترك جانباً لمدة عشر دقائق.
- 9- يضاف إلى كل محلول من المحاليل العيارية 15ml ماء مقطر أو ماء ثنائي التقطير، ثم 15ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم وطرطرات الصوديوم والبيوتاسيوم فيأخذ كل محلول اللون الأصفر.
- 10- يُحضّر محلول الشاهد بأخذ 10ml من الماء المقطر في دورق حجمي ويعامل بالطريقة نفسها التي عوملت بها المحاليل العيارية والعينة المدروسة.
- 11- يُدرس منحنى الطيف ضمن المجال 380-780nm، وتُحدّد قيمة $\lambda_{max} = 420\text{nm}$.
- 12- يرسم المنحنى العياري الموافق لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية المُحضّرة، ويُقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} ، ويُحدّد تركيز النتروجين الذي يعود بمصدره إلى شاردة النترات، ثم تُحدّد كمية شاردة النترات في العينة المجهولة وفق العلاقة الآتية:

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

ملاحظات:

- 1- يُحضّر محلول سالبسيلات الصوديوم 0.5% كل أربع وعشرون ساعة وذلك بإذابة

5g من حمض الساليسيليك في ورق حجمي سعة 1lit. يضاف إليه بعد ذلك 10g من هيدروكسيد الصوديوم، ويحرك المزيج حتى إتمام الذوبان، ثم يكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدرج.

2- يُحضّر محلول هيدروكسيد الصوديوم وطرطرات الصوديوم والبيوتاسيوم وذلك بإذابة 40g من هيدروكسيد الصوديوم و 60g من طرطرات الصوديوم والبيوتاسيوم في ورق حجمي سعة 1lit. يُسخن المحلول حتى إتمام الذوبان، ويترك ليبرد، ثم يكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدرج الموجودة على عنق الدورق. يُحفظ المحلول في عبوة بولي إيثيلين لحين الاستخدام.

16-5-3 تحديد شاردة النتريت في المياه الطبيعية

Determination of Nitrite ion in Natural Water

خطوات العمل:

1- ينقل بوساطة اسطوانة مُدرّجة حجم " (V=80ml) من الماء المراد دراسته، ويُوضع في ورق حجمي سعة 100ml، ويضاف إليه 10ml من محلول حمض 4 - أمينو الساليسيليك و 10ml من محلول الناقتول-1.

2- يُحضّر محلول عياري للنتريت من خلال إذابة 1.499 g من نتريت الصوديوم في ورق مُعايرة سعة 1lit. يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر، ويُضاف بعد ذلك إلى المحلول الناتج 1ml كلوروفورم عالي النقاوة وقرص واحد من هيدروكسيد الصوديوم، ثم يُمدّد المزيج الناتج حتى إشارة التدرج الموجودة على عنق الدورق، فنحصل بذلك على محلول تركيزه $1\text{gNO}_2^-/\text{l}$.

3- يُحضّر محلول عياري جديد من المحلول السابق وذلك بنقل 10ml من المحلول العياري الأول إلى ورق حجمي سعة 1lit، ويكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدرج، فنحصل على محلول عياري جديد تركيزه $0.01\text{gNO}_2^-/\text{l}$.

4- تُحضّر من المحلول العياري الجديد سلسلة من المحاليل العيارية وذلك بما يتوافق مع تركيز شاردة النتريت في العينة المدروسة، وتُعامل سلسلة المحاليل العيارية بالطريقة نفسها التي عوملت بها العينة المائية المدروسة (يؤخذ 1ml و 2ml و 4ml من المحلول العياري ذو التركيز $0.01\text{gNO}_2^-/\text{l}$ ، ثم توضع في ثلاث دوايق مُعايرة

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

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

6- يدرس منحنى الطيف ضمن المجال 380-780nm، وتُحدّد قيمة λ_{max} .

7- يرسم المنحنى العياري الموافق لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية عند λ_{max} . تقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} . ويُحدّد تركيز النيتروجين الذي يعود بمصدره إلى شاردة النترت، ثم تُحدّد كمية شاردة النترت في العينة المجهولة وفق العلاقة الآتية:

$$\text{كمية شاردة النترت} = \text{mg/l} = \text{تركيز النيتروجين} \times 3.28 \times \text{mg/l}$$

ملاحظات:

1- يُحضّر محلول حمض 4- أمينو الساليسيليك وذلك بإذابة 0.25g من الملح الصوديومي لهذا الحمض في 0.14M من حمض كلور الماء، ثم يُمدّد المحلول بـ 100ml من حمض كلور الماء 0.14M في ورق مُعايرة سعة 100ml وذلك حتى إشارة التدرّج الموجودة على عنق الدورق.

2- يُحضّر محلول النافثول-1 وذلك بإذابة 0.35g من النافثول-1 في ورق مُعايرة سعة 100ml، يحتوي على كمية مناسبة من الماء المقطر ومضاف إليها 1.5g من هيدروكسيد الصوديوم، ويُمدّد المزيج بعد ذلك بالماء المقطر حتى إشارة التدرّج.

3-5-17 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 الزئبقي مرتفع القلوية، ويكون هذا الكاشف ذو لون بني محمّر مع وجود النشادر.

خطوات العمل:

1- يؤخذ بوساطة أسطوانة مُترّجة حجم " (V=100ml) من الماء المراد تحليله، ويُوضع في إرنماير، ويضاف إليه 5ml من المحلول القلوي (كربونات الصوديوم

- وهيدروكسيد الصوديوم). يترك المزيج لمدة عشر دقائق حتى يستقر (ملاحظة -3).
- 2- يؤخذ 50ml من السائل الشفاف الطافي، ويوضع في إرنلمير، ويُضاف إليه 2ml من محلول كاشف نسلر (المُحضّر وفق الملاحظة -2).
- 3- يُحضّر محلول الشاهد بأخذ 50ml من الماء المقطر في دورق مُعايّرة، ويعامل بالطريقة نفسها التي عوملت بها العينة المدروسة.
- 4- يُحضّر محلول عياري لشاردة الأمونيوم من خلال إذابة 3.84g من كلوريد الأمونيوم في دورق حجمي سعة 1lit، ويكمل المحلول بالماء المقطر حتى إشارة التدرّج.
- 5- ينقل 10ml من المحلول العياري السابق إلى دورق حجمي سعة 1lit، ويُمدد المحلول بالماء المقطر حتى إشارة التدرّج، فنحصل على محلول عياري جديد تركيزه $10 \text{ mg N}_2/\text{l}$ أو $1.28 \text{ mg NH}_4^+/\text{l}$.
- 6- تُحضّر من المحلول العياري الجديد سلسلة من المحاليل العيارية وذلك بما يتوافق مع تركيز شاردة الأمونيوم في العينة المدروسة.
- 7- تُعامل المحاليل العيارية المُحضّرة وفق الخطوة 6- بالطريقة نفسها التي عوملت بها العينة المدروسة.

- 8- يُدرس منحنى الطيف ضمن مجال من 380-780nm، وتُحدّد قيمة $\lambda_{\text{max}} = ? \text{ nm}$.
- 9- يرسم المنحنى العياري الموافق لامتصاصية سلسلة المحاليل العيارية المُحضّرة. تُقاس بعدها امتصاصية العينة المجهولة عند λ_{max} ، وتُحدّد كمية الأمونيوم في المحلول المدروس بالـ mg/l على النحو الآتي:

$$\text{كمية شاردة الأمونيوم } \text{mg/l} = \text{تركيز النتروجين } \text{mg/l} \times 1.28$$

ملاحظات:

- 1- تُضاف كمية قليلة من محلول كاشف نسلر للماء، فإذا تلون محلول العينة باللون الأصفر، فهذا دليل على وجود شاردة الأمونيوم.
- 2- يُحضّر كاشف نسلر وذلك بإذابة 13.55g من كلوريد الزئبق و 36g من يوديد البوتاسيوم في دورق حجمي سعة 1lit، ويُمدّد المحلول بالماء المقطر حتى إشارة التدرّج، ويُحفظ المزيج في زجاجة عاتمة لحين الاستخدام.
- يؤخذ 20 ml من كاشف نسلر المُحضّر، ويضاف إليه 6ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم، ويُضاف 2 ml من هذا المزيج إلى كل من المحاليل المدروسة.

3- يُحضَّر المحلول القلوي وذلك بإذابة 200g من كربونات الصوديوم المبلورة و 200g من هيدروكسيد الصوديوم في ورق مُعايرة سعة 1lit، ويكمل الحجم بالماء المقطر حتى إشارة التدرج.

Atol