الفصل السادس

الأجهزة الرئيسية المستخدمة في قياسات ملوثات مياه الشرب وطرق معايرتها

الفصل السادس

الأجهزة الرئيسية المستخدمة في قياسات ملوثات مياه الشرب وطرق معايرتها

أهداف التدريب (التعلم):

بانتهاء التدريب على أعمال هذا الفصل ينبغى أن يكون المتدرب قادراً على أن:

- يذكر أنواع الأجهزة التى تستخدم فى قياس العناصر الفلزية والتى تستخدم فى قياس المركبات غير العضوية.
- يذكر أنواع أجهزة قياس طيف الامتصاص المرئي (سبكتروفوتومتر) ومكوناتها وطرق معايرتها وطريقة استخدامها.
- يصف جهاز قياس طيف الامتصاص الذرى وتركيبه واستخدامه وطريقة معايرته.
- يشرح أهمية جهاز قياس طيف اللهب وطريقة معايرته.
- يشرح نظرية عمل جهاز قياس العكارة، وكيفية استخدامه وطريقة معايرته.
- يصف جهاز قياس الرقم الأيدروجينى وكيفية استخدامه وأنواع الأقطاب التى تستخدم فى قياس الأس الأيدروجينى وكيفية معايرة الجهاز.
- يحدد المعلومات التى يجب معرفتها وخطوات معايرة جهاز التوصيل الكهربى.
- يشرح نظرية عمل جهاز قياس الأكسجين المذاب وكيفية معايرته.

مقـــدمـــة

تستخدم الطرق التقليدية فى التحاليل الكيميائية لمياه الشرب مثل المعايرة الحجمية والطرق الوزنية فى تقدير تركيزات كبيرة نسبيا فالمعايرة الحجمية تستخدم فى تعيين عسر الماء والكلوريد مثلا والطرق الوزنية تستخدم فى تقديرالمواد الصلبة الذائبة والعالقة. وهذه الطرق صالحة لقياس أوزان على مستوى الميللجرام وأجزاء منه. وعندما تكون المواد المراد قياسها على مستوى الميكروجرام وأجزاء منه لا تصلح الطرق التقليدية لهذا الغرض ويلزم استخدام طرق بديلة تتميز بالحساسية العالية والدقة المرتفعة وهذه الطرق تستلزم استخدام الأجهزة. وتعرف بالتحليل الآلى أو التحليل باستخدام الأجهزة.

وتنقسم أجهزة التحاليل إلى أنواع متعددة تعتمد على الأساس النظرى والعملى للقياس مثل:

١. أجهزة القياس الطيفى.
٢. أجهزة القياس الكهربى.
٣. أجهزة الفصل الكروماتوجرافى.
٤. أجهزة القياس الإشعاعى.

وتستخدم هذه الأجهزة فى قياس الملوثات من عناصر فلزية أو كتيونية أو أنيونات أو مركبات عضوية.

الأجهزة المستخدمة فى قياسات العناصر الفلزية

- جهاز الاسبكتروفوتوميتر Spectrophotometer
- جهاز فوتومتر اللهب Flame Photometer
- جهاز قياس طيف الامتصاص الذري للعناصر Atomic Absorption Spectrometer
- جهاز I.C.P الحث البلازمي المزدوج Inductively Coupled Plasma
- جهاز الكروماتوجرافيا الأيونى Ion Chromatograph

الأجهزة المستخدمة فى قياسات المركبات العضوية

- أجهزة التحليل الكروماتواجرافي الغازي. Gas Liquid Chromatograph
- أجهزة التحليل الكروماتواجرافي السائل تحت ضغط مرتفع. High Pressure Liquid Chromatograph

- أجهزة قياس الكتلة.Mass Spectrometer
- أجهزة القياس بالأشعة تحت الحمراء. Infrared Spectrometer

جهاز قياس طيف الامتصاص المرئي وفوق البنفسجى (سبكتروفوتومتر)
UV-Vis - Spectrophotometers

تستخدم هذه الأجهزة فى تقدير العديد من المواد (المؤشرات) مثل النترات والأمونيا والفوسفات وبعض العناصر المعدنية وذلك بإدخال هذه المواد فى تفاعلات تنتج عنها الوان ذات اطوال موجات محددة يمكن قياسها.

يوجد نوعان من هذه الأجهزة:

١. (أحادى الشعاع) Single Beam

حيث يخرج من المصدر شعاع واحد يسمح بمروره فى العينة ومرة أخرى فى محلول الغفل ويؤخذ الفرق.

٢. (ثنائى الشعاع) Double Beam

حيث يخرج من المصدر شعاع واحد يسمح بمروره على قاسم شعاع حيث ينفصل إلى شعاعين يمر أحدهم بعد ذلك خلال العينة والاخر فى المحلول الغفل ويؤخذ الفرق بينهما شكل رقم (٦-١).

يتكون جهاز طيف الامتصاص المرئى من الأجزاء الآتية:

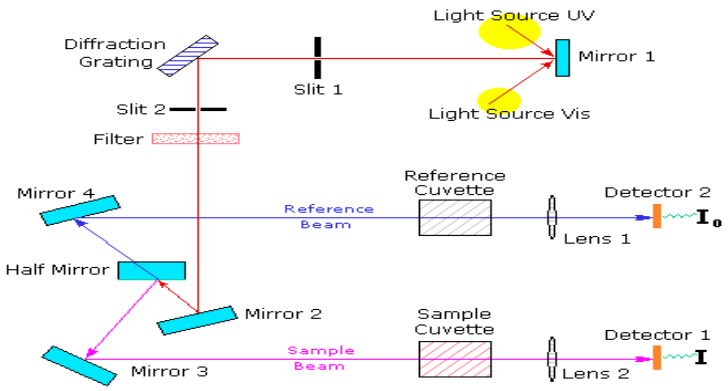
المصدر: وهو لمبة تنجستن لها انبعاث قوى ومستمر وتعطى حزمة ضوئية طول الموجة لها من ٣٥٠ إلى ٨٠٠ نانومتر وتستخدم فى حالة قياس طيف الامتصاص المرئى أو لمبة هيدروجين أو ديتيريوم فى حالة قياس طيف امتصاص الأشعة فوق البنفسجية.

محدد طول الموجة: وهو إما مرشح أو منشور (أو محزز) ويقوم بتفكيك الحزمة الضوئية إلى أطوال موجات وإمرارها خلال العينة

وعاء العينة: وهو خلية زجاجية (أو كوارتز) ذات سمك محدد ودقيق توضع بها العينة (أو محلول الغفل).

الكاشف: وهو أنبوبة تكبير للفوتونات الساقطة عليها وتحويل الأشعة الساقطة إلى تيار كهربى يمكن قياسه.

مسجل: لتسجيل منحنيات الامتصاص



شكل رقم (٦-١)

جهاز قياس الطيف المرئي وفوق البنفسجى (سبكتروفوتومتر)

معايــرة جهاز قياس الطيف المرئي وفوق البنفسجية (سبكتروفوتومتر)

الطريقة الأولى:

- يشغل الجهاز ويترك ليسخن لمدة ١٠ دقائق.
- يختار طول الموجة المراد عندها القياس.
- تحضر التجربة الغفل وتملأ خلية الجهاز بالمحلول
- تمسح جدران الخلية من الخارج وتوضع الخلية فى غرفة القياس.
- تقفل غرفة القياس ويبدأ القياس.

- يضغط على مفتاح الصفر لتحويل أي استجابة إلى صفر وبعدها يكون الجهاز قد تم إعداده لاستقبال العينات وقياسها.

الطريقة الثانية:

- يستخدم مرشح أكسيد الهولميوم Holmium Oxide filter القياسى وعادة يورد مع الجهاز.
- يوضع المرشح فى غرفة القياس وتغير أطوال موجات القياس وتؤخذ القراءات التى يجب أن تتطابق بحيود لايزيد عن ± 1 nm مع أطوال الموجات الآتية:

360.8, 385.8, 418.5, 453.4, 459.9, 536.4, 637.5 nm

ويستخدم أيضا مرشح قياسى من NIS من زجاج SRM ٩٣٠ وتقارن قيم الامتصاص المذكورة له مع القيم المقاسة.

الطريقة الثالثة:

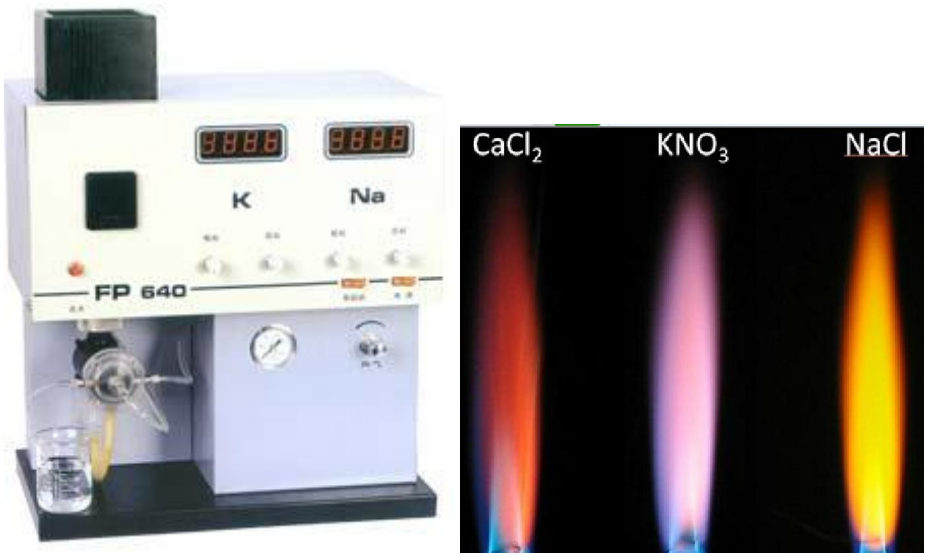
- يستخدم محلول ثانى كرومات البوتاسيوم تركيز ٦٠. ملليجرام /لتر فى محلول ٠.٠١ عيارى من حمض الكبريتيك.ويقاس امتصاص المحلول عند ٢١٠ و ٤٥٠ نانومتر وتقارن بالقيم الآتية:

طول الموجة (nm)	الامتصاص (A)
٢٣٥	0.747
٢٥٧	0.869
٣١٣	0.293
٣٥٠	0.644

ويجب ألا يزيد الحيود الأقصى عند كل أطوال الموجات عن ± ١% .

جهاز قياس طيف اللهب Flame Photometer:

يستخدم هذا الجهاز لقياس تركيز عناصر الإقلاء (مثل الصوديوم والبوتاسيوم) والاقلاء الأرضية (مثل الكالسيوم والباريوم) لأن أطيافها تقع فى المدى المرئى ولذلك فإنه من الممكن قياس طيف انبعاثها شكل رقم (٦-٢)، فى هذه الطريقة يتم دفع محلول العينة إلى لهب يعمل بالبوتاجاز والهواء فتثار ذرات العنصر وعند عودة الإليكترونات إلى الحالة المستقرة ينبعث طيف يلون اللهب بلون يعتمد على نوع العنصر يمكن قياس كثافته وتقدير هذا العنصر وعن طريق استخدام منحنى معايرة (إجراء التجارب مع محاليل معروفة التركيز) يمكن معرفة تركيز العينة المجهولة.



شكل رقم (٦-٢)
جهار قياس طيف اللهب

معايرة جهاز قياس طيف اللهب

- يحضر محلول مرجعى من الصوديوم أو عناص البوتاسيوم والليثيوم والكالسيوم والباريوم حسب العنصر المراد تقديره.
- فى حالة الصوديوم على سبيل المثال يذاب ٢.٥٤٢ جرام من كلوريد الصوديوم السابق تجفيفه عند درجة حرارة ١٤٠ ٠ م ويخفف إلى لتر ماء مقطر خالى من الأيونات (كل ١.٠٠ ملليلتر = ١.٠٠ ملليجرام من عنصر الصوديوم).

- يخفف ١٠.٠٠ ملليلتر من المحلول إلى ١٠٠.٠ ملليلتر ليعطى محلول وسطى يحتوى كل ١.٠٠ ملليلتر منه على ١٠٠ ميكروجرام صوديوم. ويعاد تخفيف المحلول ١٠ مرات للحصول على محلول يحتوي على ١٠ ميكروجرام صوديوم.
- يستخدم هذا المحلول فى تحضير منحنى معايرة من ٠.١ إلى ١.٠ ملليجرام/ لتر. يشغل الجهاز ويترك ليسخن لمدة ١٠ دقائق.
- تحضر تجربة الغفل المحتوية على ماء التخفيف ومحاليل الصوديوم القياسية وتدفع فى الجهاز بدءا بالتركيز الأكبر ثم الأصغر ويقاس الإنبعاث عند طول موجى nm ٥٨٩.
- يكرر قياس التركيز والتجربة الغفل عدة مرات حتى ثبات القراءات ويرسم منحنى معايرة بين التركيز والانبعاث ويستخدم فى قياس التركيز لعينات مجهولة بإتباع نفس طريقة العمل.
- تتبع نفس الطريقة لقياس عناصر والأقلاء الأرضية ويقاس البوتاسيوم عند nm ٧٦٧ والليثيوم عند nm ٦٧٠ ,والكالسيوم عند nm ٤٢٢ والمغنسيوم عند nm ٢٨٥.

جهاز قياس العكارة Turbidimeter and Nephelometer

يعتمد الجهاز، الموضح بالشكل رقم (٦-٣) على تشتت الضوء بواسطة محلول يحتوى على جسيمات عالقة ومنتشرة بهذا المحلول (Dispersed Particles) وبالتالى فإن شدة الشعاع الساقط على العينة تنخفض نتيجة التشتت، إذا تم قياس التشتت عمودى على الشعاع الساقط فهذا هو ما يعرف بـ (Nephelometry).

وعندما يكون التشتت شديد نتيجة وجود جسيمات كثيرة بالمحلول (محلول مركز) فإن الطريقة الأولى تكون أكثر ملائمة. أما إذا كان انخفاض قوة الشعاع الساقط على العينة قليل نتيجة انخفاض تركيز العينة فإن الطريقة الثانية تكون أكثر ملائمة.

شكل رقم (٦-٣)
جهاز قياس العكارة

ويتم حساب التركيز فى الطريقتين عن طريق استخدام منحنى معايرة (إجراء التجارب مع محاليل معروفة التركيز) حيث أن العلاقة بين معامل التعكير (Turbidity Coefficient) والتركيز تكون علاقة خطية شبيهة بعلاقة (Beer's law). ويبين الجدول الآتى تقدير بعض الأيونات بالطريقتين:

Species	Method	Suspension	Reagent
Ag^+	T , N	AgCl	NaCl
Cl^-	T , N	AgCl	$AgNO_3$
Sulfate	T , N	$BaSO_4$	$BaCl_2$
Se	T	$Se\ Cl_2$	$SnCl_2$
Ca	T	CaC_2O_4	$H_2C_2O_4$

N: Nephelometry ; **T**: Turbidity

معايرة جهاز قياس العكارة

- يحضر المحلولين (١) و (٢) كما يلى:
- المحلول (١): يذاب ١.٠٠٠ جرام من كبريتات الهيدرازين فى ماء مقطر ويكمل الحجم إلى ١٠٠ ملليلتر.
- المحلول (٢): يذاب ١٠ جرام من سداسي الميثيلين رباعى الأمين فى ماء مقطر ويكمل الحجم إلى ١٠٠ ملليلتر.
- يخلط ٥.٠ ملليلتر من المحلول (١) و ٥.٠ ملليلتر من المحلول (٢) فى قارورة عيارية سعة ١٠٠ ملليلتر ويترك المحلول لمدة ٢٤ ساعة ثم يخفف بالماء حتى العلامة.

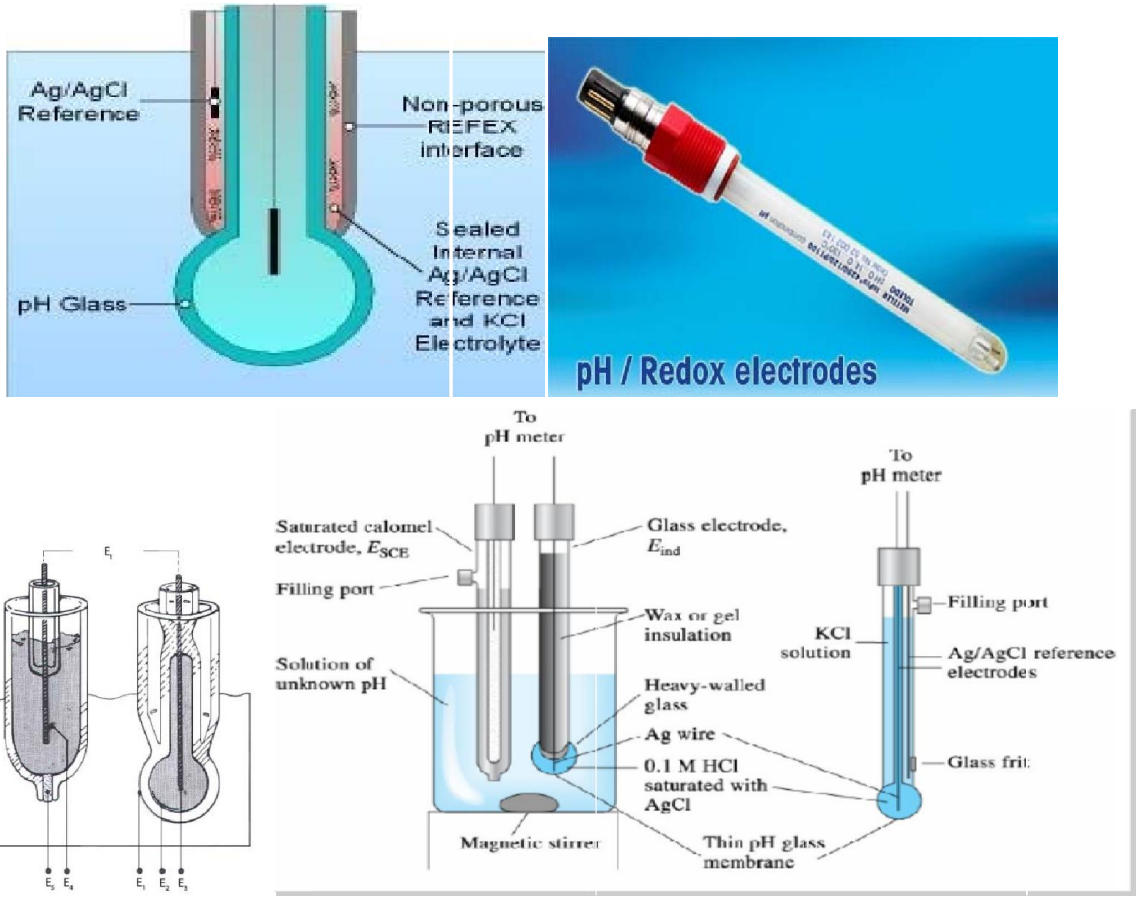
- يرج المحلول جيدا. يعطي هذا المحلول القياسي عكارة قياسية قدرها ٤٠٠ وحدة عكارة (NTU). يمكن تخزين واستخدام هذا المحلول لمدة شهر.
- يحضر معلق العكارة القياسى بتخفيف ٢٥ ملليلتر من المحلول إلى ١٠٠ ملليلتر باستخدام الماء المقطر للحصول على عكارة قدرها ١٠٠ وحدة عكارة (NTU) يحضر محلول آخر عكارتة ١٠ وحدة عكارة بتخفيف المحلول السابق ١٠ مرات.
- يعاير الجهاز باستخدام محلول العكارة ١٠٠ وحدة ليعطى نفس القراءة ثم يكرر مع محلول العكارة ١٠ وحدة.
- ترج العينة المراد قياس عكارتها جيدا وينتظر حتى تختفى الفقاعات الهوائية ثم ينقل جزء منها إلى أنبوبة الجهاز وتقرأ العكارة مباشرة من الجهاز.

إذا كانت قراءة العينة خارج مقياس الجهاز تخفف إلى حجم معلوم ويراعى معامل التخفيف.

جهاز قياس الرقم الأيدروجينى pH-meters

فى هذه الطريقة يتم معرفة الرقم الأيدروجينى عن طريق قياس فرق الجهد الناشئ بين قطبين أحدهما يستجيب لأيون الأيدروجين (Glass electrode) والآخر قطب مرجعى (Reference electrode) وهو عادة ما يكون قطب كالوميل (Calomel electrode) أو قطب كلوريد فضة (Ag/AgCl electrode) وذلك عن طريق غمر القطبين فى محلول العينة المراد قياس رقمها الأيدروجينى. ويوضح الشكل رقم (٦-٤) أقطاب قياس الأس الأيدروجينى، كما يوضح الشكل رقم (٦-٥) جهاز قياس الأس الأيدروجينى.

ومن المستحسن أن يتم قياس الرقم الأيدروجينى فى موقع أخذ العينة وإن تعذر ذلك تجرى عملية القياس فى أسرع وقت ممكن من وقت أخذ العينة.



شكل رقم (٦-٤)

أقطاب قياس الأس الأيدروجينى

وقبل قياس العينة المراد تعيين رقمها الأيدروجينى فإنه يجب أولا ضبط ومعايرة الجهاز عن طريق غمر القطب فى محلول منظم قياسى ذو رقم أيدروجينى ٧ والحصول على قراءة للجهاز ٧ ثم يتم الضبط مرة أخرى عن طريق وضع القطب فى محلولين منظمين ذو رقمين أيدروجينين ٤ و١٠ وضبط القراءات مرة أخرى. ومن المفضل أن يكون الضبط باستخدام محاليل منظمة ذات أرقام أيدروجينية قريبة من العينات المراد فحصها والتعرف عليها.

شكل رقم (٦-٥)
جهاز قياس الأس الأيدروجينى

معايرة جهاز قياس الأس الأيدروجينى

- يوضع قطبى الزجاج والمرجع بعد غسلهما جيدا وتجفيفهما فى محلول منظم أسه الأيدروجينى ٧ مع قطب ضبط درجة الحرارة ويضبط الجهاز ليعطى قراءة ٧.
- يغسل القطبين ويعاد القياس باستخدام محلول منظم أسه الأيدروجينى ٤ وكذلك ٩ ومن المفضل أن يكون الضبط باستخدام محاليل منظمة قياسية ذات أس أيدروجينى قريب من العينات المراد فحصها والتعرف عليها.
- يستخدم ضابط الميل فى ضبط القراءات ليعطى قراءة تطابق أو أقرب ما المراد تكون من قيمة الأس الأيدروجينى للمحلول المنظم القياسى المستخدم.
- يغمس القطبين مع قطب ضبط الحرارة بعد غسلهما فى المحلول قياسه وتسجل القراءة بعد ٣٠ ثانية ويعبر عنها إلى أقرب ٠.١ وحدة pH.
- يجب أن تكون درجة الحرارة عند المعايرة والقياس متماثلة.
- يغمر القطب فى محلول منظم قياسى ذو رقم أيدروجينى ٧ للحصول على قراءه للجهاز ٧ ثم يتم الضبط مرة أخرى عن طريق وضع القطب فى محلولين منظمين ذو رقمين أيدروجينين ٤ و١٠ وضبط القراءات مرة أخرى.

الأقطاب الأيونية المنتخبة ذات الأغشية

Ion Selective Membrane Electrodes

يمكن تقسيم هذه الأقطاب إلى نوعين: النوع الأول الذى يسمى (Ion selective electrodes) وهو القطب الذى يكون له خاصية انتقائية لقياس تركيز أيون محدد مثل أيونات (الكالسيوم والنترات والفلوريد والكلوريد) والنوع الثانى الذى يقوم بقياس تركيز بعض الأشكال الجزيئية الغازية مثل النشادر وثانى أكسيد الكربون وأكسيد النيتروجين. ويوضح الشكل رقم (٦-٦) بعض الأقطاب الأيونية المنتخبة ذات الأغشية.

وهذه الأقطاب تكون حساسة لكميات المواد المراد قياسها وإن كان فى كثير من الأحيان تتداخل بعض المواد الأخرى وتؤثر على القياسات.

والفكرة العامة لقياس تركيز العينة (مثل فكرة قياس الأس الأيدروجينى) هى تكوين فرق جهد يتم قياسه بين القطبين (قطب الدليل والقطب المرجعى) وفرق الجهد المتكون يسبب فرق فى التركيز بين المحلول القياسى الداخلى والمحلول الخارجى المراد تعيين تركيزه.

شكل رقم (٦-٦)
بعض الأقطاب الأيونية المنتخبة ذات الأغشية

معايرة الأقطاب الأيونية المنتخبة ذات الأغشية

- تحضر سلسلة من محلول قياسي للمادة المراد قياسها فى ماء مقطر بتركيزات مختلفة.
- ينقل ١٠ ملليلتر من هذه المحاليل إلى كأس زجاجى سعة ١٠٠ ملليلتر.
- يضاف محلول منظم مناسب لضبط الأس الأيدروجينى كما فى حالة تقدير الفلوريد أو يضاف محلول ضابط القوة الأيونية أو مانع الأكسدة كما فى حالة تقدير الكبريتيد أو قلوي قوي كما فى حالة تقدير الأمونيا أو حمض قوي كما فى حالة تقدير ثانى أكسيد الكربون.
- يغمس قطب الأيون الإنتقائي وقطب مرجع (عادة فضة/كلوريد فضة أو كالوميل) ويخلط المحلول جيدا ويقرأ الجهد من جهاز قياس الأس الأيدروجينى.
- ترسم العلاقة بين الجهد ولوغاريثم التركيز على ورق شبيه اللوغاريتم (Semi log) ويستخدم منحنى المعايرة القياسي فى قياس تركيزات مجهولة بإتباع نفس الخطوات وتقارن النتائج بالمنحنى القياسي.

جهاز قياس التوصيل الكهربائي Conductometers:

- يتناسب التوصيل الكهربى للماء (قياس قابلية الماء للتوصيل الكهربى) مع القوة الأيونية للماء ويعتمد على طبيعة المواد الأيونية الذائبة فى الماء وتركيزها ودرجة حرارة القياس. والوحدة القياسية للتوصيل الكهربى تعطى بوحدة سيمنز/ متر.
- لقياس التوصيل الكهربى يستخدم جهاز قياس التوصيل الكهربائي المبين بالشكل رقم (٦-٧) يجب معرفة ثابت الخلية والذى يقاس بمعرفة محلول قياسى من كلويد البوتاسيوم وكذلك يجب معرفة درجة الحرارة وأخذها فى الاعتبار عند قياس التوصيل الكهربى.
- ويجب أن تترك الخلية دائما فى الماء عند عدم الاستعمال كما يجب أن تجرى القياسات فى موقع أخذ العينة وإن تعذر ذلك تجرى عملية القياس فى أسرع وقت ممكن من وقت أخذ العينة.

شكل رقم (٦-٧)
جهاز قياس التوصيل الكهربائي

معايرة جهاز قياس التوصيل الكهربائي

- يحضر محلول قياسي ٠.٠١ عياري من كلوريد البوتاسيوم بإذابة ٧٤٥.٦ ملليجرام من كلوريد البوتاسيوم اللامائي الجاف فى لتر من ماء التوصيل عند درجة حرارة ٢٥°م. يجب أن يعطى هذا المحلول القياسي توصيل قيمته 141.2 mS/m or 1412 µmhos/cm.
- يحفظ المحلول فى عبوة من زجاج البيركس مغطاة جيدا.
- تغسل خلية التوصيل الكهربائي ٣ مرات على الأقل بمحلول ٠.٠١ عيارى من كلوريد البوتاسيوم قبل القياس وتضبط درجة الحرارة عند ٢٥.٠± ٠.١ °م.
- يمكن تصحيح توصيل محلول ٠.٠١ عيارى من كلوريد البوتاسيوم عند درجات حرارة مختلفة بإستخدام العلاقة:

$$(mS/m) = [141.2\ mS/m] / [1 + 0.0191\ (t-25)]$$

أو العلاقة

$$(\ \mu mho/cm] = [1412\ \mu mho/cm) / [1 + 0.0191\ (t-25]$$

- بعد مراجعة وحدة التعبير عن التوصيل على الجهاز يضبط ثابت الخلية ليعطى قراءة التوصيل المقابلة للمحلول.

جهاز قياس الأكسجين المذاب Dissolved Oxygen Meter

يعتمد قطب قياس الأكسجين على استخدام دائرة بولاروجرافية أو جلفانية تحتوي على قطبين معدنيين مغمورين فى اليكتروليت مفصول عن العينات المراد قياسها بغشاء انتقائي من البولى إيثيلين اوالتيفلون كما هو موضح بالشكل رقم (٦-٨). ويستخدم فى الخلية البولاروجرافية تيار كهربى خارجى لإستقطاب القطب المرجع. ويتناسب تيار الإنتشار (Diffusion Current) مع تركيز الأكسجين.

شكل رقم (٦-٨)
جهاز قياس الأكسجين المذاب

معايرة جهاز قياس الأكسجين المذاب

- يعاير قطب الأكسجين عادة بقياس أكسجين الهواء أو محلول معلوم تركيز الأكسجين به وسبق تقديره باستخدام طريقة (وينكلر) وكذلك فى عينة تحتوي على تركيز صفر من الأكسجين (محلول كبريتيت صوديوم وتركيز ضئيل جدا من كلوريد الكوبلت).
- تستخدم طريقة وينكلر فى تقدير الأكسجين المذاب مباشرة ولتطبيق هذه الطريقة تتبع الخطوات الآتية:

- يذاب ٤٨٠ جرام من كبريتات المنجنير الثنائي ($MnSO_4.4H_2O$) أو ٤٠٠ جرام من ($MnSO_4.2H_2O$) أو ٣٦٤ جرام من ($MnSO_4.H_2O$) فى قليل من الماء ويرشح ويكمل المحلول إلى ١ لتر بالماء ,وهذا المحلول يجب ألا يعطى لونا مع محلول النشا بعد إضافة محلول محمض من يوديد البوتاسيوم.
- يذاب ٥٠٠ جرام أيدروكسيد الصوديوم أو ٧٠٠ جرام أيدروكسيد البوتاسيوم و١٣٥ جرام يوديد صوديوم أو ١٥٠ جرام يوديد بوتاسيوم فى ماء مقطر ويكمل إلى ١ لتر بالماء. يضاف للمحلول ١٠ جرام من أزيد الصوديوم المذاب فى ٤٠ ملليلتر ماء. هذا المحلول يجب ألا يعطى لونا مع النشا عندما يخفف ويحمض.
- محلول قياسى (٠,٢٥ عياري) من ثيوكبريتات الصوديوم بإذابة ٦.٢٠٥ جرام من $Na_2S_2O_3\,5H_2O$ فى ١ لتر من الماء السابق غليه وتبريده لطرد الأكسجين ثم يضاف له ٢ جرام من أيدروكسيد الصوديوم.
- محلول قياسى (٠.٠٢٥ عياري) من ثيوكبريتات الصوديوم للمعايرة ويحضر بتخفيف المحلول السابق ١٠ مرات, تقاس قوته بنقل ٢٠ ملليلتر من محلول أيودات هيدروجينية (٠.٠١٢٥ عياري) إلى دورق مخروطى يحتوى ١٠٠ ملليلتر من الماء المقطر ويضاف له ٢ ملليلتر من حمض الكبريتيك المركز متبوعا بـ ٢ جرام يوديد بوتاسيوم ويعاير المحلول مع محلول ثيوكبريتات الصوديوم (٠.٠٢٥ عياري) باستخدام النشا كدليل.
- تملأ قارورة القياس ذات الفوهة الضيقة وسعة ٣٠٠ ملليلتر وذات غطاء زجاجى مصنفر بالماء ويضاف تحت سطح الماء ٠.٧ ملليلتر من حمض الكبريتيك المركز (يحظر إضافة أكثر من ذلك) و١ ملليلتر من محلول برمنجنات البوتاسيوم و١ ملليلتر من محلول فلوريد البوتاسيوم ويجب أن يكون لون المحلول قرمزى دالا على وجود زيادة من البرمنجنات.تغطى القارورة وتقلب لخلط محتوياتها. يضاف ٠.٥ إلى ١.٠ ملليلتر من محلول ٢% أكسلات لإزالة لون البرمنجنات (٢ الي ١٠ دقيقة) تخلط محتويات القارورة جيدا وتوضع فى الظلام لمدة ١٠ دقائق.

- يزال غطاء القارورة ويضاف ٢ ملليلتر من كبريتات المنجنيز متبوعة ب ٢ ملليلتر من محلول (القلوى- اليوديد- الأزيد) تم تغلق القارورة وتخلط محتوياتها جيدا بقلب القارورة عدة مرات.
- يترك المحلول ليرسب ثم يضاف ٢ ملليلتر من حمض الكبريتيك المركز بعد إزالة الغطاء مباشرة ثم يرجع الغطاء وترج القارورة جيدا حتى تمام ذوبان الراسب.
- يعاير اليود المنطلق بنقل ٢٠٣ ملليلتر من المحلول إلى دورق مخروطى ويعاير مع ٠.٠٢٥ عياري محلول ثيوكبريتات. كل ١.٠ ملليلتر من ٠.٠٢٥ عياري ثيوكبريتات = ١.٠ ملليجرام أكسجين مذاب/ لتر.

جهاز المعايرة الأمبيرومترية:

يعتمد القياس الأمبيرومترى على إجراء تأكسد أو اختزال للمادة المراد قياس تركيزها بإستخدام جهد ثابت وقياس شدة التيار الكهربى الناشئ كدلالة على التركيز. وفى المعايرة الأمبيرومترية تجرى عملية معايرة لحجم معلوم من المادة المراد قياسها مع مادة قياسية وتحديد الحجم المستهلك منها عند نقطة التكافؤ بدلالة التيار الكهربى المتولد. ويستخدم جهاز المعايرة الأمبيرومترية الموضح بالشكل رقم (٦-٩) فى قياس تركيزات ضئيلة من الكلور الحر والمتبقى والمتحد والتفرقة بين أحادى وثنائي الكلورامين فى مياه الشرب.

ويقاس تركيز الكلور الحر المتبقى بالمعايرة مع محلول قياسى من أكسيد فينيل الزرنيخات حيث لا يحدث تغير فى التيار بعد نقطة التكافؤ بإضافة المزيد من المادة القياسية. ولقياس الكلور المتبقى المتحد أو المتبقى الكلى يضاف محلول يوديد البوتاسيوم لنفس المحلول السابق ويضبط الرقم الأيدروجينى بإضافة محلول منظم عند رقم أيدروجينى ٤-٧ ويعاير اليود المنطلق مع محلول قياسى من أكسيد فينيل الزرنيخات كما هو الحال مع الكلور المتبقي الحر.

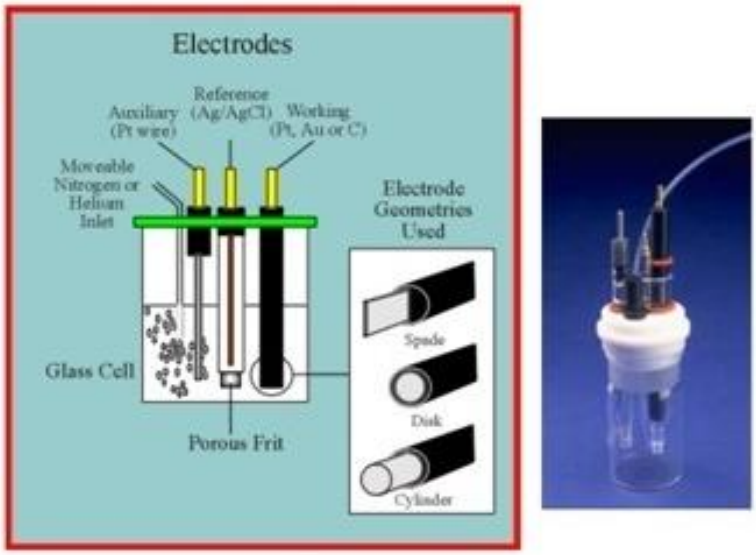
ويتكون الجهاز من خلية تحتوى قطبين معدنيين كاثود وأنود (بلاتين /فضة أو ذهب/ نحاس) والأنود عبارة عن قطبين هما القطب المرجعى وقطب مساعد أو مكمل يعمل على ثبات التيار المقاس ويعرف النظام بثلاثى الأقطاب كما هو موضح بالشكل رقم (٦-١٠) بالإضافة إلى سحاحة ومسجل للتيار الكهربى الناشئ. وتتميز الطريقة بحساسيتها العالية التى تصل إلى ٠.٥ جزء فى البليون.

الأمبيرومترية شكل (٦-٩)
جهاز المعايرة

معايرة جهاز المعايرة الأمبيرومترية

عند عدم استخدام الجهار لمدة أسبوع أو أكثر أو عند تشغيل الجهاز لأول مرة تختبر الخلية الأمبيرومترية بإضافة بضع قطرات من محلول الكلور (كلوركس) إلى ٢٥ ميلليلترمن ماء الصنبور فى كأس سعته ٢٥٠ ميلليلتر وبعد رج المحلول وغمر الأقطاب فيه يضبط جهد التيار الكهربى عند ٠.٥ إلى ١.٥ ميكرو أمبير ويترك لمدة ١٠ دقائق ثم تغسل الأقطاب ويصبح الجهاز جاهزا للقياسات. وتنظف الأقطاب من وقت إلى آخر (كل شهر) بغمرها فى محلول ١:١ حمض نيتريك لمدة ساعتين ثم تغسل بالماء المقطر وتغمر فى محلول كلور مخفف لضمان ثبات القراءة عند القياس بعد ذلك.
وجهاز القياس الأمبيرومتري لا يحتاج إلى معايرة ولكن يجب أن تكون المحاليل المستخدمة قياسية معلومة التركيز تماما وان تجرى مقارنة بين

نتائج عينة تحتوى على الكلور باستخدام التحليل اللونى بالتفاعل مع كاشف (N,N-Diethyl-p- phenylenediamine) والتحليل الأمبيرومترى.



شكل رقم (٦-١٠)
أقطاب جهاز المعايرة الأمبيرومترية

جهاز قياس السيانيد Cyanide Analyzer:

يمكن أن يتواجد السيانيد فى الماء فى عدة صور (السيانيد الحر – السيانيد المتاح – السيانيد القابل للكلورة والسيانيد الكلى) وتقدر صور السيانيد المختلفة فى الماء بطرق آلية كثيرة بعد إجراء عملية تقطير للعينة فى وسط حامضى ثم يتم إجراء التالى:

١. **التقدير الطيفى اللونى.** وذلك بتجميع الهيدروسيانيك المتصاعد فى محلول مائى ذو رقم أيدروجينى ٤.٥ ثم السماح للسيانيد بالتفاعل مع محلول الكلور ليكون كلوريد السيانوجين الذى يتفاعل بدوره مع كاشف البيريدين وحمض برباتيوريك ليكون لونا أحمر يقاس كثافته بدلالة تركيز السيانيد باستخدام الطرق الطيفية اللونية.
٢. **التقدير الجهدى.** حيث يتم تقدير السيانيد فى مقطر العينة باستخدام قطب السيانيد الأيونى المنتخب مع قطب مرجع (فضة/كلوريد فضة أو

كالوميل) وقياس فرق الجهد بإستخدام جهاز قياس الجهد كدلالة على لوغاريتم تركيز السيانيد.

٣. **التقدير الكروماتوجرافى:** يستخدم فى هذه الحالة جهاز كروماتوجرافيا الأيونات حيث يقوم مبادل أنيونى بفصل أيون السيانيد من باقى الأيونات المصاحبة ويميز بواسطة كاشف كهروكيميائى.

٤. **التقدير الأمبيرومترى:** فى هذه الحالة لايلزم إجراء عملية تقطير للعينة ولكن يدفع بالعينة فى تيار حامضى ويسمح لغاز الهيدروسيانيك بالمرور على غشاء كاره للماء يسمح بمرور الهيدروسيانيك انتقائيا إلى كاشف أمبيرومتري لقياسه وتعرف هذه الطريقة "بطريقة الإنتشار الغشائي" وتوجد أجهزة كاملة متاحة فى السوق لهذه الطريقة من القياس. وبعض هذه الأجهزة ملحق بها وحدة هضم بواسطة الأشعة فوق البنفسجية لقياس السيانيد المتاح والسيانيد الكلى. ويوضح الشكل رقم (٦-١١) جهاز لتقدير السيانيد بالطريقة الأمبيرومترية وجهاز محمول لقياس السيانيد بالطريقة الضوئية اللونية

وتتميز الطريقة الأمبيرومترية بأنها تستبعد عملية التقطير التى تستغرق عادة وقتا طويلا (ساعتين) حيث تستغرق ٩٠ ثانية ويمكنها تقدير كميات ضئيلة من السيانيد على مستوى جزء فى البليون.

شكل رقم (٦-١١)

جهاز تقدير السيانيد بالطريقة الأمبيرومترية وجهاز محمول لقياس السيانيد بالطريقة الضوئية اللونية

وهذه الأجهزة تعاير بنفس الطرق التى سبق ذكرها لمعايرة أجهزة القياس الأمبيرومترية والطيفية وكروماتوجرافيا الأيونات.

الفصل السابع

الأجهزة المساعدة والتقنيات المعملية

الفصل السابع

الأجهزة المساعدة والتقنيات المعملية

هأدفا التدريب (التعلم):

بانتهاء التدريب على أعمال هذا الفصل ينبغى أن يكون المتدرب قادراً على أن:

- يذكر أنواع الأجهزة المساعدة التى يتم استخدامها فى معامل التحاليل.
- يصف الأجهزة المعملية المساعدة المختلفة وتركيبها ومكوناتها.
- يذكر إجراءات تشغيل وصيانة كل جهاز من الأجهزة المعملية المساعدة.
- يشرح بعض التقنيات المستخدمة فى الأجهزة المعملية المساعدة.
- يذكر أهمية جهاز تنظيم الحرارة الفائق ويصف كيفية عمله.
- يصف المجففات الزجاجية وأهمية أستخدامها.
- يلم بالتقنيات والأجهزة المستخدمة فى هضم العينات.
- يشرح معنى الاستخلاص وكيفية استخلاص المواد العضوية الملوثة.
- يصف عملية الترشيح والمعدات والادوات التى تتطلبها والعوامل التى تؤثر على اختيار نوع الوسط الترشيحى.
- يذكر الأنواع والطرق المختلفة للتقطير ومكونات هذة الأجهزة.

أولاً: الأجهزة المساعدة

١- أفران التجفيف وأفران الحرق Drying Ovens and Muffle Furnaces

أفران التجفيف (Drying Ovens)

أفران التجفيف هى وحدات حرارية ذات حجوم وسعات مختلفة وجدرانها الداخلية وأرفف مصنوعة من الصلب الذى لا يصدأ وقد تكون مزودة بأبواب مزدوجة وتسخن بملف كهربائى ويمكن ضبط درجة الحرارة بين ٥٠-٢٥٠°م ومزودة بمقياس لدرجة الحرارة (ترمومتر) وشاشة رقمية لإظهار درجة الحرارة داخل الفرن وتستخدم فى إزالة الرطوبة من العينات وتجفيفها وتعقيمها وتبخيرها. وهناك انواع مختلفة مثل:

- أفران الحمل الحرارى الميكانيكى (Mechanical Convection Ovens) وهى مزودة بمروحة داخلية دوارة بسرعات مختلفة حيث أن سرعة مرور الهواء على العينة وخروجها تؤدى إلى سرعة التجفيف وتعمل المروحة على التدوير المستمر للهواء الساخن داخل الفرن وإبقاء درجة الحرارة ثابتة.
- أفران الحمل بالجاذبية (Gravity Convection Ovens) وتستخدم عندما لاتكون هناك حاجة لدرجات ثابتة ومتجانسة وهى أقل سعراً من النوع الأول.
- افران التفريغ (Vacuum Ovens) وهى مزودة بمضخة تفريغ وتستخدم عندما يلزم التجفيف فى جو خامل أو عند تجفيف البودرات حيث تؤدى المروحة الى تطايرها وتبعثرها ويتم التجفيف من الحرارة الناشئة من جدران الفرن الداخلية.

أفران الحرق (Muffle Ovens)

هى وحدات حرارية بحجوم وسعات مختلفة مبطنة من الداخل بمواد عازلة للحرارة مصنوعة من ألياف سيراميكية وطوب حرارى يتحمل درجات الحرارة المرتفعة التى قد تصل إلى ١٨٠٠°م غير أن أكثرها شيوعا واستخداما فى معامل التحاليل تلك التى تصل فيها درجة الحرارة القصوى إلى ١١٠٠ -١٢٠٠°م. وهذه الأفران مكونة من ثلاثة اجزاء رئيسية: غرفة

التسخين والحرق، ووحدة الضبط الالكترونى لدرجة الحرارة والوقت، والعزل الحرارى. وهذه الأفران مزودة بأبواب ثقيلة محكمة لمنع تسرب الحرارة خارجها ووحدة لضبط درجة الحرارة والوقت ومروحة للتبريد وسحب الغازات ونواتج الاحتراق الغازية من غرفة التسخين إلى مدخنة وكذلك شاشة رقمية خارجية لإظهار درجة الحرارة داخل الفرن وبعض هذه الوحدات قد يكون مزودا ببرنامج يعمل على التسخين المتدرج لفترات محددة. وهذه الأفران قد تكون أحادية الغرفة أو مزودة بأرفف سيراميكية لتقسيمها إلى عدة أجزاء.

التشغيل والصيانة

يراعى عند اختيار أماكن الأفران وتشغيلها واستخدامها ما يلى:

- توضع فى مكان خالى من الأتربة بعيد عن مصادر الحرارة والاهتزازات الخارجية.
- توضع فى مكان بعيد عن المذيبات العضوية المتطايرة أو القابلة للاشتعال أو المواد الآكالة.
- يترك مكان كافى حول الفرن بحيث لا يقل عن ١٥ سم من جميع الجهات.
- لا يوضع بداخله أو تخزن فوقه مواد قابلة للإشتعال أو يمكن أن يتولد عنها أبخرة قابلة للإشتعال.
- تترك مسافة مناسبة بين ما هو موضوع على الأرفف داخل الفرن للسماح بسريان الهواء الساخن.
- لا يوضع بداخله مواد قابلة للاحتراق مثل الخشب والورق والكرتون.
- لا تزيد درجة الحرارة داخله عن الحد الأقصى المسموح به.
- لاتلمس جدران الفرن من الداخل وهو ساخن.
- لايستنشق هواء الفرن الساخن.
- يجب توافر أدوات الأمان عند الإستخدام مثل القفازات العازلة ونظارات الأمان وماسك الأدوات.
- يجب توافر طفاية للحريق بالقرب من الفرن.