الإحتياج الأكسجينى الكيميائى

وهو كمية الأكسجين اللازمة لأكسدة المواد العضوية والغير عضوية القابلة للأكسدة الكيميائية فى ظروف التفاعل. يستخدم التحليل لقياس تركيز الملوثات القابلة للأكسدة بالعوامل المؤكسدة القوية.

التداخل والحدود

المركبات الأليفاتية لاتتأكسد الا فى وجود عامل مخفز من كبريتات الفضة. ولأن كبريتات الفضة تتفاعل مع الهالوجينات ويتكون راسب لذلك يتم التغلب على الهالوجينات باضافة كبريتات الزئبق.

تجميع وحفظ العينة

من الأفضل تجميع العينة فى عبوات زجاجية فى حين اذا تعذر التحليل يمكن تثبيتها بتحميض العينة عند ٢ أس هيدروجينى باستخدام حمض الكبريتيك.

طرق التحليل

الأساس العلمى

يمكن أكسدة المواد العضوية والغير عضوية القابلة للأكسدة بتسخين خليط من حمض Chromic والكبريتيك عند درجة الغليان وفى وجود كمية زائدة من Potassium dichromate و بعد الهضم والأكسدة يتم معرفة المتبقى من Potassium dichromate وتحديد المستهلك منها والذى يكافىء تركيز الملوثات القابلة للأكسدة وحسابها فى صورة مليجرامات من الأكسجين لكل لتر.

يوجد طريقتين لحساب تركيز Potassium dichromate احداهما بالمعايرة باستخدام محلول عيارى Ferrous Ammonium Sulfate (FAS) أو بقياس درجة اللون بجهاز التحليل spectrophotometer

طريقة المعايرة

*** الأجهزة المستخدمة**

جهاز المهضم ويحتوى على دورق سعة كل منهم ٢٥٠ مل ومكثف يتم تركيبه مع الدورق باحكام وحمام رملى درجة حرارته ١٥٠° م.

- **المحاليل المستخدمة**

١- محلول $K_2Cr_2O_7$ M ٠,٠٤١٧

يذاب ١٢,٢٥٩ جم من $K_2Cr_2O_7$ عالى النقاء قد تم تجفيفها عند ١٠٣° م لمدة ساعتين, فى ١٦٧ مل حمض كبريتيك مركز + ٣٣,٣ جم من $HgSO_4$ تم التبريد واكمال المحلول الى ١ لتر.

٢- حمض الكبريتيك مع العامل الحفاز

يضاف ٣ جم Ag_2SO_4 لكل لتر من حمض الكبريتيك ويترك لليوم التالى حتى تذوب كبريتات الفضة

٣- الكاشـف

يذاب ١,٤٨٥ من 1-10-phenenthroline monohydrate و ٠,٦٩٥ جم من $FeSO_4$ فى الماء ويرفع الى ١٠٠ مل

٤- محلول عيارى من FAS يذاب ٩٨ جم $Fe\ (NH_4)_2\ (SO_4)_2.6H_2O$ و يتم معايرة المحلول.

قياس العيارية للمحلول

١٠ مل من dichromate + ٩٠ مل ماء مقطر + ٣٠ مل حمض كبريتيك تبريد ثم معايرة باستخدام محلول FAS و ٢-٣ نقطة من الكاشف . يتغير اللون من الأزرق المحضر الى الأحمر.

$$\text{التركيز} = \frac{\text{حجم Dichromate} \times ٢٥\text{و.}}{\text{حجم FAS}}$$

الطريقـة

يضاف ٥٠ مل من العينة للدورق + ٢٥ مل محلول $K_2Cr_2O_7$ + ١٠٠ مل حمض كبريتيك و الهضم لمدة ساعتين عند ١٥٠° م فى وجود تبريد. يتم الفصل وتبريد العينات ومعايرة الزيادة من محلول $K_2Cr_2O_7$7 باستخدام FAS وفى وجود الكاشف. يتم استخدام محايد Blank

$$\text{الأحتياج الأكسجينى (مجم/لتر)} = \frac{\text{(حجم FAS للمحايد – جم FAS للعينة)}}{\text{حجم العينة}} \times ٨٠٠٠$$

العينات الأقل من ٥٠ مجم/لتر يتم التخفيف ١٠ مرات للمحاليل $K_2Cr_2O_7$ ، FAS

الطريقـة الضوئيـة (Colorimetric method)

ويتم فيها قياس تركيز $K_2Cr_2O_7$ بالطرق الضوئية

الأجهزة المستخدمة

١- مهضم HACH درجة حرارته ١٥٠° م ويحتوى على ٢٥ ثقب

٢- انابيب HACH تستخدم مع المهضم

المحاليل

١- محلول ٠,١٦٧ M من $K_2Cr_2O_7$

يذاب ٤,٩١٣ جم تم تجفيفها عند ١٠٣هـ م ولمدة ساعتين فى ١٦٧ مل حمض كبريتيك مركز و ٣٣,٣ جم كبريتات زئبق. ثم تكمل الى ١ لتر.

٢-حمض كبريتيك مع عامل حفاز

يضاف ١٠ جم Ag_2SO_4 لكل لتر من حمض الكبريتيك المركز

الطريقة : يضاف ١,٥ مل $K_2Cr_2O_7$ + ٣,٥ حمض كبرتيك + ٢,٥ مل من العينة أو أى حجم مناسب يضاف اليه ماء مقطر ليصل الى ٢,٥ مل يتم تجهيز محايد Blank من الماء المقطر فقط يتم رج العينة ووضعها على المهضم لمدة ساعتين عند ١٥٠° م.

يقاس معامل الأمتصاص او التركيز عند ٦٢٠ طول موجى.

$$\text{النتيجة} = \frac{\text{القراءة} \times ٢,٥ \times \text{معامل}}{\text{حجم العينة}}$$

يتم تحديد المعامل بتحضير محلول معلوم من COD باستخدام Potassium hydrogen phthalate

$$\text{المعامل} = \frac{\text{القيمة الفعلية من المحلول العيارى}}{\text{القراءة}}$$

فى حالة التركيزات من ١٠-١٥٠مجم/لتر

تحضير محلول $K_2Cr_2O_7$ بأخذ وزن ٢,٠٤٣ بدلا من ٤,٩١٣ مع قياس اللون عند ٤٣٦ طول موجى وتحديد المعامل باستخدام تركيزات معلومة قيمتها ١٠، ٢٥، ٧٠ ، ٧٥ ، ١٠٠، ١٥٠ مجم أ٢/لتر .

المواد الصلبة الكلية عند ١٠٥ ° م

الأساس العلمى

باستخدام حجم معلوم من عينة وتجفيفها عند درجة حرارة ١٠٥ ° م فى بوتقة معلومة الوزن يمكن تحديد تركيز المواد الصلبة الكلية بايجاد فرق الوزن للبوتقة قبل وبعد التجفيف.

الأجهزة المستخدمة

- فرن تصل درجة حرارته ٢٠٠ ° م يمكن ضبطه عند ١٠٥ ° م
- بوتقة من البورسلين سعة ١٠٠ مل

الطريقـة

يتم تجفيف البوتقة بعد غسلها وتنظيفها جيدا ثم تبريدها ووزنها فارغة حتى يثبت الوزن ، توضع العينة بحجم ١٠٠ مل وتوضع فى الفرن عند درجة حرارة ١٠٥ ° م وتترك لتجف فى اليوم التالى يتم التبريد والوزن اكثر من مرة حتى يثبت الوزن.

تركيز المواد الصلبة الكلية (مجم/لتر) =

(الوزن بعد تجفيف العينة – وزن البوتقة فارغة) ١٠ ٦

حجم العينة

المواد الذائبة الكلية عند ١٨٠ ° م

الأساس العلمى

يتم ترشيح حجم معلوم من العينة خلال ورق ترشيح من GFC او GFA وتجفيفها فى بوتقة معلومة الوزن عند درجة حرارة ١٨٠ ° م ومعرفة التركيز بايجاد الفريق بين الوزنين

تركيز المواد الصلبة الذائبة (مجم/لتر) =

(الوزن بعد تجفيف العينة – وزن البوتقة فارغة) ١٠ ٦

حجم العينة

المواد العالقة الكلية عند ١٠٥ ° م

الأساس العلمى

يـتم ترشـيح حجـم معلـوم مـن العينـة خـلال ورق ترشـيح مـن GFC او GFA معلومـة الـوزن وتجفيفها فى بوتقة معلومة الوزن عند درجة حرارة ١٠٣ ° م ومعرفة التركيز بايجاد الفريق بين الوزنين

تركيز المواد الصلبة العالقة (مجم/لتر) =

(وزن البوتقة و الورقة مع العينة – وزن البوتقة و الورقة) ١٠ ٦

حجم العينة

مجموعة النيتروجين

تعتبر مجموعة النيتروجين والتى تحتوى على النيتروجين العضوى ، النيتريت ، النترات والنشادر ذات أهمية قصوى فى مجال المخلفات السائلة وطرق معالجتها البيولوجية حيث أنها تمثل أهم أعمدة دورة النيتروجين فى عمليات المعالجة . يمكن تصدير النيتروجين العضوى والنشادر معا فيما يصرف (TKN (Total Kjeldahl Nitrogen نسبة إلى الطريقة المستخدمة فى التقدير. يتراوح النيتروجين العضوى من جزء من الملى جرام فى اللتر من مياه البحيرات إلى ٢٠ مجم/لتر فى مياه الصرف الصحى الغير معالج. أما بالنسبة للنيتروجين المؤكسد فيعبر عنه النيتريت والنترات والتى قد يؤدى وجودها بتركيزات عاليه إلى أعراض مرضية تعرف باليرقان لدى الاطفال ولذلك تم تقنين تركيزها فى مياه الشرب عند ١٠ مجم/لتر. وتعتبرالنترات هى المحصلة النهائية لعملية الاكسدة الميكروبيولوجية للنشادر فى محطات المعالجة الهوائية لمياه الصرف الصحى والتى من الممكن أن يصل تركيزها إلى ٣٠ مجم/لتر بينما تمثل النيتريت المركب الوسيط فى عملية الاكسدة وهى غير مستقره إما أن تتأكسد إلى نترات أو تختزل إلى نشادر.

NO_2 (النيتريت)

الطريقة

يتم تقدير النيتريت خلال تكوين لون أحمر قرموزى من صبغة الآزو عند أس هيدروجينى ٢ الى ٢,٥ بتفاعلها مع sulfanilamide-alpha-naphthyl-ethylendiamine-dihydrochloride. الطريقة مناسبة لتركيز مابين ٠,٠١ الى ١ ملجم/لتر ويمكن ان تقيس الى ٠,٠٠٥ الى ٠,٥ ملجم فى حالة استخدام خلية عرضها ٥ سم.

الأجهزة

جهاز قياس اللون Spectrophotometer عند ٥٤٣ nm فى خلية ١سم

المحاليل

أ- الى ٨٠٠ مل ماء مقطر أضف ١٠٠ مل ١٥% حمض فوسفوريك و١٠ جم sulfanilamide بعد الذوبان أضف ١ جم N-(1-naphthyl)-ethylendiamine dihydrochloride. ترج للذوبان ويرفع الى لتر. هذا المحلول ثابت لمدة شهر عند وضعة فى زجاجة غامقة و عند درجة حرارة ٤° م.

ب–محلول النيتريت العيارى.

المحلول الأساسى

تستخدم زجاجة لم تفتح بدرجة نقاء ٩٩% من $NaNO_2$ ويذاب منها ١,٢٣٢ جم فى ماء مقطر ويرفع الى ١٠٠٠ مل ثم يضاف ١ مل كلوروفورم للتثبيت. كل مل يحتوى ٢٥٠ ميكروجرام من النيتريت (ميكروجرام N)

معايرة المحلول : يوضع ٥٠ مل محلول $KMnO_4$ ٠,٥ عيارى + ٥ مل حمض كبريتيك مركز و ٥٠ مل محلول نيتريت فى دورق محكم الغلق. يوضع طرف الماصة اسفل محلول البرمنجانات عند اضافة النيتريت . يتم التسخين عند ٧٠° م على سخان كهربى يزال لون البرمنجانات باضفة ١٠ مل من محلول ٠,٠٢٥ Sodium oxalate تعاير الزيادة من Sodium oxalate باستخدام محلول $KMnO_4$ ٠,٥ عيارى حتى اللون القرمزى الفاتح. يستخدم محايد من الماء المقطر.

تركيز النيتريت فى المحلول الأساسى = $\frac{٧ ((\text{حجم البرمنجانات} \times \text{العيارية}) - (\text{حجم Oxalate} \times \text{العيارية}))}{\text{حجم محلول النيتريت}}$

المحلول الوسيطى من النيتريت

حضر من المحلول الأساسى وبالتخفيف ل ٢٥٠ مل الحجم الذى يعطى ٥٠ ميكروجرام/١مل

المحلول المستخدم Standard

خفف ١٠ مل من الوسيط الى ١٠٠٠ مل باستخدام الماء المقطر كل ١ مل = ٠,٥ ميكروجرام

الطريقة : تزال المواد العالقة واللون بالترشيح فى وجود فحم ومراعاة أن يكون الأس الأيدروجينى بين ٥–٩ واستخدام 1N NaOH و 1N HCl عند الضرورة يضاف ٢ مل من المحلول الملون الى ٥٠ مل من العينة أو حجم مخفف الى ٥٠ مل. ترج ويقاس اللون عند ٥٤٣ طول موجى بعد عشر دقائق الى ساعتين.

الحساب

يتم اعداد منحنى برسم معامل الأمتصاص أو النفاذ المقابل لتركيز النيتريت ومعرفة النتيجة باستخدام المنحنى وعند تركيزات من ٠,٥ ميكروجرام الى ٤٠ ميكروجرام.

تركيز النيتريت (مجم/لتر)=

القراءة من المنحنى بالميكروجرام

حجم العينة بالملىلتر

النشـادر

يعتبر التركيز ووجود عناصر متداخلة من أهم العوامل التى تحدد طريقة تقدير النشادر. وبصفه عامـة يمكـن اسـتخدام طريقـة التحليـل المباشـرة فـى عمليـة التقـدير فـى حالـة ميـاه الشـرب، المسطحات المائية العذبة والمعالج النهائى من محطات المعالجة الثانوية نتيجة لعدم وجود لون أو أى مواد عالقة قد تؤثر على نتيجة التحليل. أما فى حالة العينات التى تحتوى على الوان أو مواد عالقة (عكارة) فيجب تقطير العينه أولا ثم تقديرها بالطريقة المستخدمة فيما بعد . ويتم تحليل العينه مباشرة أو حفظها عند ٤ °م أو تحميضها بأستخدام حمض الكبريتيك للحفظ عدة أيام مع معادلتها قبل التحليل.

عملية التقطير

وفيها يتم معادلة الاس الهيدروجين عند ٩,٥ بأستخدام Borate Buffer لتقليل تحلل Cyanite و النيتروجين العضوى مع استرجاع النشادر المتطايرة فى المكثف بأستخدام حمض Boric acid الذى يتم معايرته باستخدام حمض الكبريتيك فى وجود كاشف.

الاجهزة المستخدمة

١- جهاز تقطير

٢- جهاز لقياس الاس الهيدروجينى

٣- سحاحة

المحاليل

أ- ماء مقطر خالى من النشادر

ب- محلول Borate Buffer

يضـاف ٨٨ مـل مـن محلـول الصـودا الكاويـه ٠,١ عيـارى إلـى ٥٠٠ مـل محلـول Sodium tetra borate ٠,٠٢٥ عيارى (٩,٥ مجم / لتر من $Na_2 B_4O_7.10 H_2O$) ويتم رفع الحجم إلى ١ لتر بالماء المقطر .

ج – محلول Boric acid

يتم إذابة ٢٠ جم من الحمض فى ٥٠٠ مل ماء مقطر ويضاف ١٠ مل من الكاشف (٢٠٠ مجم methyl red فى ١٠٠ مل ethanol و ١٠٠ مجم methylene blue

فى ٥٠ مل ethanol وخلطهم معا) ثم يتم اكمالة إلى لتر وحفظة فى درجة حراره ٤ ^{o}م .

د – حمض كبريتيك ٠,٠٢ عيارى

طريقة التحليل

يأخذ حجم مناسب من العينه ويقاس الاس الهيدروجينى ويرفع إلى ٧ إذا كان حامضى بأستخدام قلوى مخفف. تضاف العينه إلى جهاز التقطير بعد تخفيفها إلى ٢٥٠ مل بأستخدام الماء المقطر ثم يضاف ٢٥ مل من محلول المعادلة لرفع الاس الهيدروجينى إلى ٩,٥ ثم يتم التقطير مع استقبال المكثف فى دورق سعة ٢٥٠ مل يحتوى على ٥٠ مل حمض boric p حتى ٢٠٠ مل .

عند اختفاء اللون الاحمر إلى أخضر يتم معايرة المحلول بأستخدام حمض الكبريتيك حتى يختفى اللون الاخضر مباشرة pale lavender أما إذا لم يتحول اللون الاحمر إلى أخضر فهذا دليل عدم وجود نشادر.

طريقة الحساب

$$\text{مجم ن/لتر} = \frac{\text{٢٨٠ x حجم حمض الكبريتيك من المعايره}}{\text{حجم العينه}}$$

$$\text{فى حالة استخدام Blank محايد} = \frac{\text{٢٥٠ (حجم الحمض للعينه – حجم الحمض للمحايد)}}{\text{حجم العينه}}$$

النيتروجين العضوى

يتم حفظ العينه بالتحميض عند ١,٥ أو ٢ أس هيدروجينى بأستخدام حمض الكبريتيك وحفظها عند ٤^{o}م

الاساس العلمى

فى وجود حمض الكبريتيك ، كبريتات البوتاسيوم وكبريتات الزئبق يتم تحويل كل النيتروجين العضوى والنشادر إلى كبريتات نشادر والتى يمكن تقطيرها فى وسط قلوى واستقبالها فى حمض

Boric الذى يحتوى على كاشف مع معايرته بأستخدام حمض كبريتيك ٠,٠٢ عيارى لمعرفة تركيز النيتروجين TKN

الاجهزة المستخدمة

- مهضم بأنابيب ٢٥٠ مل أو ٨٠٠ مل ودرجة حرارة تصل إلى ٣٧٠ °م
- جهاز تقطير
- سحاحة

المحاليل المستخدمة

١- محلول كبريتات الزئبق ٨ جم أكسيد زئبق أحمر يذاب فى ١٠٠ مل جمض كبريتيك ٦ عيارى

٢- محلول الهضم ١٣٤ جم K_2SO_4 فى ٦٥٠ مل ماء مقطر + ٢٠٠ مل حمض كبريتيك مركز + ٢٥ مل كبريتات زئبق مع التقليب ثم يكمل إلى لتر. يمكن استبدال الزئبق بكبريتات النحاس (٥,١ جم $Cu\ SO_4$/ لتر)

٣- محلول هيدروكسيد الصوديوم

يذاب ٥٠٠ مجم NaOH + ٢٥ مجم $Na_2\ S_2O_3.5\ H_2O$ فى ماء مقطر ويرفع إلى لتر بالماء المقطر

الطريقة

تتضاف العينه بحجم مناسب (٢٥ أو ٥٠ مل) إلى أنابيب الهضم ويضاف ٥٠ مل أو ٢٥ من محلول الهضم ثم توضع على الجهاز عند درجة حرارة منخفضة ثم تزاد تدريجيا حتى يتم الهضم و تتحول العينه إلى محلول عديم اللون يشبة الماء. يتم فصل الجهاز وتبريد العينات ثم يضاف إلى العينه ٢٥٠ مل ماء مقطر وكمية مناسبة من محلول الصودا الكاوية (٥٠ أو ٢٥ حسب حجم محلول الهضم) ثم يتم التقطير واستقبال المكثف فى دورق مخروطى سعه ٢٥٠ مل يحتوى على ٥٠ مل حمض Boric بالكاشف واستقبال ٢٠٠ مل والتى يتم معايرتها باستخدام حمض الكبريتيك ٠,٠٢ عيارى كما فى النشادر واجراء الحسابات كما فى النشادر

تركيز TKN مجم ن/لتر = ٢٨٠ x مجم حمض الكبريتيك المستخدمة فى المعايره
حجم العينه

الفوسفور

يتواجد الفوسفور فى المياه والمخلفات السائلة على هيئة فوسفات . هذه الفوسفات يمكن تقسيمها إلـى orthophosphate ، condensed phosphate و organic phosphate وهـذه المركبات قد توجد فى صورة محلول, جزئيات أو بقايا النباتات والحيوانات المائية أو داخل أجسام الكائنات الحيه المائية. وهذه المركبات الفوسفاتية أما ناتجة من الأضافات التى تتم اثناء معالجة المياه أو المنظفات الصناعية المستخدمة فى التنظيف. كما أن الفوسفات تستخدم بكثرة فى معالجة ميا الغلايات . كذلك فإن orthophosphate تستخدم فى صناعة المخصبات الزراعية – الفوسفات العضوية تنتج أما من المخلفات الادمية وبقايا الطعام الغير مهضوم وبقايا الاطعمة أو تنتج من الفوسفات الغير عضوية بعد تحويلها عن طريق نشاط البكتيريا والكائنات الدقيقة الموجودة فى محطات معالجة مياه الصرف أو القنوات المائية أسس

تحليل الفوسفور.

تحتوى طرق تحليل الفوسور على خطوتين رئيستين الاولى يتم فيها تحويل الفوسفور بجميع صوره إلى الصوره الذائبة من orthophosphate يليها تقدير الاخير بالطرق الضوئية. يمكن فصل الصور المختلفة للفوسفور وتحليلها كل على حده.

الترشيح خلال ورق ترشيح ذات مسام ٠,٤٥ ميكرون قادرة على فصل الفوسفور الذائب عن الفوسفور المعلق أو الغيرذائب . الفوسفور الذائب الذى يتفاعل مباشرة بدون هضم يطلق عليه الفوسفور النشيط والذى يمثل orthophosphate . وبعملية الهضم و التحكم فيها فى وسط حامضى يمكن تحويل الفوسفور الذائب الغير نشيط والغير عضوى الغير ذائب إلى orthophosphate. ومن هنا يمكن تقدير ما يعرف بالفوسفور القابل للتحلل فى الظروف الحامضية.

أسس التحليل بطريقة vanadomolybdate

يتفاعل orthophosphate مع ammonium molybdate فى وسط حامضى ينتج حمض معقد وغير متجانس وحمض molybidophosphoric وفى وجود ammonium

metavanadate ينتج لون اصفر من vanadomolybidophosphoric والذى ترتبط درجة لونه الاصفر مع تركيز الفوسفور.

بعض العناصر تسبب تداخل ايجابى مع الفوسفور مثل السيليكا والزرنيخ عند درجة الحرارة المرتفعة كذلك ينتج تداخل سلبى فى حاله وجود الزرنيخ ، الفلوريد ، الكبريتيد – Thyosulfate, thiocyanate and molybidate. الحديدوز يعطى لون أزرق عند التركيزات الاكثر من ١٠٠ مجم/لتر. الكبريتيد يمكن أزالة أثره باستخدام ماء البروم. اقل تركيز يمكن تقديرة هو ٠,٢ مجم فوسفور /لتر فى حالة استخدام خليه ١ سم

طرق حفظ العينه والتجميع

فى حالة ما إذا كان المطلوب معرفة الصور المختلفة يجب الترشيح بعد تجميع العينه مباشرة وحفظها عند درجة حرارة ١٠ °م . لا يجب استخدام الاحماض فى التثبيت عند تحليل الصور المختلفة للفوسفور. فى حالة تقدير الفوسفور الكلى تحفظ العينه باضافة ١ مل حمض هيدروكلوريك لكل لتر أو التجميد بدون اضافة أى عوامل تثبيت. لا يجب حفظ العينه وخاصة فى حالة التركيزات القليلة فى عبوات بلاستيكية. يستخدم حمض هيدروكلوريك مخفف وساخن لتنظيف المستلزمات الزجاجية المستخدمة كما يجب عدم استخدلم المنظفات التى تحتوى على الفوسفور.

هضم العينه بطريقة Persulfate

الاجهزة المستخدمة

سخان كهربى ٣٠ x ٥٠ سم مساحة تسخين أو أرتوكلاف

المحاليل

- phenolphthalein
- حمض كبريتيك ٣٠%
- Potassium persulfate أو Ammonium persulfate
- مجلول صودا كاوية ١ عيارى
- محلول حمض الهيدروكلوريك ١ عيارى

طريقة الهضم

يأخذ حجم مناسب (٥٠سم٣) + نقط من الكاشف فى حاله وجود لون أحمر يضاف حمض كبريتيك ٣٠% حتى اختفاء اللون ثم يزاد ١ مل ثم يضاف ½ جم من Potassium persulfate $K_2S_2O_8$

يتم التسخين على الهادىء لمده ٣٠ إلى ٤٠ دقيقة أو حتى يصبح الحجم ١٠سم٣ من العينه بعض العينات قد تأخذ وقت يصل إلى ساعتين. يتم التبريد والتخفيف إلى ٣٠سم٣ تم معادلة المحلول بعد اضافة ph-ph حتى يعطى لون قرمزى فاتح ثم يرفع إلى ١٠٠سم٣ . يجب تجنب الترشيح لوجود بعض املاح فوسفات الكالسيوم الغير ذائبة والتى تذوب فى المرحلة اللاحقة من التحليل فى الوسط الحامضى.

طريقة التقدير الضوئى

الاجهزة :

جهاز spectrophotometer عند طول موجى ٣٩٥ ناتوميتر

جهاز ترشيح و أوراق الترشيح

المحاليل

- حمض الهيدروكلوريك ١:١
- كربون نشط
- محلول vanadomolybdate (محلول أ – ٢٥ جم ammonium molybdate فى ٣٠٠ مل ماء مقطر محلول ب – ١٢٥ جم ammonium metavanadate – ٣٠٠ مل ماء على الساخن ثم التبريد ثم يضاف ٣٧٠ مل حمض HCH ثم يبرد ويضاف اليه محلول أ ثم يرفع الحجم الى لتر)

تكوين اللون

بعد ضبط الاس الهيدروجينى للعينة باستخدام ١:١ HCl ترفع إلى ١٠٠ مل ثم ازالة اللون أن وجد باستخدام الكربون النشط ثم الترشيح. يوضع ٣٥ مل من العينه + ١٠مل محلول

molybdate ويرفع إلى ٥٠ مل بالماء المقطر و قياس اللون بعد ١٠ دقائق (اللون ثابت لعدة أيام). يقاس معامل النفاذ عند ٤٧٠ طول موجى ومن القراءة يتم حساب تركيز الفوسفور

$$\text{تركيز الفوسفور} = \frac{\text{القراءة من المتحنى البيانى بالملى جرام} \times ١٠٠٠}{\text{حجم العينه}}$$

تحضير المتحنى يوزن ٢١٩,٢ مجم من Anhydrous KH_2PO_4 ويذاب فى ١ لتر. كل ١ مل يحتوى ٥٠ ميكروجرام. نأخذ عينات من ٠,٠٥ إلى ١ مجم فوسفور وتعامل كالعينات.

الكبريتيدات

غالبا ما توجد الكبريتيدات فى المياه الجوفية وخاصة الينابيع الساخنه . الوجود السائد للكبريتيدات فى المخلفات السائلة يأتى من تحلل المواد العضوية و أحيانا من المخلفات الصناعية السائلة لكن فى الغالب نتيجة لاختزال الكبريتات عن طريق البكتيريا. يعتبر تركيز كبريتيد الهيدروجين فى المياه النقية هو ٠,٠٢٥ إلى ٠,٢٥ ميكروجرام فى اللتر لما له من سمية عاليه.

صور الكبريتيدات

يوجد ثلاث صور للكبريتيدات فى المياه والمخلفات السائلة هى :

١- الكبريتيدات الكلية وتمثل كبريتيد الهيدروجين المتأين والغير متأين بالاضافة إلى الكبريتيدات القلوية الغير ذائبة والتى تذوب فى الوسط الحامضى ويستثنى من كبريتيدات الفلزات كبريتيد النحاس والفضة لدواعى خاصة
٢- الكبريتيدات الذائبة وتمثل الكبريتيدات المتبقية بعد ازالة المواد العالقة بالترويب والترسيب
٣- كبريتيد الهيدروجين الغير متأين والذى يمكن حسابه من تركيز الكبريتيدات الذائبة والاس الهيدروجينى ومعامل التأين

الحفظ وتجميع العينات

يجب أخذ العينات بأقل قدر ممكن من التهوية أو ادخال الاكسجين اثناء أخذ العينه. لحفظ العينه المراد تحليل الكبريتيدات الكلية بها يوضع ٤ نقط من محلول خلات الخارصين Zinc

Acetate ٢ عيارى لكل ١٠٠ مل من العينه فى الزجاجة قبل تجميع العينه مع ملىء الزجاجة وقفلها.

الطريقة الايود ومترية (Iodometric method) لتقدير الكبريتيدات

المحاليل

- حمض هيدروكلوريك ٦ عيارى
- محلول أيودين ٠,٢٥ عيارى

ويتم تحضيرة بأذابة ٢٠-٢٥جرام من KI فى قليل من الماء واستخدامة لازابة ٣,٢ جرام من الايودين ويرفع الى لتر بعد اذابة الايودين مع معايرته باستخدام محلول Sodium thiosulfate ٠,٠٢٥ عيارى وفى وجود النشا ككاشف.

الاساس العلمى

كبريتيد الهيدروجينى له القدرة على اختزال الايودين فى وسط حامضى وبأستخدام المعاييرة العكسية يمكن معرفة كمية الايودين المستهلك والذى يكافىء تركيزه الكبريتيدات الموجودة.

طريقة التحليل

يأخذ ١٠ مل من الايودين وتوضع فى دورق مخروطى ويوضع ١٠ مل من الماء المقطر و٢ مل من حمض الهيدروكلوريك ٦ عيارى ويوضع عليها مقدار ٢٠٠ مل من العينه أو أى حجم مناسب اذا تم ازالة لون الايودين بالكامل تأخذ حجم أقل من العينه أو يزاد حجم الايودين إلى ٢٠ مل و يتم المعايره باستخدام sodium thiosulfate ٠,٠٢٥ عيارى وفى وجود النشا وحتى اختفاء اللون الازرق . يتم حساب عيارية محلول الايودين كل مره باستخدام thiosulfate sodium

$$\text{مجم كب٢/لتر} = \frac{(\text{جم الايودين} \times \text{العيارية}) - (\text{حجم} \times \text{thiosulfate العيارية}) \times ١٦٠٠٠}{\text{حجم العينه مل}}$$

الإحتياج الأكسجينى الحيوى

تعريف : هو كمية الأكسجين التى تحتاجها البكتريا الهوائية لأكسدة كل المواد العضوية القابلة للأكسدة البيولوجية. وهى تركيز المواد العضوية القابلة للتحلل البيولوجى مكافأة لكمية الأكسجين اللازمة لأكسدة هذه المواد بيولوجيا.

الأساس العلمى

يمكن قياس الأحتياج الأكسجينى الحيوى لعينات المياه بعد وضعها فى زجاجة خاصة محكمة تحتوى على بكتريا وعناصر غذائية مهمة للبكتريا ووضعها فى حضانة عند درجة حرارة ٢٠° م. يمكن حساب الأحتياج الأكسجينى الحيوى بقياس الأكسجين الذائب فى المحايد والعينات على السواء.

التجميع وحفظ العينة

يجب إجراء التحاليل فور تجميع العينات بأسرع وقت ممكن كى نتفادى تحلل العينة وتناقص القيمة الفعلية. أذا تعذر اجراء التحاليل فورا يمكن تجميد العينة لفترة زمنية مع عودتها لدرجة الغرفة العادية وقت اجراء التحليل. كذلك يمكن حفظ العينة عند درجة حرارة ٤° م لفترة لاتزيد عن ٢٤ ساعة.

الأجهزة

- زجاجات BOD سعة ٣٠٠ مل بغطاء محكم
- حضانة مزودة بمنظم حرارى يتم ضبطها عند ٢٠° م
- زجاجة BOD لتهوية المياه المستخدمة للتخفيف سعة ٥ لتر أو أكثر

المحاليل المستخدمة

١- محلول فوسفات للمعادلة **(Phosphate Buffer)**

يـــــذاب ٨,٥ جـــــرام KH_2PO_4 ، ٢١,٧٥ جـــــرام K_2HPO_4 ، ٣٣,٤ جـــــرام $Na_2HPO_4.7H_2OH_2O$ ١,٧ جرام NH_4Cl فى ٥٠٠ مل ماء مقطر ويورفع الحجم الى ١ لتر.

٢- محلول كبريتات الماغنسيوم

يذاب ٢٢,٥ جرام $MgSO_4$ فى لتر ماء مقطر

٣- محلول كلوريد الكالسيوم

يذاب ٢٧,٥ جرام $CaCl_2$ فى لتر ماء مقطر

٤- محلول كلوريد الحديدك

يذاب ٠,٢٥ جرام $FeCl_3.6H_2O$ فى لتر ماء مقطر

٥- Nitrification inhibitor يستخدم عند الحاجة

يذاب ١٠ جرام 2-Chloro 6- (trichloro methyl) pyridine فى لتر ماء مقطر

الطريقة

يتم تجهيز ماء التخفيف بوضع الماء المقطر فى زجاجة التهوية وبدء عملية التهوية لاضافة الأكسجين. أثناء التهوية يوضع محلول المعادلة ومحاليل الأملاح بمعدل ١ مل لكل لتر من مياه التخفيف. كذلك يوضع ١ مل من مياه صرف صحى خالية من المواد الراسبة (تم ترسيبها) كمصدر للبكتريا لكل لتر من مياه التخفيف. يستخدم Nitrification inhibitor وقت الحاجة تعتمد فترة التهوية على كمية المياه ومصدر الأكسجين وقوته.

توضع العينات بأحجام مناسبة فى زجاجات BOD سعة ٣٠٠ مل مدون عليها جميع بيانات العينة وتاريخ اجراء التحليل ثم يتم ملىء الزجاجات من مياه التخفيف وغلقها. يتم عمل محايد من مياه التخفيف فقط دون أى اضافات من العينات. يتم تحضين الزجاجات فى الحضانة المعدة لذلك لمدة ٥ أيام وبعدها يتم قياس الأكسجين الذائب فى العينات والمحايد وحساب BOD

BOD_5 مجم / لتر = ٣٠٠ (الأكسجين الذائب المحايد – الأكسجين الذائب للعينة) / حجم العينة بالملى لتر

الأكسجين الذائب

الأساس العلمى

تتفاعل كبريتات المنجنيز مع أيوديد البوتاسيوم فى وجود قلوى لتكون راسب ابيض من هيدروكسيد المنجنيز الثنائى التكافؤ والتى تتأكسد بالأكسجين الذائب لتكون راسب بنى من هيدروكسيد المنجنيز الثلاثى التكافؤ. يتم اذابة هيدروكسيد المنجنيز الثلاثى التكافؤ فى وسط حامضى ليتحرر الأكسجين مرة أخرى ويساعد على تحرر الأيودين الذى يكافؤه وبمعايرة الأيودين باستخدام Sodium Thiosulfate يمكن معرفة تركيز الأكسجين الذائب.

الطريقة

يتم فتح زجاجات BOD برفق واضافة ١ مل من كبريتات المنجنيز محلول رقم ٠,١ و ١ مل من Alkaline Azide محلول رقم ٢. ويتم غلق الزجاجة ورجها جيدا ثم يترك ليرسب الناتج. يتم نزع الغطاء مرة أخرى واضافة ١ مل حمض كبريتيك مركز واعادة غلق الزجاجة ورجها جيدا لاذابة الراسب بعدها يتم اهمال ١٠٠ مل من المحلول ومعايرة المتبقى (٢٠٠ مل) باستخدام محلول معلوم العيارية ٠,٠٢٥ من

Sodium thio sulfate مع استخدام النشا ككاشف كما سبق ذكره فى الكبريتيد. نقطة النهاية يمثلها اختفاء اللون الأزرق. وحجم Sodium thiosulfate هو قيمة الأكسجين الذائب.

تقدير التركيز الهيدروجينى

يمثل الأس الهيدروجينى فى محلول نشاط أيونات الهيدروجين فى هذا المحلول ويعبر عنه رياضيا كالآتى :

الأس الهيدروجينى = – لو ١٠ (يد)

ويعتبر نظام الكربونات فى المياه الطبيعية هو النظام الرئيسى الذى يتحكم فى تحديد الأس الهيدروجينى. ويتكون نظام الكربونات من ثانى أكسيد الكربون وحامض الكربونيك وأيونات البيكربونات والكربونات. أما فى مياه البحار فهناك أملاح اخرى لأحماض ضعيفة تشارك فى هذه العملية مثل اليورات وهى احد املاح حامض اليوريك.

وترجع أهمية الأس الهيدروجينى فى تحديد التركيبات الحيوية والكيميائية فى المياه الطبيعية حيث أن درجة تحلل او تفكك الأحماض والقواعد الضعيفة تعتمد على التركيز الأيونى للهيدروجين وبذا تتأثر سمية بعض المركبات. فمثلا ترتفع سمية الزرنيخ للأسماك مع انخفاض الأس الهيدروجينى (زيادة حمضية المحلول)لأن التوازن الكيميائى يتزحزح فى اتجاه تكوين حامض الهيدروسيانيك. ولقد شوهدت نتائج مماثلة لكبريتيد الهيدروجين ولكن فى

حالة غازالأمونيا فان سمية هذا الغاز تزيد مع زيادة الأس الهيدروجينى (زيادة القلوية) فمثلا وجد ان سمية النشادر ترتفع الى عشرة أضعاف عند أس هيدروجينى ٨ عنه عند درجة التعادل الحمضى ٧. وينبغى التفريق بين التركيز الهيدروجينى فى الماء وقدرة الماء على التحيد. وتعرف قدرة الماء على التحيد بمقدرة الماء على معادلة زيادات من أحماض أو قلويات بدون تغير ملحوظ فى تركيز أيونات الهيدروجين ويتحكم فى هذه القدرة كمية المركبات القلوية او المركبات الحامضية المتواجدة فى الماء.

وتعود أهمية التحكم فى الأس الهيدروجينى فى مياه الشرب لأن المياه يمكن أن تسبب تآكل شبكات المياه والمواسير بالأضافة الى تأثيرها الضار على عمليات المعالجة التى تشمل التجلط والمعالجة بالكلور.

وبينما نجد أن الأس الهيدروجينى المثالى لعمليات التجلط عند معالجة المياه وباستخدام أملاح الحديد والألمنيوم تتراوح مابين ٥,٠ و ٦,٥ خاصة وأن التطهير الكلورى يكون عالى الفاعلية عند الأس الهيدروجينى أقل من ٧ فانه لايوجد دليل يؤكد أن معدل التطهير يختلف بين التركيزين الهيدروجينيين ٦و ٨ فى الماء.

المجال :

تستخدم طريقة مقياس الرقم الهيدروجينى ذى القطب الزجاجى لتقدير الرقم الهيدروجينى فى مياه الشرب.

أساس الطريقة :

تعتمد طريقة القطب الزجاجى لتقدير الرقم الهيدروجينى على أن التغير فى وحدة رقم هيدروجينى ينتج عنها تغير كهربائى قدرة ٥٩,١ ملى فولت عند ٢٥° م.

الكواشف :

أثناء التحليل تستخدم فقط الكواشف من الصنف التحليلى المعروف ، والمياه المقطرة فقط أو المياه ذات النقاوة المكافئة.

محلول ثابت الأس الهيدروجينى رقمه الهيدروجينى ٤ :

يذاب ١٠,٢ جم من ثانى فثالات البوتاسيوم اللامائية ($KHC_8H_4O_4$) باستخدام ماء سبق غليه ثم تبريده ويجفف الى لتر واحد.

محلول ثابت الأس الهيدروجينى رقمه الهيدروجينى ٧ :

يذاب ١,٣٦١ جم من فوسفات البوتاسيوم ثنائية الهيدروجين اللامائية (KH_2PO_4) ، ١,٤٢٠ جم من فوسفات الصوديوم أحادية الهيدروجين اللامائية (Na_2HPO_4) ، كلاهما سبق تجفيفه بين ١١٠ ، ١٣٠° م حتى اليوم التالى ثم يخفف الى لتر واحد. يستخدم الماء الذى سبق غليه وتبريده.

محلول ثابت الأس الهيدروجينى رقمه الهيدروجينى ٩ :

يذاب ٣,٨١ جم من رابع بورات الصوديوم عشارية التميؤ ($Na_2B_4O_7.10H_2O$) (بوراكس) باستخدام ماء سبق غليه ثم تبريده ويخفف الى لتر واحد.

الأجهزة :

أجهزة المختبرات العادية بالأضافة الى :

مقياس الرقم الهيدروجينى

الطريقة :

يجب إتباع تعليمات جهة الصنع المرفقة مع الجهاز ، ويغسل بعناية قطبى الزجاج والكالوميل بالعينة عدة مرات ويفضل من ٦ الى ٨ مرات . يعاير الجهاز بواسطة محلول ثابت الأس الهيدروجينى رقمه الهيدروجينى مساويا تقريبا للرقم الهيدروجينى للعينة.

العكـــارة

تعتبر العكارة مؤشرا هاما عند تحديد نوعية المياه سواء فى المجال الصناعى أو الأستخدام الآدمى. فالنسبة لمياه الشرب يجب ألا تزيد عكارتها عن خمسة وحدة عكارة (جاكسون) وذلك لاعتبارات صحية ، ولقد وضع هذا الحد لضمان كفاءة عمليات التطهير حيث تقوم المواد العالقة بحماية الكائنات الدقيقة من التعرض للمواد المطهرة او المؤكسدة بالأضافة الى أن المواد العالقة لها القدرة على امتصاص المواد الضارة على حبيباتها مما يقلل الذوقية والأنتفاعية للمياه. كما أن للمواد العالقة تأثيرا سلبيا على الكائنات المائية وذلك بالتداخل مع عمليات التنفس ودورة التكاثر او التقليل من الغذاء المتاح. وتسبب العكارة منع اختراق الضوء فى الماء الى مسافات طويلة وتقليص الطبقة المضاءة وبالتالى تخفيض الأنتاجية الخضرية اللازمة فى السلسلة الغذائية للكائنات المائية كما تسبب ارتفاع درجة حرارة سطح الماء لامتصاص جزئيات المواد العالقة للضوء وبذلك تمنع الخلط العمودى للماء وانتشار الأكسجين للأجزاء السفلى من الجسم المائى.

طريقة قياس العكارة (Dispersion Method)

الأجهزة والأدوات

جهاز قياس العكارة (Turbidmeter) يجب أن يكون تصميم الجهاز بحيث تصل نسبة قليلة من الضوء المشتت الى الكاشف فى عدم وجود العكارة وأن يكون خاليا من الأنحراف المحسوس وأن تسمح حساسية الجهاز بقياس تغير العكارة بمقدار ٠,٠٢ وحدة عكارة أو أقل. وأن يكون مدى الجهاز اقل من وحدة عكارة واحدة.

الطريقـة :

ترج العينة بشدة وتترك حتى تختفى كل الفقاقيع منها ثم تصب العينة فى أنبوبة جهاز تقدير العكارة وتقرا درجة العكارة مباشرة من الجهاز.

طريقة الحساب

درجة العكارة = أ × (ب + س) / س

حيث :

أ = درجة العكارة للعينة المخففة

ب = حجم الماء المستعمل للتخفيف (مل)

س = حجم العينة المستخدمة للتخفيف ٠

القلويـــة

المقدمـة

هـى قـدرة الميـاه لمعادلـة الحموضـية وتعـزى قلويـة الميـاه الطبيعيـة الـى امـلاح الأحمـاض الضـعيفة وتمثـل البيكربونـات (Biocarbonate) الغالبيـة العظمـى المكونـة للقلويـة نتيجـة تفاعل ثانى أكسيد الكربون مع المواد القاعدية (Basic materials) الموجودة فى التربة. وفى بعض الأحيان وتحت ظروف معينة تحتوى المياه الطبيعية على كميات محسوسة من املاح الكربونات والمواد الهيدروكسيلية. لذا فان قلوية المياه الطبيعية ترجع اساسا الى أملاح الكربونـات والبيكربونـات والهيدروكسـيلات. أمـا أمـلاح اليـورات ن والبـورات والسـيلكات ، والفوسفات فان تأثيرها محدود جدا ولا يذكر.

$$CO_2 + CaCO_3 + H_2O \text{ ---- } Ca(HCO_3)_2$$

أساس الطريقة

يتم تقدير القلوية بالطريقة الحجمية وذلك بمعايرة حجم معين من العينة مع حمض الكبريتيك ٠,٠٢ عيارى وتحسب القلوية بالمجم كربونات الكالسيوم. ويتوقف نوع القلوية على تركيز أيون الهيدروجين للعينة (pH). فاذا كان الأس الهيدروجينى للعينة > ٨,٥ فان المعايرة تتم على مرحلتين. ففى المرحلة الأولى يتم المعايرة حتى تصل قيمة الأس الهيدروجينى ٨,٢ والتى عندها يتحول لون الفنيولفثالين الوردى الى عديم اللون. أما المرحلة الثانية فتتم المعايرة حتى الأس الهيدروجينى ٤,٥ (عند هذه النقطة تتحول الكربونات الى البيكربونات باستخدام المثيل البرتقالى ككاشف التى يتحول لونها الى الوردى عند نقطة التعادل.

أما بخصوص العينات ذات الأس الهيدروجينى أقل من ٨,٤ فانه يتم المعايرة حتى الأس الهيدروجينى ٤,٥ باستخدام المثيل البرتقالى ككاشف التى يتحول لونها الى الوردى عند نقطة التعادل. وعند هذه النقطة تتحول جميع البيكربونات الى حمض الكربونات.

قلوية الهيدروكسيد اذا كانت العينة تحتوى على المواد الهيدروكسيلية فقط فعادة الأس الهيدروجينى للعينة أعلى من ١٠ ويتم معايرة العينة باستخدام الفينولفثالين ككاشف وتسمى قلوية الفينولفثالين ويمكن حسابها طبقا للمعادلة.

القلوية مجم / لتر = ح × ١٠٠٠ / مل من العينة

حيث ح = حجم حمض الكبريتيك المستخدم فى المعايرة (٠,٠٢ عيارى)

قلوية الكربونات

اذا كانت العينة تحتوى على الكربونات فان الأس الهيدروجينى للعينة ٨,٥ أو أعلى بقليل ولكنها لاتصل الى ١٠ فتتم المعايرة باستخدام الفينولفثالين ككاشف ويمكن حسابها طبقا للمعادلة.

القلوية مجم / لتر = ٢ ح × ١٠٠٠ / مل من العينة

قلوية الهيدروكسيد + الكربونات : اذا كانت العينة تحتوى على الهيدروكسيلات والكربونات فان الأس الهيدروجينى للعينة أكبر من ١٠ ويمكن حساب القلوية كالآتى :

قلوية الكربونات تحسب طبقا للمعادلة

قلوية الهيدروكسيد = القلوية الكلية – قلوية الكربونات

الكربونات والبيكربونات : الأس الهيدروجينى للعينة تتراوح مابين ٨,٥ الى ١٠ فقلوية الكربونات تحسب طبقا للمعادلة

قلوية البيكربونات = القلوية الكلية – قلوية الكربونات

الطريقـة

يختار حجم العينة طبقا للمصدر ثم يقاس الأس الهيدروجينى للعينة ومنها يمكن تحديد نوع الكاشف ونوعية القلوية يضاف نقطتين من الكاشف وتتم المعايرة باستخدام حمض الكبريتيك ففى حالة الفينولفثالين تتم المعايرة حتى يتحول لون المحلول من الوردى الى عديم اللون. أما فى حالة المثيل البرتقالى ، فعدد الأس الهيدروجينى ٥,٢ أزرق مخضر (Greenish Blue) وعنـد الأس الهيـدروجينى ٥ أزرق فـاتح أو أرجـوان (Light blue) أمـا عنـد الأس الهيدروجينى ٤,٦ فاللون يصير وردى (Pink)

طريقة الحساب :

$$\text{القلوية مجم /لتر} = \frac{\text{ح١} \times ١٠٠٠}{\text{ح٢}}$$

ح١ = حجم الحامض ٠,٠٢ عيارى

ح٢ = حجم العينة بالملليمترات

الزيوت والشحوم Oil and Grease

تعرف الزيوت والشحوم على أنها مواد عضوية يمكن استخلاصها باستخدام مذيب مثل الكلوروفورم أو ثنائى كلوروميثان أو الأيثر البترولى.

وتعتبر هذه الطريقة مناسبة لاستخلاص الأحماض الدهنية والمواد الهيدروكربونية البترولية والمواد البترولية الخام. كما تعتبر هذه الطريقة مناسبة لتعيين الزيوت والشحوم فى المخلفات السائلة المعالجة والغير معالجة.

تجميع العينات وحفظها :

تستخدم زجاجات بنية اللن ذات فوة واسعة تغسل جيدا بالصابون ثم الماء وأخيرا باستخدام مذيب مناسب.

واذا كانت العينة تحتوى على تركيز أكبر من ١٠٠ ملجم/لتر يكفى أن يكون حجم العينة ١ لتر. اذا لم يتم تحليل العينة خلال ساعتين يتم اضافة حمض هيدروكلوريك ٥٠% أو حمض الكبريتيك ٥٠% بحيث يصبح الأس الهيدروجينى ٢.

الأدوات :

١- قمع فصل سعة ٢ لتر ذات غطاء مصنفر

٢- قارورة تقطير سعة ١٢٥ مللى

٣- حم-ام مائى

٤- جهاز تقطير أو مجفف دوار

الكيماويـات :

- حمض هيدروكلوريك ٥٠% أو حمض الكبريتيك ٥٠%
- كلوروفورم
- مثيل رباعى البيوتيل الأيثيلى أو ثنائى كلوروميثان
- كبريتات الصوديوم اللامائى

الطريقـة :

١- يتم اضافة ٥ مل/ لتر من حمض الهيدروكلوريك أو حمض الكبريتيك ٥٠% اذا لم يتم اضافتها سابقا.

٢- تنقل العينة نقل كمى الى قمع الفصل

٣- تغسل زجاجة جمع العينة باستخدام ٣٠ مل من خليط المذيب ثم يضاف الى العينة فى قمع الفصل وترج العينة لمدة دقيقتان وتترك العينة حتى يتم فصلها الى طبقتين.

٤- يتم سحب العينة وتنقل الى قمع فصل آخر ويضاف اليها ٣٠ مل من خليط المذيب وترج العينة لمدة دقيقتان وتترك فترة حتى يتم فصلها تماما

٥- يجمع المذيب من الخطوة ٣ والخطوة ٤ ويتم ازالة قطرات المياه بامراره على قمع به ورقة ترشيح وحوالى ١٠ جم من كبريتات الصوديوم الأمائية. ويتم جمع المذيب فى قارورة التقطير. ويتم تقطيره عند درجة حرارة ٨٥ م باستخدام جهاز التقطير حتى ٥ مل تقريبا

٦- تبريد قارورة بوضعها فى ماء بارد أو حمام ثلجى. ثم ينقل المذيب الى كأس سبق وزنه ، تغسل القارورة بحوالى ٥ مل من خليط المذيب ويجفف المذيب حتى الجفاف باستخدام حمام مائى عند درجة ٨٥ م وتحفظ فى المجفف لمدة ساعة ثم توزن مرة ثانية.

طريقة الحساب

$$\text{مجم/لتر} = \frac{(\text{أ} - \text{ب}) \times ١٠٠٠}{٢}$$

أ – وزن العينة والكاس – ب = وزن الكأس الفارغ

٢ = حجم العينة بالمل