تقديـــر الكبريتات ***Sulphate***

إن مـــن أكثـــر الأشـــكال التـــي يتواجـــد بهـــا الكبريـــت فـــي الميـــاه الطبيعيـــة بشـــكل أيـــون الكبريتـــات متحـــداً مـــع الايونـــات الموجبـــة الموجـــودة فـــي تلـــك الميـــاه. وتنتشـــر الكبريتـــات بشـــكل كبيـــر فـــي معظـــم الميـــاه الطبيعيـــة وتوجـــد بتراكيـــز تتـــراوح من بضع ملغرامات إلى آلاف الملي غرامات في اللتر الواحد.

ولكـــون الكبريتـــات ذات إذابـــة محـــدودة فـــي المـــاء لـــذا توجـــد عـــادة بتراكيـــز قليلـــة فـــي الميـــاه الســـطحية باســـتثناء ميـــاه المنـــاطق الغنيـــة محليـــاً بهـــا ويـــزداد تركيزهـــا فـــي الميـــاه الجوفيـــة. ويكـــون مصـــدر معظـــم الكبريتـــات فـــي الميـــاه الطبيعيـــة من:

(1) إذابة المياه لمركبات الكبريت الموجودة في القشرة الأرضية.

(2) إذابـــة مـــاء المطـــر لأكاســـيد الكبريـــت التـــي تقـــذف إلـــى الجـــو نتيجـــة حـــرق الوقود والتي يؤول مصير معظمها أخيراً إلى الماء.

(3) نتيجـــة لطـــرح الفضـــلات الســـائلة الحاويـــة علـــى الكبريتـــات وبـــالأخص فضلات صناعة الأسمدة والورق وتكرير النفط.

والكبريتـــات مـــن المـــواد المســـببة للعســـرة الدائميـــة فـــي المـــاء وخاصـــة عنـــد وجودهـــا علـــى شـــكل كبريتـــات الكالســـيوم أو المغنيســـيوم وتـــدخل مـــن ضـــمن المـــواد المســـببة للملوحـــة (Salinity) وتعطـــي طعمـــاً ملحيـــاً عنـــدما يكـــون تركيزهـــا أكثـــر من (200) ملغرام/لتر.

تعـــد الكبريتـــات مـــن المـــواد المســـببة لحـــالات الإســـهال إذا وجـــدت بتراكيـــز عاليـــة وعلـــى شـــكل كبريتـــات المغنيســـيوم وكبريتـــات الصـــوديوم، كمـــا تعـــد عـــاملاً مهمـــاً فـــي تحديـــد صـــلاحية المـــاء للـــري وصـــلاحيته للبنـــاء فهـــي مهمـــة لنمـــو النباتـــات وأي نقـــص فيهـــا يـــؤدي إلـــى قلـــة فـــي النمـــو وكـــذلك زيادتهـــا، كمـــا إن وجودهـــا بتراكيـــز عاليـــة فـــي المـــاء أو فـــي التربـــة يـــؤثر بشـــكل مباشـــر علـــى نوعيـــة الكونكريت ويعمل على تفتته.

يختـــزل مـــا يقـــارب 80% مـــن الكبريتـــات فـــي بعـــض الفضـــلات المائيـــة عنـــدما تكـــون قيمـــة الدالـــة الحامضـــية (7) بفعـــل البكتريـــا اللاهوائيـــة وبوجـــود المـــواد

العضوية إلى غاز كبريتيد الهيدروجين الذي يعطي رائحة غير مقبولة للماء ويسبب تآكلاً لأنابيب ومجاري تلك الفضلات.

قياس الكبريتات

يعتمد اختيار طريقة فحص الكبريتات على مدى تركيز الكبريتات في النموذج وعلى درجة الدقة المطلوبة.

1. طريقة حرق الراسب الوزنية

تطبق بدقة على ماء الشرب وعلى المياه السطحية والمياه المالحة ومياه الفضلات المنزلية والصناعية والتي تكون الكبريتات فيها أكثر من (10) ملغرام/لتر.

2. طريقة تجفيف الراسب الوزنية

تطبق بسرعة أكبر على نفس نماذج المياه السابقة الذكر وهي من الطرق المقبولة في القياس الروتيني المستمر والذي لا يحتاج إلى دقة متناهية.

3. طريقة الكدرة

فهي ذات سرعة أعلى من سابقتها وتصلح لنماذج المياه التي تحتوي على كبريتات أقل من (10) ملغرام/لتر إضافة إلى كونها صالحة لحد (40) ملغرام/لتر وغير دقيقة للتراكيز العالية.

طريقة الكدرة ***Turbid metric method***

تترسب الكبريتات على شكل كبريتات الباريوم بإضافة كلوريد الباريوم إليها في وجود حامض الهيدروكلوريك. ثم يعمل على جعل دقائق كبريتات الباريوم بشكل عالق في المحلول وتقاس كمية الضوء المشتت بهذه الدقائق العالقة وتقارن مع قيم منحني بياني قياسي لتحديد تركيز الكبريتات.

التداخل:

1. يزال تأثير تداخل المواد العالقة على النتائج باستعمال بلانك في تصفير الجهاز.
2. لا يظهر تأثير تدخل السيليكا في القياس إلا إذا زاد تركيزها عن (500) ملغرام لكل لتر من النموذج.

الأجهزة المطلوبة:

1. محرك مغناطيسي Magnetic stirrer
2. جهاز قياس الكدرة Turbid meter
3. ساعة توقيت Stop watch
4. قناني حجمية volumetric flak سعة 50 مل
5. ميزان حساس

المواد الكيمياوية:

1. **المادة المكيفة Conditioning reagent**

يمزج (50) مللتر من الكليسيرول glycerol مع محلول يحتوي على (30) مللتر من حامض الهيدروكلوريك المركز و (300) مللتر من الماء المقطر و (100) مللتر من الكحول ethyl isopropyl alcohol وعلى (75) غرام من كلوريد الصوديوم NaCl .

2. بلورات كلوريد الباريوم .BaCl2 Crystal (20-30) mesh
3. محلول الكبريتات القياسي ويمكن تحضيره مما يلي:

أ- من تخفيف (10.41) مللتر من حامض الكبريتيك (0.02 ع) يحضر كما في طريقة قياس القاعدية في (100) مللتر من الماء المقطر.

ب- من إذابة (147.9) ملغرام من كبريتات الصوديوم Na_2SO_4 في كمية قليلة من الماء المقطر وتخفيفه إلى اللتر.

كل مللتر من هذا المحلول يحتوي على (1009 مايكروغرام من الكبريتات.

طريقة العمل:

1. يؤخذ (100) مللتر من النموذج المرشح ويضاف إليه (5) مللتر من Conditioning reagent ثم يرج باستخدام المحرك المغناطيسي وبينما تستمر عملية التحريك يضاف إليه ملعقة من بلورات كلوريد الباريوم ويكمل الرج لمدة دقيقة أخرى. يدار بسرعة قسم من المحلول العالق إلى خلية القياس وتقاس الكدرة خلال فترة (0.5–4) دقيقة، ويستعمل بلانك لتصفير الجهاز يتكون من نفس الكمية من النموذج مع إضافة نفس المواد الكيمياوية إليه عدا كلوريد الباريوم.
2. تحضر ثلاث محاليل قياسية تراكيزها على التوالي 2،4،6 ملغرام/لتر من تخفيف 20 ، 40 ، 60 مللتر من محلول الكبريتات القياسي إلى اللتر بالماء المقطر وتجري عليها نفس خطوات العمل السابقة الذكر تستعمل لعمل منحني بياني قياسي يؤشر فيه تراكيز هذه المحاليل وقيم الكدرة لها.
3. يحدد تركيز الكبريتات في النموذج من مقارنة قيم الكدرة مع قيم المنحني البياني القياسي.

النفيلومتري - تقدير الكبريتات

Nephelometric – Determination of Sulphate

أســاس التجربــة

عنــد مــرور ضــوء خــلال خليــة تحتــوي علــى جســيمات معلقــة يمكــن ملاحظــة الأشــعة عنــد جميــع الزوايــا. وتــدعى هــذه العمليــة بالتشــتت Scattering.

وتعتمد كمية الضوء المتشتت على:

(1) تركيز المحلول (عدد الدقائق العالقة).

(2) حجم الدقائق، شكل الدقائق.

(3) الطول الموجي للضوء.

(4) معامل انكسار الدقائق والمحيط وعرض الخلية.

وتقاس شدة الضوء المتشتت عند زوايا قائمة على شدة الضوء الساقط.

ويعتمــد تقــدير ايــون الكبريتــات علــى القيــاس النفيلــومتري للمحلــول المعكر المتكون من كبريتات الباريوم الناتج من التفاعل التالي:

$$BaCl_2 + K_2SO_4 \longrightarrow BaSO_4 + 2KCl$$

الجــزء العملــي

المواد الكيمياوية المستعملة:

1. **محلــول الكبريتــات القياســي:** حضــر 100 مــل مــن محلــول 1000 جزء لكل مليون من الكبريتات مستخدماً كبريتات البوتاسيوم.
2. **محلــول الملــح الحامضــي:** أذب 12 غــم مــن كلوريــد الصــوديوم فــي 40 مــل مــاء مقطــر، أضــف 1 مــل مــن حــامض الهيــدروكلوريك المركز ثم أكمل الحجم إلى 50 مل بالماء المقطر.

3. **خليط الايثانول-الكليسيرول:** أمزج 50 مل من الايثانول مع 25 مل من الكليسيرول.

4. **كلوريد الباريوم:** زن 6 × 0.2 غم من كلوريد الباريوم.

طريقة العمل:

(1) إلى مجموعة قناني حجمية سعة (50 مل)، أضف 0 ، 0.5 ، 1.0 ، 1.2 ، 1.5 مل من محلول الكبريتات القياسي.

(2) ثم أضف إلى كل قنينة (5 مل) من محلول الملح الحامضي و(10 مل) من الخليط العضوي ثم خفف الحجم إلى (50 مل) بالماء المقطر.

(3) أضف (0.2 غم) من كلوريد الباريوم إلى كل قنينة.

(4) سد القنينة ورج المحلول لمدة دقيقة ثم اتركه لمدة 3 دقائق.

(5) قس شدة التشتت لكل محلول ثم ارسم المنحني القياسي لإيجاد تركيز المجهول من الكبريتات.