

الدرس العملي الثامن تقدير الكاتيونات الذائبة

n الكاتيونات الذائبة تشمل كل من الصوديوم Na^+
والبوتاسيوم K^+ والكالسيوم Ca^{++} والمغنسيوم Mg^{++}
وتقدر في مستخلصات التربة المائية أو في عينات مياه الري
والصرف.

أولاً: تقدير الصوديوم والبوتاسيوم

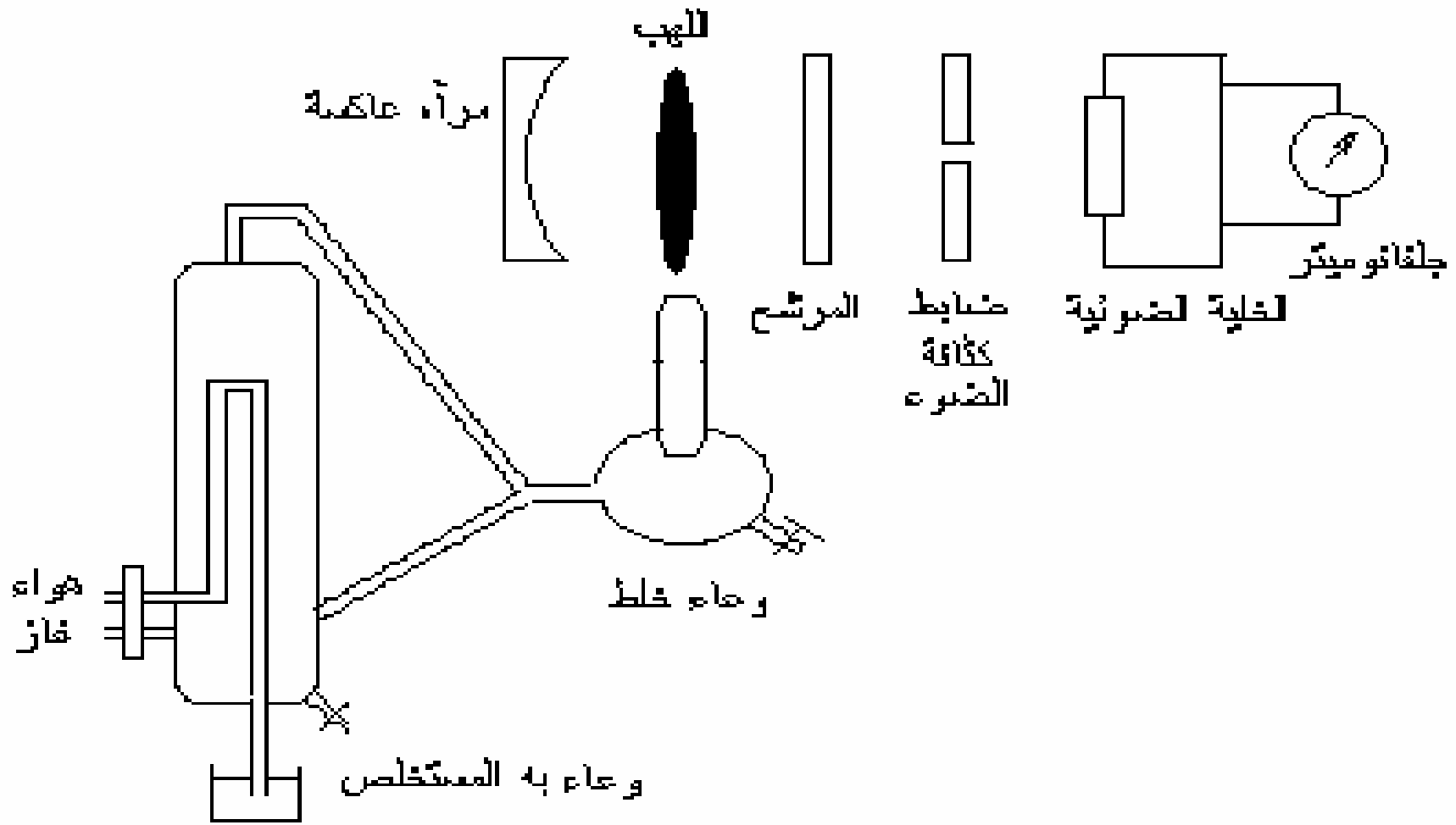
الفكرة الأساسية:

وتتلخص هذه الطريقة في أنه عند تعريض أيونات العناصر المعدنية إلى فرق جهد حراري يتلون اللهب بلون خاص فمثلاً **أملاح الصوديوم تلون اللهب بلون أصفر والبوتاسيوم بلون بنفسجي** ثم تشع هذه الطاقة في صورة طيف انبعاثي يختلف في طول موجته من ذرة لأخرى وبالتالي يصبح صفة مميزة لعنصر عن الآخر. وتتناسب شدة هذا الطيف مع تركيز العنصر الموجود في المستخلص لذا باستخدام مرشح ضوئي خاص به يقوم بعكس جميع الأطوال الموجية وينفذ فقط الطول الموجي الخاص الصادر من العنصر ذاته. وباستعمال منحنى قياسي لهذا العنصر يمكن معرفة تركيز العنصر في المستخلص.

■ يستخدم لكل عنصر فلتر معين مثل البرتقالي خاص Na والاحمر K

■ أيونات Na تلون اللهب بلون اصفر و K بلون بنفسجي.

والشكل التالي يوضح رسم تخطيطي لجهاز قياس اللون في اللهب Flame photometer



خطوات العمل

n تجهيز منحنى قياسي للصوديوم والبوتاسيوم كما يلي:

يتم تحضير محلول تجهيز stock solution بتركيز 1000 ppm K وذلك بإذابة 1.907 جم من ملح كلوريد البوتاسيوم KCl النقي (الجافة على 100° م لمدة ساعة) بينما يوزن 2.0434 جم ملح كلوريد الصوديوم نقي بعد تجفيفه. ينقل كمياً إلى دورق معياري سعة لتر ويكمل بالماء المقطر ليصبح التركيز 1000 جزء في المليون ويسمى بـ Stock Solution محلول تجهيز.

n يتم عمل عدة تركيزات من الصوديوم و البوتاسيوم وذلك بالتخفيف من محلول التجهيز على ان يضبط الكنترول (ماء مقطر) على صفر تدريج الجهاز واعلى تركيز يوصى به يضبط على اعلى قراءة شدة انبعاث بتدريج الجهاز.

n ثم يخفف إلى تركيزات من 10-20-30 إلى 100 جزء في المليون وذلك بأخذ حجم 1-2-3 إلى 10 ملل من محلول التجهيز 1000 جزء في المليون إلى دوارق معيارية سعة 100 ملل وتكمل الدوارق بالماء المقطر

n يضبط البلانك على قراءة صفر الجهاز واعلى تركيز على قراءة الحد الاعلى للتدريج 1000.

n تؤخذ قراءة لكل تركيز بعد اختيار الفلتر المناسب حسب كل عنصر

n تؤخذ قراءة الجهاز و توقع على المحور الرأسى للمنحنى القياسى ثم يسجل التركيز المقابل على المحور الافقى بالـ ppm.

n حساب تركيز الصوديوم: هناك العديد من الوحدات التي يمكن أن تعبر عن تركيز الصوديوم مثل جزء في المليون - ملليمكافئ/لتر - ملليمكافئ/100 جم تربة - %.

n سنذكر منها تركيز Na بالملليمكافئ/100 جم تربة في حالة استخدام مستخلص 1:5 =

$$\frac{\text{تركيز الصوديوم في المستخلص بالجزء في المليون} \times 100 \times 5}{1000 \times 23 \text{ (الوزن المكافئ لـ Na)}} \times 1$$

n بالمثل يتم حساب تركيز K بالملليمكافئ/100 جم تربة في حالة استخدام مستخلص 1:5 =

$$\frac{\text{تركيز البوتاسيوم في المستخلص بالجزء في المليون} \times 100 \times 5}{1000 \times 39 \text{ (الوزن المكافئ لـ K)}} \times 1$$

ملاحظات

n نظرا لصغر تركيزات البوتاسيوم بالمحاليل وبافتراض ان موديل الجهاز يسمح بان يكون تركيز K بين صفر - ٢٠ جزء/مليون ($\text{ppm} = \text{mg/L}$) لذلك يتم تحضير محلول تجهيز بتركيز 100 ppm K و ذلك باخذ ٥٠ مل من محلول تجهيز 1000 ppm K فى دورق معيارى سعة ٥٠٠ مل و التكملة بالماء المقطر للعلامة ثم الرج الجيد ثم يتم تجهيز التركيزات الاتية بالتخفيف من محلول التجهيز 100 ppm :

الجواهر الكشافة والأجهزة

ملح كلوريد صوديوم نقي NaCl - ملح كلوريد بوتاسيوم نقي KCl - ماء مقطر .

التجهيزات : equipments

n ميزان حساس - فرن تجفيف - مجفف - دوارق معيارية سعة ١٠٠٠ و ١٠٠ مل ١٠٠ - أقمع + حامل - ساق زجاجية - جهاز قياس اللون في اللهب flame photometer.

n شدة هذا الطيف (الطاقة الضوئية) الخاص بعنصر معين في علاقة طردية مع تركيز كاتيونات (ذرات) هذا العنصر والذي يتم تحويله عن طريق خلية كهروضوئية الى طاقة كهربائية يمكن قياسها عن طريق جلفانوميتر والتي تظهر على تدريج الجهاز.

n اذن الجهاز المستخدم يعطى قراءة دالة على تركيز العنصر ولا يعطى التركيز مباشرة .

n يتم التعرف على تركيز العينة من منحنى قياسى standard curve

ملاحظات

ⁿ يتم ضبط تركيزات المنحني القياسي بحيث يكون البلاك على صفر الجهاز و أعلى تركيز يضبط على الحد الأعلى للتدرج .

ⁿ يجب ان تقع قراءة العينة عند وسط قراءات التدرج . فاذا كانت قرب الحد الأعلى للتدرج او قراءات المنحني القياسي او تعدته فهذا يدل على ان العينة مركزة و تحتاج تخفيف بنسبة معقولة حتى تتوسط القراءة تقريبا تدرج او قراءات المنحني القياسي و عند الحسابات يضرب في مقلوب نسبة التخفيف .

ⁿ يمكن زيادة الحد الأعلى لتركيزات المنحني القياسي و يضبط عند الحد الأعلى لتدرج الجهاز و هذا في حالة ما اذا كانت العينة مركزة بدرجة بسيطة و حساسية الجهاز تسمح بذلك .

ⁿ اذا كانت قراءة العينة تقع قرب الحد الأدنى للتدرج او قراءات المنحني القياسي فهذا يدل على ان العينة مخففة و تحتاج تركيز بنسبة معقولة ويتم التركيز بتبخير حجم معين و توصيله الى حجم اقل بالاستعانة بدورق معياري (مثلا ١٠٠ مل تركز الى ٥٠ مل) أو يمكن تقليل الحد الأعلى لتركيزات المنحني القياسي.

ثانياً: تقدير الكالسيوم والمغنسيوم

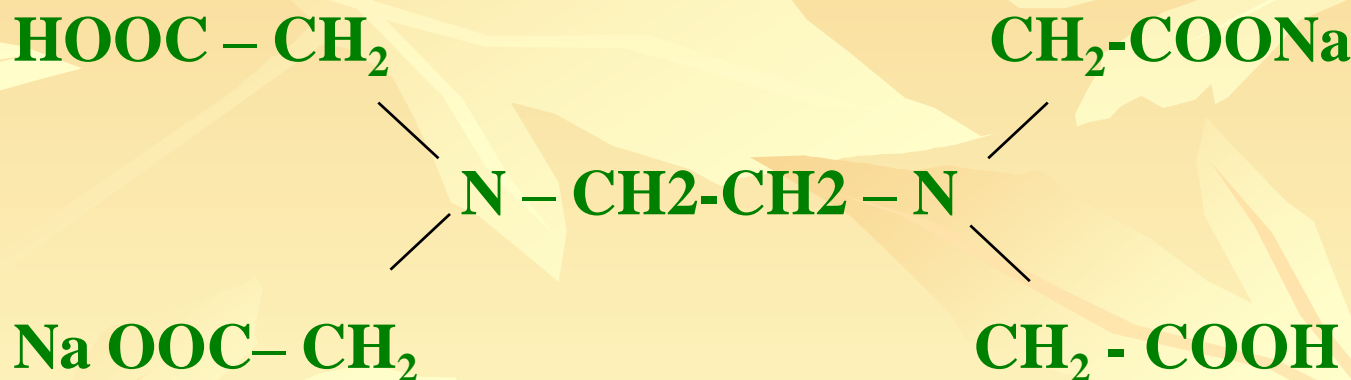
n هناك طرق عديدة لتقدير كل من الكالسيوم والمغنسيوم وأهمها التقدير بواسطة جهاز الـ Atomic absorption وهي الأحدث والأدق إلا أنه لعدم توافر هذا الجهاز في معظم المعامل فيقدر الكالسيوم والمغنسيوم بطريقة المعايرة باستخدام مركب الفرسين.

n ويكون هذا المركب مع الكاتيونات الثنائية التكافؤ معقدات ثابتة. في وجود دليل يعطي مركبات ملونة مع هذه الكاتيونات فإنه بالمعايرة بمحلول الفرسين يتغير اللون نتيجة لإرتباط هذه الكاتيونات في صورة معقد مع الفرسين

طريقة المعايرة بالفرسين

الفكرة الأساسية:

n الفرسينات عبارة عن الملح الصودي لحامض الإيثيلين داي أمين تترا
أسيتيك Disodium dihydrogen ethylene diamine tetraacetic acid



n وعند المعايرة يستخدم مركب Eriochrom Black T الذي يكون
مركبات معقدة مع الكالسيوم والمغنسيوم في الوسط القلوي pH=10
ذات لون أحمر نبيدي وعند المعايرة بالفرسين ترتبط أيونات الكالسيوم
والمغنسيوم به ويتحول لون المحلول إلى الأزرق مما يشير إلى نهاية
التفاعل.

n تقدير مجموع الكالسيوم والمغنسيوم:

١. يؤخذ ٥ ملل بالماصة من المستخلص.
٢. يضاف إلى الدورق ١ ملل من المحلول المنظم (كلوريد الأمونيوم + هيدروكسيد الأمونيوم $\text{pH} = 10$) ويرج المحلول ثم يضاف ٥ نقط من محلول الدليل EBT فيتلون المحلول باللون الأحمر النيبيذى.
٣. تنقط محتويات الدورق بمحلول الفيرسينات حتى يصبح اللون أزرق الغامق واضح.
٤. يحسب الكالسيوم + المغنسيوم معبرا عنها بالمليمكافى/١٠٠ جم تربة =

$$\frac{\text{حجم الفرسين المستخدم} \times \text{عياريته} \times \text{الحجم الكلي للمستخلص} \times 100}{\text{حجم المستخلص المأخوذ للتقدير} \times \text{وزن التربة الجافة تماما}}$$

تقدير الكالسيوم:

n

١. يؤخذ ٥ ملل بالماصة من المستخلص.

٢. يضاف إلى الدورق ١ ملل من المحلول المنظم (صودا كاوية
٤ عياري $pH = 12$) ويرج المحلول ثم ٠.٢ جم من مخلوط
دليل الميروكسيد ويرج المحلول فيظهر لون **أحمر قرمزي**
واضح.

٣. تنقط محتويات الدورق بمحلول الفيرسينات حتى يصبح **اللون
البنفسجي**.

ويحسب الكالسيوم معبرا عنها بالمليمكافئ/١٠٠ جم تربة =

$$\frac{\text{حجم الفرسين المستخدم} \times \text{عيارته} \times \text{الحجم الكلي للمستخلص} \times 100}{\text{حجم المستخلص المأخوذ للتقدير} \times \text{وزن التربة الجافة تماما}}$$

تقدير المغنسيوم:

n وذلك بطرح كمية الكالسيوم ملليمكافئ/ ٠.٠ اجم تربة من
كمية الكالسيوم+المغنسيوم ملليمكافئ/ ٠.٠ اجم تربة.

أسئلة وتمارين

١. وضح بالرسم الوحدات الأساسية لجهاز قياس اللون في اللهب Flame photometer؟ وما لون الفلتر المستخدم عند تقدير كل من Na & K؟

٢. باستخدام ٥ ملل من مستخلص عجينة تربة مشبعة ٦٠% (٠% للتشبع) كان حجم الفرسين المستهلك في حالة دليل EBT هو ٥ ملل وباستخدام ٥ ملل أخرى في حالة دليل الميروكسيد هو ٢ ملل فإذا كانت عيارية الفرسينات ٠.٠١ عياري احسب تركيز كل من الكالسيوم والمغنسيوم بالملل مكافئ/١٠٠ جم تربة.

٣. كيف تفسر ارتفاع مجموع الكاتيونات بالملل مكافئ/لتر عن ٤٠ مع ارتفاع قيم ال Na & K عن قيم Ca & Mg بدرجة كبيرة . وما هي توصياتك