

7.6 الكلورايد

يمكن الحصول على الكلورايد الذائب من مستخلص التربة المشبعة (يحضر كما في طريقة تقدير Mg, Ca الذائبان، الأنيونات)، ويُقدر تركيزه في المستخلص بطريقة المعايرة بمحلول نترات الفضة (1954 Richards).

المحاليل

- أ. محلول كرومات البوتاسيوم (K_2CrO_4)، 5% في الماء المقطر
 - أذب 5 غ من كرومات البوتاسيوم في 50 مل من الماء المقطر.
 - أضف نترات الفضة $N 1$ تدريجياً حتى يتشكل راسب أحمر خفيف ثابت.
 - رشح، وأكمل الحجم إلى 100 مل بالماء المقطر.
- ب. محلول نترات الفضة ($AgNO_3$)، $N 0.01$
 - جفف حوالي 3 غ من نترات الفضة بالفرن على درجة حرارة $105^\circ C$ لمدة ساعتين، برد بالمجفف، واحفظه في زجاجة محكمة الإغلاق.
 - أذب 1.696 غ من نترات الفضة المجففة في الماء المقطر، وأكمل الحجم إلى ليتر بالماء المقطر.
- ج. محلول كلورايد الصوديوم ($NaCl$)، $N 0.01$
 - أذب 0.585 غ من كلورايد الصوديوم المجففة في الماء المقطر، وأكمل الحجم إلى ليتر بالماء المقطر.

طريقة العمل

1. اسحب بوساطة الماصة 5-10 مل من مستخلص التربة المشبعة في جفنه من البورسلان واسعة الفتحة أو في دورق أرلينماير سعة 150 مل.
2. أضف 4 نقاط من محلول كرومات البوتاسيوم.
3. عاير العينات بمحلول نترات الفضة حتى يظهر لون بني مائل إلى اللون الأحمر الدائم.
4. جهز دوماً شاهدين يحتويان كل المحاليل ماعدا التربة، و عامله بالضبط بنفس الطريقة التي تعامل بها العينات؛ ومن ثم أطح قراءة معايرة الشاهد من قراءات كل العينات.

الحساب

من أجل الكلورايد في التربة :

$$(48) \quad Cl \text{ (meq/L)} = \frac{(V - B) \times N \times R \times 1000}{Wt}$$

- حيث أن: V = حجم محلول $AgNO_3$ 0.01 N المستهلك في معايرة العينة (مل)
 B = حجم معايرة الشاهد (مل)
 R = النسبة بين الحجم الكلي لمحلول الاستخلاص وبين الحجم المأخوذ للمعايرة.
 N = نظامية محلول $AgNO_3$.
 Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غ)

تقدير نظامية محلول $AgNO_3$

- عاير 10 مل من محلول كلورايد الصوديوم 0.01 N بمحلول نترات الفضة 0.01 N بعد إضافة 4 نقاط من محلول كرومات البوتاسيوم حتى يظهر اللون البني المحمر الدائم.
- خذ القراءة، واحسب نظامية $AgNO_3$:

$$(49) \quad N_{AgNO_3} = \frac{10 \times N_{NaCl}}{V_{AgNO_3}}$$

- حيث أن: N_{AgNO_3} = نظامية محلول $AgNO_3$.
 V_{AgNO_3} = حجم محلول $AgNO_3$ المستخدم (مل)
 N_{NaCl} = نظامية محلول $NaCl$.

8.6 الكبريتات

1.8.6 طريقة العكارة

إن الطريقة الشائعة في تقدير الكبريت (S) في الترب القلوية يتم باستخلاص $\text{SO}_4\text{-S}$ بمحلول $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.15% (Williams and Steinbergs, 1959) ومن ثم قياس تركيز $\text{SO}_4\text{-S}$ في المستخلصات بطريقة العكارة باستخدام محلول كبريتات الباريوم (Verma, 1977). وبشكل عام، يكون المدى الحرج لتركيز $\text{SO}_4\text{-S}$ حوالي 10-13 مغ/كغ المستخلص بوساطة محلول $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ بالنسبة للحبوب كالقمح والذرة الصفراء وبالنسبة لمحاصيل البذور الزيتية كالخردل (Tandon, 1991).

الأجهزة

جهاز رج كهربائي، ترددي
جهاز التحليل الطيفي أو اللوني، طول الموجة 470 nm.

المحاليل

أ. محلول كلورايد الكالسيوم ثنائي الماء ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)، 0.15%
أذب 1.5 غ من كلورايد الكالسيوم ثنائي الماء في حوالي 700 مل من الماء المقطر، وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر.

ب. محلول حمض كلور الماء (HCl)، M 6
خفف 496.8 مل من حمض كلور الماء المركز (sp. gr. 1.19، 37%) في الماء المقطر، امزج جيداً، دعه يبرد، و أكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر.

ج. كلورايد الباريوم ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)، بلوري

د. سوربيتول *sorbitol*، 70% محلول مائي

هـ. محلول الأم القياسي

• أذب 0.5434 غ من كبريتات البوتاسيوم (K_2SO_4) في الماء المقطر، و أكمل الحجم إلى لتر بالماء

- المقطر. هذا المحلول يحتوي على SO_4-S ppm 100 (محلول الأم).
- حضر سلسلة من المحاليل القياسية من محلول الأم كالتالي: خفف 5، 10، 20، 30، 40، 50 مل من محلول الأم إلى 100 مل حجم نهائي حيث يضاف لكل منهما محلول كلورايد الكالسيوم ثنائي الماء 0.15% هذه المحاليل تحتوي على 5، 10، 20، 30، 40، 50 SO_4-S ppm، على التوالي.

طريقة العمل

أ. الاستخلاص

1. زن 5 غ من التربة الجافة هوائياً (2 مم) في دورق أرلينماير سعة 150 مل.
2. أضف 25 مل من محلول كلورايد الكالسيوم ثنائي الماء 0.15%، (لا تستخدم سدادة مطاطية، أو تلف السدادة المطاطية برفافة من البولي ايثلين. الأخطاء الناجمة عن الأكسدة التدريجية لمكونات الكبريت تتواجد في السدادة).
3. رج لمدة 30 دقيقة على جهاز رج كهربائي ترددي (180 دورة/بالدقيقة).
4. رشح المعلق بورقة ترشيح Whatman No. 42. تعطي هذه الطريقة مستخلصات عديمة اللون تقريباً.

ب. قياس SO_4-S

1. اسحب بوساطة الماصة 10 مل من المستخلص إلى أنبوب اختبار سعة 50 مل، أو اسحب كمية أقل مخففة إلى 10 مل بالماء المقطر.
2. أضف 1 مل من محلول حمض كلور الماء $M6$ بإضافة 5 مل من محلول سوروبيتول 70% بوساطة ماصة ذات تدفق كبير. أخيراً، أضف حوالي 1 غ من كلورايد الباريوم البلوري (مستخدماً ملعقة قياسية).
3. رجه بقوة (على جهاز رج أنابيب اختبار لمدة 30 ثانية) لإذابة كلورايد الباريوم والحصول على معلق متجانس.
4. حضر المنحنى القياسي كما يلي:
 - اسحب بوساطة الماصة 10 مل من كل محلول قياسي (0-50 ppm) وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات.
 - كذلك حضر شاهداً بسحب 10 مل من محلول كلورايد الكالسيوم ثنائي الماء 0.15%، وتابع الإجراءات كما هو الحال في العينات.
 - اقرأ الامتصاص الضوئي (turbidity) absorbance للشاهد، المحاليل القياسية، والعينات مباشرة عند طول موجة 470 nm.

5. حضر الخط البياني للمحاليل القياسية، وذلك برسم خطٍ بياني بين قراءات الامتصاص الضوئي و تراكيز SO_4-S في المحاليل القياسية، على التوالي.
6. اقرأ تركيز SO_4-S في العينات المجهولة من الخط البياني.

الحساب

من أجل الكبرينات بطريقة العكارة في التربة:

$$SO_4 - S(ppm) = ppm \text{ } SO_4-S \text{ (من المنحنى القياسي)} \times \frac{A}{Wt} \quad (50)$$

حيث أن: A = الحجم الكلي للمستخلص (مل)
 Wt = وزن التربة الجافة هوائياً (غ)

ملاحظات

- لا تترك المحاليل القياسية و العينات المجهولة (مستخلصات التربة) لفترة تزيد عن 2-3 دقائق، وخلافاً لذلك يجب إعادة عملية رج المعلق قبل أخذ القراءة من جهاز التحليل الطيفي باللون.
- أعط نفس الوقت تقريباً للمحاليل القياسية و العينات المجهولة بين الرج وقراءة العكارة في جهاز التحليل الطيفي باللون.

2.8.6 طريقة الترسيب

تقدر الكبريتات عادة في الماء بطريقة ترسيب كبريتات الباريوم (Richards, 1954).

الأجهزة

جهاز زج كهربائي، ترددي.
مرمدة muffle furnace.

المحاليل

أ. دليل برتقالي الميثيل $[4\text{-NaOSO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{N: NC}_6\text{H}_4\text{-4-N (CH}_3)_2]$ ، 0.1%
أذب 0.1 غ من دليل برتقالي الميثيل في 100 مل من الماء المقطر.

ب. محلول حمض كلور الماء (HCl)، 1 : 1
أمزج نسبة متساوية من حمض كلور الماء والماء المقطر.

ج. محلول كلورايد الباريوم $(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ ، N 1
أذب 122 غ من كلورايد الباريوم في الماء المقطر، وأكمل الحجم إلى لتر بالماء المقطر.

طريقة العمل

1. ضع نسبة من مستخلص التربة الحاوية على 0.05 إلى 0.5 ميليماقي $\text{SO}_4\text{-S}$ إلى كأس زجاجي pyrex سعة 250 مل ومن ثم خفف المستخلص إلى 50 مل.
2. أضف 1 مل من محلول حمض كلور الماء (1 : 1)، 2-3 نقاط من دليل برتقالي الميثيل، فإذا لم يتحول اللون إلى اللون الزهري، أضف كمية زائدة من محلول حمض كلور الماء (1 : 1).
3. ضع الكؤوس على سخانة معدنية hotplate، سخن لدرجة الغليان، ثم أضف 10 مل من محلول كلورايد الباريوم N 1 زيادة لكي يترسب $\text{SO}_4\text{-S}$ على شكل كبريتات الباريوم.
4. اغلي لمدة 5-10 دقيقة، و الكؤوس مغطاة بزجاجة ساعة، ثم اترك المحلول حتى يبرد.
5. رشح المحلول من خلال ورقة ترشيح عديمة الرماد ashless، واجمع راسب كبريتات الباريوم على ورقة الترشيح، واغسله عدة مرات بالماء المقطر الفاتر حتى لا يتبقى أي أثر للكلورايد. يمكن فحص وجود

الكلورايد في المحلول الراشح بوساطة محلول $AgNO_3$ من فترة إلى أخرى ويدل عدم ظهور اللون الأبيض على انتهاء عملية الغسل.

6. بعد الانتهاء من عملية الغسل، ضع ورقة الترشيح مع الراسب في بوتقة بورسلين مجففة ومعروفة الوزن (تجفف على درجة حرارة $105^\circ C$ بالفرن لمدة ساعة واحدة حتى تجف و تبرد بالمجفف).

7. انقل البوتقة إلى المرمدة، سخن بالتدريج حتى درجة حرارة $550^\circ C$ ، ثم رمد العينات لمدة 2-3 ساعات.

8. اخرج البوتقة من المرمدة، ثم ضعها في المجفف حتى تبرد، زن البوتقة على ميزان تحليلي حساس، وخذ القراءة، t .

الحساب

من أجل الكبرينات بطريقة الترسيب في التربة :

$$(51) \quad SO_4 - S(\text{meq/L}) = \frac{t - b}{V} \times 8583.7$$

حيث أن: t = وزن البوتقة + راسب $BaSO_4$ (غ)

b = وزن البوتقة فارغة (غ)

V = حجم المستخلص المستخدم في القياس (غ)