

اختبارات المياه العادمة

عن: Degrement " Water treatment " # Handbook

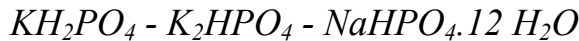
أولاً - قياس الطلب البيولوجي للأكسجين $(B.O.D)_5^{20}$: وتتم بطرق رئيسة ثلاث: التمديد، مقياس التنفس، التعفن.
١ - ١ - طريقة التمديد: نمدد كمية مناسبة من الماء المراد اختياره بالماء النقي ونبدأ فحوصاً دورية لضمان عدم امتصاصه لكمية الأكسجين المراد تقديرها، ولنا أن نذكر هنا أن التمديد غير ضروري في حال كون الماء العادم من المياه المنزلية، وبسبب فقدان الأكسجين فإن معظم النتائج الممكن الحصول عليها تعطينا بين ٣٥ - ٦٠ % من محتوى الأكسجين الأصلي، ويستخدم التمديد عادة لتحديد درجتي التلوث $C.O.D$ و $B.O.D$ ، وغالباً ما تكون نسبة $C.O.D$ إلى $B.O.D$ بين ١.٥ - ٣

يثبت الماء الحاوي على ٨ ملغ / ل أكسجين على درجة ٢٠ م° وتوضع المعادلة على الشكل:

$$\text{معامل التمديد} = \text{قيمة } (BOD)_5 \text{ المحتملة} \div ٤$$

ويتوجب علينا تحضير ثلاث عينات مختلفة التمديد لضمان نتيجة صحيحة.
نترك المحلول الممدد لخمسة أيام بدرجة حرارة الغرفة ٢٠ م° وبحالة توازن مع الهواء الجوي، ويمكننا تحقيق ذلك بالإبقاء على ماء نقي لقياس درجة حرارة المصدر الحراري سواء أكان ترموستات أم حاضنة تسخين .
طريقة العمل: نحضر ٥٠٠ مل من عينة الماء العادم الممدد في دورق زجاجي ذي سداة (سعته حتى السداة ٥٠٠ مل تماماً) ثم نسحب قسمين متساويين ونضع أحدهما في الحاضنة ونستخدم الآخر لقياس كمية الأكسجين المنحل مباشرة، ونحضر عينة من ماء التمديد (قد يكون الماء مجرثاً علاوةً عن ذلك)، ونقيس بعد خمسة أيام باقي الأكسجين فنجد أن الاستهلاك الأقل كان لعينة الشاهد، وعلينا ألا ننسى أن نأخذ بعين الاعتبار معامل التمديد إذ تعطى كمية من الأكسجين لكل ليتر بمقدار ما يتطلبه للتنقية البيولوجية للماء العادم، ونحدد النتيجة بعد خمسة أيام على أنها الطلب البيوكيميائي للأكسجين أي $(B.O.D)_5$ المصطلح عليها كون الطلب الكلي لا يمكننا الحصول عليه إلا بعد فترة حضانة طويلة جداً.
ملاحظات:

- يجب أن تكون درجة حموضة العينة بعد تمديدها ٦.٥ - ٨ وإلا فعلينا تعديلها.
 - علينا ألا نمدد إلا بالمياه الشروبة أو بماء نبع نقي أو مقطر أو مبيود بما يعادل في نقاوته المياه المعدنية بمعدل ١ مل / ل لكل من المحاليل التالية:
- ١ - محاليل الفوسفات: ٨.٥ غرام من فوسفات البوتاسيوم ثنائية الهيدروجين، أو ٢١.٨ غ فوسفات البوتاسيوم أحادية الهيدروجين، أو ٤٤.٦ غرام من فوسفات الصوديوم أحادية الهيدروجين:



٢ - محاليل كبريتات المغنيزيوم: تحوي ٢٠ ملغ/ل كبريتات مغنيزيوم سباعية الماء $MgSO_4 \cdot 7H_2O$.

٣ - محاليل كلور الكالسيوم: تحوي ٢٥ ملغ/ل كلور كالسيوم $CaCl_2$

٤ - محاليل كلور الحديد: ١.٥ غ/ل كلور حديد ثلاثي $FeCl_3$

٥ - محاليل كلور الأمونيوم: تحوي ٢ غ/ل كلور أمونيوم NH_4Cl

حالات خاصة:

في حالة المياه العادمة القادمة من وحدة تنقية كاملة وذات طريقة نترجة عالية الفعالية علينا إجراء عملية تحليل، لأن المركبات العضوية المنتجة تتابع مفعولها لبعض الوقت وأثناء وجودها في الحاضنات، مما يؤدي لامتناس الأكسجين بصورة إضافية " أعلى مما يلزم " وبالتالي تُحسب قيمة $(B.O.D)_5$ بصورة مستقلة.

ويمكننا عملياً تعديل طريقة التحليل إلى الشكل:

١ - تحميض العينة حتى درجة حموضة ٣- 2 : pH

٢ - نترك العينة بدرجة الحموضة هذه مدة خمسة عشر دقيقة.

٣ - نعدل العينة من جديد حتى درجة حموضة $pH: 7 - 7.4$
٤ - نستخدم الماء المقطر الحاوي ٥ مل/ل من مياه البلايغ المتدفق والمصفى حديثاً، ونحدد $(B.O.D)_5^{20}$ ونعدل القيمة بما يتناسب مع التمديد الحاصل، ومن الضروري تطعيم بعض المواد العضوية.

١- ٢ - **طريقة مقياس التنفس:** تضمن حاضنة العينات اهتزاز الأوعية بوجود الهواء، إذ يتغير معدل تبادل الغازات بتناقص تطاير غاز ثاني أكسيد الكربون " بالامتصاص القلوي " ومعدل الاستهلاك، ويمكننا مراقبة العملية من خلال تناقص الضغط " واربورغ لقياس التنفس ونسبه " أو من تناقص ضغط غاز الأوكسجين الداخلي المطلوب " سيرت لقياس التنفس ونسبه " وبهذه الطريقة يمكننا رسم منحني زمن/ استهلاك، ولا يوجد مظاهر مراقبة في الأنهار دون تحليل الماء الممدد لبعض نسب تفريغ الماء العادم المتدفق.

١ - ٣ - **طريقة التعفن:** وتقوم هذه الطريقة على قياس قيمة $(B.O.D)_5$ قبل تعفن المخلفات الصناعية، إذ كان يتم القياس فيما سبق بصورة بيولوجية، وكان ينصب الاهتمام على الأخذ بالمركبات العضوية الصغيرة السهلة التكرس وبالتالي الأقل تلويثاً للبيئة، وفي نفس الوقت يمكننا الحصول على البكتريا الضرورية بإسالة الماء بهدوء قبل التحلل في مصرف النهر أو المجاري من خلال نقاط التبادل.

ثانياً - قياس الأوكسجين المنحل: وتتم عملية إجراء القياس بطريقتين: كيميائية، وكهركيمائية.

١ - ٢ - **الطريقة الكيميائية:** ويتم تطبيقها إما في الماء أو في الوحل الفعال:

١ - ٢ - **١ - ١ - في الماء:** ويتم القياس مباشرة بدورق سعة ١٢٥ مل وعلى عينة يتم الاحتفاظ بها لمدة خمسة أيام، ونعتمد بشكل دائم دوارق ١٢٥ مل، إذ تملأ بدقة بالماء متجنبيين تشكل أي فقاعة، ثم يضاف إليها ١ مل كبريتات الزئبق و ١ مل نتريد يود الزئبق بماصة ٢ مل إلى قعر الدورق، في حين يضاف ١ مل فقط من الكاشف أي حتى العلامة.
نضع السداة أخدين حذرنا من تشكل فقاعات أو اهتزاز الدورق، ونتركها لمدة عشر دقائق لننزعها بعد ذلك ونضيف ٠.٥ مل حمض كبريت نقي.

نحرك ومنتظر حتى هبوط الرواسب ثم نأخذ ١٠٠ مل من السائل ونعاير بمحلول ٠.٨ نظامي من تيو سلفات الصوديوم بوجود النشاء، إذ يستدل على كمية الأوكسجين المنحل من خلال عدد ميليترات محلول التيوسلفات اللازمة للتعديل معبراً عنه بوحدة ملغ/ل.

الكواشف المستخدمة:

• محلول كبريتات المنغنيز (٤٠٠ ملغ/ل $MnSO_4$).

• نتريد يود البوتاسيوم : يحل ٧٠٠ غ من ماءات البوتاسيوم مع ١٥٠ غرام يود البوتاسيوم KI مع ١٠ غ نتريد

الصوديوم Na_3N في ١ لتر من الماء المقطر.

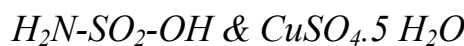
• محلول ٠.٨ نظامي من تيو سلفات الصوديوم.

• محلول ٠.٨ نظامي من اليود.

• ٤ غ/ل نشاء مع ١.٢٥ غ/ل حمض الصفصاف، ويفضل مسحوق الفيتكس "*Powdered Vitex*".

١-٢ - **٢ - في الوحل الفعال:** غالباً ما يتوقف نشاط الوحل الفعال بسرعة، لذا نسكب ١٠ مل من محلول الكبح في دورق سعة ٥٠٠ مل ثم نأخذ ٧٠٠ مل من الماء الحاوي على الوحل الفعال ونأخذ منه مقدار ما نملأ به الدورق مع الحذر من إدخال أية فقاعات، نسد الدورق ونحركه ثم نتركه حتى ترسب كامل الوحل، ثم نأخذ من أعلى الدورق مقدار ١٢٥ مل ماء رائقاً لنتابع إجراء القياسات أولاً بأول.

والمحلول الكابح هو (سلفامات النحاس) الذي يحضر بإذابة ٣٢ غرام من حمض السلفاميد في ٤٧٥ مل ماء بارد، وإذابة ٥٠ غرام كبريتات النحاس في ٥٠٠ مل ماء ومن ثم مزج المحلولين وإضافة ٢٥ مل حمض خل أي:



٢-٢ - **الطرق الكهركيمائية:** تستخدم في هذه الطرق بعض الأدوات وأجهزة الاختبار الخاصة مثل أجهزة الاستقراء البولاروغرافي أو مقياس أمبير اللذين يمكننا من خلالهما قياس كمية الأوكسجين مباشرة بمقارنة المحلول مباشرة بماء معروف المحتوى الأوكسجيني مسبقاً.

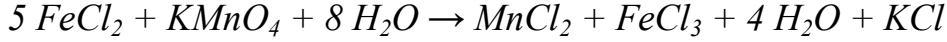
ثالثاً - قابلية الأوكسدة ببرمنغنات البوتاسيوم:

٢-٣ - **على البارد في وسط قلوي:** تعطي هذه الاختبارات فكرة عن المواد العضوية الموجودة في المياه العادمة المتدفقة، ويتوقف نجاحها على نسبة ما يتبقى دون تفاعل بعد عملية تحليل أو معايرة حجم محدد من الماء العادم ببرمنغنات البوتاسيوم في وسط حمضي، إذ يتم إجراء القياس بعد مضي أربعة ساعات على بدء التفاعل.

الكواشف اللازمة:

- محلول ٠.٨ برمنغنات : كل ١ مل منه يعادل ٠.١ ملغ أكسجين.
- محلول ٥ غ/ل ملح مور : $Fe SO_4 . (NH_4)_2 SO_4 . 6H_2O$
- محلول حمض الكبريت ٥٠ % حجماً.

طريقة العمل: نأخذ في دورق طويل العنق ٥٠ مل من الماء للتليل مع ٥ مل حمض كبريت ٥٠% ونتبعها بـ ٥٠ مل من محلول البرمنغنات، نترك الدورق لمدة أربع ساعات عند درجة حرارة المخبر، ثم نضيف ١٠ مل محلول ملح مور فيزول لون العينة، نعالج الزيادة المتبقية أخيراً بمحلول البرمنغنات حتى الوصول للون وردي عبر التأثير المعروف لملاح مور مع البرمنغنات و شاردة الحديد في وسط حمضي وفق التفاعل:



ومن خلال هذا التفاعل أو المعايرة وحجم الماء المستخدم يمكننا استنتاج كمية الأكسجين اللازمة لأكسدة العضويات في ليتر واحد من الماء المعالج.

ومن الضروري إضافة كمية زائدة من البرمنغنات طوال الساعات الأربع المعتبرة زمن أكسدة، وتجنب وجود النتريت في نفس الوقت.

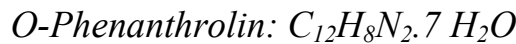
٢-٣ - على الساخن في وسط حمضي: نضيف ١٠ مل من حمض الكبريت ٥٠% إلى ١٠٠ مل من الماء العادم ثم نسخن حتى الغليان لنضيف بعدها ٢٠ مل من محلول البرمنغنات ٨٠% ونتابع الغلي لمدة ١٠ دقائق.

نبرد بسرعة ثم نضيف ٢٠ مل من محلول ملح مور ٥ غ/ل ونعاير بمحلول البرمنغنات ٨٠% نظامي ونعتبر عدد المليمترات اللازمة على أنه ملغ أكسجين/ليتر، وغالبا ما تتم عملية الأكسدة بـ ٣.٥ ملغ/ل، ويستحسن إعادتها بعينات ممددة أخرى.

رابعا - قياس الطلب الكيماوي للأكسجين C.O.D: حل هذا المقياس مكان المعايرة ببرمنغنات البوتاسيوم لتحديد محتوى الماء العادم من المركبات والمواد العضوية، ويقوم على استخدام ثنائي كرومات البوتاسيوم الأقوى أكسدة من البرمنغنات التي لا يمكنها أكسدة وتحطيم السلاسل الأليفاتية الطويلة والمستقيمة.

الكواشف اللازمة:

- ماء مقطر أو ما يعادله نقاوة.
- بلورات كبريتات الزئبق.
- محلول حمض الكبريت وكبريتات الفضة بنسبة ٦.٦ غ/ل حيث يكون الوزن النوعي لحمض الكبريت ١.٨٤ بدرجة حرارة ٢٠ م.
- محلول ٠.٢٥ نظامي من ملح مور، ونحصل عليه بجل ٩٨ غرام ملح مور في الماء، ومن ثم إضافة ٢٠ مل من حمض الكبريت فإتمام الحجم إلى ليتر.
- معايرة محلول ملح مور " كبريتات الحديد والأمونيوم ": نمدد بالماء المقطر مقدار ٢٥ مل من محلول ثنائي الكرومات إلى ٢٥٠ مل، ثم نضيف ٧٥ مل من حمض الكبريت ونبرد حتى درجة حرارة الغرفة ونعاير بمحلول ملح مور بوجود بضع قطرات من محلول الحديد ولنعتبر أن VT هو الحجم اللازم للمعايرة.
- تحضير محلول ٠.٢٥ نظامي من ثنائي كرومات البوتاسيوم في الماء: نذيب ١٢.٢٥٨٨ غرام من بيكرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$ في الماء ونتركه لمدة ساعتين بدرجة ١١٠ د.م ونتمم الحجم إلى ليتر.
- تحضير محلول الحديد: نذيب ٠.٤٨٥ غرام من الفينا نترولين ١٠% الذي يشكل معقد مع الحديد:



مع ٠.٦٩٥ غرام من كبريتات الحديد ($Fe SO_4 . 7H_2O$) في الماء ونتمم الحجم إلى ١٠٠ مل.

طريقة العمل: نجهز دورقا يتصل من أسفله بأنبوب مزود بسدادة تفلون، تتصل بدورق أكسدة، ونزود الجهاز بقضيب مغنط ومبرد مناسب، ننظف المجموعة أولا بحمض الكبريت، وفي حال وجود مواد دسمة لا بد لنا من اللجوء لعملية تنظيف أخرى بالمذيبات.

نشغل الجهاز بالاعتماد على سخان في أسفل الجهاز بصب ٥٠ مل من الماء العادم المراد اختباره مع ٥٠ مل ماء مقطر، ثم نوقف التحريك والتسخين ونضيف ١ مل كبريتات الزئبق، و٥ مل من حمض الكبريت الحاوي على كبريتات الفضة ونبدأ عملية الإذابة، وسنلاحظ أنه سترسب بعض من الفضة على شكل كلور الفضة لذا فإننا نلجأ لتسخين لطيف

حتى تتحل جميع الرواسب، ثم نضيف وبدقة ٢٥ مل ثنائي الكرومات و ٧ مل حمض كبريت (مع ٦.٦ غ/ل كبريتات فضة).

نغلق الجهاز بالسدادة ونبدأ عملية غلي لمدة ساعتين بوجود القضيب الممغنط الذي يمنعنا عملية تسخين متجانسة لأبعد الحدود.

القياسات: بعد انتهاء عملية الغلي نترك المحلول الناتج حتى يبرد ومن ثم نمدد بالماء المقطر حتى ٤٠٠ مل ونضيف بضعة نقاط من محلول الحديد المذكور آنفا لإجراء معايرة إرجاع ثاني الكرومات بانقلاب اللون من الأخضر للأحمر الأرجواني.

ولنعبر أن V_1 الحجم اللازم للمعايرة، نعد لتجربة بيضاء نعتمد فيها الماء بدلا عن العينة و نعتبر أن V_2 حجم محلول مور المستخدم، نحصل على قيمة $C.O.D$ مقدرة بالملغ/ل من العلاقة:

$$COD = 8000 (V_0 - V_1) t / V$$

حيث: t : عيار محلول ملح مور. V : حجم العينة مقدر بالمل من الماء العادم. V_0, V_1 : حجم محلول مور المستخدم مقدر بالمل. ويمكن تبسيط هذه العلاقة إلى الشكل:

$$COD = [1000 (V_0 - V_1) / V_T] \times [50 \div V]$$

حيث V_T الحجم اللازم للمعايرة الحجمية ل ٢٥ مل بالضبط من محلول مور وبدقة عالية.

ملاحظة: أخذت طريقة التحليل هذه عن نظام المواصفات الفرنسي: *AFNOR : NFT 90 – 101 September 1971*

خامسا- تعيين شوارد الحديد والألمنيوم والكروم: تقع هذه الشوارد الثلاث في الفئة الثالثة من فئات التحليل الكيماوي شبه الميكروئي، والتي تضم أيضا شوارد المنغنيز الثنائي، الكوبالت الثنائي، النيكل والتوتياء، وكاشفها حمض كبريت الهيدروجين في وسط قلوي ضعيف من مزيج كلور الأمونيوم وماءاته، وبالتالي فإن وسط الترسيب سيحوي شاردي الكبريت والماءات، مما يؤدي لتوزع هذه الشوارد بين راسب كبريتي وهي شوارد المنغنيز والكوبالت والتوتياء والنيكل والحديد، وراسب على شكل ماءات وهي شوارد الألمنيوم والكروم، وبرغم وجوب ترسب الحديد على شكل ماءات فإنه يترسب على شكل كبريت الحديدي بسبب إرجاع حمض كبريت الهيدروجين له من حديد ثلاثي إلى حديد ثنائي، وبالتالي فإن لم يكن تركيز شوارد الكبريت كافيا فإن بعض شوارد الحديد ستترسب على شكل ماءات. ترسب عناصر الفئة الثالثة عموماً بإضافة ماءات الصوديوم على شكل ماءات ملونة، وعلى الشكل:

ألوان رواسب الفئة الثالثة	
الماءات	لون الراسب
$Zn(OH)_2, Ti(OH)_2, Mn(OH)_3, Al(OH)_3$	أبيض
$Ni(OH)_2, Fe(OH)_2, Cr(OH)_3$	أخضر
$Fe(OH)_3$	أحمر غامق
$Co(OH)Cl$	أزرق يتحول بالتسخين إلى وردي

وتتم عمليات الترسيب عادة بمزيج من كلور وماءات النشادر، ويجب إجراء التفاعل عند pH أصغر أو تساوي ٤.١، وتؤدي الزيادة من شاردة الهيدروكسيل أو الحموض الحرة لعرقلة ظهور بعض الرواسب المذبذبة مثل ماءات الألمنيوم، وعموماً يتوجب علينا الانتباه لمجموعة الملاحظات التالية:

- تجري عملية الترسيب أثناء التسخين حتى الغليان.
- يتم الترسيب الكامل للراسب بوجود كمية زائدة من كلور النشادر.
- يجب إجراء عملية تفكيك الأكاسيد العضوية سلفاً بغلي المحلول بحمض الأزوت المركز وتحميض البواقي.
- عندما تترافق هذه الشوارد بشوارد أخرى من الفئة الثالثة فإننا نتحكم بدرجة حموضة الوسط وفق جدول الترسيب التالي :

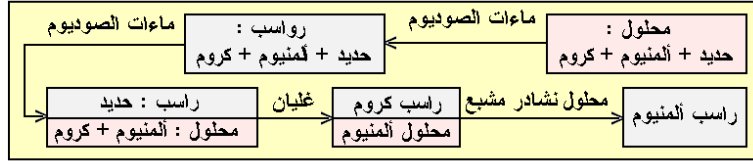
درجة الحموضة: pH	الماءات المترسبة
3	$Ti(OH)_2$ & $Fe(OH)_3$
4-5	$Al(OH)_3$
6	$Cr(OH)_3$
6-7	$Fe(OH)_2$ & $Zn(OH)_2$
8	$Co(OH)_2$ & $Ni(OH)_2$
9	$Mn(OH)_2$

وتنقسم شوارد هذه الفئة بحسب تأثير ماءات الصوديوم عليها إلى فئتين:

أ - الألمنيوم، الكروم الثلاثي، التوتياء.

ب - المنغنيز الثنائي، الحديد الثنائي والثلاثي، الكوبالت، التيتانيوم الرباعي، النيكل.

إذ تتميز المجموعة " أ " بخواص مذذبة واضحة، في حين تتميز شارجات المجموعة " ب " بخواصها القلوية الأكثر وضوحاً، وعليه: تؤدي إضافة زيادة من ماءات الصوديوم لترسب الحديد وانحلال الألمنيوم والكروم، ومن ثم بغلي الرشاحة تتحلل المحاليل المائية لشارجات الألمنيوم والكروم فيترسب الكروم على شكل ماءات الكرومي $Cr(OH)_3$. ويمكننا تلخيص ما ذكرنا بالمخطط التالي :

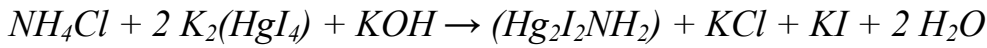


سادسا - معايرة شاردي الصوديوم والألمونيوم: تنتمي شارديتا الصوديوم والألمونيوم للفئة الخامسة من مخطط التحليل شبه الميكروئي مع شوارد المغنزيوم والبوتاسيوم، والتي تتسم بعدم وجود كاشف عام لأن معظم أملاحها حلول بالماء. يتم تعيين شاردة الصوديوم عموماً على شكل خلاات اليورانيل والتوتياء والصوديوم:



ويستخدم كمرسب محلول خلاات اليورانيل والتوتياء في حمض الخل، ويغسل بعدها الراسب بالكاشف لعدة مرات ومن ثم بالإيتانول المشبع بخلاات اليورانيل والتوتياء فالأستون، يجفف بعد ذلك بالهواء العادي ودون تسخين ويوزن الراسب الذي نجده على شكل كتلة ضخمة.

أما لتعيين شاردة الألمونيوم فإننا نلجأ لكاشف نسلر الذي يشكل راسبا بنيا معها:

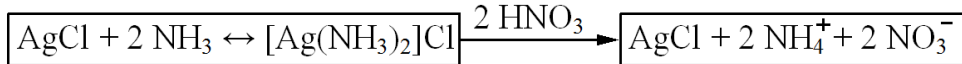


ومن الضروري الانتباه إلى بعض الشارجات مثل " الفضة، الرصاصي البيزموت الثلاثي، النحاس، الحديد " وبعض المؤكسدات مثل " أكسيد المنغنيز الرباعي، الكلور الجزئي، الماء الأكسجيني " والتي يمكنها التفاعل مع شارسات اليود لتعطي في وسط قلوي ماءات غير منحلة ولتتسبب في عرقلة نجاح هذا التفاعل.

سابعا - تعيين شارسة الكلور: تجري عملية تعيين الكلور بترسيبه على شكل كلور الفضة الضعيف الانحلال من محلول نترات الفضة وبوجود حمض الأزوت الممدد الذي يساعد على تجمع الراسب ويمنع ترسب بعض الشارسات كالكاربونات والفوسفات والتي يمكنها الترسيب بتفاعلها مع الفضة في المحاليل المعتدلة.

ويتأثر راسب كلور الفضة $AgCl$ كثيراً بالضوء فيتفكك ببطء إلى معدن الفضة والكلور، لذا فإنه يستحسن إجراء هذا التفاعل بعيداً عن الضوء قدر الإمكان.

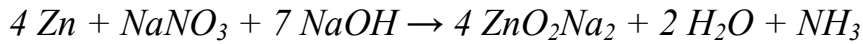
ولأن شوارد أخرى تعطينا رواسب مشابهة فإننا نعد لترشيح الراسب وغسله ومن ثم إضافة بعض النشادر لتشكيل معقد نشادري منحل لا يلبث أن يتفكك بإضافة حمض الأزوت الممدد حسب التفاعل:



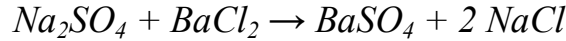
ويتم تجفيف الراسب عادة عند الدرجة ٢٠٠ م والتي تكفي لإزالة معظم الماء المحتجز في الراسب، ومن الضروري الرفع التدريجي للحرارة منعا لتقلص الراسب بسرعة وبالتالي حجز كمية من الماء مع الراسب مما يضطرنا لصهر الراسب عند الدرجة ٤٥٥ م.

ثامنا - تعيين شاردة النتريت: يمكننا تعيين شارسة النتريت بعدة طرق تتفاوت في درجة أهميتها ما بين تحليل كيمي أم كمي، ومن أهم طرق تعيينها ترسيبها على شكل نتريت الفضة لأنها الملح الأقل انحلالاً، وفي حال تأكدنا من احتواء المحلول على عوامل مرجعة يمكننا تعيينها بتفاعل الأوكسدة مع برمنغنات البوتاسيوم بوجود حمض الكبريت الممدد عند درجة حرارة $٥٠ - ٦٠$ م حتى يزول لون البرمنغنات بسبب تأكسد النتريت إلى نترات وإرجاع المنغنيز الرباعي إلى ثنائي، ومن المهم التنويه لضرورة أن تكون درجة الحموضة أقل من ٧ بقليل ولدور التسخين إلى مادون درجة حرارة الغليان في حسن سير التفاعل.

تاسعا - تعيين شارسبة النترات: تتعذر عملية تعيين شارسبة النترات بالترسيب لأن جميع أملاح النترات حلولة بالماء، لذا فإننا نلجأ لتعيينها عبر إرجاعها إلى غاز النشادر ببرادة التوتياء أو مسحوق الألمنيوم ومن ثم معايرة النشادر المنطلق، ويتم تفاعل الإرجاع بوسط قلوي بإضافة ماءات الصوديوم ومن ثم البدء بالتسخين:

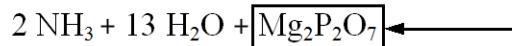
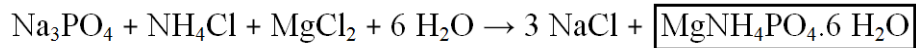


عاشراً - تعيين شارسبة الكبريتات: يتم تعيين شارسبة الكبريتات على شكل كبريتات الباريوم بإضافة كلور الباريوم وبوجود محلول ٠.٠٥ نظامي لحمض كلور الماء منعا لترسب أملاح الباريوم الأخرى مثل الكربونات أو الفوسفات والترسيب المشترك مع ماءات الباريوم، ولإعطاء راسب أسهل ترسيحا، ومن الضروري إجراء عملية الترسيب عند درجة حرارة الغليان لأن فوق الإشباع النسبي يكون أقل عند درجات الحرارة العالية:



يرشح الراسب الأبيض المتبلور ويغسل بالماء المقطر ويحرق ثم يوزن، ويستحسن إضافة محلول كلور الباريوم بالتنقيط لأن كمية كلور الباريوم المحتجزة في الراسب تكون أقل مما هي عليه في حال الترسيب السريع.

أحد عشر - تعيين شارسبة الفوسفات: تقوم عملية تعيين الفوسفات بترسيبها على شكل فوسفات الأمونيوم والمغنزيوم المائية باستخدام كاشف مزيج المغنزيوم الذي يتألف من محلولي كلور المغنزيوم وكلور الأمونيوم في الماء، وتبدو فوسفات الأمونيوم والمغنزيوم المائية على شكل راسب أبيض بلوري، وبحرق هذا الراسب نحصل على بيرو فوسفات المغنزيوم الذي يمكننا بوزنه تحديد وزن الفوسفور وبالتالي محتوى الفوسفات:



وتعرقل هذا التفاعل الشارسات: VO_3^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{--}$, F^- , SiO_3^{--} , AsO_4^{---}