الشركة القابضة
لمياه الشرب والصرف الصحي

برنامج إدارة مياه الشرب و الصرف الصحي
Water and Wastewater Management Program

gtz

Since the 1st of January 2011
giz Deutsche Gesellschaft für Internationale Zusammenarbeit (GIZ) GmbH

مياه الشرب

العينات والمعايير القياسية

Sampling and Standard of Drinking Water

July 2008

مياه الشرب
العينات والمعايير القياسية

Sampling and Standard of Drinking Water

أ.د. سعد السيد محمد حسن (.D.Sc)
مدير المعمل المرجعى كلية العلوم جامعة عين شمس

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

المحتويات

صفحة

الباب الأول
نوعية ومواصفات مياه الشرب والتشريعات المصرية 1

الباب الثانى
طرق سحب وتجميع عينات المياه وحفظها 19

الباب الثالث
متطلبات الجوده فى معامل تحاليل مياة الشرب 35

الباب الرابع
السجلات والتقارير وتسجيل النتائج 41

الباب الخامس
نظام ضبط الجودة الداخلي 49

الباب السادس
ضبط ومراقبة جودة جمع العينات و التحاليل الكيميائية 57

الباب السابع
نظام تقييم جودة جمع العينات وتحليلها 61

الباب الثامن
أنواع ومصادر الاخطاء فى جمع العينات وتحليلها الكيميائية 77

الباب التاسع
الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الشرب والاحتياطات الواجب إتباعها 91

الباب العاشر
دلالات الاختبارات الرئيسية لمياه الشرب 125

الباب الحادى عشر
أسس التحكم فى المعالجات الكيميائية لمياه الشرب باستخدام نتائج التحاليل الكيميائية 145

الباب الأول

نوعية ومواصفات مياه الشرب والتشريعات المصرية

الباب الأول

نوعية ومواصفات مياه الشرب والتشريعات المصرية

الخصائص العامة لمياه الشرب

يتطلب السماح باستخدام المياه في الشرب التأكد من تمام صلاحيتها من حيث اللون والطعم والرائحة وخلوها من كافة المكونات الضارة أو السامة وضرورة فحصها بكتيريولوجياً وميكروسكوبياً .

نظراً لأن مصدر مياه الشرب الرئيسي فى مصر هو نهر النيل (بالإضافة إلى الآبار فى بعض المناطق) ، كما أن النيل يستقبل كل يوم الكثير من المخلفات الآدمية والصناعية والزراعية لذلك وجب التأكد من خلو المياه من كل من :

(1) الكائنات الدقيقة كالبكتريا – الفيروسات – الطفيليات الأولية .

(2) العكارة التى يؤدي وجودها إلى تداخلها مع المطهرات المستخدمة .

(3) العناصر والمواد غير العضوية السامة .

(4) المركبات العضوية التخليقية مثل المبيدات والمركبات المتطايرة .

(5) النواتج الثانوية الناتجة من المعالجة بالكلور لتفاعله مع المركبات العضوية .

(6) المواد المشعة .

التشريعات المصرية الخاصة بتحديد مواصفات المياه :

1 – المياه التى تصرف على نهر النيل وفروعه وعلى الخزان الجوفي :

صدر فى مصر القانون رقم 48 فى سنه 1982 بشأن حماية نهر النيل والمجاري المائية من التلوث وعدم الترخيص بصرف أية مخلفات سائلة إلى نهر النيل أو فروعه أو الترع والمصارف والجرابيات وخزانات المياه الجوفية ، قبل مطابقتها للمعايير الواردة باللائحة التنفيذية للقانون والصادرة بقرار وزير الرى رقم 58 لسنه 1983 . وقد نصت المادة 60 من القانون 48 لسنه 1982 على أنه : " يجب أن تبقى مجاري المياه العذبة التى يرخص بصرف المخلفات الصناعية السائلة المعالجة إليها فى حدود المعايير والمواصفات المبينة فى الجدول رقم (1)

جدول رقم (1)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات الصناعية السائلة المعالجة للصرف على النيل وفروعه والخزان الجوفي

الاختبار	المواصفات ملليجرام/لتر (ما لم يذكر غير ذلك)
اللون	لا يزيد على 100 درجة
مجموعة المواد الصلبة	500
درجة الحرارة	5 درجات مئوية فوق المعتاد
الأكسجين الذائب	لا يقل عن 5
الأس الإيدروجيني	8.5–7
الأكسجين الحيوي الممتص	لا يزيد عن 6
الأكسجين الكيماوي المستهلك	لا يزيد عن 10
نيتروجين عضوي	لا يزيد عن 1
نشادر	لا يزيد عن 0.5
شحوم وزيوت	لا تزيد عن 0.1
القلوية الكلية	لا تزيد على 150 ولا تقل عن 20
كبريتات	لا تزيد عن 200
مركبات الزئبق	لا تزيد عن 0.001
حديد	لا يزيد عن 1
منجنيز	لا يزيد عن 0.5
نحاس	لا يزيد عن 1
زنك (خارصين)	لا يزيد عن 1
منظفات صناعية	لا تزيد عن 0.5
نترات	لا تزيد عن 45
فلوريدات	لا تزيد عن 0.5
فينول	لا يزيد عن 0.02

تابع جدول رقم (1)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات الصناعية السائلة المعالجة للصرف على النيل وفروعه والخزان الجوفي

الاختبار	المواصفات ملليجرام/لتر (ما لم يذكر غير ذلك)
زرنيخ	لا يزيد عن 0.05
كادميوم	لا يزيد عن 0.01
كروم	لا يزيد عن 0.05
سيانيد	لا يزيد عن 0.01
رصاص	لا يزيد عن 0.05
سلينيوم	لا يزيد عن 0.01

وحددت المادة 61 من نفس القانون :

" معايير الترخيص بصرف المخلفات الصناعية السائلة المعالجة إلى مسطحات المياه العذبة وخزانات المياه الجوفية التى وضعتها وزارة الصحة طبقاً لما هو مبين فى الجدول رقم (2)" .

ونصت المادة 62 من نفس القانون على أنه :

" لوزارة الري ، ودون إخلال بأحكام المادة 60 من هذه اللائحة ، أن تتجاوز عن بعض المعايير المشار إليها بالمادة 61 وذلك فى الحالات التى تقل فيها كمية المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها إلى مسطحات المياه العذبة عن مائة متر مكعب فى اليوم ويشترط إلا تزيد عن الحدود الموضحة فى الجدول رقم (3) " .

ونصت المادة 63 من نفس القانون على أنه :

" يجب ألا تكون المخلفات الصناعية السائلة المعالجة والتى يرخص بصرفها إلى مسطحات المياه العذبة مختلطة بمخلفات آدمية أو حيوانية " .

جدول رقم (2)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات الصناعية السائلة المعالجة للصرف على مسطحات المياه العذبة وخزانات المياه الجوفيه

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجابيات وخزانات المياه الجوفية
درجة الحرارة	35°م	35°م
الأس الايدروجيني	6–9	6–9
اللون	خالية من المواد الملونة	خالية من المواد الملونة
الأكسجين الحيوي الممتص	30	20
الأكسجين المستهلك كيميائياً (دايكرومات)	40	30
الأكسجين المستهلك كيميائياً (برمنجانات)	15	10
مجموع المواد الصلبة الذائبة	1200	800
رماد المواد الصلبة الذائبة	1100	700
المواد العالقة	30	30
رماد المواد العالقة	20	20
الكبريتيدات	1	1
الزيوت والشحوم والراتنجات	5	5
الفوسفات غير العضوي	1	1
النترات	30	30
الفينول	0.002	0.001
الفلوريدات	0.5	0.5
الكلور المتبقى	1	1

" تابع " جدول رقم (2)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات الصناعية السائلة المعالجة للصرف على مسطحات المياه العذبة وخزانات المياه الجوفية

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجرابيات وخزانات المياه الجوفية
مجموع المعادن الثقيلة :	لا يزيد عن 1	لا يزيد عن 1
* الزئبق	0.001	0.001
* الرصاص	0.05	0.05
* الكادميوم	0.01	0.01
* الزرنيخ	0.05	0.05
* الكروم سداسي التكافؤ	0.05	0.05
* النحاس	1	1
* النيكل	0.1	0.1
* الحديد	1	1
المنجنيز	0.5	0.5
الزنك	1	1
الفضة	0.05	0.05
المنظفات الصناعية	0.05	0.05
العد الإحتمالي للمجموعة القولونية فى 100 سم^3	2500	2500

جدول رقم (3)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات السائلة المعالجة التى تقل عن 100 م^3 يومياً للصرف على مسطحات المياه العذبة

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجرابيات وخزانات المياه الجوفية
الأكسجين الحيوي الممتص	40	30
الأكسجين المستهلك كيميائياً (الدايكرومات)	60	40
الأكسجين المستهلك كيميائياً (البرمنجانات)	20	15
مجموع المواد الصلبة	1500	1000
رماد المواد الصلبة	1000	900
المواد العالقة	40	30
الزيوت والشحوم والراتنجات	10	10
النترات	40	30
الفينول	0.005	0.002

ونصت المادة 64 على أنه :

" فى تطبيق أحكام القانون رقم 48 لسنه 1982 المشار إليه تسرى أحكام التشريعات المنظمة للمعايير الخاصة بالإشعاعات والمواد المشعة للتأكد من مطابقة المخلفات الصناعية السائلة لها قبل الترخيص بصرفها على مسطحات المياه العذبة "

ونصت المادة 65 على أنه :

" يجب أن تتوافر فى مياه المصارف قبل رفعها إلى مسطحات المياه العذبة المعايير المبينة فى الجدول رقم (4) " .

جدول رقم (4)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى مياه المصارف قبل صرفها إلى مسطحات المياه العذبة

الاختبار	المعايير (ملليجرام/لتر ما لم يذكر غير ذلك)
اللون	لا يزيد عن 100 وحدة
مجموع المواد الصلبة	500
درجة الحرارة	5°م فوق المعتاد
الرائحة	2 درجة على البارد
الأكسجين الذائب	لا يقل عن 5
الأس الايدروجيني	لا يقل عن 7 ولا يزيد عن 8.5
الأكسجين الحيوي الممتص	لا يزيد عن 10
الأكسجين الكيميائي المستهلك (دايكوومات)	لا يزيد عن 15
الأكسجين الكيميائي المستهلك (برمنجانات)	لا يزيد عن 6
النشادر	لا يزيد عن 0.5
زيوت وشحوم	لا يزيد عن 1
القلوية الكلية	لا تزيد عن 200 ولا يقل عن 50
مركبات الزئبق	لا يزيد عن 0.001
حديد	لا يزيد عن 1
منجنيز	لا يزيد عن 1.5
نحاس	لا يزيد عن 1
زنك	لا يزيد عن 1
منظفات صناعية	لا يزيد عن 0.5
نترات	لا يزيد عن 45
فلوريدات	لا يزيد عن 0.5
فينول	لا يزيد عن 0.02
زرنيخ	لا يزيد عن 0.05

تابع جدول رقم (4)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى مياه المصارف قبل صرفها إلى مسطحات المياه العذبة

الاختبار	المعايير (ملليجرام/لتر ما لم يذكر غير ذلك)
كادميوم	لا يزيد عن 0.01
كروم سداسي التكافؤ	لا يزيد عن 0.01
سيانيد	لا يزيد عن 0.01
التانين واللجنين	0.5
فوسفات	1
مستخلص كربون – كلوروفورم	1.5 جم/لتر
العد الإحتمالي للمجموعة القولونية / 100سم^3	5000

المياه المستخدمة في الشرب :

أصدرت اللجنة العليا للمياه بجلسة 1975/1/7 المواصفات والمعايير الواجب توافرها في مياه الشرب ، ثم صدر قرار وزير الصحة رقم 108 لسنة 1995 ثم صدر مؤخرا قرار وزير الصحة رقم 458 لسنة 2007 والذي تضمن المواصفات والمعايير الواجب توافرها في مياه الشرب (كما هو مبين بالجدول رقم 5) .

جدول رقم (5)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها في المياه الصالحة للشرب
طبقا للقرار 458 لسنة 2007

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
اللون	معدوم
الطعم	مقبول
الرائحة	معدومة
العكارة	1 وحدة (NTU)
الأس الأيدروجيني	8.5–6.5
الأملاح الذائبة عند 120 5 م	1000 ملجرام/لتر
الحديد	0.3 ملجم/لتر
المنجنيز	0.4 ملجم/لتر
النحاس	2.0 ملجم/لتر
الزنك	3.0 ملجم/لتر
العسر الكلي (كربونات كالسيوم)	500 ملجم/لتر
الكالسيوم	350 ملجم/لتر
الماغنسيوم	150 ملجم/لتر
الكبريتات	250 ملجم/لتر
الكلوريدات	250 ملجم/لتر
الصوديوم	200 ملجم/لتر
الألومنيوم	0.2 ملجم/لتر
مواد غير عضوية ذات تأثير على الصحة العامة :	
الباريوم	0.7 ملجم/لتر
الرصاص	0.01 ملجم/لتر
الزرنيخ	0.01 ملجم/لتر
السيانيد	0.05 ملجم/لتر
الكادميوم	0.003 ملجم/لتر
السيلينيوم	0.01 ملجم/لتر

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
الزئبق	0.001 ملجم/لتر
الكروم	0.05 ملجم/لتر
النترات	45 ملجم/لتر
النتريت	0.2 ملجم/لتر
الأمونيوم	0.5 ملجم/لتر
الفلوريدات	0.8 ملجم/لتر
المواد العضوية :	ملجرام/لتر
الالكلور Alachlor	0.02
الديكارب Aldicarb	0.01
ألدرين ، داى إلدرين Aldrin and dieldrin	0.00003
أترازين Atrazine	0.002
بنتازون Bentazone	0.03
كاربوفيوران Carbofuran	0.007
كلوردان Chlordane	0.0002
كلوروتوليورون chlorotoluorn	0.03
د.د.ت D.D.T	0.00
2،1-داى برومو 3-كلورو بروبان 1,2-Dibromo 3-chloropropane (DBCP)	0.001
4،2 د 2,4-Dichlorophenoxyacetic acid (2,4 D)	0.03
2،1-داى كلورو بروبان 1,2-Dichloropropane (1,2-DCP)	0.02
3،1-داى كلورو بروبين 1,2-Dichloropropene (1,2-DCP)	0.02
هكسا كلورو بنزين Hexachlorobenzene	0.001
أيزو بروتورون Isoproturon	0.009
لندان Lindane	0.002
ميثيل كلورو فينوكسى اسيتيك اسيد Methylchlorophenoxyacetic acid (MCPA)	0.002
ميثوكسى كلور Methoxychlor	0.02
ميتولا كلورMetoachlor	0.01

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
مولينات Molinate	0.006
بنديميثالين Pendimethalin	0.02
بنتاكلورو فينول Pentachlorophenol	0.009
بيرمثرين Permethrin	0.02
بروبانيل Propanil	0.02
بيريبروكسيفين Pyriproxyfen	0.3
سيمازين Simazine	0.002
تراى فلورالين Trifluralin	0.02
4،2 د.ب DB-2,4	0.09
4،2 داى كلورو بروب Dichloroprop-2,4	0.01
فينو بروب Fenoprop	0.009
ميكوبروب Mecoprop	0.01
5،4،2-ت 2,4,5-T	0.009
مونو كلور أمين Monochloramine	3
كلور chlorine	5
برومات Bromate	0.01
كلوريت Chlorite	0.7
6،4،2-تراى كلورو فينول 2,4,6-Trichlorophenol	0.2
تراى هالو ميثان Trihalomethanes	0.1

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
داى كلورو اسيتات Dichloroacetate	0.05
تراى كلورو اسيتات Trichloroacetate	0.1
تراى كلورو أسيتالدهيد Trichloroacetaldehyde	0.01
داى كلورو استيونيتريل Dichloroacetonitrile	0.02
داى برومو اسيتونيتريل Dibromoacetonitrile	0.07
تراى كلورو اسيتونيتريل Trichloroacetonitrile	0.001
كربون تترا كلوريد Carbon tetrachloride	0.004
داى كلورو ميثان Dichloromethane	0.02
1،2-داى كلورو إيثان 1,2-Dichloroethane	0.03
1،1،1-تراى كلورو ايثان 1,1,1-Trichloroethane	0.07
كلوريد الفينيل Vinyl chloride	0.0003
1،1-داى كلورو إيثين 1,1-Dichloroethene	0.03
1،2-داى كلورو إيثين 1,2-Dichloroethene	0.05
تترا كلورو إيثين Tetrachloroethene	0.04
تولوين Toluene	0.7
بنزين Benzene	0.01
بنزو (أ) بيرين Benzo[a]pyrene	0.0007
مونو كلورو بنزين Monochlorobenzene	0.3
1،2-داى كلورو بنزين 1,2-Dichlorobenzene	1
1،4-داى كلورو بنزين	0.3

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
1,4-Dichlorobenzene تراى كلورو البنزين الكلى Trichlorobenzenes (Total)	0.02
داى (2-ايثيل هكسيل) أديبات Di (2-ethylhexyle)adipate	0.08
داى (2-ايثيل هكسيل) فثالات Di (2-ethylhexyl)phthalate	0.008
أكريلاميد Acrylamide	0.0005
إيبى كلورو هيدرين Epichlorohydrin	0.0004
هكسا كلورو بيوتادايين Hexachlorobutadiene	0.0006
اديتيك اسيد Edetic acid (EDTA)	0.6
تراى اسيتك نيتريل Triacetic Nitril	0.2
إندرين Endrin	0.0006
كلورات Chlorate	0.7
بروموفورم Bromoform	0.1
كلوروفورم Chloroform	0.3
كلورال هيدرات Chloralhydrate	0.0
داى ميثوات Dimethoate	0.006
فورمالدهايد Formaldehyde	0.9
سيانوجين كلوريد Cyanogens Chloride	0.007
ترى بيوتيل اكسيد القصدير Tributyltin oxide	0.002
فينول Phenol	0.002
داى وتراى كلور أمين Di- and Trichloramine	0.005

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
زايلين Xylenes	0.5
ايثيل بنزين Ethylbenzene	0.3
ستيرين Styrene	0.02
برومو داى كلورو ميثان Bromodichloromethane	0.06
تراى كلورو إيثين Trichloroethene	0.02

رابعا: المعايير الميكروبيولوجية:

م	نوع الفحص	طريقة القياس المتبعة	الحد الأقصى المسموح به
أ	العد الكلى للبكتريا	صب الأطباق poured plate method	- لا يزيد عن 50 خلية/سم3 عند درجة حرارة 37 درجة مئوية لمدة 24 ساعة - لا يزيد عن 50 خلية /1سم3 عند درجة حرارة 22 درجة مئوية لمدة 48 ساعة.
ب	**أدلة التلوث** بكتيريا القولون الكلية Total Coliform	"MPN"أو"MF"	- يجب أن تكون 95% من العينات التى يتم فحصها خلال العام خالية تماما من بكتيريا القولون حتى 100 سم^3 من العينة. - كما يجب ألا تحتوى أى عينة من العينات على أكثر من 2 خلية/100 سم^3 على الا يتكرر ذلك فى عينتان متتاليتان من نفس المصدر.
	بكتريا القولون البرازية "باسيل القولون النموذجى"		- يجب أن تكون العينات خالية من باسيل القولون النموذجى.
ج	**الفحص البيولوجى** عند فحص عينات المياه للطحالب		- يجب الا يزيد نسبة الميكروسستين عن ميكروجرام/لتر ويتم اجراء هذا التحليل فى حالة ظهور نمو مفاجئ للطحالب الخضراء المزرقة Blue Green Alage أو وجود أعداد عالية منها.
	عند فحص عينات المياه ميكروسكوبيا		- يجب أن تكون خالية تماما من البروتوزوا الحية وجميع أطوار الديدان المسببة للامراض.

خامسا: المواد المشعة :

م	نوع الفحص	الحد الأقصى المسموح به
أ	مشتقات من فصيلة ألفا (α)	0.1 بيكرل / لتر
ب	مشتقات من فصيلة بيتا (β)	1- بيكرل /لتر

الفصل الثانى

طرق سحب وتجميع عينات المياه وحفظها

الباب الثانى

طرق سحب وتجميع عينات المياه وحفظها

العينات الممثلة واختيار موقع أخذ العينات

إن أخذ عينة من مجري مائي أو خزان تختلط فيه المياه خلطا جيدا يعتبر أمرا يسيرا ، ولكن كثيرا من المصادر لا تكون مياهها متجانسة أو جيدة الخلط ، وبذلك فإن الحصول علي عينة مماثلة متجانسة يعتمد علي طريقة أخذ العينة . ويعتبر أخذ عينة مجمعة من نقاط مختلفة من نفس المصدر أفضل من أخذ عينة من نقطة واحدة ، وكلما تعددت النقاط كلما كانت العينة أكثر تمثيلا ، ويعتمد الحجم الذي يجب تجميعه علي عدد وأنواع الاختبارات المطلوب إجرائها.

يجب اختيار موقع يمثل تماما الوضع والظروف الحقيقية ويسمي (النقطة الممثلة) ، ويعتمد اختيار هذا الموقع علي عدة أمور :

1 -تجانس العينة حيث تؤخذ من المواقع التي تختلط فيها المياه ، ثم تمزج بطريقة متجانسة.

2 -اختيار مواقع مناسبة من حيث إمكانية قياس سرعة تدفق المياه وسهولة الوصول إليها.

خطة مراقبة وتأكيد الجودة في جمع العينات

بالإضافة للنتائج المعملية ، هناك سلسلة من الإجراءات تؤكد درجة الثقة في النتائج الكلية . والخطة المذكورة في هذا الجزء تتضمن سلسلة من الخطوات والأساليب التي يمكن تلخيصها فيما يلي :

1 - معايير عامة لضمان الجودة .

2 - منع تلوث العينات .

3 - إجراءات حقلية لضبط الجودة .

4 - تجهيز العبوات (الأوعية) .

أ- معايير عامة لضمان الجودة

1 - كل الأجهزة والأدوات يجب حفظها نظيفة ، وفي حالة جيدة .

2 - وجود سجل بقطع الغيار ، والإصلاحات التي تمت علي كل جهاز .

3 - الحفاظ علي نوعية البيئة دون تلوثها في أماكن العمل .

4 - إتباع طرق قياسية موثوق في مصداقيتها ونتائجها .

ب- منع تلوث العينات

نظرا لأن النتائج التي يحصل عليها تعتمد أساسا علي العينات التي تصل إلي المعمل فإن هناك إجراءات يجب إتباعها ، والتقيد بها حتى يمكن التأكد من أن العينا ت المرسلة للتحليل ممثلة تماما للواقع ولم تتعرض لأي تلوث أثناء أخذها أو لأي تحلل نتيجة لتخزينها . ونظرا لأن مصادر التلوث متعددة فنذكر فيما يلي بعض الاحتياطات الواجب إتباعها .

1 - القياسات الحقلية مثل قياس الأس الايدروجيني ، ودرجة الحرارة ، وتركيز الكبريتيد يجب إجراؤها علي جزء منفصل من العينة ، يتم التخلص منه بعد إجراء القياس مباشرة.

2 - العبوات المستخدمة لتجميع العينات يجب أن تكون جديدة لم تستخدم من قبل ، وتكون قد أجريت عليها عملية التنظيف اللازمة مثل الغسيل بالحمض – التنظيف بالمذيبات – التنظيف بالبخار حسب نوع التحليل المطلوب إجراءه .

3 - استخدام نوعيات مناسبة من العبوات (بلاستيك – زجاج) تتناسب مع كل تحليل .

4 - عدم استخدام أي عبوات معملية سبق استخدامها مع محاليل مركزة ، في جمع العينات المراد تحليلها .

5 - اختبار كل المواد الحافظة والزجاجات للتأكد من صلاحيتها قبل نقلها إلي مكان نقل العينات .

6 - يجب أن تكون كل المواد الحافظة المستخدمة علي درجة عالية من النقاوة .

7 - للتقليل من فرص الخطأ الناشئ من إضافة مادة حافظة بطريق الخطأ يجب حفظ المواد الحافظة التي تستخدم في حالة أو حالات معا مع العبوات المخصصة للتحليل المخصص له هذه المواد .

8 - أغطية العبوات المستخدمة لتجميع العينات المطلوب تحليل مواد عضوية بها تغلف برقائق ألومنيوم أو شرائط تيفلون .

9 - عدم لمس السطوح الداخلية للعبوات وأغطيتها باليد بعد الغسيل .

10 - حفظ العبوات في مكان نظيف خال من الأتربة ، والأبخرة والميكروبات والتأكد من النظافة التامة للسيارة المستخدمة في نقل العينات .

11 - تجنب أبخرة الجازولين ونواتج احتراقه ، وأدخنة السجائر عند تجميع ونقل العينات للتحليل .

12 - حفظ كل الأجهزة ، والمعدات المستخدمة في تجميع العينات نظيفة مغلقة برقائق ألومنيوم سبق غسلها .

13 - العبوات المعقمة لجمع العينات للتحليل البيولوجي يجب أن تحفظ طول الوقت معقمة وحتى الاستخدام .

14 - تجنب تعرض الأدوات والمعدات المعدنية للأحماض وأبخرتها .

15 - عدم تعريض عبوات العينات المجمعة لأشعة الشمس ، وحفظها في درجة حرارة منخفضة .

16 - سرعة إرسال العينات إلي المعمل خلال فترة زمنية لا تتجاوز ثلاث ساعات .

جـ – إجراءات حقلية لضبط الجودة

1 -قبل إجراء عملية جمع العينات تختار عبوة من بين كل 10 عبوات وتملأ بالماء المقطر ، وتضاف إليها المادة الحافظة بنفس الطريقة التي بها العينات ، وترسل للتحليل علي إنها عينة غفل (blank) لمراقبة مصدرأي تلوث أو تغير خارجي .

2 -تغسل الأدوات المستخدمة في تجميع العينات بطريقة دورية ، ويحلل الغسيل للتأكد من عدم مساهمة أدوات التجميع في إدخال عناصر غريبة أو تلوث .

3 -عند استخدام أوراق أو أقماع ترشيح في الحقل يجب غسلها جيدا في المعمل وحفظها في أكياس بلاستيك مغلفة استعدادا لنقلها .

4 -تقسم إحدى العينات (واحد من كل 10) إلي جزئين (duplicate) وترسل للمعمل ، وذلك لتحديد مستوي أي خطأ أو تفاوت ينشأ منذ وقت أخذ العينة إلي وصولها إلي المعمل .

5 -تؤخذ أكثر من عينة من نفس الموقع (replicate) بصورة دورية (مرة كل 20 تحليل) لتحديد مستوي التفاوت من نفس المصدر .

6 -تتبع طريقة الإضافة القياسية (spiked, standard addition) وذلك بأخذ إحدى العينات ، وإضافة كمية معلومة من العنصر المراد تقديره للتأكد من أن النتائج تعطي تركيزا يعادل ما هو موجود في العينة وحدها مضافا إليه ما أضيف من الكمية القياسية .

د – تجهيز العبوات :

تكون العبوات (الأوعية) التي توضع فيها العينات مصنوعة إما من الزجاج المتعادل المقاوم للكيماويات ولها فوهة مصنفرة ، وغطاء مصنفر محكم الغلق ؛ أو من البولي إيثيلين ، ويكون محكم الغلق أيضا ، وذلك حسب نوع التحليل المطلوب . ويجب أن يكون الوعاء سهل التنظيف ، وذا فوهة واسعة ، وأن يسع الحجم المطلوب من العينة.

وتتبع الخطوات التالية في غسل العبوات ، وأغطيتها ، المستخدمة في تجميع العينات لإجراء تحاليل المواد غير العضوية والعوامل الأخرى .

1 – غسل العبوات ، وأغطيتها بمنظف صناعي لا يحتوى على فوسفات وباستخدام فرشاة نظيفة .
2 – غسل العبوات الزجاجية بحمض الكروميك .
3 – غسل العبوات بالماء العادي ، ثم المقطر ، ثم إمرار البخار بها .
4 – قلب العبوات لتصفية الماء وتجفيفها .
5 – تعقيم العبوات المستخدمة فى تجميع عينات للفحص الميكروبيولوجي ، وذلك بحفظها فى أوتوكلاف لمدة 24 ساعة .

وفى بعض الأحوال تعالج العبوات معالجة خاصة مثل :

1 – العبوات المستخدمة فى تجميع عينات لتحليل محتواها من العناصر المعدنية ، يجب غلسها بحمض النيتريك (جزء حمض + 4 أجزاء ماء) ثم غسلها بالماء المقطر .

2 – العبوات المستخدمة لتجميع عينات لتحليل محتواها من المركبات العضوية ، يجب غسلها بالأسيتون ثم إمرار البخار بها ثم تجفيفها .

طريقة سحب العينات :

تسحب العينة من موقع مناسب بحيث تكون ممثلة لطبيعة المياه على قدر المستطاع ، ومن مكان مناسب (مثلاً فى نهاية عملية المعالجة أو عملية التنقية) .

ويجب ألا يسمح ببقاء أى فقاعة غازية أو أى جزء غير مملوء ما بين سطح الماء داخل الوعاء وبين السدادة عند ملء الوعاء . ويراعيى عند سحب العينة وضع فوهة الوعاء بعكس إتجاه تيار الماء . ولا تسحب العينة من السطح ولا من القاع . وبعد الإنتهاء من ملء الوعاء ، يجب إحكام غلقه بالسدادة ، ثم تغليف الفوهة بالشاش .

حفظ العينات :

يتم تحليل العينة عقب سحبها مباشرة حيث لا توجد طريقة قياسية واحدة للحفظ ، وإذا تعذر إجراء الاختبارات اللازمة بعد أخذها مباشرة فيجب حفظها عند درجة حرارة 4°م ، وذلك بوضعها فى صندوق ثلاجة عند نفس الدرجة لمدة لا تزيد عن 24 ساعة ، أو بوضعها فى صندوق مكسو من الداخل بألواح الزنك أو أى معدن آخر يحل محله مع إحاطة الوعاء بطبقة من نشارة الخشب أو أى مادة أخرى تقوم مقامها ، ومن الثلج المجروش بحيث تبقى درجة الحرارة أقل من 4°م إلى نهاية مدة التجميع ، ووصولها إلى المعمل للتحليل . ولا تستخدم نفس العينة للتحليل الكيميائي ، والتحليل البكتريولوجي لأن طرق الحفظ تختلف .

حجم العينات :

لا يقل العينة المأخوذة للتحليل عن 2 لتر ، ولبعض الاختبارات تسحب عينات أكبر حجماً ، كما سيرد فيما بعد عند تناول اشتراطات عينات التحليل الكيميائي .

أنواع العينات :

1- العينة المفردة :

تسحب العينة المفردة مرة واحدة فى وقت معين إذا كانت مياه المصدر ذات طبيعة ثابتة مثل المسطحات المائية . أما إذا كانت مياه المصدر ذات طبيعة متغيرة فتسحب أكثر من عينة مفردة على فترات مناسبة طبقاً لظروف تغير المصدر.

ويفضل أخذ هذه العينات عندما يكون المصدر المائي غير منتظم التدفق ومحتواها لا يتغير كثيراً مع الوقت ، وكذلك عندما يتطلب الأمر إجراء بعض الاختبارات مثل الأكسجين مثل الأكسجين المذاب – القولونيات – الكلور المتبقى – درجة الحرارة – الأس الايدروجيني ، وكلها تتغير تغيراً كبيراً إذا تركت العينة قبل إجراء تحليلها وقتاً طويلاً .

2- العينة المركبة :

تسحب العينة المركبة لدراسة ظروف العينة فى فترة تشغيل كاملة ، وهى عبارة عن تجميع لعينات سحبت على فترات مناسبة (كل نصف ساعة أو ساعة) من المكان المحدد عند النقطة التى يكون معدل التدفق ممثلاً تماماً لها ، ثم تخلط فى نهاية المدة المحددة لتجميع العينة . ويمكن استخدام جهاز لتجميع العينة إذا تيسر وجوده . ويستخدم لسحب هذه العينات وعاء ذو فوهة واسعة لا يقل قطرها عن 35 مم ولا يقل حجم الوعاء عن

120 ملليلتر ومنه إلى وعاء تجميع العينة . ويجب مراعاة حفظ العينات الجزئية المجمعة ، وعند تمام تجميع العينات تخلط وتمزج جيداً .

الاشتراطات الواجب توافرها عند سحب العينة وحفظها :

1 -اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي .

2 -اشتراطات عينات التحليل الكيميائي .

1- اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي

يستعمل وعاء من الزجاج المتعادل لا يقل حجمه عن 250 مليلتر له غطاء زجاجي مصنفر مع حماية هذا الغطاء بتغطيته بورق سلوفان أو رقائق ألومنيوم ، وتوضع كمية من ثيوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3.5H_2O$ فى الوعاء قبل تعقيمه ، وذلك لمعادلة ما قد يحتمل وجوده من الكلور الحر أو الكلور أمين المتخلف بالمياه ، والذي قد يؤثر على عدد البكتريا الموجودة أثناء نقل أو حفظ العينة ، وقد وجد أن 0.1 ملليلتر من محلول 3% من ثيوكبريتات الصوديوم المتبلور (أى ما يعادل 3 ملليجرام) فى زجاجة سعة 170 ملليلتر كافية لمعادلة 5 ملليجرام فى اللتر من الكلور المتخلف ، كما أنه ليس لها أى أثر يذكر على أحياء المجموعة القولونية . ويجب كذلك فى حالة سحب عينات سبق معالجتها بالكلور تقدير كمية الكلور المتخلف فى مكان سحب العينة . ويجب مراعاة أن تملأ الزجاجة إلى ثلاثة أرباع سعتها ، وتوضع فى صندوق ثلاجة عقب سحبها مباشرة وألا يزيد الوقت بين سحب العينة وتحليلها عن 6 ساعات.

2- اشتراطات عينات التحليل الكيميائي :

يبين الجدول رقم (6) الحجم المطلوب تجميعه ، ونوع الوعاء وطريقة الحفظ والزمن الأقصى لحفظ العينة قبل إجراء التحليل .

بيانات العينة :

يجب تعريف كل عينة وذلك باستخدام لاصق مقاوم للرطوبة ولا يسهل إزالته تكتب عليه البيانات اللازمة الضروريةِ أثناء أخذ العينة كما يلازم ذلك ملء نموذج يحتوى على المعلومات التالية والاحتفاظ به فى ملفات خاصة لسهولة تتبع العينات :

1 – أسم وعنوان مصدر العينة .

2 – مكان سحب العينة .

3 – رقم العينة .

4 – سبب الفحص (جديد – دوري – تفتيش) .

5 – تاريخ سحب العينة .

6 – وقت سحب العينة .

7 – طبيعة العينة (مياه شرب معالجة – مياه خام) .

8 – درجة حرارة العينة وقت سحبها .

9 – درجة حرارة الجو وقت سحب العينة .

10 –نوع العينة (مفردة – مركبة) .

11 –الفترة بين العينات الجزئية فى حالة العينة المركبة .

12 –المواد الحافظة التى أضيفت .

13 –طرق المعالجة أو التعقيم إذا كانت مستعملة ونسبة المواد المستخدمة فى المعالجة أو التعقيم .

14 -الفحص الظاهري للعينة (لون – رائحة – عكارة – رواسب) .

15 -الاختبارات المطلوب إجراؤها .

16 -الأس الايدروجيني .

17 -اسم ساحب العينة وتوقيعه .

احتياطات السلامة الصحية عند جمع العينات :

1 -تجنب ملامسة العينة للجلد أو وصول أبخرة منها إلى الرئة .

2 -تجنب تلوث الأطعمة وحظر تواجدها بالقرب من العينات .

3 -وجوب ارتداء قفازات مطاطية ونظارة وبالطو أثناء أخذ العينات .

4 -منع التدخين أثناء أخذ العينات .

5 -منع أى مصدر إشعال بالقرب من أماكن أخذ عينات تحتوى على مركبات عضوية متطايرة قابلة للاشتعال .

جدول رقم (6)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليلتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمن حفظ العينة
الخواص الطبيعية :				
اللون	50	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	24 س
درجة التوصيل الكهربائي	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	48 س
العسر	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض نيتريك ليصل الرقم الهيدروجيني < 2	6 أشهر
الرائحة	200	(ب)	عند درجة حرارة 4°م	24 س
درجة الملوحة	240	(ز) مختومة بالشمع	تحلل فوراً أو تترك مختومة بالشمع لحين تحليلها	6 أشهر
الرقم الايدروجيني	50	(ب) أو (ز)	تقدر فى الموقع	2 س
المواد الصلبة :				
القابلة للترشيح	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	7 أيام
غير القابلة للترشيح	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	7 أيام
مجموع المواد الصلبة	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	7 أيام
المتطايرة	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	7 أيام
المواد المترسبة	1000	(ب) أو (ز)	لا تحتاج	24 س
درجة الحرارة	100	(ب) أو (ز)	تقدر فى الموقع	---
العكارة	100	(ب) أو (ز)	تحفظ فى مكان مظلم	48 س
المعادن :				
الذائبة	200	(ب) أو (ز)	ترشح فى الحال ويضاف حمض النيتريك ليصل الرقم الأيدروجيني إلى 2>	6 أشهر

تابع جدول رقم (6)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليلتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمن حفظ العينة
العالقة	200	(ب) أو (ز)	ترشح فى الموقع	6 أشهر
الكروم	300	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	48 س
النحاس	300	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	48 س
الزئبق	500	(ب) أو (ز)	يضاف حمض نيتريك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	48 س
الحمضية	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	24 س
القلوية	200	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	24 س
البورن	100	(ب) أو (ز)	لا تحتاج	28 س
البروميدات	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	24 س
الكلوريدات	100	(ب) أو (ز)	لا تحتاج	7 أيام
الكلور	500	(ب) أو (ز)	تقدر فى الموقع	--
ثاني أكسيد الكلور	500	(ب) أو (ز)	تقدر فى الموقع	2 س
سيانيدات	500	(ب) أو (ز)	تحفظ فى الظلام عند درجة حرارة 4°م بعد إضافة هيدروكسيد الصوديوم ليصل الرقم الهيدروجيني إلى > 12	24 س
الفلوريدات	300	(ب) أو (ز)	لا تحتاج	7 أيام
اليوديدات	100	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	24 س
اليود	500	(ب) أو (ز)	تقدر فى الموقع	--

تابع جدول رقم (6)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة وحفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليلتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمن حفظ العينة
النيتروجين :				
الأمونيا	500	(ب) أو (ز)	تحلل فى الحال أو يضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2 وتحفظ عند درجة حرارة 4°م	24 س
النترات	100	(ب) أو (ز)	تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف لها حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	24 س
النيتريت	100	(ب) أو (ز)	تحلل فوراً أو تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف لها حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 12 أو تجمد إلى –20°م	24 س/28 يوم
النترات + النيترتيت	200	(ب) أو (ز)	تحلل فوراً أو تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف لها حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2 أو تجمد إلى –20°م	24 س/28 يوم
النيتروجين العضوي (كلداهل)	500	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	24 س/28 يوم
ثاني أكسيد الكربون	100	(ب) أو (ز)	تحلل فوراً	---
الأكسجين الذائب باستخدام الكترود	300	(ز)	تقدر فى الموقع	--
بطريقة ونكلر	300	(ز)	تثبت العينة فى الموقع	4 س / 8 س
الأوزون	1000	(ز)	تقدر فى الحال	نصف ساعة

تابع جدول رقم (6)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالملليلتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمن حفظ العينة
الغازات الناتجة عن هضم الحمأة	---	زجاجة تقدير الغازات	---	---
الفوسفور :				
الأرثوفوسفات الذائبة	100	(ز1)	ترشح فى الحال وتحفظ عند درجة حرارة 4°م أو تجمد عند – 10°م	24س/48س
الفوسفات المتحللة مائياً	50	(ز2)	تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	24 س
الفوسفات الكلي	100	(ز1)	تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	24 س
السليكا	50	(ب)	عند درجة حرارة 4°م	7 أيام
الكبريتات	50	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	7 أيام
الكبريتيدات	500	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م ويضاف 4 نقط من خلات الزنك (2ع)/100 مليلتر	28 يوم
الكبريتيت	50	(ب) أو (ز)	تقدر فى الموقع	--
المواد العضوية :				
الأكسجين الحيوي الممتص	1000	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	6 س
الأكسجين الكيميائي المستهلك بطريقة ثاني كرومات البوتاسيوم	100	(ب) أو (ز)	تحلل فوراً أو يضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	7 أيام

تابع جدول رقم (6)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليلتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمن حفظ العينة
الزيوت والشحوم	1000	(ز)	عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك أو حمض هيدروكلوريك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	24 س
الكلورفيل	500	(ب) أو (ز)	تحفظ مجمدة فى الظلام	30 يوم
الكربون العضوي	100	(ز)	تقدر فوراً أو تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك أو حمض هيدروكلوريك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	28 يوم
المبيدات الحشرية	1000	($ز_2$) بغطاء تيفلون	عند درجة حرارة 4°م ويضاف 100 ملليجرام من ثيوكبريتات الصوديوم/لتر فى حالة وجود الكلور	7 أيام
الفينول	500	(ب) أو (ز)	تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 2	24 س
طريقة الكشف عن المنظفات الصناعية بطريقة أزرق المثيلين	250	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	24 س

(ب) = أوعية من البلاستيك (بولي إيثيلين أو ما يكافئه)

(ز) = أوعية من الزجاج

($ب_1$) ، ($ز_1$) = أوعية تم شطفها بحمض نيتريك (1 : 1)

($ز_2$) = أوعية زجاجية من البوروسيليكات

($ز_3$) = أوعية زجاجية تم شطفها بالمذيبات العضوية

(س) = ساعة

الفصل الثالث

متطلبات الجودة فى معامل تحاليل مياه الشرب

الباب الثالث

متطلبات الجوده فى معامل تحاليل مياة الشرب

تتطلب إدارة معامل حاليل مياة الشرب بنظام الجودة على نحو يفى بمتطلبات الجوده العالمية بعض الاشتراطات وهى :

متطلبات فنية :

- عدد ونوعية الأفراد .
- ظروف وبيئة وتجهيزات مكان العمل .
- طرق الاختبارات والمعايرة المستخدمة.
- أجهزة تجميع العينات.
- أجهزة تحليل العينات .
- تداول مواد الاختبار والمعايرة .
- تأكيد جودة الاختبارات والمعايرة .
- توثيق المستندات و تسجيل النتائج وطرق الحفظ .

متطلبات إدارية :

- التنظيم والإدارة .
- نظام الجودة .
- ضبط المستندات .
- ضبط وتصحيح الاختبارات والمعايرات غير السليمة .
- الإجراءات التصحيحية .
- الإجراءات الوقائية .
- حفظ وادارة السجلات والمستندات .
- التفتيش الداخلي .
- مراجعة الإدارة .

متطلبات الأفراد :

على المعمل :

(1) أن يكون لديه العدد الكافي من العاملين ذوى الخبرة والدراية الفنية الملائمة للأعمال الموكلة لهم .

(2) الالتزام بتدريب العاملين .

(3) أن يحتفظ بسجلات للمؤهلات والتدريب والخبرات المهارية الخاصة بالعاملين .

متطلبات الاقامة والبيئة والأجهزة :

على المعمل :

(1) أن يوفر المكان والبيئة المناسبة التى لا تؤثر على نوعية النتائج .

(2) أن يكون لديه الصيانة الجيدة .

(3) أن يكون مزوداً بالأجهزة المطلوبة لأداء الاختبارات .

(4) يحتفظ ويسجل الصيانة التى تمت على أجهزة بعناية .

متطلبات الطرق وأنواع الاختبارات :

على المعمل :

(1) أن يكون لديه توجيهات موثقة عن طرق استخدام الأجهزة .

(2) أن يكون لديه طرق موثقة عن أخذ العينات والتحاليل .

(3) أن يتأكد من أن البيانات الخاصة بالكمبيوتر موثقة وكافية للاستخدام فى حالة استخدام الكمبيوتر .

(4) أن يكون لديه نظام موثق عن التعرف على عينات الاختبار .

متطلبات نظم الجودة والتفتيش والمراجعة :

على المعمل :

(1) أن ينشأ ويحافظ على نظام جودة مناسب لأنواع ومستويات وحجم النشاطات المختلفة.

(2) أن يقوم بإعداد كتيبات جودة وما يتعلق بها من وثائق جودة تحتوى على :

(أ) سياسة الجودة .

(ب) التسلسل الإداري وتوصيف الوظائف والمهام .

(ج) طرق العمل التى يؤديها بما فى ذلك نشاطات الصيانة .

(د) طرق ونشاطات ضبط الجودة الداخلي .

(ه) طرق التفتيش والمراجعة لنظام الجودة .

(و) طرق تناول الشكاوي وحماية السرية .

متطلبات الإدارة والتنظيم :

على المعمل :

(1) أن يؤكد أن العاملين به لا يتعرضون لأى ضغوط تؤثر على جودة الأداء .

(2) أن يكون منظماً بطريقة توحى بالثقة فى استقلاليته وتكامله .

(3) له مدير مسئولاً على العمليات الفنية التى تجرى بالمعمل .

(4) له مدير جودة مسئولاً عن تطبيق نظام الجودة .

(5) أن يشارك فى الاختبارات والدراسات وبرامج المقارنات بين المعامل واختبارات الكفاءة .

متطلبات السجلات والتقارير :

على المعمل أن :

(1) أن يحتفظ بنظام سجلات تسجل فيه كل المشاهدات الأولية والحسابات واشتقاق النتائج.

(2) أن تكون تقاريره متضمنة البيانات الكافية والمتضمنة على الأقل :

(أ) اسم وعنوان المعمل .

(ب) اسم وعنوان العميل :

(ج) تعريف بالطريقة المستخدمة .

(د) ترقيم محدد ووحيد للعينة التى أجرى لها تحاليل النتائج .

(ه) التوقيعات اللازمة .

الفصل الرابع

السجلات والتقارير وتسجيل النتائج

الباب الرابع

السجلات والتقارير وتسجيل النتائج

يلزم اعداد سجلات تبين حالة العينات التى يتم تجميعها وتحليلها وتسمى هذه المتابعة سجل تسلسل الحيازة حيث تعتبر العينات تحت وصاية شخص ما من المعمل ما دامت فى حوزته وتحت مسئوليته ، لذا وجب اعداد العديد من السجلات والتقارير المتعلقة بنشاط المعمل :

دفتر تدوين بيانات العينة فى الموقع حيث يسجل به البيانات الاتية:

رقم العينة:
مكان جمع العينة:
حالة العينة: ملونة – معكرة .... الخ
الاختبارات المطلوبة:
تاريخ ووقت جمع العينة:
نوع العينة:
نقل العينة:
اسم القائم بجمع العينة:

تقرير تسلسل الحيازه وتسجل به البيانات الاتية:

رقم العينة:

توقيع من قام بجمعها :

تاريخ وزمن التجميع :

موقع العينة :

اسم من قام بنقل العينة :

تاريخ الاستلام :

وقت وصول العينة للمعمل :

اسم مستلم العينة :

وقت بدء تحليل العينة:

اسم مستلم العينة للتحليل:

كتيب حالة الأجهزة Log book

يجب أن يحتفظ لكل جهاز بسجل كامل يبين

1. توصيف الجهاز .
2. إجراءات المعايرة .
3. إجراءات الصيانة التى تمت .
4. طريقة التشغيل . ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الاتية :

اسم الجهاز:

اسم المورد وعنوانه:

الشركة المنتجة :

رقم المسلسل :

حالة الجهاز : جديد – قديم – مجدد

تاريخ شراء الجهاز:

تاريخ بدء تشغيل الجهاز:

قطع الغيار أو الاجزاء الملحقة به:

مكان وضع الجهاز:

نوع وتوقيت الصيانة التى تمت:

تاريخ المعايرة:

تقارير نتائج تحليل العينات

رقم العينة:

مصدر العينة:

تاريخ تحليل العينة:

التحليل:

الطريقة المستخدمة:

وحدة القياس :

النتيجة :

اسم المحلل :

التوقيع:

مراجعة :

التوقيع:

التاريخ:

النتائج التفصيلية لتحليل العينات :

رقم العينة:

نوع العينة:

تاريخ ووقت التحليل :

حجم العينة المستخدمة (ملليلتر) (أ)

وزن الكأس فارغا (ب)

وزن الكأس + الراسب (جـــ)

وزن الراسب (جـــ – ب)

التركيز = (جـــ – ب ÷ أ) × 1000 = ملليجرام /لتر

اسم المحلل :

توقيع المحلل :

اسم المراجع:

التاريخ:

الطرق القياسية المستخدمة بالمعمل :

اسم الطريقة:

الاحتياطات اللازمة والتداخلات:

مدة ابقاء العينة وحفظها:

الاجهزة المستخدمة:

الكواشف المستخدمة:

محاليل المعايرة:

محاليل ضبط الجودة:

طريقة العمل :

وحدة التعبير عن النتائج:

الحسابات:

المراجع :

تسجيل النتائج :

يجب تسجيل النتائج المعملية فى نماذج واضحة . والنماذج الجيدة هى التى تحتوى على تفاصيل النتائج التى يمكن الرجوع لها مستقبلاً . وهذه النماذج يجب أن تتضمن :

1 - التعريف بالعينة ومصدرها ووقت جمعها .

2 - حجم العينة المستخدم فى كل تجربة .

3 - نوع الاختبار .

4 - النتائج المرحلية لكل خطوة من خطوات التجربة .

5 - اسم وتوقيع من قام بإجراء التحليل .

6 - مرجع الطريقة المستخدمة .

7 - طريقة حساب النتيجة .

وبعد مراجعة النتائج تحفظ النماذج بترتيبها الزمني فى ملفات خاصة يحتفظ بها لمدة 5 سنوات على الأقل .

ومن المعروف أن استخدام أجهزة جيدة وطرق صحيحة لا يعطي بالضرورة نتائج صحيحة . وعلى المحلل أن يراجع من وقت إلى آخر نوعية النتائج بالتأكد من صلاحية المواد الكيميائية المستخدمة والأجهزة والمواد القياسية وطرق الحساب والقياس وذلك بإجراء تجارب على عينات قياسية لمعرفة مدى الخطأ وهو ما يعرف بتجارب ضبط وتأكيد الجودة .

الفصل الخامس

نظام ضبط الجودة الداخلي

الباب الخامس

نظام ضبط الجودة الداخلي

مقدمة :

يتم تطبيق نظام ضبط الكفاءة الداخلي من خلال قياسات مستمرة لعينات ضابطة وإدخال القيم الضابطة المتحصل عليها فى إنشاء رسومات الضبط البيانية ، ولكن قبل التعرض لهذه القياسات وما يلي ذلك من إنشاء الرسومات البيانية نعرض بعض المفاهيم .

كفاءة الإدارة :

تعرف على أنها نشاطات من خلال فاعليات الإدارة . وهى تحدد سياسة الكفاءة والأهداف والمسئوليات . كما تقوم بالتأكد من تحقيق هذه النشاطات فيما بينها .

وتعطى كفاءة الإدارة جودة معلومة ومتناغمة . وتأتى معقولية الجودة من تحقيق نتائج متطلبات الجودة .

تأكيد الجودة :

تعرف على أنها نشاطات من خلال نظام ضبط الكفاءة وتهدف إلى الحصول على ثقة معقولة يمكن من خلالها تحقيق متطلبات الجودة . ويعطى برنامج تأكيد الجودة القدرة على الحصول على نتائج مناسبة وموثوق بها يمكن الاعتماد عليها .

الفوائد التى يمكن الحصول عليها من تطبيق برنامج تأكيد الجودة :

1 تعطى المحلل القدرة على اكتشاف أية مشكلة وإرجاعها إلى مصدرها بطريقة نظامية

2 تعطى معامل التحاليل القدرة على الوصول إلى نتائج مناسبة يمكن الاعتماد عليها .

3 تزيد من ثقة المحلل فى نفسه وفى قدرته على التحليل .

4 تعمل على زيادة وتحسين سمعة المعمل .

العناصر التى يعتمد عليها فى تطبيق برنامج تأكيد الجودة :

1 - أعضاء الهيئة والمستخدمين .

2 - التسهيلات المعملية والمكانية .

3 - المواد والأجهزة المستخدمة .

4 - سياسة أخذ العينات .

5 - العينات .

6 - طرق التحليل .

7 - اختبارات الكفاءة الخارجية .

8 - الاتفاقيات .

أعضاء الهيئة والعاملين :

1 – ضرورة وجود عمالة مهرة ومتحركة .

2 – لابد أن يكون مع العاملين تعليمات مكتوبة وواضحة تتعلق بنوعية وأهداف عملهم

3 – لابد أن تقوم الإدارة بتوفير دورات تدريبية وعملية للعاملين غير ذوى الخبرة .

4 –لابد للعاملين من غير ذوى الخبرة أن يقوموا بالعمل تحت إشراف زملاء لهم من ذوى الخبرة .

الأجهزة والمواد :

1 – لابد من وجود صيانة دورية للأجهزة المستخدمة وذلك عن طريق مهندسي الصيانة المعتمد من الشركة المصنعة للأجهزة أو من خلال العاملين المهرة وذلك للحصول دوماً على أفضل ظروف تشغيل لهذه الأجهزة .

2 – لابد من استخدام مواد معملية وزجاجيات وكواشف وكيماويات ذات جودة معقولة .

سياسة أخذ العينات :

لابد من وجود برنامج لأخذ العينات مصمم جيدا علي أن يحتوى بالتفصيل علي كل من :

1 – نوعية العينات التي يمكن أخذها .

2 – من أين تؤخذ هذه العينات .

3 – متي يتم أخذ العينات .

4 – كم عدد العينات التي لابد من أخذها .

5 – لابد أن يحتوي خطوات العمل في أخذ العينات علي طريقة تفصيلية وواضحة عن كيفية أخذ هذه العينات .

طرق التحاليل :

1 -لابد من استخدام طرق تحاليل موثقة كما لابد أن تحتوي خطوات العمل في هذه الطرق علي الطلوب تطبيقه من خواص الأداء مثل مقياس الضبط (precision) ومقدار الدقة (accuracy)

وحدة القياس (limit of detection) .

2 -استخدام متداوم للفحص الداخلي علي مقياس الضبط ومقدار الدقة وذلك باستخدام مواد مرعية حيث تستخدم قيم القراءات لهذه المواد المرجعية في إنشاء رسومات الضبط البيانية .

3 -الاشتراك في اختبارات الجودة الخارجية .

4 -لابد من الأخذ في الاعتبار أن استخدام الطرق القياسية الأجهزة والتجهيزات المناسبة بواسطة عاملين مهرة لا يضمن أن المعمل يخرج دائما نتائج يمكن الاعتماد عليها .

5 -حتى العاملين من ذوي الخبرة العالية يمكن أن يقعوا في أخطاء وفي هذه الحالة نجد أن خطوات العمل تكون خارج السيطرة .

رسومات الضبط البيانية :

يعتبر الاستخدام العرضي للمواد المرجعية طريقة غير موضوعية لضبط كفاءة وجودة النتائج ؛ لذلك فإنه من الأفضل عمل تحاليل دورية ومنتظمة للمواد المرجعية واستخدام نتائجها في الحصول علي رسومات الضبط البيانية . وهذا ما يسمى بنظام ضبط الكفاءة الداخلي .

ويسمح نظام ضبط الكفاءة الداخلي باتخاذ قرارات موضوعية لكي تحدد ما إذا كانت هذه النتائج مقبولة أم لا .

تعريف رسوم الضبط البيانية :

رسومات الضبط عبارة عن تمثيل بياني للنتائج حيث يتم رسم القيم الضابطة أمام رقم التشغيلة (أو زمن التشغيلة) . وتحتوي رسومات الضبط البيانية علي خط مركزي وعلي حد تحذيري أعلي وحد تحذيري أسفل وكذلك علي حد ضابط أعلي وحد ضابط أسفل .

ويعرف الخط المركزي علي إنه أفضل تقييم لمدي متغيرات القيم الضابطة علي سبيل المثال المتوسط الحسابي للقيم الضابطة . ويمكن الحصول علي هذه القيم الضابطة باستخدام قيم الاستجابة وهي القيم المستخرجة من عمليات القياس .

الحد التحذيري والضابط :

يعرف الحد التحذيري علي إنه فاصل تنحصر بين القيم الضابطة وذلك باحتمالية مقدارها 95 % . كما يعرف الحد الضابط علي إنه فاصل يحصر الغالبية العظمي من القيم الضابطة (99.7 %) .

أنواع رسومات :

يوجد نوعين من رسومات الضبط البيانية وهي :

1- الرسم الضبطي للمتوسط الحسابي (X-chart) .

2- الرسم الضبطي لمدى القراءات (R-chart) .

الرسم الضبطي للمتوسط الحسابي :

وهو عبارة رسم يمثل قيم ا لمتوسطات الحسابية لعينات مرجعية أو عينات محاليل فراغية أمام رقم التشغيلة أو زمن التشغيلية .

مثال : نتائج لرسم المتوسط الحسابي :

رقم التشغيلية	X_1	X_2	$\bar{X}$
1	491	493	492
2	497	497	497
3	498	501	499.5
4	492	485	488.5
5	505	510	507.5
6	506	512	509
7	492	487	489.5
8	491	488	489.5
9	497	503	500
10	498	493	495.5

الخط المركزي = 496.8 $\bar{\bar{X}}$.

الحد التحذيري يبعد عن الخط المركزي بمسافة قدرها $\pm$ 2 S (أى ضعف الحيود القياس) .

الحد الضابط يبعد عن الخط المركزي بمسافة $\pm$ 3 S (أى ثلاثة أضعاف الحيود القياسي) .

مقدار الدقة :

يعرف مقدار الدقة بمدى نسبة قيم تركيزات العنصر المراد قياسه إلى القيمة الحقيقية للعنصر . وعادة ما يعبر عن مقدار الدقة بقيمة الاسترداد الأدنى minimum recovery والأقصى maximum recovery . أما قيمة المصداقية (trueness) فيعبر عنها بنسبة متوسط عدد كبير من القياسات إلى القيمة الحقيقية للعنصر .

$$\text{Trueness} = \frac{\text{متوسط القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

ولحساب مقدار الدقة يتطلب قياس العديد من القراءات للعينات المختارة من الأنواع الآتية

1 – من قيمة الاسترداد المحسوبة لتركيز معلوم مضاف إلى عينة طبيعية .

2 – من مواد مرجعية معلومة التركيز .

3 – مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة محدودة الدقة .

4 – مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة أخرى موثقة .

5 – من خلال دراسات بين المعامل المختلفة .

ويتم حساب قيمة الاسترداد لكل قراءة على حدة وذلك باستخدام المعادلة الآتية:

$$\text{قيمة الاسترداد الأدني} = \frac{\text{أقل قراءة فى القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

$$\text{قيمة الاسترداد الأدني} = \frac{\text{أعلى قراءة فى القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

رقم التشغيلية	X_1	X_2	$\overline{X}$	S
1	274	270	272	2.828
2	200	251	255.5	36.06
3	240	230	235	7.071
4	251	264	257.5	9.192
5	256	272	264	11.3
6	240	240	240	0

القيمة الحقيقية = 250 $\overline{\overline{X}} = 249$

مقدار الدقة من 250/200 إلى 250/274

أى يتراوح ما بين 80–110% .

استخدام وتفسير رسومات الضبط البيانية :

1 – استخدام يومي :

والاستخدام اليومي لهذه الرسومات يتم إما عن طريق المحلل نفسه أو عن طريق عضو الهيئة المكلف بالتحقيق من صحة النتائج .

2 – استخدام على فترات زمنية :

3 – يتم فحص رسومات الضبط البيانية على فترات زمنية متباعدة وذلك بواسطة مدير الجودة وذلك للكشف عن التوزيع العشوائي ومقدار الخطأ العشوائي فى النتائج . وكذلك اكتشاف عما إذا كان هناك ميل أو تغيير فى اتجاه النتائج . كما يتم اختيار خواص الأداء مثل حد القياس ومقياس الضبط ومقدار الدقة والحيود . وكذلك لابد من التأكد إن كان هناك أى تغيير أو حيود فى خواص الأداء .

الفصل السادس

ضبط ومراقبة جودة جمع العينات والتحاليل الكيميائية

الباب السادس

ضبط ومراقبة جودة جمع العينات و التحاليل الكيميائية

ضبط الجودة هى نشاطات وتقنيات تستخدم لضمان الجودة وتشتمل على:

1 -اجراء تجارب غفل (Blank)

2 -قياس متكرر (Duplicate)

3 -تحليل عينة عمياء (Blind)

4 -تحليل عينات مضاف اليها تركيزات معلومة spike

5 -اصدار رسوم الضبط البيانية بنوعية التحاليل

6 -استخدام عينات مرجعية

أما تأكيد الجودة فيشمل عدة نشاطات منها :

1 -معايرة الاجهزة

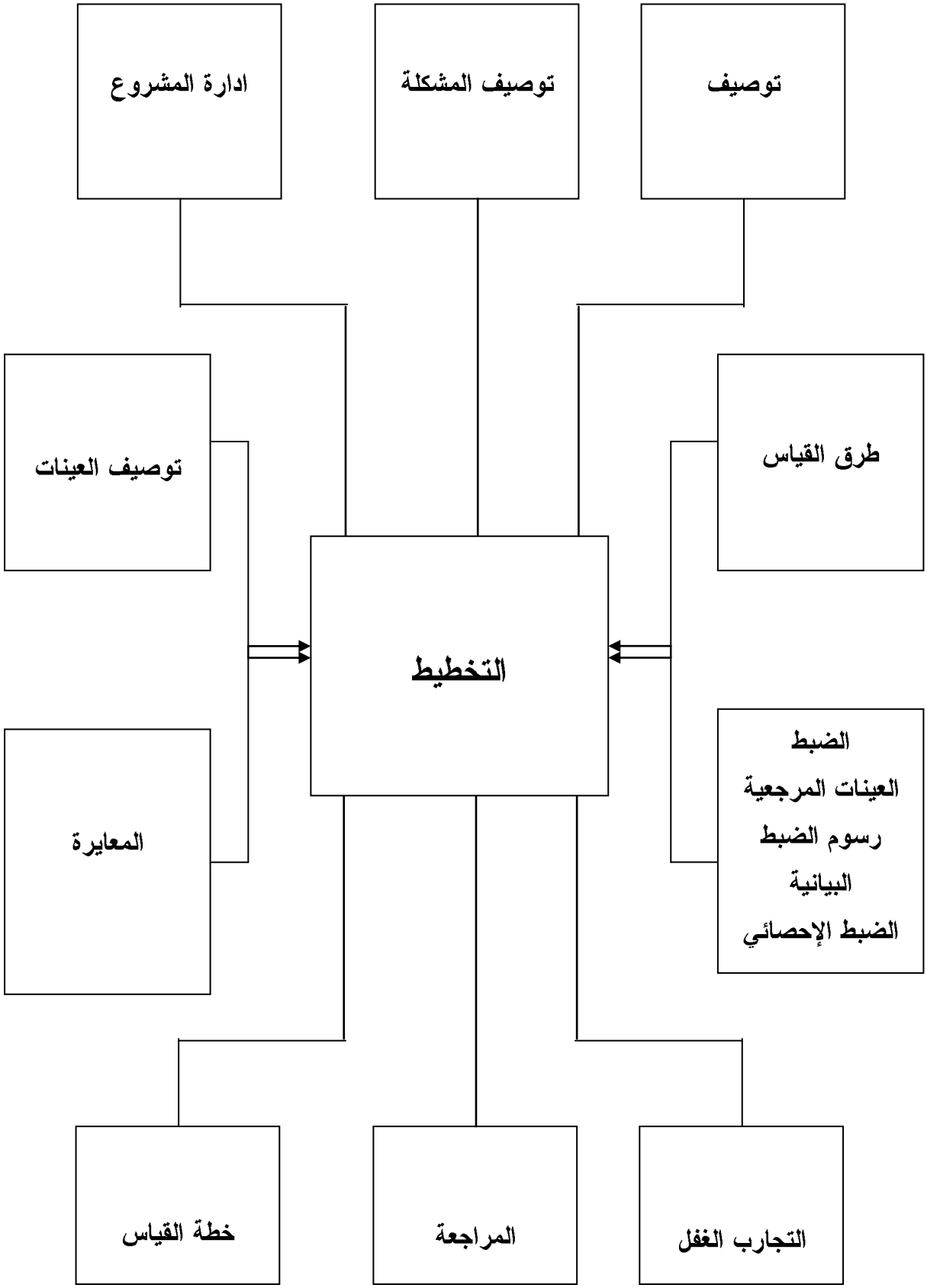
2 -تدريب العاملين

3 -صيانة الاجهزة

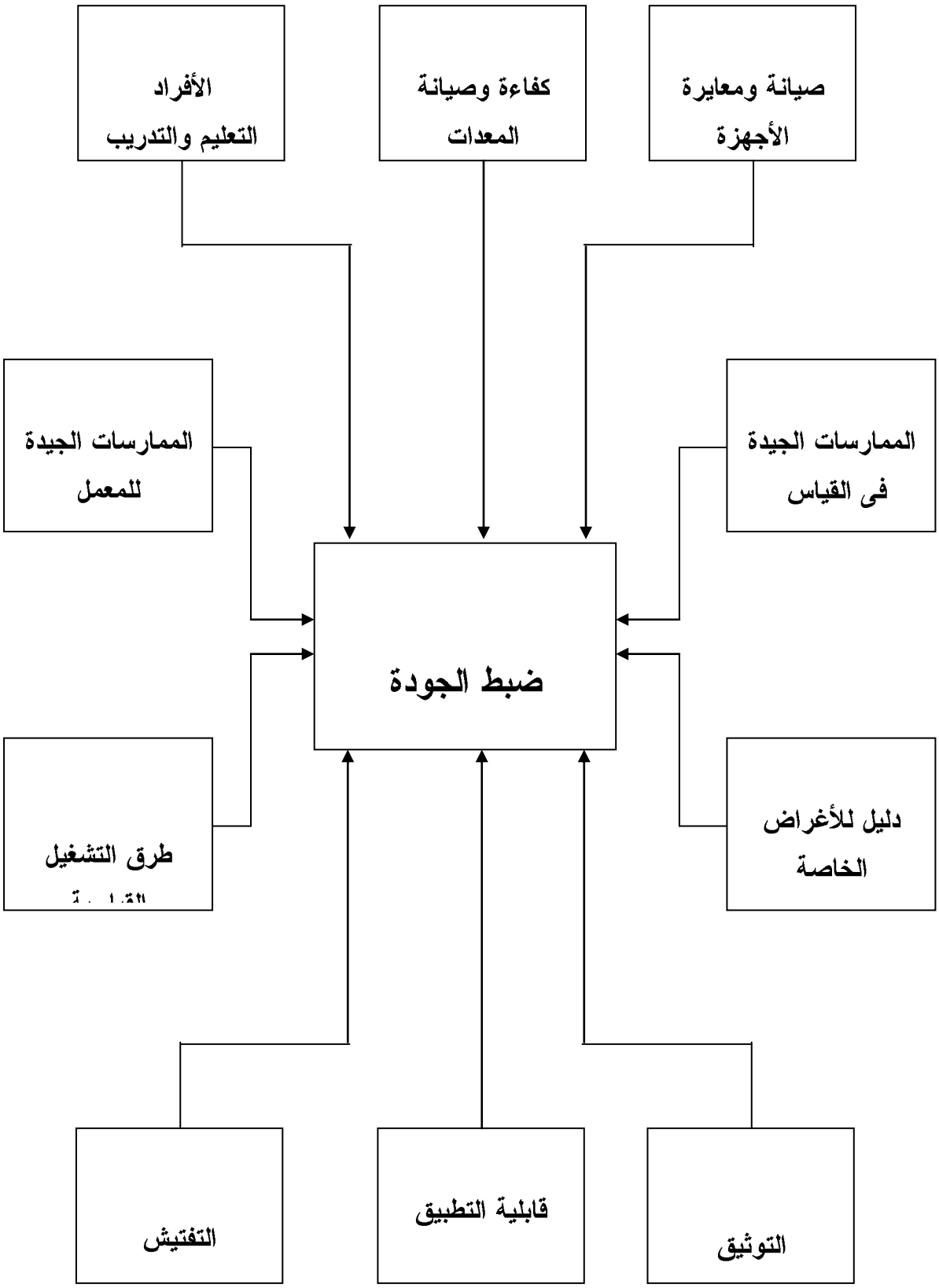
4 -التفتيش والمراجعة

وتشمل المخططات التالية اجراءات اتباع نظام الجودة

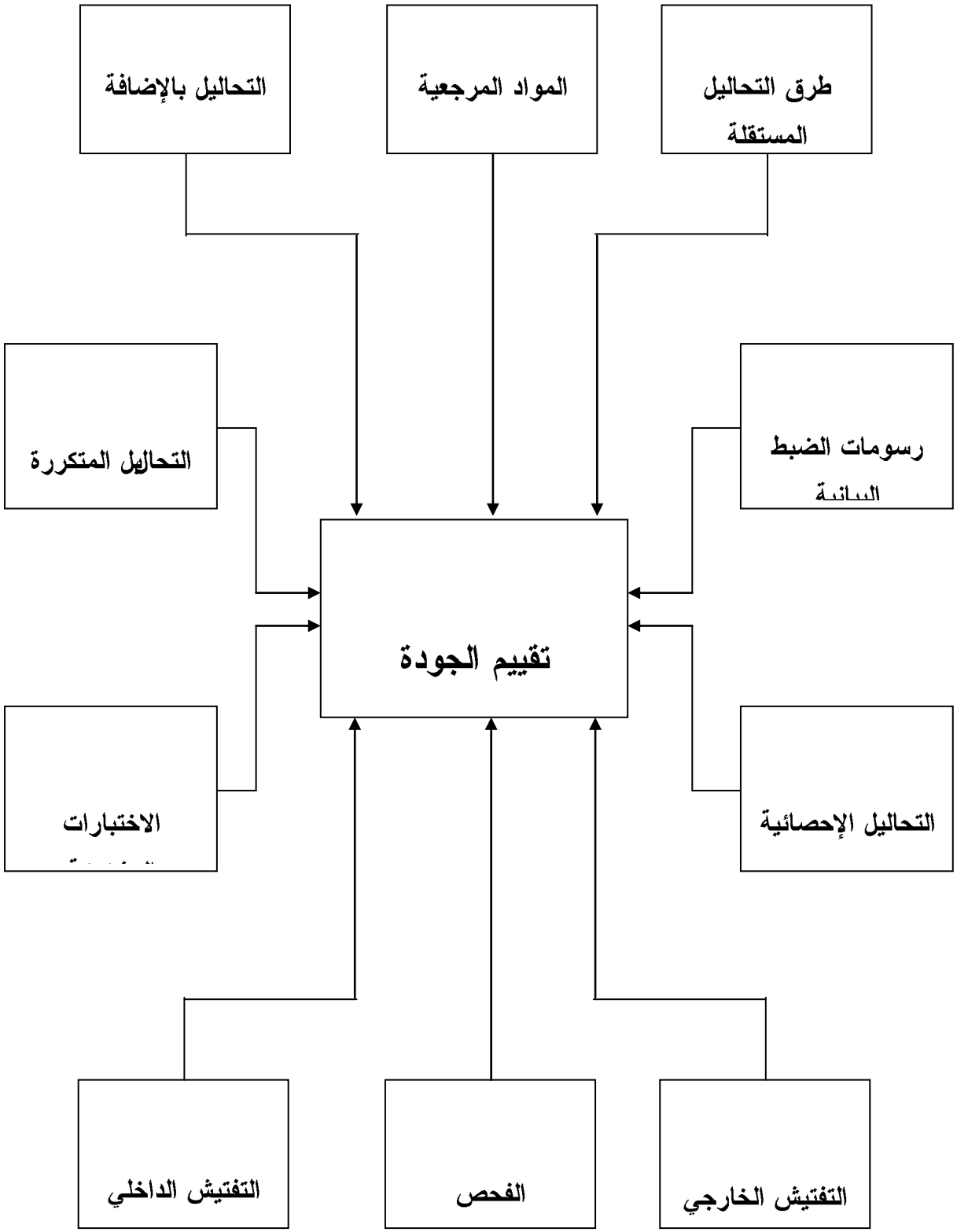
عناصر التخطيط فى برنامج القياسات



نظام تطبيق الجودة



نظام تقييم الجودة



الفصل السابع

نظام تقييم جودة جمع العينات وتحليلها

الباب السابع

نظام تقييم جودة جمع العينات وتحليلها

رسومات الضبط البيانية Control Charts :

تعتبر هذه الرسومات من أهم الوسائل للمتابعة والتأكد من جودة القياسات المعملية وهى طريقة مرئية لمراجعة العمليات التحليلية وإثبات أنها منضبطة إحصائياً ويتم الحصول على هذه الرسومات باستخدام مواد مرجعية أو قياسية وإجراء تحاليل دورية ومنتظمة ل ها واستخدام الأشكال الناتجة فى متابعة جودة التحاليل .

ورسوم الضبط البيانية تمثيل بياني يبين العلاقة بين نتيجة تحليل العينة المرجعية أو القياسية على أحد المحورين ورقم أو زمن القياس على المحور الآخر ومن هذا الشكل يظهر مستويات من النتائج تدور حول قيم مركزية مثالية وهذه المستويات تعرف بالحدود التحذيرية والحدود الضابطة .

القيم الضابطة Control Value : هى قيم لتركيزات من مواد مرجعية توقع على رسومات الضبط البيانية .

قيم الاستجابة Response Value : هى قيم عملية تنتج من القياسات وقد تكون قيم امتصاص أو انبعاث أو جهد ناتجة من الاستجابة للمادة المرجعية المستخدمة .

خط الضبط Control Line : هى قيم للعينات الضابطة .

الحد التحذيري Warning Limit : وهذا الحد قد يكون علوياً (upper) أو سفلياً (lower) حيث يبين أحتمال وجود 95% من القيم الضابطة داخلة وهذه القيم تمثل ± ضعف الحيود القياسي (standard deviation) .

الحد الضابط (Control Limit) : ويطلق عليه أيضاً حد الفعل (Action Limit) وهذا الحد قد يكون علوياً أو سفلياً أيضاً ويبين احتمال وجود 99.7% من القيم الضابطة داخله وهو يمثل ± ثلاثة أمثال الحيود القياسي .

أنواع رسومات الضبط :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من رسوم الضبط وهي :

1 ـ رسم ضبط للمتوسط ($\overline{X}$ – chart)

2 ـ رسم الضبط للمدى (R-chart) .

3 ـ رسم الضبط للاسترجاع (D-chart) .

4 ـ رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .

رسم الضبط للمتوسط ($\overline{X}$ – chart) ويشمل :

(1) خط الضبط (CL) هي قيمة المادة المرجعية أو العينة الضابطة ذات التركيز المعلوم

(2) حد التحذير (WL) وهى = $CL \pm 2\ S_x$

(3) حد الضبط (AL) وهى = $CL \pm 3\ S_x$

(4) قيمة الاستجابة وهى قيم X لكل مجموعة من النتائج

(5) ويمثل بالشكل الآتي :

حد الضبط العلوي (AL) ———————

حد التحذير العلوي (WL) ———————

خط الضبط (CL) ———————

حد التحذير السفلي (WL) ———————

حد الضبط السفلي (AL) ———————

رسم الضبط للمدى (R-chart) ويشمل :

(1) خط الضبط (CL) وهى الفرق بين أعلى وأقل نتيجة لعينة ضابطة أو مادة مرجعية مقاسة فى كل مجموعة $R = d_2\ S_w$

(2) حد الضبط العلوي UAL $D_4 * R$

(3) حد الضبط السفلي LAL $D_3 = zero$

(4) قيم الاستجابة وهى قيمة R لكل مجموعة

(5) ويمثل بالشكل الآتي :

حد الضبط العلوي UAL ———————

حد الضبط (CL) ———————

حد الضبط السفلي (LAL) ------صفر------

رسم ضبط الاسترجاع (D-chart) وتشمل :

(1) خط ضابط (CL) وهو متوسط الفرق بين قيمة الاستجابة لعينة طبيعية قبل وبعد إضافة كمية معلومة من المادة القياسية (spiked)

(2) حد التحذير (WL) $CL \pm 2\sqrt{2}S_x$

(3) حد الضبط (AL) $CL \pm 3\sqrt{2}S_x$

(4) قيم الاستجابة هو الفرق بين قيمة استجابة العينة قبل وبعض إضافة كمية معلومة من المادة القياسية

رسم ضبط المدى النسبي (r-chart) وتشمل :

(1) متوسط النسبة المئوية للمدى النسبي (r) لعينة طبيعية ثابتة مقاسة ضمن مجموعة :

$$r = \frac{R \times 100}{\overline{X}}$$

(2) حد الضبط العلوي $D_4 * \bar{r}$

(3) حد الضبط السفلي $D_3 = 0$

(4) قيم الاستجابة وهى قيمة r لعينة طبيعية ضمن التشغيلة

ويبين الجدول (9) القيم الإحصائية لكل من D, d

عدد التحاليل المتكررة فى كل تشغيله	الخط الضابط d_2	حد الضبط السفلي D_3	حد الضبط العلوي D_4
2	1.128	صفر	3.267
3	1.693	صفر	2.575
4	2.059	صفر	2.282
5	2.326	صفر	2.115

مثال :

عند إجراء ضبط الجودة للأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) أجريت القياسات الآتية على عينة قياسية تحتوى على 500 ملليجرام أكسجين / لتر .

بين رسم الضبط للمتوسط الحسابي (X-chart) ورسم الضبط للمدى (R-chart) .

رقم التشغيلة	التكرارية		المدى (R)	المتوسط ($\overline{X}$)
	تجربة (1) X_1	تجربة (2) X_2		
1	491	493	2	492.0
2	497	497	صفر	497.0
3	498	501	3	499.5
4	492	485	7	488.5
5	498	493	5	495.5
6	510	508	2	509.0
7	506	512	6	509.0
8	492	487	5	489.5
9	491	488	3	489.5
10	497	503	6	500.0
11	500	494	6	497.0
12	506	511	5	508.5
13	506	501	5	503.5
14	487	497	10	492.0
15	491	491	صفر	491.0
16	500	499	1	499.5
17	491	507	16	499.0
18	495	498	3	496.5
19	502	500	2	501.0
20	495	492	3	493.5
متوسط المدى $\overline{\overline{R}}$			4.5	
متوسط $\overline{\overline{X}}$				497.5

الإجابة :

يحسب الحيود القياسي (S_x) من المعادلة :

$$S_x^2 = \sum (X - \overline{X})^2 / (n-1)$$

$$S_x^2 = 43.4$$

$$S_x = 6.59 \text{ mgO}_2\text{/L}$$

$$\overline{X} = 497.5 \text{ mgO}_2\text{/L}$$

(أ) رسم الضبط للمتوسط ($\overline{X}$-chart)

حد التحذير العلوي = $2S_x + \overline{X}$

= 497.5 + (6.59 × 2) = 510.7 ملليجرام/م^3

حد التحذير السفلي = $2S_x - \overline{X}$

= 497.5 – (6.59 × 2) = 484.3 ملليجرام/م^3

حد الضبط العلوي = $3S_x + \overline{X}$

= 497.5 + (6.59 × 3) = 517.3 ملليجرام/م^3

حد الضبط السفلي = $3S_x - \overline{X}$

= 497.5 – (6.59 × 3) = 477.7 ملليجرام/م^3

(ب) رسم الضبط للمدى :

حيث أن $\overline{\overline{R}}$ = 4.5

فإن خط الضبط = 4.5

الحد الضابط العلوي = $D_4 \times \overline{R}$ = 1.128 × 4.5 = 5.08

الحد الضابط السلفي = D_3 = صفر

مثال 2

عند قياس مستوى النترات فى عينات مياه طبيعية أجريت القياسات على العينات قبل وبعد إضافة تركيز معلوم مقداره 0.5 ملليجرام/لتر وتم الحصول على النتائج الآتية :

بين رسم الاسترجاع الضبطى لهذا التحليل .

رقم التشغيله	القراءة المباشرة (X)	القراءة بعد إضافة التركيز المعلوم	قيمة الاسترجاع $\overline{D}$
1	4.215	4.700	0.485
2	6.333	6.850	0.517
3	8.514	9.113	0.599
4	9.210	9.802	0.592
5	5.413	5.920	0.507
6	6.595	7.015	0.420
7	8.231	8.812	0.581
8	18.304	18.813	0.509
9	16.511	17.105	0.594
10	20.222	20.719	0.497

الخط الضابط $\overline{\overline{D}}$ = 0.530

الحد التحذيري العلوي = $\overline{\overline{D}} + 2\sqrt{2S_x}$

الحد التحذيري السفلي = $\overline{\overline{D}} - 2\sqrt{2S_x}$

رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) :

مثال : من النتائج القياسات التى أجريت على عينات طبيعية محتوية على الفوسفات كما هو مبين بالجدول الآتي بين رسم الضبط النسبي .

الإجابة :

رقم التشغيلة	القراءة الأولى X_1	القراءة الثانية X_2	المدى R	المتوسط $\overline{X}$	r,%
1	3.12	3.61	0.49	3.36	14.6
2	4.55	4.86	0.31	4.71	6.6
3	5.11	5.00	0.11	5.06	2.2
4	11.22	10.90	0.32	11.06	2.9
5	7.25	7.38	0.13	7.32	1.8
6	10.31	11.10	0.79	10.71	7.4
7	1.9	2.30	0.40	2.10	19.0
8	27.11	25.91	1.20	26.51	4.5
9	14.16	15.21	1.05	14.69	7.1
10	15.5	16.62	1.12	16.06	7.0

الإجابة :

يحسب المدى والمتوسط للقراءات ثم تطبق المعادلة

$$r,\% = \frac{R}{\overline{X}} \times 100$$

الخط الضابط (CL) للمدى $\bar{r}$ = 7.3

الحد التحذيري العلوي = $D_4 \times \bar{r}$

= 3.267 × 7.3 = 23.85

الحد التحذيري السفلي = D_3 = صفر

تقييم رسومات ضبط الجودة :

رسوم $\overline{X}$:

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق ضبط الجودة هى الحالات التى يكون فيها :

1 - قيمة واحدة تقع خارج حدود الضبط .

2 - سبعة قيم متتابعة على جانب واحد من الخط المحوري .

3 - سبعة قيم متتابعة ومتزايدة .

4 - سبعة قيم متتابعة ومتناقصة .

5 - قيمتين من ثلاثة قيم متتابعة تقع خارج حدود التحذير .

6 - عشرة قيم من أحدى عشر قيمة متتابعة عن جانب واحد من الخط المحوري .

رسوم $\overline{R}$:

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق الجودة هى الحالات التى يكون فيها :

1 -قيمة واحدة تقع فوق حد الضبط .

2 -قيمة واحدة تقع أدني حد الضبط .

3 -سبعة قراءات متتابعة متزايدة أو متناقصة .

4 -سبعة قراءات متتابعة تقع فوق متوسط المدى .

وبالمثل فلو أن قيمة واحدة على الأقل وقعت خارج حد الضبط العلوي وجب إعادة حساب كل القيم : ويراعي أن الزيادة أو النقصان المنتظم للمدى يدل على خلل بنظام صيانة الأجهزة أو تقادم الكواشف المستخدمة .

ويجب عند تقييم رسومات الضبط ألا ينظر المرء فقط إلى حالات الضبط ولكن أيضاً عن أى تطور فى مواقع النقاط على الرسم ليتخذ التدابير الكافية قبل أن تظهر حالات الخروج عن حدود الضبط فالزيادة المضطردة ولو داخل حد الأمان وكذلك التذبذب الحاد بالزيادة والنقصان يمكن أن يؤديا إلى حالات خروج عن حدود الضبط .

عينات الجودة الضابطة :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من العينات الضابطة (جدول 7) والتى تستخدم قيم نتائجها على رسومات الضبط البيانية للجودة وهذه العينات هى :

(1) **النوع الأول (I) :** عينة تخليقية أو مرجعية معلومة التركيز ويستفاد من استخدامها فى تحديد المدى والحيود القياسي والدقة والمتوسط وعند استخدامها لتحديد المدى (R) فإنها تدل على مدى الخطأ العشوائي . وعند استخدامها لتحديد المتوسط فإنها تدل على مدى الخطأ المنتظم وتستخدم فى إعداد رسم ضبط المتوسط (X-chart) ورسم ضبط المدى (R-chart) .

(2) **النوع الثاني (II) :** عينة طبيعية غير معلومة ومتغيرة التركيز يمكن اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل للتحليل . وتستخدم فى إعداد رسوم ضبط المدى النسبي (r-chart) .

(3) **النوع الثالث (III) :** عينات طبيعية يمكن اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل للتحليل وتقاس قبل وبعد إضافة تركيز معلوم من مادة قياسية لنفس العنصر ال مراد قياسه وتستخدم فى رسم الضبط للاسترجاع الضبطي (D-chart) .

(4) **النوع الرابع (IV) :** عينات غفل (blank) تستخدم عندما يكون العنصر المراد قياسه غير ثابت ويتغير تركيزه مع الوقت ويستفاد من هذه العينات فى تحديد مدى

التمييز (limit of detection) وتستخدم هذه العينات فى إعداد رسم الضبط للمدى (R-chart) للتجارب الغفل .

(5) النوع الخامس (V) : عينات طبيعية غير ثابتة كيميائياً وغير معلومة التركيز ويمكن اختيارها من بين العينات الواردة إلى المعمل للتحليل وتستخدم فى إعداد رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .

ويبين الجدول الآتي نوع العينات المستخدمة فى إعداد رسومات ضبط الجودة المختلفة :

جدول (7) :استخدام العينات الضابطة فى إعداد رسومات الضبط البيانية :

أنواع رسومات الضبط	نوع العينة الضابطة المستخدمة				
	I	II	III	IV	V
رسم الضبط المتوسط ($\overline{X}$ – chart)	√			√	
رسم الضبط للمدى (R-chart)	√			√	
رسم الضبط للاسترجاع (D-chart)			√		
رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart)		√			

جدول (8) : المواد الكيميائية المستخدمة كعينات الضبط :

نوع القياس	العنصر المقاس	المادة القياسية المستخدمة
النوعية العامة للمياه	الرقم الايدروجينى	$KH_2PO_4 + Na_2HPO_4.2H_2O$
	التوصيل الكهربي	KCl
	العكارة	فورمازين Formazine
	الجسيمات الصلبة العالقة	كاولين Kaolin
	الأكسجين المذاب	هواء مضغوط
الملوثات غير العضوية	كل	مواد قياسية
الأملاح المذابة	كالسيوم	$CaCl_2.2H_2O$
	ماغنسيوم	$MgSO_4.7H_2O$
	صوديوم	NaCl
	بوتاسيوم	KCl
	كلوريد	NaCl
	فلوريد	NaF
	كبريتات	Na_2SO_4
	القلوية	Na_2CO_3
المغذيات	أمونيا	NH_4Cl
	نترات	KNO_3
	نيتريت	$NaNO_2$
	نيتروجين كلداهل	Glycine
	ونيتروجين كلي	
	فوسفور	β-Glycerophosphate disodium
	سليكات	$Na_2SiO_3.2H_2O$
مواد عضوية غير محددة	مركبات عضوية غير متطايرة	فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية
	الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD)	فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية
	الأكسيجين الحيوي الممتص (BOD)	جلوكوز / حمض جلوتاميك
ملوثات عضوية	كل	مواد قياسية

ويشمل ضبط الجودة الداخلي على قياسات منتظمة على عينات ضبط وإدخال قيم الضبط على رسومات الضبط وتعرف عينات الضبط بأنها عينات تستخدم لغرض ضبط الجودة الداخلي وتخضع لنفس طرق القياس التى تستخدم مع عينات الاختبار .

وتستخدم عينة ضابطة كل 20 عينة من عينات الاختبار على الأقل .

حساب حد التمييز Limit of detection

Criterion of detection (CD) = $t_{0.95}$ (f) $S_{b1,w}$ $\sqrt{(1+1/n)}$

Limit of detection (LOD) = 2 CD

حيث $t_{0.95}$ قيمة إحصائية من جدول اختبار t

f درجات الحرية (عدد القياسات –1)

$S_{bl,w}$ الحيود القياس داخل التشغيله للتجربة الغفل

n عدد التجارب الغفل المتكررة المستخدمة فى التحليل

مثال

عند تقدير مستوى النيتريت فى عينة مياه تم الحصول على النتائج الآتية للتجربة الغفل:
0.088, 0.064, 0.073, 0.082, 0.079, 0.05

احسب حد التمييز :

الاجابة

$S_{w\ blank}$ = 0.0122 mg/L

$$LOD = 2 \times t_{0.95} \times 0.0122\sqrt{1+\frac{1}{2}}$$

= 0.06 mg/L

حساب دقة النتائج Accuracy

يمكن قياس الدقة بحساب الاسترجاع لكل قياس منفرد

$$\frac{X}{T} \times 100$$

أومصداقية النتيجة (Trueness) :

$$\frac{X - T}{T} \times 100$$

حيث X القيمة المقاسة

T القيمة الحقيقية

تحسب دقة النتائج من قيم تركيزات العنصر

ويعبر عن مقدار الدقة بقيمة الاسترجاع الأدني والأقصى
Minimum and maximum recovery

قيمة الاسترجاع الأدنى = $\frac{\text{أقل قراءة من القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$

قيمة الاسترجاع القصوى = $\frac{\text{أعلى قراءة من القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$

رقم التشغيلة	القراءة الأولى (X_1)	القراءة الثانية (X_2)	المتوسط $\overline{X}$
1	150	155	152.5
2	140	148	144.0
3	160	155	157.5
4	145	148	146.5
5	160	156	158.0
6	150	149	149.5
7	154	160	157.0
8	153	158	155.5
9	160	158	159.0
10	154	156	155.0

القيمة الحقيقية = 155 $\overline{X}$ = 153.5

الاسترجاع = 90.3 – 103.2%

المصداقية = 99.0%

الحيود القياسي فى التشغيلة الواحدة (S_x) وبين التشغيلات المختلفة (S_b)

$$S_b = \sqrt{\left(S_x^2 - S_W^2 / n\right)}$$

رقم التشغيلة	القياس الأولى (X_1)	القياس الثانى (X_2)	المدى R	$\overline{X}$	
1	380	370	10	375	1.8
2	375	377	2	376	2.8
3	372	368	4	370	3.2
4	374	381	7	377.5	4.3
5	365	365	صفر	365	8.2
6	377	370	7	373.5	0.3
7	372	379	5	375.5	2.3

$$S_W = \frac{R}{d_2}$$

$$S_W = \frac{5}{1.128} = 4.43$$

عوامل حساب الحيود القياسي فى المدى

الحيود القياسي (d_2)	عدد التكرارية فى التجارب فى كل تشغيلة
1.128	2
1.693	3
2.059	4
2.326	5

الفصل الثامن

انواع ومصادر الاخطاء فى جمع العينات وتحليلها الكيميائية

الباب الثامن

أنواع ومصادر الاخطاء فى جمع العينات وتحليلها الكيميائية

ما من شك فى أن جميع التحاليل الكيميائية تتعرض لأخطاء تؤدى الى ظهور نتائج تبعد عن القيم الحقيقية وهذه الاخطاء هى :

(1) الخطأ العشوائى Random error

(2) الخطأ المنتظم Systematic error

(3) الخطأ الفادح Gross error

(4) خطأ التقريب Rounding error

(1)الخطأ العشوائى :

فى هذا النوع لا يؤدى إعادة التحليل على عينات متماثلة ومتجانسة الى نتائج متطابقة بل يعطى نتائج متفرقة تنتشر حول قيمة محورية وبذلك فإنها ذات قيمة موجبة أو سالبة نسبة الى هذه القيمة المحورية ويتفاوت بعد هذه القيم عن القيمة المحورية . ويمكن تقييم الخطأ العشوائى باستخدام الحيود القياسى

ويعزى هذا الخطأ لاختلاف ظروف التحاليل مثل :

- اختلاف حجم العينة والكاشف المستخدم من تجربة الى أخرى
- تذبذب درجات الحرارة كإختلاف وقت ومكان التسخين

- تذبذب ظروف تشغيل الاجهزة كدرجة الحرارة وسرعة السريان وشدة التيار الكهربى وطول الموجة المستخدمة فى القياس
- التفاوت من تشغيله الى أخرى

(2) **الخطأ المنتظم** : وهذا الخطأ يأخذ مسارا محددا وتكون كل القيم المقاسة إما أصغر أو أكبر من القيمة الحقيقية وقد يكون هذا الفرق كبيرا أو صغيرا ويعزى هذا الخطأ الى:

- عدم ثبات العينة من وقت جمعها الى وقت تحليلها
- عدم القدرة على تحليل كل الأشكال الموجود عليها العامل المراد تحليله
- التداخلات
- انحراف قيم المعايرة زيادة أو نقصانا
- قيمة التجارب الغفل

(3) **الخطأ الفادح** : هو الخطأ الذى ينشأ بصورة عامة من عدم اليقظة لمن جمع العينة أو قام بالتحليل أو أعد التقرير

ويعزى ذلك الى :

- اخطاء عند ترقيم العينات
- تحليل العينة الخاطئة
- استخدام طريقة غير مناسبة
- القراءة الخاطئة لمقياس أو أرقام الاجهزة
- استخدام وحدات للتعبير عن التركيز خاطئة
- النقل الخاطئ للنتائج من كراسة النتائج الاصلية
- نقل أرقام من مواقعها
- اجراء الحسابات بطريقة خاطئة

(4) **خطأ التقريب** : عند تقريب قراءات أو أرقام فى المراحل الاولية للحسابات تنشأ اخطاء حيث أنه فى بعض الأحوال تضرب القيم فى معاملات قد تزيد أو تقل كثيرا عن القيمة اذا بقيت دون تقريب .

لذا وجب عدم تقريب الارقام حتى المرحلة الاخيرة من الحسابات

ويجب مراعاة ما يلى :

(1) أن زيادة الخطأ العشوائى يؤدى الى انخفاض دقة التكرارية (Precision)

(2) أن زيادة الخطأ المنتظم يؤدى الى انخفاض الحقيقة Trueness

(3) أن انخفاض الخطأ العشوائى يؤى الى ارتفاع دقة التكرارية

(4) أن انخفاض الخطأ المنتظم يؤدى الى ارتفاع الحقيقة

وينشأ عن ذلك الحالات الاتية :

الحالة	خطأ عشوائى	خطأ منتظم
التكرارية منخفضة والحقيقة منخفضة	كبير	كبير
التكرارية مرتفعة والحقيقة منخفضة	صغير	كبير
التكرارية منخفضة والحقيقة عالية	كبير	صغير
التكرارية مرتفعة والحقيقة مرتفعة	صغير	صغير

وبذلك فإن أفضل الحالات هى التى يكون فيها كل من التكرارية والحقيقة عاليتان وهذان ينشأن من انخفاض الخطأ العشوائى والخطأ المنتظم

وبذلك فإنه يمكن اجمالا تقسيم مصادر الخطأ العملية فى معامل التحاليل الى الأخطاء الاتية :

(1) أخطاء تعزى للعينة

(2) اخطاء تعزى للكواشف المستخدمة

(3) أخطاء تعزى للموا دالمرجعية

(4) أخطاء تعزى للطرق المستخدمة

(5) أخطاء تعزى للمعايره

(6) أخطاء تعزى للاجهزة المستخدمة

(7) أخطاء تعزى لتسجيل النتائج

(8) أخطاء تعزى للحسابات

(9) أخطاء تعزى للنقل

(10) أخطاء تعزى لإعداد التقارير

أنواع ومصادر الأخطاء فى التحاليل الكيميائية

(1) **أخطاء عند أخذ العينات :**

1 تلوث العينة من الوعاء أو الأنابيب .

2 استخدام وعاء غير مناسب .

3 استخدام عينة غير ممثلة (من منطقة غير مناسبة – عدم المزج – وقت غير ملائم) .

(2) **أخطاء من نقل وتخزين العينات :**

1 – عدم غلق إناء العينة .

2 – تلوث العينة من مصادر خارجية كالأبخرة العضوية فى الهواء والأتربة من جو العمل .

3 – التخزين عند درجة حرارة غير مناسبة مما يؤدي إلى تكسير بعض المركبات العضوية .

4 – تحلل بعض المركبات الحساسة للضوء (PAH) .

5 – عدم الأخذ فى الاعتبار ثبات العينات (فيزيائياً – كيميائياً – بيولوجياً) .

6 – عدم استخدام مواد حافظة مناسبة .

7 – التخزين الطويل للعينة قبل التحليل .

8 – استخدام إناء غير مناسب (نظافة – نوع – سدادات مطاطية) .

(3) أخطاء من التعرف على العينات :

1 استبدال عينة بأخرى .

2 وقت غير سليم أو غياب المعلومات .

(4) أخطاء من تحضير العينات :

1 قيم التجارب الغفل (أدوات طحن العينات) .

2 عدم التجانس .

3 الفقد بالتبخر لمواد متطايرة .

4 ظروف هضم العينات وعدم تكراريتها بنفس الظروف كاختلاف وقت وحرارة الهضم

(5) أخطاء من الكواشف المستخدمة :

1 استخدام كواشف غير نقية .

2 استخدام مذيبات غير نقية .

3 سوء تخزين الكواشف .

4 استخدام كواشف انتهت صلاحيتها .

5 استخدام حجوم غير صحيحة من المذيبات .

6 عدم ذوبانية الكواشف كاملة .

7 تبخر الكواشف .

(6) أخطاء من المواد المرجعية والقياسية المستخدمة :

1 مواد مرجعية غير نقية .

2 أخطاء من تداخل مواد غريبة فى المواد المرجعية .

3 اختلاف فيزيائي بين العينة والمادة المرجعية (مثل اللزوجة) .

4 استخدام قيم مرجعية خاطئة .

5 تغير المادة المرجعية نتيجة تخزين غير مناسب – تبخر – ادمصاص .

6 استخدام مواد مرجعية انتهت فترة صلاحيتها .

7 أخطاء فى تحضير المواد المرجعية .

(7) أخطاء من طريقة القياس المستخدمة :

1 الحيود عن الطريقة وعدم إتباع الطريقة تماماً .

2 أخطاء عند التحضير أو الخلط أو الإضافة .

3 استخدام عمليات تحليلية خاطئة .

4 عدم الالتزام بالمدى الذي يصلح .

5 إهمال المدى الخطي للتجربة .

6 إهمال حد التمييز .

7 إهمال قيم التجارب الغفل .

8 عدم ملاحظة وقت التفاعل بدقة .

9 عدم ضبط درجة الحرارة بدقة .

10 إهمال تراكب الخطوط وتداخلها فى قياس طيف الانبعاث .

(8) **أخطاء من المعايرة :**

1 أخطاء فى قياس الحجوم .

(9) **أخطاء الوزن :**

1 عدم ضبط صفر الميزان .

2 عدم معايرة الميزان .

(10) **أخطاء من استخدام الأجهزة :**

1 عدم نظافة الأجهزة المستخدمة .

2 التلوث .

3 عدم تجفيف الأجهزة .

4 استخدام أجهزة غير مناسبة وإهمال ضبطها .

5 عدم مراجعة نوعية النتائج .

6 إهمال صيانة الأجهزة .

7 تأثير الحرارة والكهرباء والمجال المغناطيسي على الأجهزة .

(11) **أخطاء من استخدام الماصات الزجاجية :**

1 -استبدال الماصات (ذات حجوم متفاوتة) .

2 -استخدام الماصة غير المناسبة .

3 -استخدام الماصات مبللة .

4 -استخدام ماصات غير معايرة أو يصعب معايرتها .

5 -طريقة الاستخدام غير الصحيحة مثل عدم الأخذ فى الاعتبار وقت التفريغ أو عدم استخدامها وهى فى وضع رأسي و عدم ملاحظة علامات البدء والنهاية بدقة ووجود فقاعات هواء .

6 -عدم نظافة الماصات يجعل فراغات بين سطحها الداخلي والمحلول .

7 -عدم التنبه والدقة فى الاستخدام .

(12) أخطاء من استخدام الماصات الأوتوماتيكية :

1 -استبدال الماصات ذات حجوم مختلفة .

2 -أخطاء فى الحجوم .

3 -عدم أحكام الطرف المتحرك .

4 -استخدام ماصة أطرافها تسرب المحاليل .

5 -التصاق المحاليل على السطح الخارجي .

6 -تفريغ الماصة بسرعة زائدة .

7 -سحب فقاعات هواء .

(13) أخطاء من أوعية تفريغ الجرعات :

1 -انسداد إبرة سحب وتفريغ العينات .

2 -استخدام أجهزة غير معايرة .

3 -وجود أنابيب أو صمامات يتسرب منها المحاليل .

4 -انسداد الأنابيب أو الصمامات .

5 -عدم ضبط الحجوم المحقونة .

6 -أخطاء من عدم دقة سرعة المضخات الناقلة للمحاليل .

(14) أخطاء من الخلية المستخدمة فى القياس :

1 -عيوب بالخلية كاختلاف الشفافية أو استخدام خلايا مختلفة .

2 -استخدام خلايا غير مناسبة كنوع الزجاج أو الحجوم .

3 -وضع الخلية بطريقة غير صحيحة .

4 -عدم ملء الخلية بحجم كاف .

5 -استخدام خلايا مبللة من الخارج .

6 -استخدام خلايا ذات سطوح مخدوشة أو خشنة .

7 -وجود فقاعات هواء داخل المحاليل المقاسة .

8 -استخدام خلايا غير نظيفة .

(15) أخطاء جهاز الفوتوميتر :

1 -أخطاء من عدم ضبط طول الموجة الملائمة للقياس .

2 -عدم وجود كثافة ضوئية كافية مثل استخدام اللمبات القديمة .

3 -عدم نظافة النظام الضوئي مثل المرايا والعدسات ووجود أتربة أو أبخرة عليها .

4 -عدم استخدام الجهاز المناسب كاستخدام جهاز بمرشح بدلاً من آخر مزود بآليه إعطاء ضوءا وحيد طول الموجة .

5 -عدم ضبط الجهاز .

6 -إهمال أية حيود .

7 -عدم ضبط نقطة الصفر .

8 -دخول ضوء فى غرفة العينة .

9 -عدم ضبط فتحة نافذة الجهاز لدخول الضوء .

10 -استخدام مرشح خطأ .

11 -استخدام كاشف تكبير الضوء غير صالح أو غير مضبوط .

12 -مدى غير ملائم للقياس .

13 -مسجل يعطى ذبذبات عالية .

14 -قراءات غير ثابتة لتذبذب التيار .

(16) أخطاء من تسجيل الاستجابة :

1 -استخدام مدى غير مناسب .

2 -أخطاء فى القراءة .

3 -استبدال النتائج .

4 -أخطاء فى التسجيل .

(17) أخطاء من الحسابات :

1 -أخطاء حسابية فى الوحدة المستخدمة – وحساب الكسور الجبرية .

2 -تقريب الأرقام .

3 -عدم حساب قيم التجربة الغفل للعينة أو الكاشف المستخدم .

4 -عدم استخدام معامل امتصاص صحيح .

5 -إهمال أو استخدام معامل تخفيف غير صحيح .

6 -عدم ا لانتباه على الانتقال إلى مدى قياس آخر .

(18) أخطاء أثناء نقل القراءات :

1 -الخطأ فى تصنيف الأخطاء وخلطها .

2 -الخطأ فى التهجئة .

3 -أخطاء نقل (مشوهة – غير كاملة) .

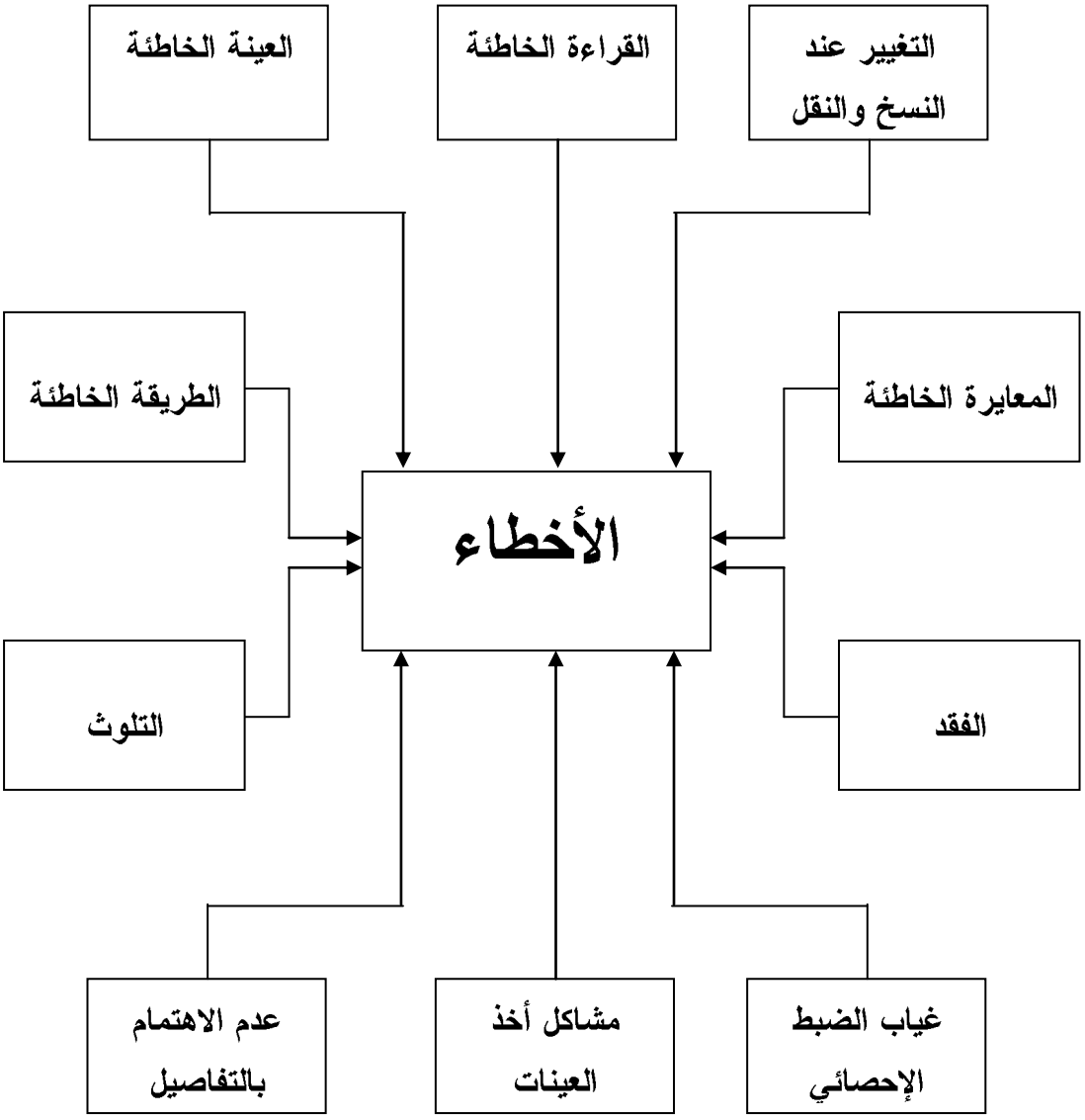
(19) أخطاء عند تسجيل النتائج :

1 -استبعاد أخطاء العينة .

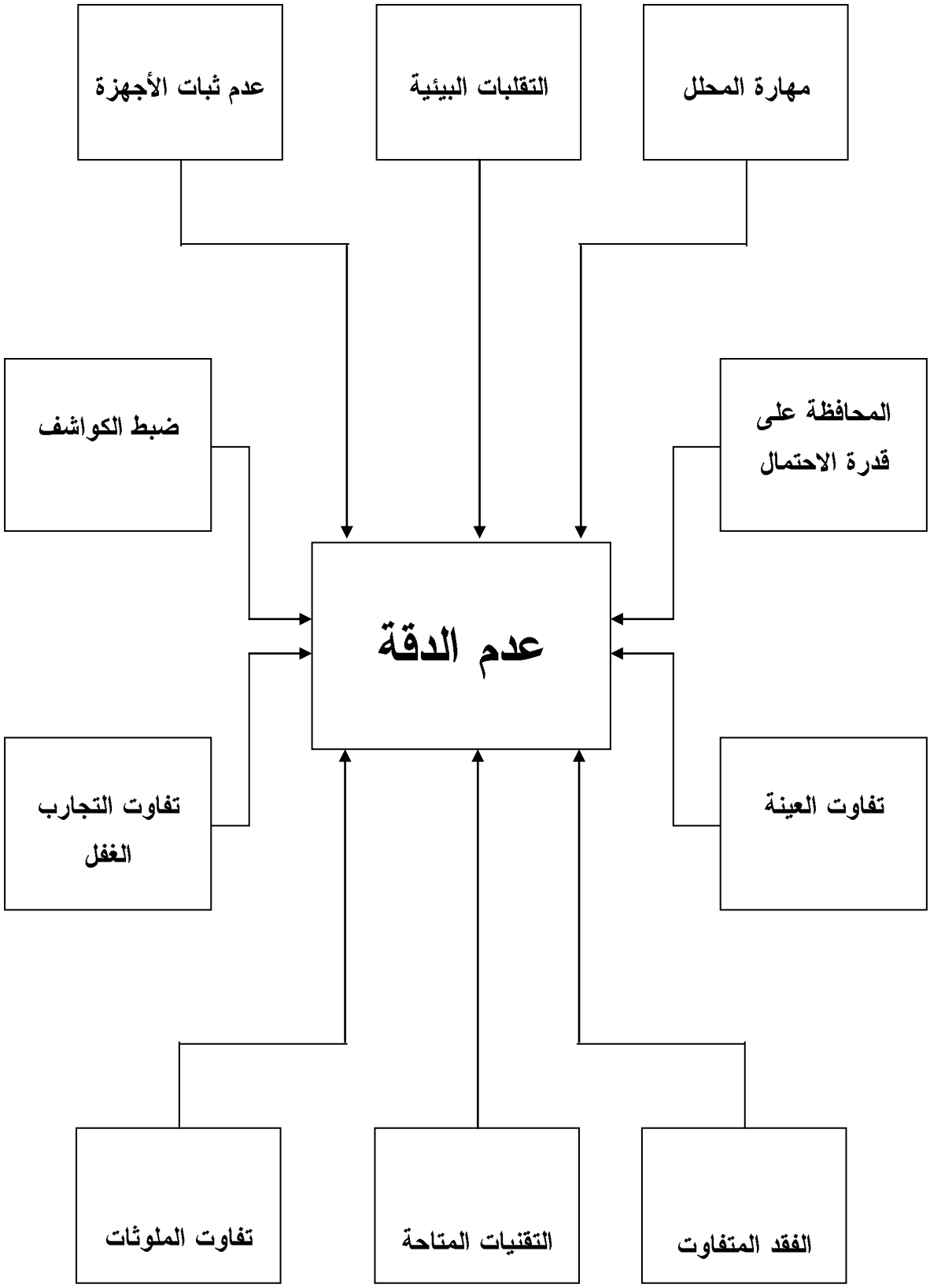
2 -عدم اتخاذ إجراءات ضبط وتأكيد الجودة .

3 -استبعاد الحالات خارج مدى الضبط .

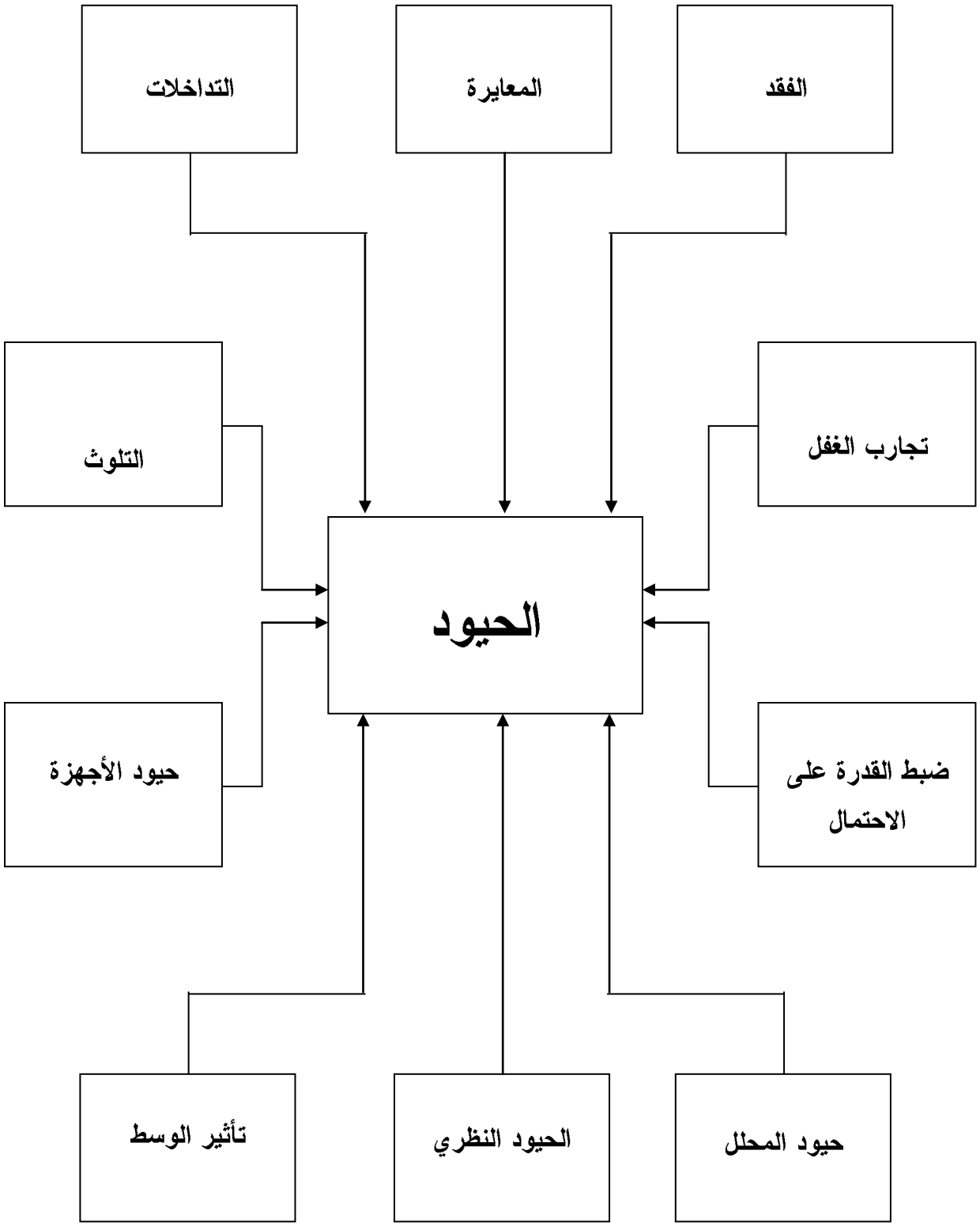
وتبين المخططات التالية بعض مصادر الخطأ فى التحاليل الكيميائية :



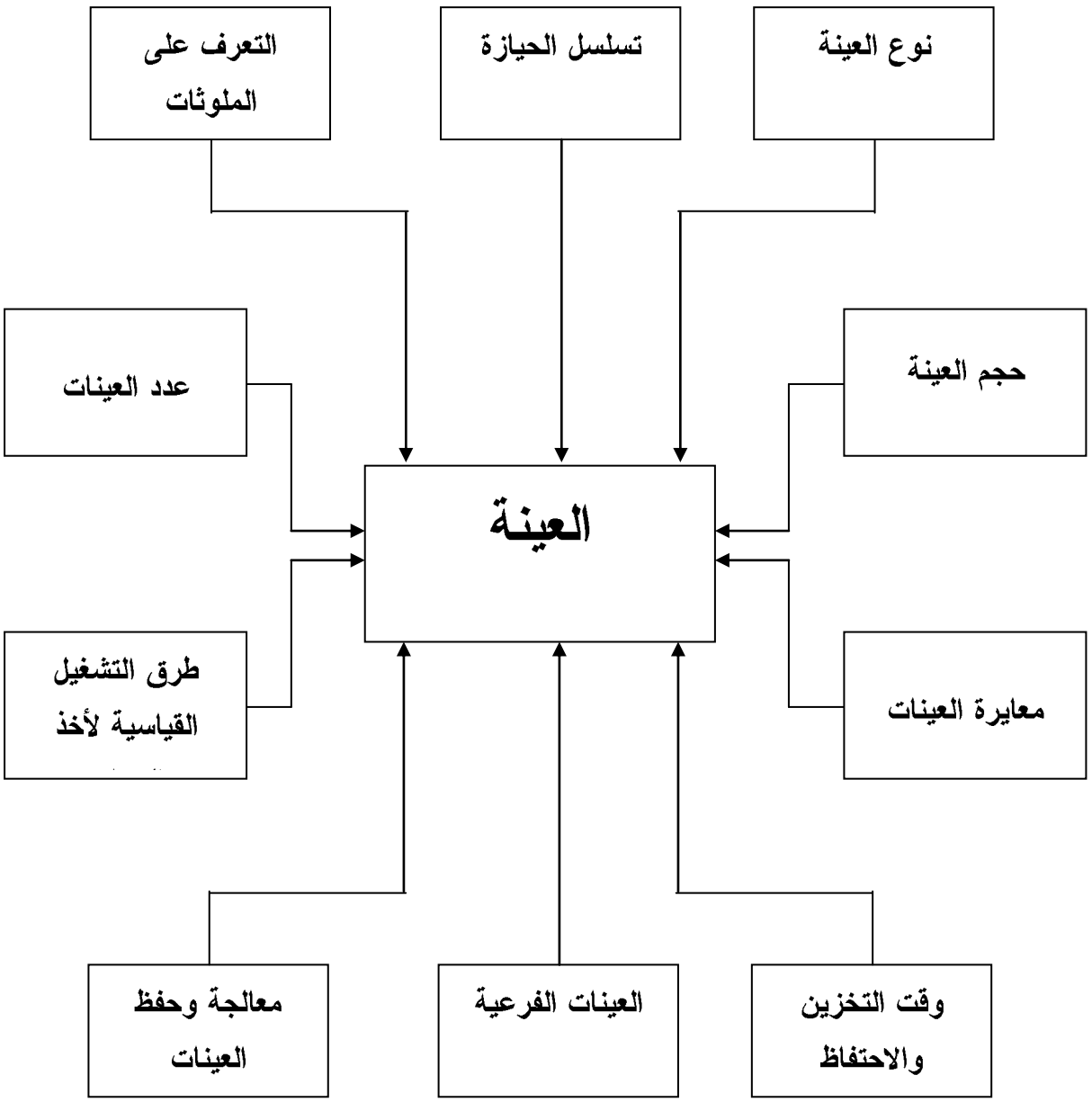
مصادر بعض الأخطاء فى القياسات



بعض مصادر عدم دقة النتائج



مصادر الحيود فى القياسات لمياه اللازمة



المحاور المتعلقة بإعداد خطة أخذ العينات

الفصل التاسع

الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الشرب والاحتياطات الواجب اتباعها

الباب التاسع

الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الشرب والاحتياطات الواجب إتباعها

أنواع التحاليل التى تجرى على مياه الشرب :

هناك ثلاث أنواع من التحاليل التى تجرى على المياه هى : التحاليل الفيزيائية والتحاليل الكيميائية والتحاليل البيولوجية .

التحاليل الفيزيائية :

- المواد الصلبة .
- الأس الايدروجيني .
- التوصيل الكهربي .
- درجة الحرارة .
- الرائحة – الطعم – اللون .
- العكارة .
- الإشعاعات .

التحاليل الكيميائية :

- المواد العضوية .

- مركبات الكبريت غير العضوية (كبريتيد – كبريتات) .
- مركبات النيتروجين غير العضوية (نترات – نيتريت – أمونيا – سيانيد) .
- مركبات الفوسفور غير العضوية (فوسفات) .
- مركبات الهالوجين غير العضوية (كلور – كلوريد – فلوريد) .

التحاليل البيولوجية :

- القولونيات الكلية .
- القولونيات الغائطية .
- الفيروسات .
- الطفيليات الأولية .
- الطحالب والفطريات .

أنواع وطبيعة المواد التى يجرى تحليلها فى المياه :

يتم تحليل المواد العضوية والمواد غير العضوية الموجودة فى المياه ، وتشمل المواد غير العضوية ، والمواد غير العضوية الأنيونية ، والمواد غير العضوية الكاتيونية ، والمواد غير العضوية المولدة للغازات .

المواد العضوية :

- الزيوت – الدهون – الشحوم .
- الفينول .
- المنظفات الصناعية .
- المبيدات الحشرية .

- المركبات العضوية المتطايرة .
- المركبات العضوية الحامضية أو القاعدية .

المواد غير العضوية الآنيونية :

- الفوسفات .
- الكبريتات .
- الكبريتيد .
- الكلوريد .
- الفلوريد .
- النترات .
- النيتريت .
- السيانيد .
- الكربونات .

المواد غير العضوية الكاتيونية :

- الصوديوم – البوتاسيوم .
- الكالسيوم – ماغنيسيوم – باريوم .
- العناصر الانتقالية (كروم – نحاس – حديد – منجنيز – زنك – نيكل – كوبلت) .
- العناصر الثقيلة والسامة (زئبق – فضة – رصاص – زرنيخ) .

المواد غير العضوية المولدة للغازات :

- الأمونيوم .
- الكربونات البيكربونات .

- الكبريتيد .
- السيانيد .
- النيتريت .

طرق تحليل المياه :

يتناول هذا البند أربعاً وعشرين طريقة لتحليل المياه :

1 – الأكسجين الحيوي الممتص (BOD) .

2 – الأكسجين المذاب (DO) .

3 – الأس الأيدروجيني (pH) .

4 – الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) .

5 – التوصيل الكهربي (Conductivity) .

6 – العكارة (Turbidity) .

7 – الفسفور (Phosphorus) .

8 – النيتريت (Nitrite) .

9 – النترات (Nitrate) .

10 –الأمونيا (Ammonia) .

11 –نيتروجين كلداهل الكلي (Total Kjedahl Nitrogen) .

12 –الزيوت والشحوم (Oil and Grease) .

13 –السيانيد (Cyanide) .

14 –الفينول (Phenol) .

15 –الكبريتيد (Sulfide) .

16 –الكبريتات (Sulfate) .

17 –الفلوريد (Fluoride) .

18 –الكلوريد (Chloride) .

19 –الكلور (Chlorine) .

20 –القلوية (Alkalinity) .

21 –الفلزات الثقيلة (Heavy Metals) .

22 –المنظفات الصناعية (Detergents) .

23 –المبيدات العضوية (Pesticides) .

24 –هيدروكربونات أروماتية عديدة (Polyaromatic Hydrocarbons) .

(1) الأكسجين الحيوي الممتص

أساس الطريقة :

قياس كمية الأكسجين المستهلك بالبكتريا لتحلل المركبات العضوية وذلك بقياس تركيز كمية من الأكسجين مضافة إلى العينة قبل وبعد 5 أيام عند درجة 20°م .

الاحتياطات :

1 – تضاف المواد بالترتيب المذكورة فى الطريقة محلول الفوسفات المنظم – ثم كبريتات الماغنسيوم – ثم كلوريد الكالسيوم – ثم كلوريد الحديديك .

2 – بعد تهوية مياه التخفيف يجب أن تبقى عند درجة 20°م لمدة يوم على الأقل حتى يتم التوازن .

3 – يجب أن يكون الأس الأيدروجيني للعينة 6.5–8.5 .

4 – منع وجود أية فقاعات فى زجاجات القياس .

5 – عند الضرورة يجب الأخذ فى الاعتبار أى تغير فى الحجم نتيجة إضافة بكتريا خارجية .

6 – إضافة ماء إلى عنق الزجاجة لمنع أى تسرب .

7 – معالجة خاصة للعينات المحتوية على مواد تتداخل مع الاختبار مثل الحديد أو الكلور المتبقى .

8 – إضافة بكتريا خارجية ضروري عند التعامل مع عينات معقمة .

9 – يحصل على البكتريا من أخذ جزء من محلول الحمأة وتترك لترسب عند 20°م لمدة يوم ويضاف عادة 1–2 سم^3 لكل لتر من ماء التخفيف .

10 –يحضر لتر من ماء التخفيف المحتوى على الأكسجين يضاف إليه 1 سم^3 من كل من محلول الفوسفات المنظم (أس أيدروجيني 7.2) – كبريتات ماغنسيوم – كلوريد كالسيوم – كلوريد حديديك على الترتيب ويمكن إضافة بكتريا التنشيط إذا لزم الأمر .

11 –تعادل العينة المراد فحصها عند أس أيدروجيني 7 بواسطة أيدروكسيد صوديوم أو حمض أيدروكلوريك .

12 –يراعى التخلص من الكلور إذا وجد باستخدام كبريتيت الصوديوم .

13 –تجرى التجربة باستخدام تخفيفين على الأقل بحيث ينتهى استهلاك الأكسجين فى مدى 40–70% .

14 –يقاس الأكسجين الذائب قبل وبعد فترة حضانة 5 أيام عند درجة 20°م .

طريقة الحساب :

فى حالة عينات لم تخفف فإن :

BOD = mg O_2/L (DO) before incubation - mg O_2/L (DO) after incubation

فى حالة قياس عينات تم تخفيفها :

$$BOD = \frac{[(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)] \times 100}{\% \quad sample} \text{ mg } O_2/L$$

حيث :

D_1 = تركيز الأكسجين المذاب DO فى العينة المخففة عند بداية التجربة .

D_2 = متوسط تركيز الأكسجين المذاب للعينة المخففة بعد 5 أيام .

B_1 = متوسط تركيز الأكسجين المذاب لمحلول التخفيف الغفل عند بداية التجربة.

B_2 = متوسط تركيز الأكسجين المذاب لمحلول التخفيف الغفل بعد 5 أيام .

وحدة القياس :

. mg O_2/L

(2) الأكسجين المذاب

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على إضافة المنجنيز الثنائي فى وسط قلوي حيث يتحول بتأثير الأكسجين فى العينة إلى منجنيز عالي التكافؤ ذى لون يميل إلى البرتقالي والبني . وبإضافة يوديد البوتاسيوم والحمض تتأكسد كمية مكافئة من اليوديد وتتحول إلى اليود الذي يعاير بمحلول قياس من ثيوكبريتات الصوديوم .

الاحتياطات :

1 -لا تستخدم المنظفات التخليقية فى غسل زجاجات قياس الأكسجين المذاب .
وتغسل الزجاجات الجديدة 5 عياري من حمض الكبريتيك .

2 -قبل أخذ العينة تغسل الزجاجة بنفس محلول العينة .

3 -تملأ الزجاجة كاملة ولا تترك أية فقاعات هوائية .

4 -إجراء المعايرة بأسرع ما يمكن .

طريقة الحساب :

$$\text{DO mg/L} = \frac{10 \times \text{thiosulfate for 101.3ml sample}}{10 \text{ of thiosulfate for 10ml of 0.0125 NKI}}$$

وتسجل النتائج إلى أقرب 0.1 ملليجرام/لتر

وبقياس الأكسجين المذاب إلى أقرب 0.05 ملليجرام/لتر

وحدة القياس :

mg O_2/L

(3) الأس (الرقم) الأيدروجيني :

أساس الطريقة :

استخدام قطبي الزجاج مع قطب مرجع لقياس تركيز أيون الأيدروجين .

الاحتياطات :

1 - غسل الأقطاب جيداً بالماء المقطر .

2 - ضبط درجة الحرارة بالجهاز يدوياً أو اوتوماتيكياً .

3 - التأكد من وجود محلول الملء فى القطب المرجع فى مستوى مناسب .

4 - يحفظ القطب فى ماء مقطر .

5 - يسجل الأس الايدروجيني فى موقع أخذ العينة أو بمجرد استلامها .

6 - يقاس الأس الايدروجيني للمحاليل قبل إضافة مواد حافظة لها .

7 - يعاير الجهاز قبل القياس باستخدام محاليل منظمة قياسية .

وحدة القياس :

pH

(4) الأكسجين الكيميائي المستهلك :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على الأكسدة الكلية للمركبات العضوية وتحويلها إلى ثاني أكسيد الكربون والماء وذلك بغليها مع كمية محددة من مادة مؤكسدة مثل ثاني كرومات البوتاسيوم فى وجود حمض الكبريتي لمدة ساعتين ومعايرة المتبقى فى ثاني الكرومات باستخدام محلول قياس من كبريتات الحديدوز الأمونيومية .

الاحتياطات :

1 - لا يزيد تركيز حمض الكبريتيك فى محلول عينة التجربة النهائي عن 18 عياري.

2 -ترتيب إضافة المواد هو : كبريتات الزئبقيك ثم العينة ثم ثنائي كرومات البوتاسيوم ثم حمض الكبريتيك .

3 -يجرى غليان العينة والتجربة الغفل فى نفس الوقت .

4 -بعد المعايرة ، يجرى تبريد العينة وغسل المكثف بالماء المقطر والتبريد ثم المعايرة .

طريقة الحساب :

$$\text{COD, mg } O_2/L = \frac{(a-b) \times N \times 800}{\text{ml of sample}}$$

حيث :

a = حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلك فى التجربة الغفل .

b = حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلك فى التجربة الفعلية .

N = عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية .

وتسجل النتيجة إلى أقرب عدد صحيح .

وحدة القياس :

mg O_2/L

(5) التوصيل الكهربي :

أساس القياس :

قياس التوصيل الكهربي الذي يتفاوت نتيجة ذوبان بعض الأملاح المعدنية ويمكن استخدام قيم التوصيل الكهربي فى معرفة كمية المواد الذائبة ، ومعامل التحويل يتراوح بين 0.55

إلى 0.9 . وعند ضرب قيمة التوصيل الكهربي (ميكروأوم/سم) فى هذا المعامل ينتج كمية المواد الذائبة (مجم/لتر) .

الاحتياطات :

1 - تحفظ الخلية أو أقطاب التوصيل فى ماء مقطر فى فترة عدم الاستخدام .

2 - تسجل درجة الحرارة ويجرى تصحيح للقيم المقروءة .

3 - تجرى معايرة للخلية المستخدمة .

4 - يستخدم ماء توصيل (Conductivity water) عند تحضير المحاليل القياسية .

5 - يجرى قياس التوصيل بأسرع ما يمكن .

طريقة الحساب :

$$\text{Conductivity at } 25^{o}C = \frac{\text{Conductivity Reading (ms/m or } \mu \text{ mho/cm)}}{1 + 0.0191\ (T - 25)}$$

حيث :

T هى درجة الحرارة التى يجرى عندها القياس .

وحدة القياس : (ms/m) وهى milli Siemens / meter

(6) العكارة :

أساس الطريقة :

تعتمد طريقة القياس على مقارنة كمية الضوء الذي يتشتت باستخدام معلق قياسي بكمية الضوء المتشتت باستخدام العينة وكلما ازدادت العكارة ازداد التشتت .

الاحتياطات :

1 -استعمال زجاجات نظيف تماماً .

2 -التأكد من خلو عينة القياس من فقاعات الهواء .

طريقة الحساب :

$$\textbf{Sample NTU} = \frac{\text{NTU measured}}{\text{Proportion of sample in dilution}}$$

وحدة القياس :

NTU وهى (Nephalometric Turbidity Units)

(7) الفوسفور :

أساس الطريقة :

يقاس الأرثوفوسفات بتفاعله مع موليبدات الأمونيوم الذي يتم اختزاله ليعطي لوناً أزرق يعرف بأزرق الموليبدنم الذي يقاس امتصاص كثافته الضوئية .

وتقاس الفوسفات الكلية وهى العضوية وغير العضوية بإجراء عملية هضم مسبقة لتحويل الفوسفور العضوي إلى أرثوفوسفات الذي يقدر بطريقة أزرق الموليبدنم .

الاحتياطات :

1 -الأخذ فى الاعتبار أن وجود الزرنيخات يؤثر على النتائج .

2 -وجود الكبريتيد يتداخل ويؤثر على النتائج ويجب اكسدته بواسطة برمنجانات البوتاسيوم متبوعة بحمض الاسكوربيك .

3 -وجود الكروومات (الكروم السداسي) يؤثر على النتائج ويجب التخلص منه بواسطة حمض الاسكوربيك .

طريقة الحساب :

$$\textbf{Phosphate – P (µ g P/L)} = \frac{\mu \quad P \quad measured \quad x \quad 1000}{sample \quad volume \quad (ml)}$$

وحدة القياس :

. (mg P/L) أو (µg P/L)

(8) النيتريت

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة علي تفاعل النيتريت في وسط حامضي قوى مع سلفينااميد ، ثم تفاعل مركب الديازو الناتج مع n (1 . نافثيل) – إيثيلين ثنائي أمين داي هيدروكلوريد ليتكون للون أحمر من مركبات الأزو الذي سيقاس كثافته الضوئية .

الاحتياطات :

1 -يجب أن تكون العينة شفافة وغير ملونة .

2 -يجري التحليل في أسرع وقت ممكن .

3 -يمكن إجراء التحليل خلال يومين إذا حفظت العينة عند – 20 ^{5} م أو بإضافة 40 مجم من أيون الزئبقيك علي كل لتر من العينة وحفظها عند 4 ^{5} م .

طريقة الحساب :

$$\text{Nitrite - N} = \frac{1000 \quad x \quad (\mu g NO_2 - N)}{\text{Vol. sample (ml)}}$$

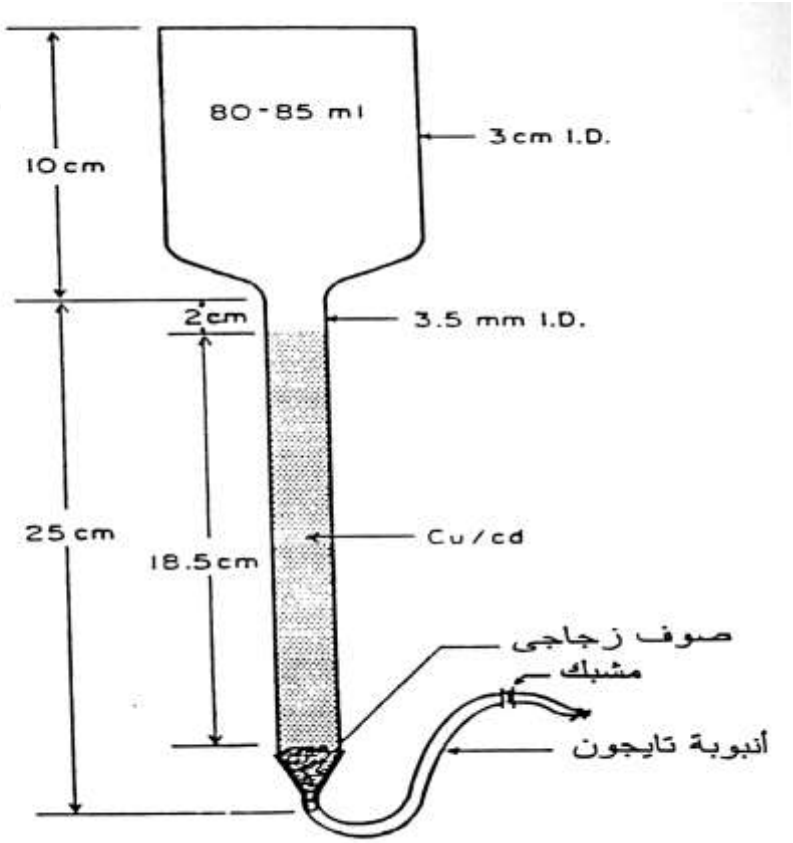
وحدة القياس :

(µg /L) أو (mg /L) .

(9) النترات

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة علي اختزال النترات إلي النيتريت ، ويتم ذلك باستخدام عمود زجاجي يحتوي علي الكاديوم كما هو مبين في الشكل رقم (8) . ويقدر النيتريت بالطريقة السابق ذكرها ، كذلك يمكن استخدام طريقة البروسين الذي بتفاعله مع النترات في وجود حمض كبرتيك يتكون مركب ذو للون أصفر يمكن قياس كثافته الضوئية .



شكل رقم (8)

عمود الاختزال

الاحتياطات :

1 - ترشيح العينة من إية مواد عالقة .

2 - العينات عالية العكارة يضاف إليها كبريتات خارصين لإزالة العكارة .

3 - العينات المحتوية علي نسبة عالية من الحديد – النحاس – الكاديوم ، يضاف إليها edta لمنع تأثير هذه العناصر .

4 - يفضل إجراء التحليل مباشرة وإذا لزم تخزينها يضاف 0.8 سم ^{3} من حمض الكبرتيك لكل لتر .

5 - عند استخدام طريقة البروسين فإن ضبط حرارة التفاعل عامل رئيسي للحصول علي نتائج صحيحة . كما يجب إزالة الكلور من العينة .

طريقة الحساب :

$$NO_3 - N = \frac{\mu g NO_3 - N}{\text{Vol. of sample (ml)}}$$

وحدة القياس :

(mg /L)

(10) الأمونيا

أساس الطريقة :

تقاس الأمونيا بعدة طرق :

1- التقطير والمعايرة الحجمية .

2- التقطير والتفاعل مع محلول نسلر وقياس الكثافة الضوئية للون المتكون .

3- قياس الجهد باستخدام مجس غاز الأمونيا .

الاحتياطات :

1- عند وجود أية ألوان في مياه التحاليل تستخدم طريقة القطير أو الطريقة الجهدية .

2- وجود الكيتونات – الأمونيا الأرومانية والألدهيدات والكحولات تتداخل في طريقة نسلر الطيفية .

3- أن يكون الأس الأيدروجيني للعينة أقل من 6 .

طريقة الحساب :

(1) المعايرة الحجمية :

$$NH_3 - N = \frac{(A - B) \quad N \quad x \quad 14 \quad x \quad 1000}{S}$$

حيث :

A = حجم حمض الكبرتيك المستخدم في معايرة الأمونيا الناتجة من تقطير العينة .

B = حجم حمض الكبرتيك المستخدم في معايرة التجربة الغفل .

N = عيارية حمض الكبرتيك المستخدم في المعايرة .

S = حجم العينة .

(2)قياس طيف الامتصاص :

$$NH_3 - N = \frac{A \quad x \quad 1000}{D} \times \frac{B}{C}$$

حيث :

A = ميللجرامات الأمونيا – نيتروجين المقرؤة من منحني القياس .

B = حجم المحلول المقطر المجمع في حمض البوريك .

C = حجم المحلول الذي تم تفاعله مع محلول نسلر .

D = حجم العينة الرئيسي .

قياس باستخدام قطب الأمونيا :

$$NH_3 - N = \frac{(A - B) \quad x \quad 1000}{C}$$

حيث :

A = ميللجرامات الأمونيا – نيتروجين من منحني القياس الجهدى .

B = ميللجرامات الامونيا – نيتروجين من التجربة الغفل .

C = حجم العينة المأخوذة .

وحدة القياس :(mg/L) .

(11) نيتروجين كلداهل الكلي :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة علي هضم محلول من عينة المياه لتحويل النيتروجين بها إلي ملح أمونيوم يسهل تقطير الأمونيا وقياسها بواسطة :

(1) المعايرة الحجمية .

(2) قياس طيف الامتصاص .

(3) القياس الجهدى .

الاحتياطات :

(1) استخدام حجوم من العينة يتناسب مع كمية النيتروجين العضوي حيث يؤخذ 500 سم^3 من العينة المحتوية علي من صفر إلي 5 جم/ لتر نيتروجين ، ويؤخذ 25 سم^3 من العينة المحتوية علي من 50 إلي 500 مجم/ لتر نيتروجين .

(2) مراعاة أن يكون الأس الأيدروجيني للعينة 7 أو أقل .

(3) إن وجدت كمية كبيرة من النترات (أكثر من 10 أمثال النيتروجين العضوي) ، يجب إزالتها أو لا بواسطة مبادل انيوني .

طرق الحساب :

كما سبق مع الأمونيا .

(12) الزيوت والشحوم :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة علي الاستخلاص من الأثير البترولي والتبخير وقياس الوزن .

الاحتياطات :

(1) ضبط الأس اليدروجيني للعينة عند 2 بواسطة حمض الايدروكلوريك .

(2) تجفيف كبريتات الصوديوم اللامائية جيدا .

(3) إجراء عمليات الوزن عدة مرات حتى ثباتها .

(4) استخدام نفس الميزان في الوزن .

(5) التأكد من دقة ومعايرة الميزان .

طريقة الحساب :

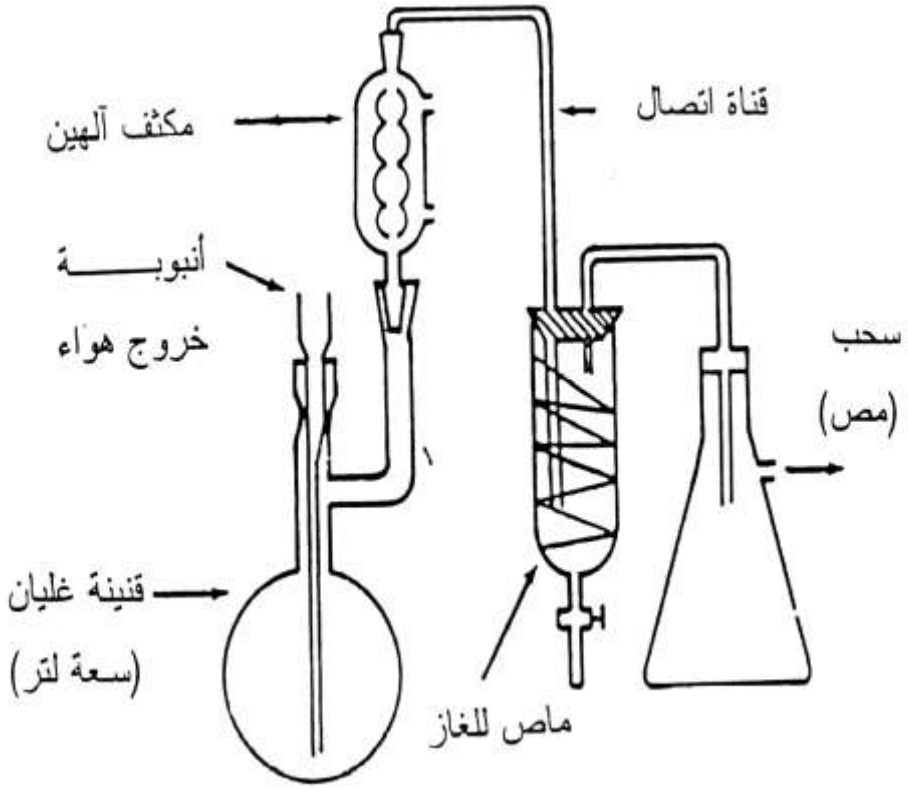
$$\text{Oil and grease} = \frac{1000 \text{ x weight of residue } \mu g}{\text{Vol of Sample Taken (ml)}}$$

وحدة القياس :(mg/L)

13- السيانيد :

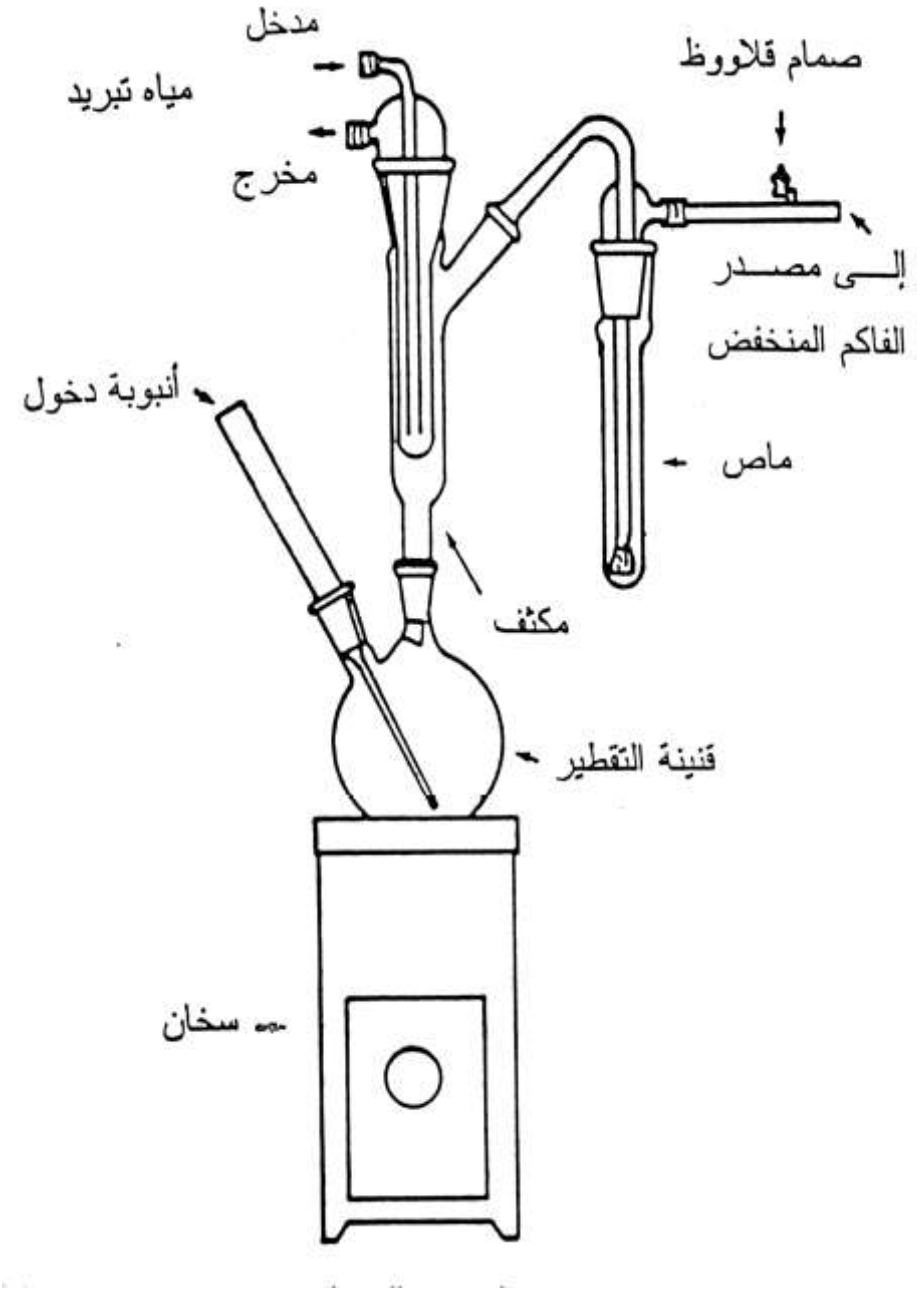
أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على تقطير العينة المحمضة وجمع حمض الهيدروسيانيك الناتج فى ايدروكسيد صوديوم وتقديره بالمعايرة الحجمية ، أو بتحويله إلى كلوريد السيانوجين وتقديره طيفياً . ويستخدم أحد الأجهزة المبينة فى الأشكال (1) ، (2) ، (3) فى عملية التقطير .



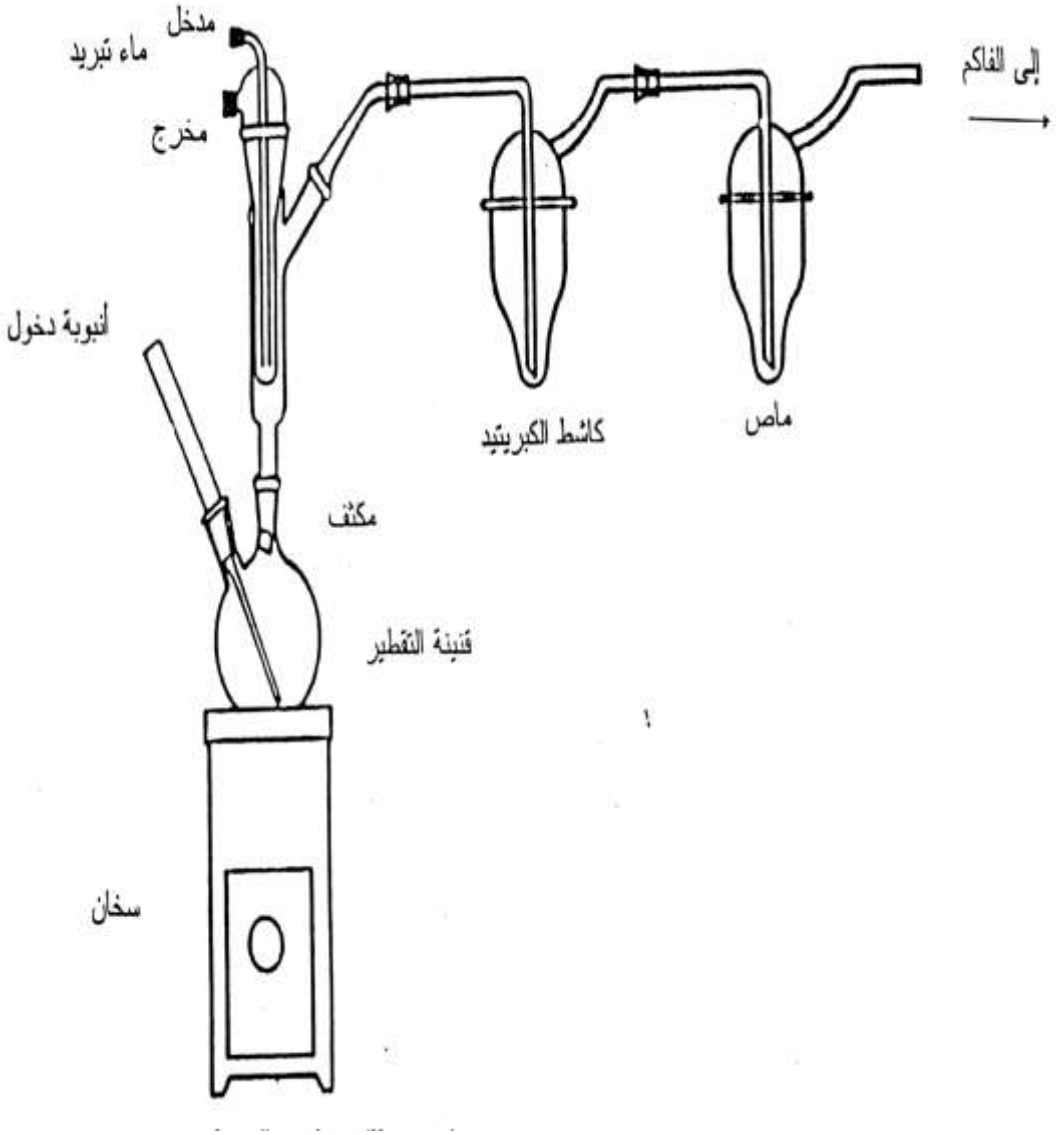
شكل رقم (1)

جهاز تقطير السيانيد ، نموذج (أ)



شكل رقم (2)

جهاز تقطير السيانيد ، نموذج (ب)



شكل رقم (3)

جهاز تقطير السيانيد ، نموذج (جـــ)

الاحتياطات :

(1) يضاف حمض الاسكوربيك فى وجود الكلور فى العينة .

(2) تحفظ العينة فى وسط قلوى (أس أيدروجيني أكبر من 12) .

(3) تحلل العينة بمجرد جمعها .

(4) فى وجود النتريت أو النترات يجب إضافة حمض السلفاميك .

(5) وجود أحماض الأليفاتية يتداخل فى التقدير ويجب إزالتها باستخلاصها بمذيب عضوي .

(6) فى حالة وجود كبريتيد فى العينة يجب إمرار الحمض المتطاير فى خلات الرصاص.

طريقة الحساب :

(1)طريقة المعايرة الحجمية :

$$CN = \frac{(A-B) \quad x \quad 100}{ml \quad original \quad sample} \times \frac{250 \quad x \quad 26 \quad x \quad N}{ml \quad of \quad aliquat \quad titrated}$$

حيث :

A = حجم نترات الفضة المستخدمة فى معايرة العينة المأخوذة من 250 سم^3 هو الحجم الكلي.

B = حجم نترات الفضة المستخدمة فى التجربة الغفل .

N = عيارية نترات الفضة .

(2) الطريقة الطيفية :

$$CN = \frac{A \quad x \quad 100}{B} \times \frac{50}{C}$$

حيث :

A = وزن السيانيد (ميكروجرام) من منحنى المعايرة .

B = حجم العينة المأخوذة للمعايرة .

C = حجم العينة المأخوذة للقياس الطيفي .

وحدة القياس : µg/L

(14) الفينول :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على تقطير الفينول ثم تفاعله مع 4–أمينو أنتى بيرين عند أس أيدروجيني 7.9 فى وجود بوتاسيوم حديدي السيانيد ، ويقاس اللون الناتج .

الاحتياطات :

(1) تضاف كبريتات النحاس للمحلول المحمض عند أس أيدروجيني 4 لإيقاف نمو البكتريا .

(2) تحلل العينة خلال 24 ساعة من التجميع على أن تحفظ خلال ذلك عند درجة حرارة 4°م .

(3) تحمض العينة عن أس أيدروجيني أقل من 4 بواسطة حمض الفوسفوريك فى حالة وجود مركبات الكبريت التى تتداخل .

(4) فى حالة وجود الكلور تضاف كبريتات الحديدوز الأمونيومية لمنع أكسدة الفينول

طريقة الحساب :

$$\text{Phenol} = \frac{1000 \text{ x reading from graph mg}}{\text{vol. of sample taken (ml)}}$$

وحدة القياس : (mg/L) أو (µg/L)

(15) الكبريتيد :

أساس الطريقة :

تستخدم طريقتين أحداهما معايرة حجمية تعتمد على إضافة حجم معلوم من محلول قياسي من اليود فى وسط حامضي لأكسدة الكبريتيد وتعاير الزيادة غير المتفاعلة مع ثيوكبريتات الصوديوم . والطريقة الثانية تعتمد على إضافة ثنائي ميثيل – بارا – فينيلين داى أمين فى وجود كلوريد الحديديك وقياس اللون المتكون .

الاحتياطات :

(1) إذا لم تكن العينة المجمعة قد أضيف إليها خلات الخارصين لحفظها وجب تحليلها فوراً .

(2) عدم تعريض العينات إلى أكسجين أو هواء لمنع أكسدة الكبريتيد .

(3) التأكد من عدم وجود الكبريتيت والثيوكبريتات والهيدروكبريتيت .

(4) تجنب استخدام الطريقة الطيفية إذا كانت العينة عكرة أو ملونة .

طريقة الحساب :

$$\text{Sulfide} = \frac{400 \quad (A - B)}{\text{ml} \quad \text{sample}}$$

حيث :

A = حجم اليود المضاف أو المستخدم فى التجربة .

B = حجم ثيوكبريتات الصوديوم المكافئ لليود المتبقى .

وحدة القياس : (mg/L) .

(16) الكبريتات :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على تحويل الكبريتات الذائبة إلى كبريتات باريوم غير ذائبة ، والتى تقاس عكارتها وتقارن بمنحنى قياسي .

الاحتياطات :

(1) التأكد من عدم وجود أى عوالق أو ألوان فى المحلول ، وفى حالة وجودها تجرى تجربة غفل .

(2) التأكد من عدم وجود سليكا بتركيز من 500 مجم/لتر لتداخلها .

(3) تقاس العكارة كل 30 ثانية ولمدة 4 دقائق ويؤخذ أعلاها .

طريقة الحساب :

$$SO_4 = \frac{mgSO_4 \quad x \quad 1000}{ml \quad sample}$$

وحدة القياس :(mg/L) .

(17) الفلوريد :

أساس الطريقة :

قياس جهد قطب الفلوريد المنتخب الأيوني .

الاحتياطات :

(1) ضبط الأس الايدروجيني فى حدود 5 .

(2) إضافة 2.1–سيكلوهكسلين ثنائي نيتريلو رباعي حمض الخليك (CDTA) من تداخلات العناصر الفلزية .

طريقة الحساب :

$$F = \frac{mgF \quad x \quad 100}{ml \quad of \quad sample}$$

وحدة القياس : (mg/L)

(18) الكلوريد :

أساس الطريقة :

معايرة الكلوريد مع نترات الزئبقيك باستخدام دليل ثنائي فينيل كربازون .

الاحتياطات :

(1) يجب أكسدة الكبريتيت إذا وجد باستخدام فوق أكسيد الهيدروجين .

(2) يضاف هيدروكينون فى حالة وجود كرومات .

طريقة الحساب :

$$\text{Chloride} = \frac{(A - B) \quad N \quad x \quad 35.5}{\text{ml} \quad \text{of} \quad \text{sample}}$$

حيث :

A = حجم نترات الزئبقيك المستهلكة فى معايرة العينة .

B = حجم نترات الزئبقيك المستهلكة فى معايرة التجربة الغفل .

N = عيارية نترات الزئبقيك .

وحدة القياس : (mg/L) .

(19) الكلور :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على تفاعل الكلور مع يوديد البوتاسيوم وفينيل أكسيد الزرنيخ وتقدير الزيادة باستخدام اليود عند أس أيدروجيني 4 أو إضافة يوديد البوتاسيوم ومعايرة اليود المنطلق مع فينيل أكسيد الزرنيخ .

الاحتياطات :

(1) ضبط الأس الأيدروجيني عند 4 قبل إضافة اليوديد لتقليل أثر المنجنيز والحديد والنيتريت إذا وجد .

(2) فى حالة غياب العناصر السابقة ووجود كمية عالية من المركبات العضوية يضبط الأس الايدروجيني إلى 1 قبل إضافة يوديد البوتاسيوم .

(3) استخدام طريقة الإضافة القياسية إذا كان العينات علكرة أو ملونة .

(4) لا يستخدم حمض الايدروكلوريك فى التحميض ويستخدم حمض الخليك أو الكبريتيك.

طريقة الحساب : $$Q_2 = \frac{(A - 5B) \quad x \quad 200}{C}$$

حيث :

A = حجم فينيل أكسيد الزرنيخ (عيارية 0.00564) .

B = حجم اليود (عيارية 0.0282) .

C = حجم العينة (سم^3) .

وحدة القياس : (mg/L) .

(20) القلوية :

أساس الطريقة :

معايرة المحلول حتى يصل إلى أس ايدروجيني 4.5 ، وفى حالة مياه محتوية على نسبة عالية من الأحماض يعاير حتى تصل إلى أس أيدروجيني 3.9 .

الاحتياطات :

(1) لا يجب ترشيح أو تخفيف أو تركيز عينة القياس .

(2) لا تفتح القاروة المحتوية على العينة إلا قبل التحليل مباشرة .

(3) التأكد من غياب زيوت أو شحوم بدرجة عالية .

طريقة الحساب :

$$\text{Alkalinity} = \frac{A \quad x \quad N \quad x \quad 50{,}000}{ml \quad sample}$$

حيث :

A = حجم الحامض المستخدم فى المعايرة .

N = عيارية الحامض المستخدم فى المعايرة .

وحدة القياس : ($mg/L\ CaCO_3$) .

(21) الفلزات الثقيلة :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على هضم العينة مع حمض النيتريك والتبخير ثم الإذابة فى الماء وقياس طيف الامتصاص الذري للعناصر وفى حالة عنصر الزئبق تجرى عملية الهضم باستخدام حمض الكبريتيك وبرمنجنات البوتاسيوم .

الاحتياطات :

(1) تحميض العينات وإجراء عملية هضم لكاملة .

(2) قياس طيف الامتصاص الذري عند الطول الموجي المناسب لكل عنصر .

(3) عمل منحنى قياس بتركيزات تتناسب مع ما هو متوقع فى العينة .

(4) استخدام اللهب المناسب أو الفرن الجرافيني .

(5) استخدام طريقة البخار البارد لقياس الزئبق والهيدريد لقياس الزرنيخ .

(22) المنظفات الصناعية :

أساس الطريقة :

استخلاص المنظف فى هيئة أيون مزدوج مع أزرق الميثلين فى مذيب عضوى وقياس امتصاص اللون .

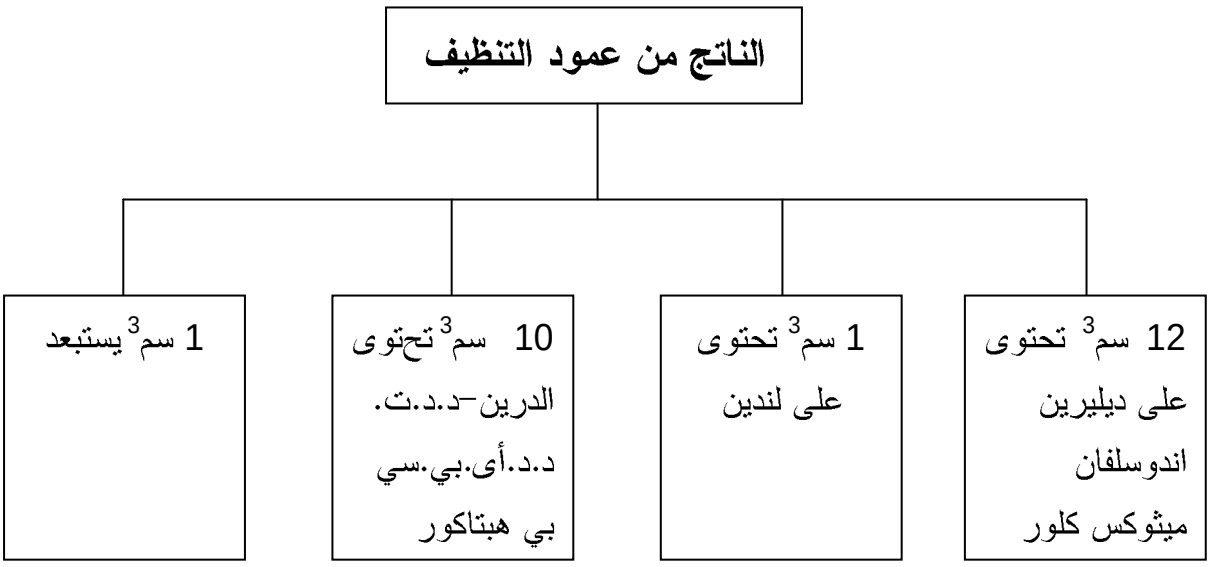
الاحتياطات :

لا تستخدم هذه الطريقة مع المياه عالية الملوحة لتداخل الكلوريد .

(23) المبيدات العضوية :

أساس الطريقة :

يؤخذ لتر من العينة ويضاف له 20 سم^3 من الهكسان العادي ويستخلص الجزء العضوي ويتم هذا مرتين ، ويجفف المستخلص باستخدام كبريتات الصوديوم الجافة ، ويجرى التحليل باستخدام كروماتوجرافيا الغاز . ويمكن تنظيف العينات بإمرارها فى عمود زجاجي (10 سم طول و5مم نصف قطر) محتوى على سليكا جيل منشطة بالتسخين عند درجة حرارة 110°م ويغسل العمود بـــ15 سم^3 من مخلوط ايزوأوكتان بنزين بنسبة (95 : 5) و10 سم^3 من مخلوط ايزوأوكتان بنزين بنسبة (70 : 30) ثم 10 سم^3 من البنزين ويجمع الناتج جزيئاً .



(24) هيدروكربونات أروماتين عديدة :

أساس الطريقة :

تستخلص الهيدروكربونات باستخدام 1 لتر من العينة وإضافة 60 سم^3 من كلوريد الميثيلين ، وتستخلص العينة ويتكرر ذلك مرتين ، ثم يركز المستخلص بالتسخين عند 60°م ، ويقدر المحتوى باستخدام كروماتوجرافيا الغاز .

الفصل العاشر

دلالات الاختبارات الرئيسية لمياه الشرب

الباب العاشر

دلالات الاختبارات الرئيسية لمياه الشرب

دلالات الاختبارات :

تدل نتائج الاختبارات والتحاليل التى تجرى على الأنواع المختلفة من المياه على بعض المؤشرات الهامة ، فيما يتعلق بصلاحية هذه المياه للاستخدام الآدمي فى الشرب .

ونورد فيما يلي دلالة بعض الاختبارات :

1- الأس الايدروجيني :

يعتبر قياس الأس الهيدروجيني pH من أهم المعايير ، وأكثرها استخداماً فى التحقق من نوعية المياه ، ويستخدم هذا الأس فى حسابات القلوية ، وثاني أكسيد الكربون ، والتوازنات الحامضية والقاعدية . ويتراوح الأس الايدروجيني للمياه الطبيعي عادة بين 4 و 9 ، وتميل معظمها إلى القلوية لوجود البيكربونات والكربونات لبعض عناصر الأقلاء والأقلاء الأرضية .

2- التوصل الكهربي :

التوصيل الكهربي ، هو رقم للتعبير عن قابلية المحلول المائي على توصيل التيار الكهربي ، وهذه القدرة تعتمد على وجود الأملاح ، وتركيزها ،

وتكافؤات أيوناتها . ويتراوح التوصيل الكهربي للمياه الصالحة للشرب من 50 إلى 1500 مللى أو/سم .

3- العكارة :

يتسبب وجود مواد عالقة فى المياه فى تعكيرها ، وهذه المواد مثل الطمي ، والمواد العضوية ، وغير العضوية الدقيقة ، والمواد العضوية الذائبة ، والكائنات الميكروسكوبية . وصفاء الماء عنصر هام فى تحديد صلاحية نوعية المياه التى يستخدمها الإنسان . ولقد اقترحت منظمة الصحة العالمية WHO أن العكارة يجب أن تكون أقل من 5 ولا تزيد عن 25 وحدة .

4- درجة الحرارة :

عادة ما تكون درجة حرارة مياه الصرف أعلى من درجة حرارة المياه المستخدمة ، وذلك لتسخين بعضها أثناء الاستخدامات المنزلية ، أو النشاطات الصناعية ، ويعتبر اختبار درجة الحرارة من الاختبارات المهمة ، حيث يؤدي ارتفاع درجة الحرارة إلى التأثير على التفاعلات الكيميائية ، وسرعتها وصلاحية المياه للاستخدام ، كما تؤثر على الحياة المائية ، لأن ارتفاع درجة الحرارة يقلل من الأكسجين المذاب (DO) .

5- اللون :

يعطى لون المياه فى بعض الأحوال مؤشرات هامة ، فمياه الشرب ، يجب أن تكون عديمة اللون .

6- الرائحة :

مياه الشرب لا رائحة لها .

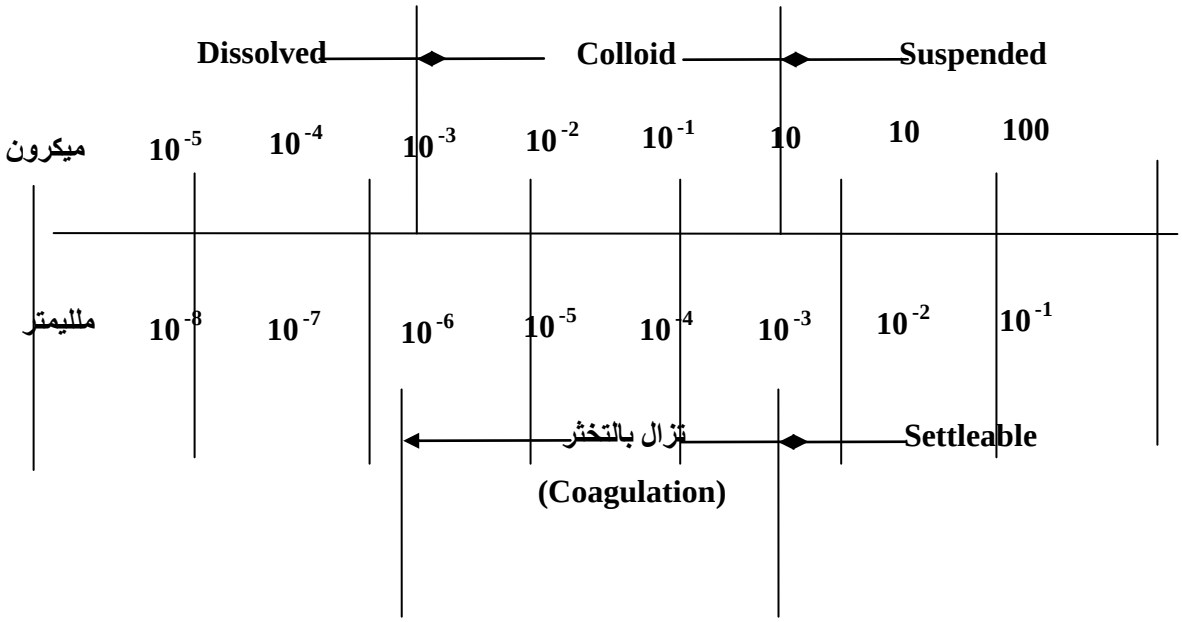
7- المواد الصلبة الكلية :

تختلف تركيزات كمية المواد الصلبة الكلية فى مياه الشرب . ومحتوى الهياه من المواد الصلبة يقاس بتبخير لتر واحد من المياه عند 103م – 105م ، ثم وزن كتلة المواد الصلبة المتبقية . وتصنف المواد الصلبة إلى :

أ -**مواد عالقة Suspended** ، وهى المواد التى لا يقل نصف قطرها عن 1 ميكرون على الأقل .

ب - **مواد قابلة للترسيب Settleable** ، وهى التى تترسب فى قاع مخرو إمهوف (Imhoff Cone) فى فترة زمنية مقدارها ساعة ، وهى مقياس لما يمكن إزالته بالترسيب .

ج - **مواد ذائبة أو قابلة للترشيح Filterable or dissolved** ، وهذه المواد إما أن تكون غروية (نصف قطر حبيباتها يتراوح بين 1 مللي ميكرون إلى 1 ميكرون) أو مواد ذائبة كلياً . وكلما زادت كمية الأملاح الذائبة ، كلما ساءت نوعية المياه سواء للاستخدام الآدمي . لذلك فإن تركيزاً قدره 500 ملليجرام/لتر يعتبر مستوى معقولاً فى مياه الشرب . وتحسب هذه الكمية بتبخير لتر من الماء بعد ترشيحه ، ووزن الراسب المتكون .



والغرويات ، لا يمكن إزالتها بالترسيب ، ولكن تفصل بالأكسدة البيولوجية أو التخثر .

ويمكن تصنيف أنواع المواد الصلبة السابق ذكرها على أساس وزن ما يتطاير منها بالتسخين عند درجة حرارة 600 °م ، حيث يتم أكسدة الجزء العضوي ، وتطايره مخلفاً الجزء غير العضوي ، ولا تتأثر معظم المواد غير العضوية بالتسخين عند درجة 600°م سوى كربونات الماغنسيوم التى تتحول عند درجة 350°م إلى أكسيد الماغنسيوم ، وثاني أكسيد الكربون .

وتستخدم اختبارات التطاير على المواد الصلبة فى مياه الصرف الصحي لقياس ثباتها البيولوجي .

8- القلوية :

تعزى قلوية المياه لوجود هيدروكسيدات – كربونات – بيكربونات بعض عناصر الأقلاء ، وارتفاع قلوية المياه يؤدي إلى تزايد التكاثر البيولوجي . وتحسب قلوية المياه بإضافة حمض الكبريتيك فى وجود دليلي الفينولفثالين والميثيل البرتقالي . وليست هناك أضرار من المياه المحتوية على قلوية حتى 400 مجم/لتر . وعادة ما تكون مياه الصرف الصحي قلوية .

9- العسر الكلي :

يعرف العسر الكلي على أنه مجموع تركيزي الكالسيوم والماغنسيوم ، معبراً عنه بتركيز كربونات كالسيوم (مجم/لتر) . ويُعزى العسر إلى وجود الكالسيوم ، والماغنسيوم فى صورة بيكربونات ، كلوريدات وكبريتات . ويمثل مجموعات العسر المؤقت (بيكربونات عناصر الأقلاء الأرضية) ، والعسر الدائم (كلوريدات وكبريتات عناصر الأقلاء الأرضية) العسر الكلي . ويسمح بتركيز مقداره 0.4 مجم مكافئ لكل كيلوجرام من العسر للاستخدام الصناعي فى الغلايات ، وأعلى مستوى يسمح به من العسر الكلي هو 100 مجم/لتر ، بحد أقصى 500 مجم/لتر من كربونات الكالسيوم .

10- الملوحة :

تُعرف الملوحة على أنها المواد الصلبة الكلية فى الماء بعد تحويل كل محتواها من كربونات إلى الأكسيد ، وكل البروميد ، واليوديد إلى كلوريد ، وأكسدة المواد العضوية . وقيمة الملوحة أقل من الرواسب المتبقية بعد الترشيح ، ويعبر عنها (كجزء من الألف %) . وهناك بعض المصطلحات

المصاحبة مثل الكلورة (Chlorinate) وهو يتضمن الكلوريد ، البروميد ، واليوديد حيث تحول كلها إلى قيم مكافئة من الكلوريد . وهناك علاقة بين الملوحة والكلورة (Chlorinity, Salinity) وعادة ما تستخدم المعادلة التالية التى تبين هذه العلاقة :

$$\text{‰ Salinity} = 0.03 + 1.805\ (\text{Chlorinity, ‰})$$

11- الكلوريدات :

يرجع وجود الكلوريدات فى مصادر المياه الطبيعية إلى ذوبانية بعض الصخور المحتوية على كلوريد الصوديوم عند مرور المياه عليها ، وكذلك من التربة القريبة من السواحل بالإضافة لما يصل المياه إلى ما من صرف صناعي ، وزراعي ، وصحي ويعتبر التركيز المعتاد من 5-20 مجم/لتر .

12- الكبريتات :

تعتبر كبريتات الكالسيوم المذابة من الطمي ، بالإضافة إلى الأكاسيد الكبريتية المتصاعدة من المناطق الصناعية ، مصدراً رئيسياً للكبريتات . ووجود كميات كبيرة من الكبريتات يعطى مذاقاً حامضياً للمياه ، ويسبب الإسهال . ويعتبر الحد الأقصى المسموح به 400 مجم/لتر .

13- السيانيد :

يعتبر النشاط الصناعي مصدراً للسيانيد ، وتعتبر الأسماك فى مياه الأنهار مؤشراً حساساً للتلوث بالسيانيد . ومعظم السيانيد الحر يتواجد فى هيئة حمض

هيدروسيانيك المتطاير HCN . ولا يسمح بتركيز أعلى من 0.05 مجم/لتر من السيانيد فى المياه .

14- الأمونيا :

هناك إتزاناً بين الأمونيا ، وأيون الأمونيوم .

$$NH_3 + H_2O \rightleftharpoons NH_4^+ + OH^-$$

فعند أس أيدروجيني أكبر من 7 يكثر وجود غاز الأمونيا ، وأقل من 7 يكثر أيون الأمونيوم ، وتقدر الأمونيا برفع الأس الأيدروجيني ، وتقطير الأمونيا أو جمعها ، وتقديرها بطرق القياس المختلفة . وارتفاع كمية الأمونيا بدرجة كبيرة يسبب تلوثاً ساماً لصغار الحيوان ، ويؤثر على النمو . ويبلغ مستوى الأمونيا فى الماء أقل من 10 ميكروجرام/لتر . ويقدر النيتروجين العضوى بطريقة كلداهل (Kjeldahl) ، حيث تسخن العينة أولاً للتخلص من الأمونيا ، ثم تهضم العينة لتحويلها إلى الأمونيا التى تقدر . وعند تقدير نيتروجين كلداهل الكلي لا تجرى خطوة التخلص من الأمونيا حيث أن :

نيتروجين كلداهل الكلي = النيتروجين العضوى + الأمونيا

15- النيتريت والنترات :

النيتريت غير ثابت ، أو مستقر ، ويسهل أكسدته إلى صورة النترات ولكن وجوده يعتبر مؤشراً على تلوث سابق . وعادة لا يرتفع مستواه عن 0.1 مجم/لتر فى المياه السطحية أو الجوفية . ويؤدي وجود النيتريتات فى مياه الشرب إلى تكوين نيتروزأمينات ، وهى مركبات مسرطنة .

والنترات هى الناتج النهائي لأكسدة النيتروجين . وتقديرها من الأهمية بمكان ، حيث أن ارتفاع مستواها يؤدي إلى أمراض خطيرة . ومياه الشرب لا يجب أن يزداد مستوى النترات فيها عن 45 مجم/لتر . وفى مياه الصرف يتراوح مستوى النترات من 15–20 مجم/لتر . وزيادة تركيز النترات يؤدي إلى تسمم دماء الأطفال (Methomoglobinemia) .

16- المواد العضوية :

يجب أن تخلو مياه الشرب تماماً من البقايا العضوية وإذا وجدت فـذلك بسبب الصرف الصناعي أو الزراعي أو الصحي الذي يصل إلى مصدر المياه .

يقاس المحتوى العضوى للمياه باستخدام :

(أ) (BOD) الأكسجين الحيوي الممتص .

(ب) (COD) الأكسجين الكيميائي المستهلك .

(جـــ) (TOC) الكربون العضوي الكلي .

(د) (TOD) الأكسجين الكلي المستهلك .

(أ) الأكسجين الحيوي الممتص خلال 5 أيام ، من أهم الاختبارات التى تجرى لقياس التلوث العضوى للمياه السطحية ويطلق عليه (BOD_5) . ويتضمن الاختبار قياس الأكسجين المذاب الذي تستهلكه الكائنات الدقيقة خلال الأكسدة البيوكيميائية للمركبات العضوية بالمياه .

وحتى يكون الاختبار ممثلاً للحقيقة فإن عينات المياه المراد فحصها يجب تخفيفها بمياه محضرة خصيصاً لإتاحة وجود الأكسجين ، والمواد الغذائية اللازمة للبكتريا خلال مدة الحضانة ، وعادة ما تستخدم تخفيفات مناسبة ، كما هو مبين بالجدول رقم (9) .

ويضاف إلى مياه التخفيف بكتريا (Seeded) مناسبة للمساعدة على تحلل المواد العضوية . ولا يلزم إضافة هذه البكتريا لمياه الصرف الصحي لحتوائها على قدر كافي من البكتريا . وتحفظ عينة المياه لمدة 5 أيام فى درجة حرارة مضبوطة تماماً عند 20° م . وبعد فترة الحضانة يقاس محتوى المياه من الأكسجين الذائب ، ويحسب الأكسجين الحيوى الممتص من المعادلة الآتية ، إذا اتبعت طريقة النسبة المئوية :

$$\text{BOD} \quad (\text{mg/L}) = \left[(DO_b - Do_i) \frac{100}{\%} \right] - (DO_b - Do_5)$$

جدول رقم (9)

طرق تخفيف عينات المياه المستخدمة فى اختبار الأكسجين الحيوي الممتص

باستخدام النسبة المئوية للمخلوط		إضافة حجوم إلى قارورة سعة 300 ملليلتر	
% للمخلوط	مدى (BOD)	ملليلتر	مدى (BOD)
0.01	70000–20000	0.02	30000–105000
0.02	35000–10000	0.05	42000–12000
0.05	14000–4000	0.10	21000–6000
0.1	7000–2000	0.20	10500–3000
0.2	3500–1000	0.50	4200–1200
0.5	1400–400	1.0	2100–600
1.0	700–200	2.0	1050–300
2.0	350–100	5.0	420–120
5.0	140–40	10.0	210–60
10.0	70–20	20.0	105–30
20.0	35–10	50.0	42–12
50.0	14–4	100.0	21–6
100.0	7–0	3000	7–0

أو المعادلة الآتية ، إذا أضيف حجم معين من الماء إلى قارورة تحتوى محلول التخفيف .

$$\text{BOD} \quad (\text{mg/L}) = \left[(DO_b - Do_i) \frac{\text{Vol. of bottle}}{\text{mL of Sample}} \right] - (DO_b - Do_S)$$

حيث :

Do_b = قيمة الأكسجين المقاس للتجربة الغفل . (محلول التخفيف فقط) .

Do_i = قيمة الأكسجين المقاس للعينة المخففة بعد فترة الحضانة .

Do_S = قيمة الأكسجين المذاب الموجود فى العينة غير المخففة .

وعندما تقترب قيمة Do_S من قيمة Do_b ، أو عندما تكون قيمة BOD أكبر من 200 ملليجرام/لتر ، فإن الجزء الثاني من المعادلتين يمكن إهماله .

ويجب مراعاة أن BOD عملية بطيئة وتستغرق وقتاً طويلاً . وفى خلال 20 يوم تصل الأكسدة إلى حوالي 95–99% . وخلال فترة الخمسة أيام المستخدمة فإن الأكسدة تكون فى حدود 60–70% .

وتقاس BOD بالمعمل باستخدام :

1 –Warburg Resirometer .

2 –مجس الأكسجين Oxygen Probe .

3 –خلية تحلل كهربي Electrolysis .

ويبين الشكل رقم (4) جهاز فاربورج حيث يقاس الأكسجين المستهلك من خلال انخفاض الضغط فى قارورة التفاعل .

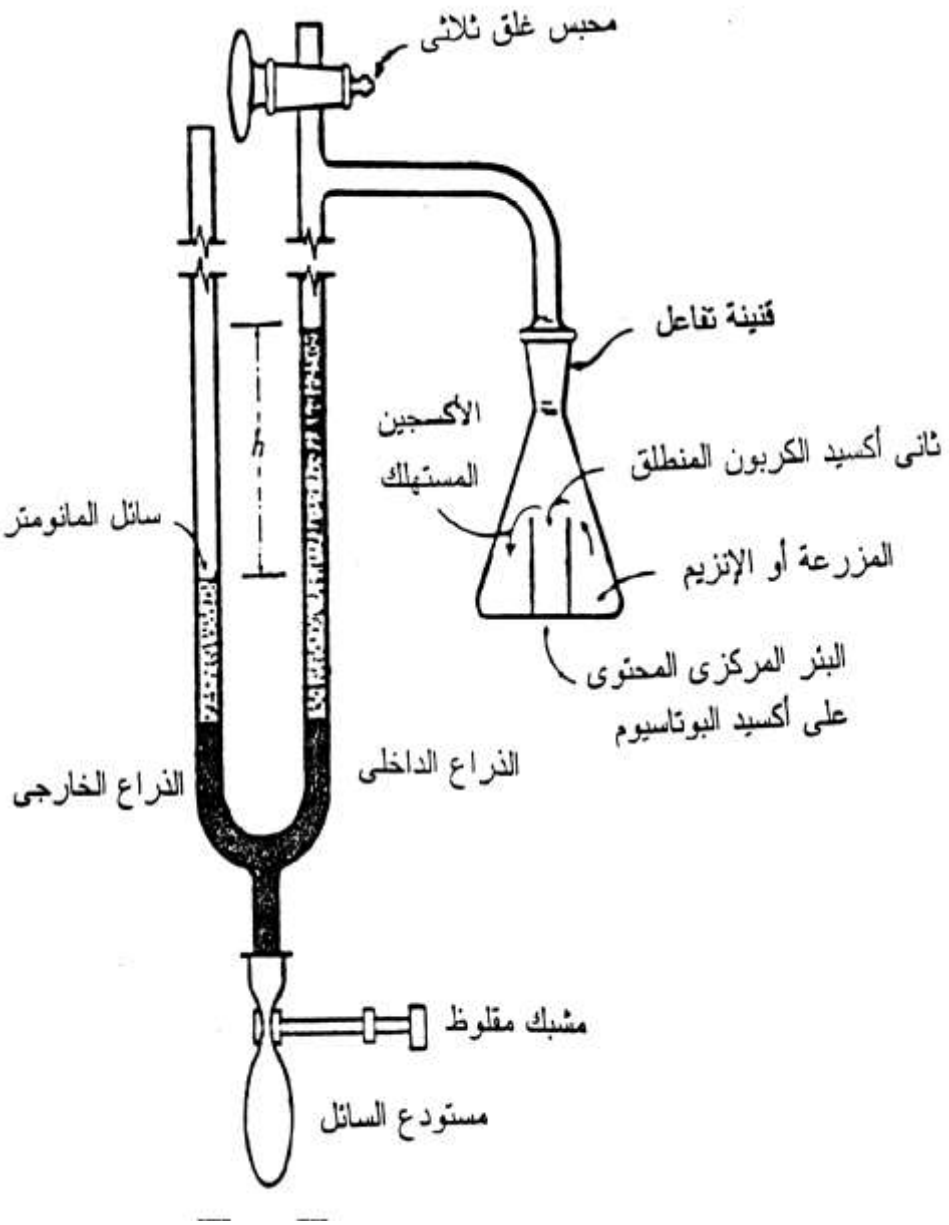
ويتطلب الحصول على نتائج جيدة توافر الآتي :

1 وجود تركيز عال من البكتريا المناسبة .

2 معالجة المياه المحتوية على مخلفات سامة .

3 تقليل تأثير الكائنات المثبتة للنيتروجين .

4 إتاحة الوقت الكافي للتفاعل (خمسة أيام) .



شكل رقم (4)

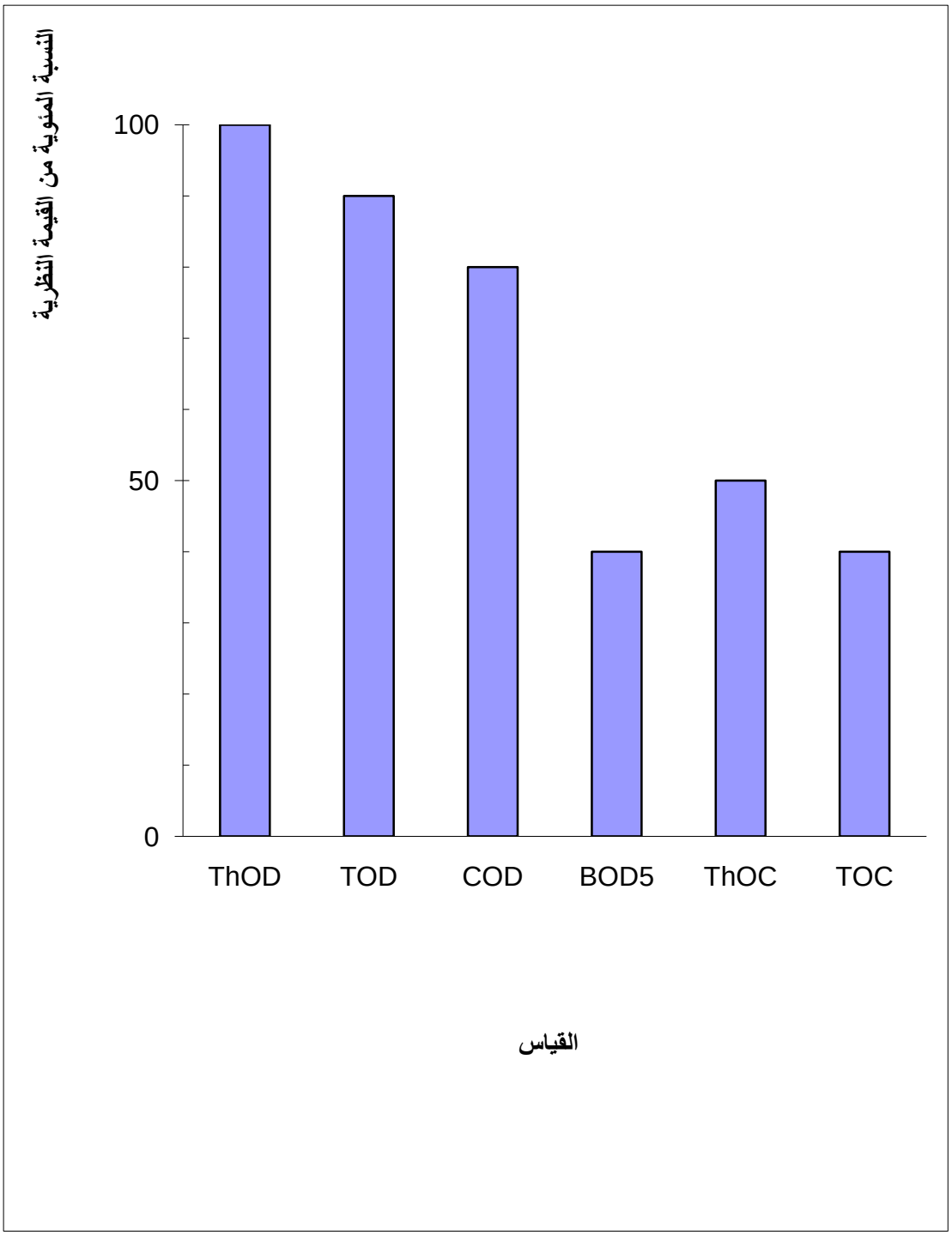
رسبيروميتر فاربورج

(ب) يعتبر اختبار الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) مؤشراً لمحتوى المياه الطبيعية ، من المواد العضوية ، وهو يقدر بحساب الأكسجين اللازم لأكسدة المركبات العضوية بمادة مؤكسدة قوية غير عضوية فى وسط حامضي . ويستخدم عادة ثاني كرومات البوتاسيوم لهذا الغرض . وتجرى عملية الأكسدة عند درجة حرارة عالية فى وجود عامل محفز هو كبريتات الفضة .

(ج) ويستخدم اختبار الكربون العضوى الكلي (TOC) فى تقدير كمية قليلة من المواد العضوية ، ويجرى هذا الاختبار بحرق كمية من المادة فى فرن عند درجة حرارة مرتفعة فى وجود عامل محفز ، وقياس ثاني أكسيد الكربون الناتج باستخدام محلل لطيف الأشعة تحت الحمراء ، ويجب تحميض العينة ، وإمرار الهواء بها لإزالة أى مصدر كربوني غير عضوي (كربونات) .

(د) يدل اختبار الأكسجين الكلي المستهلك (TOD) على كمية الأكسجين اللازمة لتحويل المادة العضوية إلى ناتج نهائي ثابت بالاحتراق فى وجود البلاتين كعامل محفز ، وتقد ر كمية TOD بقياس محتوى الأكسجين الموجود فى غاز النيتروجين المستخدم للإزاحة . ويجب الإشارة إلى أن العلاقات المستخدمة للتعبير عن مستويات المواد العضوية ، يعتمد اعتماداً أساسياً على نوع المياه ومصدرها .

ويبين الشكل رقم (5) العلاقة التقريبية بين هذه العوامل.



شكل رقم (5)

العلاقة بين عوامل التعبير عن المستويات العضوية

17- الأكسجين المذاب :

الأكسجين المذاب من العوامل الهامة جداً فى الأنظمة المائية ، ومصدره الرئيسي هو الهواء المحيط ، وعمليات التمثيل الضوئي للنباتات الخضراء . ويمكن اعتبار الأكسجين المذاب معياراً لتحديد نوعية المياه . فالمياه الملوثة بمواد عضوية يقل فيها الأكسجين المذاب . ووجود كمية مناسبة من الأكسجين فى الماء يعمل أيضاً على تنقية المياه ذاتياً . ويجب ألا تقل هذه الكمية عن 5 مجم/لتر فى المياه الصالحة للشرب .

18- الكالسيوم :

يتواجد الكالسيوم فى المياه فى صورة بيكربونات (مسبباً عسراً مؤقتاً) ، وعلى هيئة كلوريد – كبريتات – نترات (مسبباً عسراً دائماً) ، وأيضاً على هيئة كربونات الكالسيوم غير المذابة فى الماء . ويتم التخلص من معظم هذه المواد بالترسيب . وبيكربونات الكالسيوم ، هى المسبب الرئيسي لعسر المياه . ويعتبر الطباشير ، والحجر الجيري مصدرين له . ولا يسبب وجوده بتركيزات عالية أية مشاكل صحية ، والحد الأقصى المسموح به 200 مجم/لتر .

19- الماغنسيوم :

فى معظم المياه العسرة ، يشكل الماغنسيوم نسبة ضئيلة ، إذا ما قورنت بالكالسيوم ، والحد الأقصى المسموح به هو 150 مجم/لتر .

20- الصوديوم :

يوجد الصوديوم فى معظم المياه الطبيعية بمستويات تتراوح بين 1-500 مجم/لتر ، وترتفع نسبة وجوده فى المياه العسرة . وتعتبر النسبة بين تركيز الصوديوم إلى تركيز كل الكاتيونات مؤشراً لصلاحية المياه للرى .

21- الأكسجين الكيميائي المستهلك :

تحتوى مياه الأنهار العذبة ، والبحيرات على مخلفات صناعية وآدمية وزراعية ، فى صورة بقايا عضوية ، وتحلل هذه المواد بالبكتريا والفطريات التى تستخدم الأكسجين فى تنفسها . ويقيس الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) الأكسجين المكافئ للمحتوى من المركبات العضوية القابلة للأكسدة بمواد كيميائية ، ويجب ألا يزيد COD عن 15 مجم/لتر فى مياه الشرب .

22- الأكسجين البيولوجي المستهلك :

فى هذا الاختبار يقاس الأكسجين البيولوجي المستهلك (BOD) بحساب الفاقد فى الأكسجين المذاب نتيجة للتحلل ، ويقارن مستوى الأكسجين المذاب فى المياه بمستواه فى نفس المياه بعد فترة تخزين فى الظلام . والانخفاض فى الأكسجين المذاب واختبار BOD ، يدلان على نوعية المياه تحت ظروف معملية ، حيث يتم حساب الأكسجين المذاب قبل وبعد فترة حضانة مدتها خمسة أيام ، وتحسب قيم BOD بقياس الفرق بين القيمة الأولية والنهائية للأكسجين المذاب DO ، ويجب ألا تزيد قيم BOD فى مياه الشرب عن 10 مجم/لتر .

23- العناصر الفلزية :

يتراوح تأثير العناصر الموجودة فى مياه الشرب بين ما هو غير ضار ، وما قد يؤدي إلى مشاكل ، وما هو سام وذو خطورة عالية وفيم ا يلي بيان بأمثلة من هذه العناصر وتأثيرها :

أ- عنصر الكادميوم :

سام ويؤدي إلى أمراض خطيرة من ارتفاع لضغط الدم وأنيميا إلى الفشل الكلوي وسرطان البروستاتا . ولقد حددت منظمة الصحة العالمية تركيز 0.005 مجم/لتر كحد أقصى لوجوده فى المياه .

ب- عنصر النحاس :

لا يسبب تسمماً بالتراكم ، والتسمم به يمكن تجنبه بالاعتماد على التذوق ، حيث يمكن تمييزه عندما تصل تركيزاته إلى 1-2 مجم/لتر ، ولا يحدث تسمم إلا بتركيزات أعلى من ذلك بكثير . ومصدر وجود النحاس بتركيزات عالية ناشئ عن التلوث الزراعي ، والصرف الصحي .

جـ- عنصر الحديد :

غير ضار ، ولكن وجوده بتركيز عال يجعل للمياه طعماً غير مستساغ ، كما أن المياه المحتويه عليه عندما تتعرض للأكسجين فإن الحديد يترسب ويؤدي إلى ظهور بقع فى الغسيل والأحواض .

د- عنصر المنجنيز :

وجود كميات ضئيلة منه يؤدي إلى مشاكل كثيرة ، والكميات الكبيرة منه سامة ، ومصدره غالباً التلوث الصناعي .

هـ- عنصر النيكل :

وهو ما بين العناصر المنتشرة نظراً لادمصاصه على أكاسيد العناصر الأخرى ، وحبيبات الطمى ، والمواد العضوية ، ومعظم أملاحه تذوب فى الماء ، ومصدره الرئيسي هو التلوث الصناعي .

و- عنصر الرصاص :

وهو عنصر سام بالتراكم ، وتتسبب المياه المحتوية عليه فى الإصابة بالإمساك – الإضطرابات المعوية – الانيميا – الشلل التدريجي للعضلات .

ز- عنصر الخارصين :

وهو عنصر يؤدي وجوده إلى خلل فى الفحص البكتريولوجي للعينات لأن وجود الخارصين يعمل على القضاء على البكتريا ، ويسبب تسمماً للكائنات الدقيقة ، وليس له ضرر كبير على صحة الإنسان .

24- الفحص الميكروبيولوجي :

يسبب وجود بعض أنواع البكتريا ، وتسمى البكتريا المرضية (Pathogenic bacteria) أمراضاً عديدة للإنسان ، كذلك فإن وجود بعض الكائنات الأخرى مثل الفيروسات ، والديدان ، والطفيليات فى المياه يؤدي إلى ظهور بعض الأمراض . ويعتبر اختبار الكشف عن القولونيات E.Coli هاماً لتحديد

الكائنات التى تسبب أمراضاً ، وكذلك يستخدم فى تحديد معامل نوعية المياه Water Quality index (WQI) وتوجد Escherichia Coli فى البراز الذي يحتوى على نسبة عالية من كل أنواع البكتريا ، ويشير وجود E.Coli فى المياه إلى حدوث تلوث من الصرف الصحي ، والبقايا الآدمية ، والحيوانية . ووجود الأنواع الأخرى من البكتريا ، وغياب E.Coli يُعزى إلى حدوث تلوث من التربة والمزروعات . ويجب ألا يحتوى 100 ملليلتر من المياه على أكثر من أثنين من الخلايا البكتيرية E.Coli .

الفصل الحادي عشر

اسس التحكم فى المعالجات الكيميائية لمياه الشرب باستخدام نتائج التحاليل الكيميائية

الباب الحادي عشر

أسس التحكم فى المعالجات الكيميائية لمياه الشرب باستخدام نتائج التحاليل الكيميائية

مقدمة :

لقد حددت هيئة الصحة العالمية وغيرها من الهيئات القومية والمحلية والعالمية مواصفات لمياه الشرب الصالحة للاستعمال الإنساني . وقد اتفقت هذه المواصفات على اعتبار أن الحد الأقصى لدرجات العكارة فى المياه هو 5 وحدات (بمقياس جاكسون أو (N.T.U.) وحدة النفلوميتر) والواقع أن ما يستعمله الإنسان فى جميع أنحاء العالم ليس مطابقاً لهذه المواصفات .

أولاً : الترويق لاستخدام الشبكة :

من المعروف أن المياه العكرة الموجودة بالأنهار تحتوى على كمية من الطمى والعوالق والمواد العضوية تختلف باختلاف مواسم العام . ويتم التخلص من هذه المواد باستخدام المروقات ، وفيها تتم عملية الترسيب عن طريق ما يسمى بالندف (Flocs) وهى ناتج تفاعل الشبة (كبريتات الألومنيوم $Al_2(OH)_3$) مع قلوية المياه المتمثلة فى أملاح الكربونات والبيكروبونات الذائبة فى المياه .

وتترسب هذه الندف إلى أسفل طبقاً لسرعة السريان فى الحوض وكذلك مدة المكث (Retention time) التى تعتمد على أبعاد الحوض من حيث المساحة السطحية والعمق .

وتوجد عدة أنظمة عالمية مختلفة للترويق ، إلا أنه بصفة عامة يمكن تقسيم العملية إلى :

1 -عملية الترويب (Floculation) .

2 -عملية الترسيب (Sedimentation) .

1- عملية الترويب :

وفيها يتم خلط الشبة بالماء خلطاً جيداً بطريقة منتظمة لبناء الندف المطلوب ترسيبها . وتتراوح مدة المكث من 15 إلى 40 دقيقة طبقاً لتصميم ونوع الحوض .

$$\text{مدة المكث} = \frac{\text{حجم الحوض (م}^3\text{)}}{\text{معدل التصرف (م}^3\text{/ساعة)}}$$

وتعتبر هذه العملية هى الإعداد لبدء عملية الترسيب .

2- عملية الترسيب :

وفيه يتم ترسيب الجزء الأكبر من الطمي بنظام ميكانيكي أو نظام طبيعي عن طريق ميول مختلفة وتسمى نظام الجاذبية "Gravity System" . كما أن هناك أنظمة أخرى للتخلص من الروبة "sludge" مثل نظام النبضات "Pulse" حيث يعمل على تجميع وتكوين الطمي ، ونظام إعادة جزء من الندف عن طريق فرق المناسيب الهيدروكيلية ذاتيا دون أي طاقة لرفع كفاءة الحوض "floatation" ويستخدم في

المحطات التي تكون فيها العكارة منخفضة علي مدار العام بالنسبة للمياه ، وفيها يتم رفع الطمي إلي أعلي عن طريق حملها على وسادة هوائية من المحيط الدائري الخارجي إلى ما قبل المنتصف وتجميع المياه المروقة عن طريق قوة الطرد المركزي إلى أسفل .

وتوجد بعض الأنظمة الصناعية التى تساع د على زيادة المساحة السطحية للحوض تسمى "Tube settler" وهى مجموعة أنابيب متراصة وموضوعة بطريقة مائلة وذلك لزيادة تصرف المروقات بواسطة زيادة المساحة السطحية للحوض .

العوامل التى تؤثر على عملية الترسيب :

1 -**حجم وشكل الجسيمات العالقة بالمياه وطريقة توزيعها :** فكلما كانت دقيقة احتاج الأمر لكميات من المادة المروبة أكبر .

2 -**كثافة الجسيمات العالقة بالمياه :** فكلما زادت كثافتها كلما سهل ترسيبها.

3 -**درجة قلوية المياه وحموضتها :** فهناك مروبات تعطى نتائج جيدة عند استعمالها إذا كانت المياه تميل إلى القلوية ومروبات أخرى تعطى نت ائج جيدة إذا كانت المياه تميل إلى الحموضة .

4 -التركيب المعدني وكمية الأملاح الموجودة بالماء .

5 -**الرقم الهيدروجيني :** يؤثر على سرعة ظهور الندف فى المياه .

6 -**درجة الحرارة :** تزداد سرعة الأنابيب بارتفاع درجة حرارة المياه ، بينما يصعب تكون الندف عندما تزيد درجة الح رارة مما يضطرنا إلى زيادة كميات الكيماويات المروبة فى الصيف عنها فى الشتاء .

الخواص الهيدروليكية لحوض الترسيب :

يلاحظ صعوبة ترويب المياه النقية نوعاً وذلك لعدم وجود ذرات رفيعة "Nucleii" فى المياه تعمل كنواة تتجمع عليها الندف . ولذلك نلجأ فى معظم الأحوال إلى إضافة طمى دقيق يسمى بنتونيت "Pentonite" بنسب مختلفة هذا الطمى يعمل كنواة تتجمع حولها الندف .

ويوجد نوعان من المروقات (أحواض الترسيب) :

1- أحواض مستطيلة :

ويكون اتجاه سريان المياه فيها واحد بطول الحوض .

2- أحواض دائرية :

ويكون اتجاه سريان المياه قطرياً من المركز إلى الخارج .

أنواع المواد الكيماوية المروبة "Coagulants" :

1 **الترويب باستعمال كبريتيك الحديديك :**

حيث يضاف كمسحوق .

$$Fe_2(SO_4)_3 + Ca(HCO_3)_2 \rightarrow\downarrow 2Fe(OH)_3 + 3\ (CaSO_4) + 2\ CO_2$$

2 **الترويب باستعمال كلوريد الحديديك :**

حيث يضاف كمحلول ويتفاعل فى وجود القلوية الطبيعية فى الماء الناشئة عن بيكربونات الكالسيوم ، هيدروكسيد الكالسيوم .

$$FeCl_3 + Ca(HCO_3)_2 \rightarrow\downarrow Fe(OH)_3 + CaCl_2 + CO_2$$

$$FeCl_3 + Ca(OH)_2 \rightarrow\downarrow Fe(OH)_2 + CaCl_2$$

3 -الترويب باستعمال كبريتات الحديدوز المكلورة :

وهى مزيج من كبريتات الحديديك وكلوريد الحديديك وهى تصنع فى الموقع أى فى محطة التنقية . وذلك بإمرار غاز الكلور على محلول كبريتات الحديدوز بنسبة 1 : 7.8 فتتأكسد كبريتات الحديدوز إلى كبريتات الحديديك كما يتكون كلوريد الحديديك .

$$2\ (FeSO_4 \cdot 7H_2O) + Cl_2 \rightarrow\downarrow Fe_2(SO_4)_3 + FeCl_3 + H_2O$$

4 -الترويب باستعمال كبريتات الحديدوز مع الجير المطفئ (هيدروكسيد الكالسيوم) :

وهى بللورات خضراء سريعة الذوبان فى الماء تتفاعل مع الجير المطفئ الواجب إضافته لإكمال التفاعل الكيماوي وتكوين الندف ، كما أن الشوائب التى قد تتواجد لا تسبب أى متاعب تذكر فى عمليات تنقية المياه.

$$4\ FeSO_4 + 4\ Ca(OH)_2 + 2\ H_2O + O_2 \rightarrow CaSO_4 + 2\ Fe(OH)_3\downarrow$$

وهيدروكسيد الحديديك الناتج من هذا التفاعل هو الراسب الهلامي الذي يجذب إلى سطحه المواد العالقة الدقيقة ويهبط بها إلى قاع الحوض أما كبريتات الكالسيوم فتذوب فى الماء .

عيوب استعمال كبريتات الحديدوز :

1 – لابد من استعمال الجير المطفى للحصول على تفاعل كامل .

2 – يحتاج إلى إشراف فني دقيق .

3 – لا يحسن استعماله إذا كانت المياه ملوثة .

4 – الجير المضاف قد يتفاعل مع بيكربونات الكالسيوم الموجودة أصلاً فى الماء مما ينتج عنه كربونات الكالسيوم التى قد تترسب فى شبكات المواسير

الشب الأسود :

وهو مسحوق الشب العادي مضافاً إليه نسبة حوالي 50% من مسحوق الكربون المنشط (Activated carbon) مما يساعد على إزالة الروائح والطعم من المياه كما يسبب توفيراً فى كمية الشبة المستعملة .

5 كبريتات الألومنيوم (الشبة) :

تعتبر كبريتات الألومنيوم (Al2(SO4)3.18H2O) هى الشائعة الاستخدام فى محطات تنقية المياه وتكون صلبة أو على هيئة مسحوق أو تكون سائلة بتركيزات مختلفة وهى أكثر البدائل مناسبة من الناحية العملية ، حيث أنها قليلة الآثار الجانبية ورخيصة الثمن وهى مادة طبيعية 100% تستخرج من المناجم ، ويمكن تصنيعها كيميائياً بسهولة ويمكن استيرادها.

$$Al_2(SO_4)_3 + 3\ Ca(HCO_3)_2 \rightarrow 2Al(OH_3)\downarrow + 3\ CaSO_4 + 6\ CO_2$$

ويبين الجدول رقم (10) العلاقة بين كميات المواد المروقة بجرعاتها المختلفة والرقم الهيدروجيني .

جدول رقم (10)

العلاقة بين كميات المواد المروبة بجرعات مختلفة والرقم الهيدروجيني

المروب "Coagulant"	الجرعة (جزء من المليون)	تركيز الأيون الهيدروجيني المناسب
الشب (كبريتات الألومنيوم)	من 15 إلى 80	7–4
كلوريد الحديديك	من 8 إلى 50	7–3.5 ثم من 8.5 فأكثر
كلوريد الحديدوز	من 8 إلى 50	من 8.5 فأكثر
كبريتات الحديديك	من 15 إلى 50	من 3.5 إلى 6.5 ثم من 8.5 فأكثر

وتوجد بعض المواد المساعدة فى عملية الترويب وهى :

- السيليكا المنشطة "Activated silica" (سيليكا مع كلور أو حمض كبريتيك أو ثاني أكسيد الكربون) .
- المواد العضوية الصناعية المعروفة باسم البولي الكتروليت (Polyelectrolyte) .
- الطمى (Clay) ، الكاولين (Kaolin) .
- المواد المنتجة للقلوية (Producing alkalinity agent) مثل أكسيد الكالسيوم (الجير أو الجير الحي) "CaO" ، هيدروكسيد الكالسيوم (الجير المطفأ) "$Ca(OH)_2$" ، كربونات الصوديوم (رماد الصودا) (Na_2CO_3).

الاختبارات التى يتم إجراؤها على المياه العكرة للوقوف على نوعية المياه :

يتم إجراء عدة اختبارات على المياه العكرة للوقوف على معرفة نوعية المياه ومعرفة العوامل المختلفة التى تؤثر على كمية المواد المروبة الواجب إضافتها ، ومن هذه الاختبارات :

1 -درجة الحرارة .

2 -الرقم الهيدروجيني (pH) .

3 -اختبار الشفافية (Clearity) .

4 -اختبار قياس العكارة (Turbidity) .

5 -نسبة المواد الصلبة الكلية الذائبة فى الماء (T.D.S.) .

6 -المواد العالقة (S.S.) .

7 -التوصيل الكهربي (Conductivity) .

8 -اختبار القلوية (مقدرة ككربونات كالسيوم) "Alkalinity" .

وتدون هذه النتائج قبل إجراء اختبار قياس الجرعة (Jar test) .

اختبار قياس الجرعة (اختبار الكأس) :

وهو يعد نموذج مصغر لعمل المروقات وهو جهاز يتكون من عدد من الكؤوس سعة لتر أو لترين . ويكون كل كأس مربع أو دائري الشكل ويزود الجهاز بقلابات مصنوعة من الاستانلس ستيل ذات سرعات تبدأ من (صفر – 300 لفة/دقيقة) قابلة للتحكم ، ومزود بعداد سرعة للقلابات وموقف زمني

من (صفر – 60 دقيقة) . وتبدأ عملية المزج السريع لتقليب الشبة بجرعاتها المختلفة وذلك بضبط عداد السرعة على (60–80 لفة/دقيقة) لمدة دقيقة ثم تبدأ عملية الترويب بخفض السرعة إلى 300 لفة/دقيقة لمدة 15 دقيقة ، أو 20 لفة/دقيقة لمدة عشرون دقيقة .

وتسجل نتائج التجربة فى كل كأس وذلك بحساب الآتي :

درجة العكارة – الرقم الهيدروجيني – اللون (للطبقة العليا) – خواص الرواسب طبقاً للجدول رقم (11) .

أحواض المزج :

يتم فيها مزج المياه العكرة مع المادة المروبة مزجاً تاماً وتسمى أحوا ض التخفيف . وقد صممت الطلمبات وأجهزة تدفق الشبة (Flowmeter) على أن يكون تركيز المحلول 10% .

وتختلف أحواض المزج وحجمها حسب التصميمات المختلفة .

جدول رقم (11)

نموذج تسجيل نتائج اختبار جرعة

العينة : ..... الرقم الهيدروجيني : ..... اللون : ..... العكارة : ..... القلوية % : .....

الكيماويات المستعملة :

.....

التقليب السريع : ..... لفة/دقيقة : ..... ثانية التقليب البطئ ..... لفة/دقيقة ..... دقيقة درجة الحرارة .....

رقم العينة	الكيماويات	ملج/لتر	الكيماويات	ملجم/لتر	الكيماويات	مجم/لتر	تحليل الطبقة العليا		
							الرقم الهيدروجيني	اللون	العكارة
1									
2									
3									
4									

خواص الرواسب (الحجم – النوع)

الزمن بالدقيقة	العينة			
	1	2	3	4
5				
10				
15				

خواص الترسيب

الزمن بالدقيقة	العينة			
	1	2	3	4
5				
15				
20				

ملاحظـــــــات :

……

……

نسبة المواد الفعالة (أكسيد الأمونيوم) فى الشبة :

1 - الشبة ذات التركيب الكيميائي (Al2(SO4)3.21H2O) يكون تركيز أكسيد الألومنيوم فيها 14% وهى المادة الفعالة .

2 - أما الشبة ذات التركيب الكيميائي (Al2(SO4).17 H2O) يكون التركيز 16%

3 - أما الشبة ذات التركيب الكيميائي (Al2(SO4)3.14H2O) يكون التركيز 17%

4 - الشبة السائلة ذات التركيز 50% يكون التركيز من 8–8.5% .

كيفية إضافة محلول الشبة بعد حساب الجرعة المطلوبة :

تتم عملية الحقن فى بيارة التوزيع ويتم إضافتها مع الكلور المبدئي وتتم من خلال حوض التخفيف (10%) بطلمبات إلى المياه العكرة فى البيارة . ويتم أخذ عينات للتحليل من خروج المروقات كل ساعتين للوقوف على كفاءة المروق والتأكد من أن جرعات الشبة تصل بالكمية المطلوبة . وتشمل هذه التحاليل :

5 - الرقم الهيدروجيني "pH" يجب أن تعطى قراءة أقل من المياه العلئوة .

6 - الشفافية (water clearity) .

7 - القلوية (مقدرة ككربونات كالسيوم) : يجب أن تقل عن المياه العكرة .

8 - درجة العكارة : يجب أن تقل بنسبة تختلف باختلاف تصميم المروق . فبعض المروقات مصممة على تقليل العكارة بنسبة 75% ، أى إذا كانت عكارة الترعة (المياه العكرة) مثلاً 16 (بوحدات N.T.U.) تظهر نتائج خروج المروق بالنسبة للعكارة 4 وحدات ، كحد أقصى مع انتظام معدل تدفق الشبة .

وهناك علاقة لحساب كمية الشبة الواجب إضافتها فى الساعة إلى المياه العكرة باستخدام طلمبة الحقن وهى :

كمية الشبة فى الساعة باستخدام الطلمبة =

$$\frac{\text{كمية المياه العكرة فى الساعة} \times \text{عدد الجرامات من الشبة المضافة فى المتر المكتب} \times 100}{\text{كمية الشبة فى اللتر الموجودة بأحواض التخفيف (تركيز الحوض)} \times \text{سعة الطلمبة}}$$

-فلو فرضنا أن كمية المياه العكرة التى تدخل بيارة التوزيع فى الساعة تساوي 1000 م^3/ساعة .

-جرعة اختبار الكأس هى 25 جم/م^3 ، وسعة الطلمبة 1200 لتر/ساعة .

تكون كمية الشبة فى الساعة =

$$\frac{25 \times 1000}{1200 \times 10} \times 100 = 250 \text{ لتر/ساعة}$$

وتضبط الطلمبة على $\frac{100 \times 250}{1200} = \%20.8 = \%21$

أى تضبط الطلمبة على 21% من سعتها لتعطى 250 لتر/ساعة بجرعة قدرها 25 جم/م^3 .

حساب تركيز الشبة فى أحواض التخفيف :

أولاً : فى حالة استعمال الشبة الصلبة :

يتم تحضير عمل محلول 10% من الشبة الصلبة فى حوض التخفيف حسب سعته وذلك بالوزن . فمثلاً إذا كانت سعة الحوض 12 م^3 يتم وضع 1200 كيلوجرام من الشبة الصلبة ليعطى محلول 10% .

ثانياً : فى حالة استعمال الشبة السائلة تركيز 50% :

يتم تحضير محلول 10% من الشبة السائلة وذلك بتخفيفها بالماء لتصل إلى 10% . فمثلاً إذا كانت سعة الحوض 12 م^3 ، كثافة الشبة : 1.325 جم/سم^3.

$$\therefore \text{الحجم} = \frac{\text{كتلة الشبة (طن)}}{\text{كثافة الشبة}} = \frac{2.4}{1.325} = 1.8 \text{ م}^3$$

أى يتم إضافة 1.8 م^3 من الشبة السائلة تركيز 50% إلى الحوض وإضافة 10.2 م^3 من الماء ليعطى تركيز 10% بالوزن .

ثانياً : التطهير باستخدام الكلور :

يمكن إضافة الكلور إلى الماء فى أكثر من موقع فى محطة التنقية تبعاً لحالة كل محطة وكذلك تبعاً لصفات الماء المعالج فى كل حالة وتبعاً لتجارب وخبرات المشرفين على التشغيل .

1- الحقن قبل أحواض الترسيب أو المرشحات :

أى حقن الكلور قبل أحواض الترسيب أو قبل المرشحات (Prechlorination) وتتميز هذه الطريقة بالآتي :

أ -خفض تعداد البكتريا فى المياه قبل وصولها إلى المرشح مما يخفف الحمل البكتيري (Bacterial load) للمرشح .

ب تطهير الرمل فى المرشح نظراً لمرور المياه بما فيها من كلور فى مسام الرمل أثناء عملية الترشيح .

ج -كفاءة عالية فى إزالة اللون فى الماء .

د -نقص فى كمية الكمياويات المروبة إذا أضيف الكلور قبل أحواض الترويب .

ه -كفاءة عالية فى إزالة الطعم والرائحة من الماء .

و -الحد من نمو الكائنات الحية الدقيقة فى داخل المرشح .

2- الحقن فى مدخل خزان المياه النقية :

يتم الحقن فى مدخل خزان المياه النقية (Post chlorination) بإضافة الكلور بعد المرشحات أو بعد الترسيب أى فى مدخل حوض المياه النقية . وهذه

الطريقة هى أكثر الطرق إتباعاً نظراً لبساطتها وسهولة تشغيلها وكفاءة فاعلية الكلور على البكتريا بسبب خلو الماء من أى عكارة . وفى معظم المحطات يتم العمل بالطريقتين معاً لضمان كفاءة المياه بعد خروجها من المحطات وبعد توزيعها فى الشبكات .

3- إضافة الكلور فى أكثر من موقع :

وهذه الطريقة تُتبع إذا كانت المياه رائقة والتلوث البكتيري عالي نسبياً ، إذ يستحسن فى هذه الحالة إضافة الكلور فى أكثر من نقطة على مسار الماء فى محطة التنقية لضمان كفاءة عملية الكلورة . كما تستعمل هذه الطريقة إذا خزنت المياه المرشحة فى خزانات مكشوفة ، ففى مثل هذه الحالة يجب إضافة الكلور فى مخارج المياه من الخزانات المكشوفة بالرغم من سابق إضافة الكلور فى محطة التنقية .

4- إضافة الكلور بجرعات عالية ثم إزالة الكلور الزائد :

المقصود بإضافة الكلور بجرعات عالية ثم إزالة الكلور الزائد (Super chlorination followed by dechlorination) إضافة الكلور بجرعات زائدة عن المقرر قد تصل إلى اثنين أو ثلاثة جزء فى المليون (زائدة عن المقرر) ، وبهذا يمكن الحصول على كفاءة وفاعلية عالية لعملية الكلورة بالإضافة إلى إبادة كميات كبيرة من المواد العضوية والطحالب التى قد تتواجد فى الماء مسببة بعض الطعم والرائحة .

وهذه الطريقة تتميز بالمميزات الآتية :

1 -كفاءة وفاعلية عالية لتأثير الكلور على البكتريا .

2 -أكسدة الكلور للمواد العضوية التى قد تتواجد فى الماء .

3 -الحد من الرائحة والطعم التى قد توجد فى الماء .

4 -إبادة الكائنات الحية الدقيقة التى تقاوم الجرعات العادية للكلور على أن يلزم إزالة الكلور الزائد بعد التأكد من تمام قتل الكلور للبكتريا ، وذلك للحد من طعم ورائحة الكلور النفاذة فى المياه .

طرق إزالة الكلور الزائد :

1 -إضافة ثاني أكسيد الكبريت إلى الماء بجرعات حوالي 1.5 جزء فى المليون من الكلور المراد إزالته ، وفى هذه الحالة يتفاعل ثاني أكسيد الكبريت مع الكلور الزائد كما هو موضح بالمعادلة التالية :

ثاني أكسيد الكبريت + ماء + كلور ← حمض كبريتيك + حمض هيدروكلوريك

وكميات حمض الكبريتيك والهيدروكلوريك الناتجة من التفاعل ضئيلة جداً ولا أهمية لها . كما يجب أن تمر فترة خمس عشرة دقيقة بعد إضافة ثاني أكسيد الكبريت قبل استعمال المياه .

2 -إضافة كبريتيت الصوديوم (Na_2SO_3) ليتفاعل مع الكلور الزائد .

$$Na_2SO_3 + Cl_2 + H_2O \rightarrow Na_2SO_4 + 2\ HCl$$

3 -إضافة ثيو كبريتات الصوديوم إلى الماء ليتفاعل مع الكلور الزائد .

$$2\ Na_2S_2O_3 + Cl_2 \rightarrow 2\ NaCl + Na_2S_4O_6$$

4 -يخزن الماء فى أحواض مكشوفة لمدة ثلاث أو أربع ساعات قبل الاستعمال . وفى هذه الفترة يتصاعد الكلور الزائد فى الجو .

5 -ترشيح الماء فى طبقة من الكربون المنشط الذي يمتص الكلور الزائد .

6 -مزج المياه المضاف إليها جرعات عالية من الكلور بمياه لم يضف إليها الكلور فتتعادلان.

5- استخدام الكلورأمين فى تطهير المياه :

وهو ما يسمى أحياناً "Chlorine ammpnia treatment" وفى هذه الحالة يضاف الأمونيا إلى الماء قبل إضافة الكلور . وتكون جرعة النشادر حوالي 0.6 جزء فى المليون ، بينما تكون جرعة الكلور حوالي 0.25 جزء فى المليون . وفى هذه الحالة يضاف النوشادر بأجهزة خاصة "Aminiators" وهى تشبه إلى حد كبير أجهزة إضافة غاز الكلور على أن تضاف الأمونيا فى الماسورة الرئيسية للمياه قبل دخولها إلى خزان المياه النقية ، ويعقبها بمسافة حوالي عشرة أمتار إضافة الكلور . وتتميز هذه الطريقة بالآتي :

- الحد من توالد الطعم والرائحة فى الماء .
- كفاءة عالية فى التطهير عند تواجد كميات كبيرة نسبياً من المواد العضوية .
- يستمر تأثير الكلور مدة طويلة ولهذا ينصح باستعمال هذه الطريقة إذا كانت شبكات مواسير التوزيع تمتد إلى مسافات بعيدة ويخشى من تواجد البكتريا فى الأطراف البعيدة منها إذا استعمل الكلور فقط لأغراض التطهير .

- توفير جرعات الكلور (حوالي 3/1 الجرعة) ، ونظراً لارتفاع ثمن الكلور بالنسبة للنوشادر فإن ثمن الخليط يكون أقل من ثمن الكلور .

- عدم تهيج الجلد والعين من الكلورأمين بينما يتهيج الجلد والعين باستعمال جرعات عالية نسبياً من الكلور . ولا توجد خطورة من إضافة جرعات إضافية عالية على سبيل الخطأ فى التشغيل .

المصطلحات الفنية الخاصة بالكلور :

جرعة الكلور :

تعرف جرعة الكلور بأنها كمية الكلور المضاف للماء .

الجرعة = الكلور المستهلك + الكلور المتبقى

الكلور المستهلك :

يعرف الكلور المستهلك بأنه الفرق بين كمية الكلور المضاف للماء وكمية الكلور الحر أو المتحد المتبقى فى الماء فى نهاية فترة تلامس محدودة .

الكلور المستهلك = الجرعة – الكلور المتبقى

ومن الضرورة إضافة جرعات كافية من الكلور لتعويض الكميات التى تستهلك منه بواسطة المواد العضوية الأخرى ، الحديد ، الهيدروجين ، الكبريتيد ، المنجنيز ، النترات ، والأمونيا .

إذ أنه لابد من تلبية كل الاحتياجات المطلوبة للاستهلاك من الكلور قبل الحصول على كلور حر متبقى .

الكلور المتبقي :

هناك نوعان من الكلور المتبقي :

1- الكلور المتبقي المتحد :

وينتج عن إضافة قدر الكلور الذي يكفى فقط للاتحاد مع الأمونيا . وبرغم أن تلك البقايا المتحدة تحمل قدرات أكسدة تفوق قدرة الكلور الحر إلا أن فعاليتها كمادة مطهرة تقل عن فاعلية الكلور الحر .

وللحصول على الكلور المبتقي المتحد لا يضاف إلى الماء إلا قدر الكلور الذي يكفي للاتحاد بالأمونيا الموجودة فى الماء . فإذا كان الماء يحتوى على قدر ضئيل من الأمونيا لا يكفي للاتحاد مع الكلور تتم إضافة الأمونيا أيضاً فى الماء . ولكن معظم المياه العكرة تحتوى على الأمونيا نتيجة التلوث وتحلل النباتات فيها .

2- الكلور المتبقي الحر :

وينتج عن إضافة الكلور إلى الماء بالقدر الذي يكفي لاستهلك الأمونيا وللحصول على كلور حر متبقي يتم إضافة الكلور للماء بالقدر الذي يكفي للقضاء على الأمونيا الموجودة فى الماء . وصورة (Cl_2, HOCl & OCl^-)

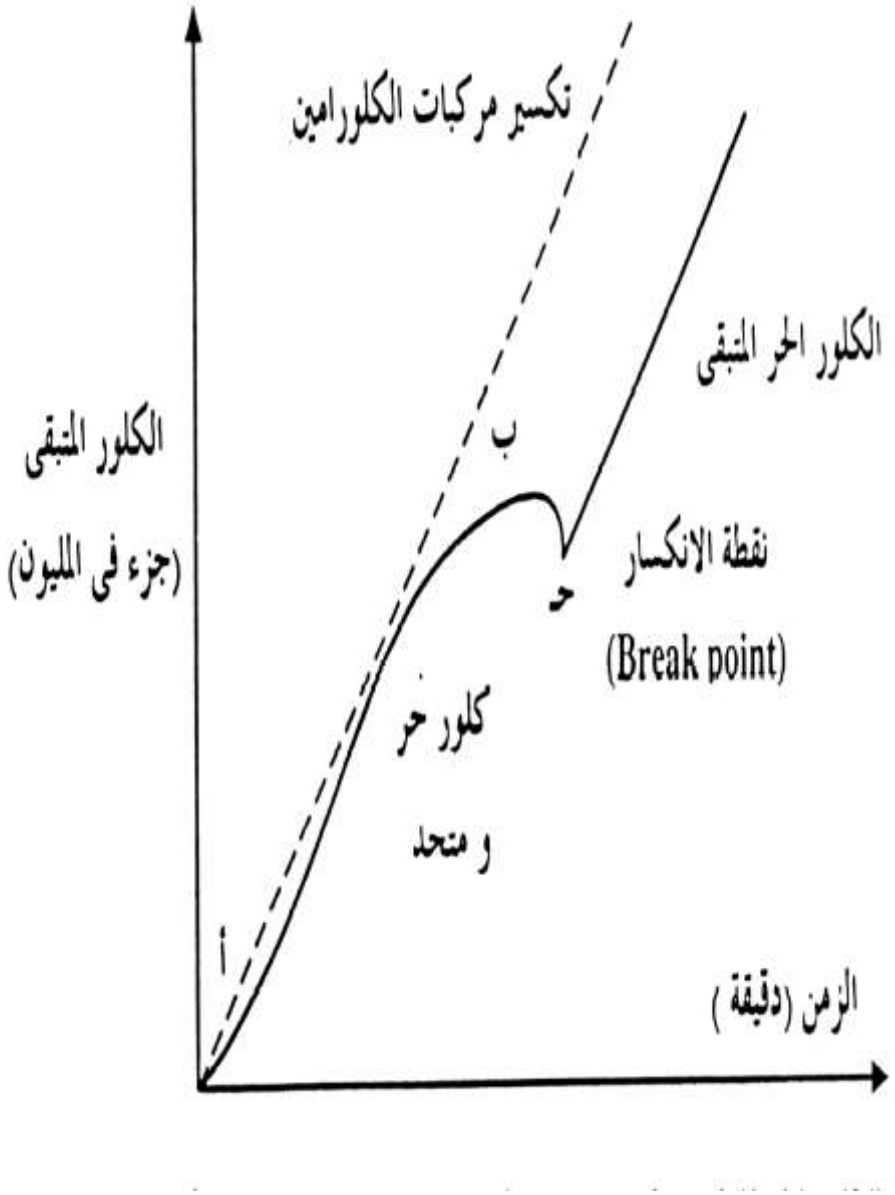
إضافة الكلور مع تجاوز نقطة التكسير :

عندما توجد المواد العضوية فى الماء على هيئة مركبات الأمونيا فإن الكلور المتبقي يتواجد على هيئة كلور حر أو كلور متحد مع الأمونيا مكوناً "الكلورأمين" .

فإذا رسمنا المنحنى البياني الموضح فى الشكل رقم (6) للعلاقة بين جرعة الكلور والكلور المتبقي نجد أن الكلور المتبقي يأخذ فى الازدياد مع زيادة جرعة الكلور ابتداء من النقطة (أ) حتى النقطة (ب) على المنحنى ، ثم يأخذ فى الهبوط حتى النقطة (جـــ) ، ثم يأخذ ثانياً فى الارتفاع .

وتفسر هذه الظاهرة بأنه فيما بين النقطة (أ) ، النقطة (ب) يوجد الكلور المتبقي على شكل كلور حر وكلور متحد فى نفس الوقت . فإذا زادت جرعة الكلور عن النقطة (ب) تكسرت مركبات الكلورأمين ، ومن ثم لا تظهر عند تعيين كمية الكلور المتبقي . ويستمر ذلك حتى النقطة (جـــ) التى يتم عندها تكسير جميع مركبات الكلورأمين ولا يبقى متواجداً فى الماء إلا الكلور المتبقي الحر . ولذلك تسمى نقطة التكسير ثم يأخذ الكلور المتبقي فى الازدياد . وابتداءاً من هذه النقطة يكون الكلور المتبقي حراً وليس متحداً .

وطريقة إضافة الكلور إلى الماء بجرعات تكفي الوصول إلى ما بعد النقطة (جـــ) على المنحنى . أى إضافة الكلور حتى ما بعد النقطة التى تتكسر فيها جميع الكلورأمينات ، كما أنها تسمى أحياناً (Free residual chlorine) . وتتميز هذه الطريقة بأنها تعطى نتائج عالية فى القضاء على البكتريا والحد من الطعم والرائحة فى المياه .



شكل رقم (6)

العلاقة بين كمية الكلور المتبقي والزمن

إلا أن تطبيقها ليس سهلاً أو متشابهاً فى جميع الحالات نظراً لاختلاف تركيز المواد العضوية فى المياه من المصادر المختلفة ، وحتى فى مياه المصد ر الواحد يتغير تركيز المواد العضوية فى المياه من يوم لآخر على مدار السنة . لهذا يجب عمل تجارب لتقدير جرعة الكلور فى كل حالة على حدة ، بل من وقت لآخر لمياه تؤخذ من مصدر واحد .

وتتوقف فاعلية الكلور فى قتل البكتريا على العوامل الآتية :

1 - **الرقم الهيدروجيني :** فللماء ذو الرقم الهيدروجيني المنخفض يلزمه جرعات كلور أصغر من الماء ذو الرقم الهيدروجيني المرتفع للحصول على نفس كفاءة التطهير .

2 - **درجة الحرارة :** تقل جرعة الكلور بارتفاع درجة الحرارة للحصول على نفس كفاءة التطهير .

3 - **مدة التفاعل بين الكلور والمياه (Time of contact) :** إذ تزيد فاعلية الكلور كلما طال هذا الزمن . ونظراً لاختلاف مقاومة البكتريا المختلفة لتأثير الكلور عليها ، فقد وجد أنه يجب أن تمر ثلاثون دقيقة بعد إضافة الكلور قبل استعمال المياه .

4 - **قلوية وحامضية المياه (Alkalinity & acidity) :** وتقل فاعلية الكلور بزياد ة قلوية المياه ولذلك يلزم جرعات كلور عالية كلما ارتفعت قلوية المياه .

5 - **وجود المركبات الآزوتية فى المياه (Nitrogeneous compounds) :** خاصة الأمونيا حيث يسبب تواجد هذه المركبات فى الماء إضعافاً لفاعلية الكلور فى قتل البكتريا . ولذا يلزم إضافة جرعات أكبر أو إطالة وقت التفاعل بين الكلور والماء .

6 - **وجود مركبات الحديد والمنجنيز :** وهذه المواد تحد من فاعلية الكلور فى قتل البكتريا .

7 **نوع وعدد البكتريا المراد القضاء عليها :** إذا أن لكل ميكروب مقاومة معينة لفعل الكلور ، ولذا يلزم اختبار الماء لمعرفة أنواع الميكروبات التى يراد قتلها بالكلور . كما أن العدد البكترى فى الماء له تأثير على جرعة الكلور الواجب إضافتها ، فكلما زاد العدد زادت الجرعة .

8 **عكارة المياه :** كلما العكارة زادت جرعة الكلور اللازمة ، إذ أن الميكروبات قد تحتمى بالمواد المسببة للعكارة من تأثير الكلور .

9 **طريقة إضافة الكلور :** فالكلور يمكن إضافته على هيئة غاز أو مسحوق لأحد مركباته . ولقد وجد أن إضافته كغاز أكثر فاعلية من إضافته كمحلول ، وإضافته كمحلول أكثر فاعلية من إضافته كمسحوق .

10 **جرعة الكلور (Chlorine dose) :** وبديهي أن فاعلية الكلور فى القضاء على البكتريا تزيد بازدياد جرعة الكلور المضاف إلى الماء .

اختبارات جرعات الكلور :

لتنفيذ اختبارات جرعات الكلور يلزم أولاً معرفة قوة تركيز محلول الكلور (Estimation of strength of chlorine dosing solution) .

1- الأجهزة :

سحاحة 50 مللى لتر بالماسك – مخبار مدرج 100 مللى لتر – ماصة مدرجة سعة 1 مللى لتر – كأس أزلنمير سعة 25 مللى لتر .

2- المحاليل :

محلول النشا 1% – ماء مقطر – ثيوكبريتات الصوديم N/40 – حمض كبريتيك مركز – يوديد بوتاسيوم (بللورات أو مسحوق) .

الطريقة :

أنظر الشكل رقم (7) .

1 - تملأ السحاحة حتى العلامة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم N/40 .

2 - تضع فى الدورق 1 جم يوديد البوتاسيوم ويضاف إليها بواسطة المخبار المدرج 10–11 مللى لتر من الماء المقطر ويقلب حتى الذوبان .

3 - ثم يضاف 2 مللى لتر حمض الكبريتيك بحذر .

4 - يضاف 25 مللى لتر من محلول الكلور المخفف المراد تعيين قوة تركيزه بعد رجه .

5 - يتكون اللون البني المحمر ويتم عمل معايرة باستخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم نقطة بنقطة مع التقليب المستمر حتى يظهر اللون الأصفر الباهت ، ثم يضاف 2 مللى لتر من محلول النشا ككاشف ويعطى لوناً أزرق .

6 - تستمر المعايرة حتى اختفاء اللون وتسجل قراءة السحاحة .

7 - تحسب قوة المحلول (مجم/لتر) = القراءة الناتجة × 0.03545 .

ملحوظة هامة :

لابد أن تكون قوة تركيز المحلول ما بين 0.9 – إلى 1.1 مللجم/ مللي لتر حتى تكون مقبولة ، أى لابد أن تعطى قراءة سحاحة الثيوكبريتات ما بين (25.5 إلى 31 مللى لتر) .

قياس جرعة الكلور الواجب إضافتها إلى المياه :

الأجهزة :

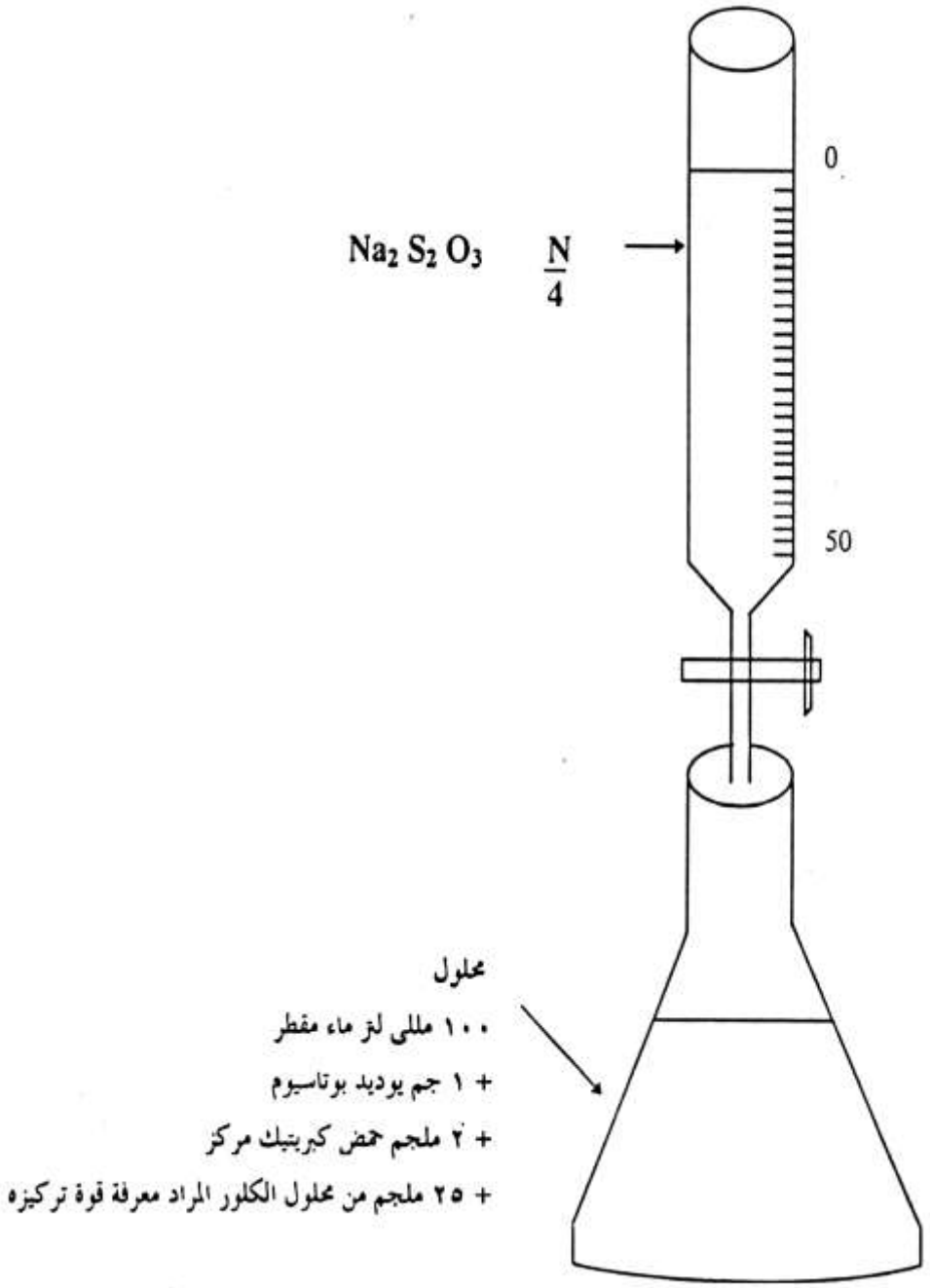
نفس الأجهزة فى التجربة السابقة مع زيادة الدوارق إلى ستة وبرطمان بغطاء مسنفر بني اللون .

المحاليل :

حمض خليك ثلجي ، محلول قياسي مع ثيوكبريتات الصوديوم 0.1 ع ، بللورات يوديد البوتاسيوم ، محلول نشا 1% ، محلول قياسي من الكلور .

الغرض من الاختبار :

هو إضافة الكلور إلى مصدر المياه للتأكد من مطابقتها من الناحية البكتريولوجية أو لتحسين الخواص الطبيعية والكيميائية للمياه . تعتبر هذه الطريقة مناسبة لتعيين كمية الكلور المطلوبة لإنتاج كلور متبقي فى مصدر المياه للحصول على غير ملوثة إ لى حد ما .



شكل رقم (7)

قياس قوة تركيز المحلول

يمكن تحضير محلول الكلور من محلول الغسيل كلوراكس 5% (50.000 مللجم/لتر) وذلك بإضافة 20 مللى لتر من هذا المحلول ويكمل بالماء المقطر إلى 100 مللي لتر . وتحفظ فى زجاجة بنية بغطاء فى الثلاجة ويمكن استعمالها لمدة شهر . وتمثل كل نقطة من الماصة (0.1 مللى لتر) حوالي 1 مللجم/لتر من الكلور عندما تضاف إلى 500 مللي لتر من عينة المياه .

الطريقة :

1 -باستخدام مخبار مدرج نضيف 500 مللى لتر من العينة فى زجاجات أو دوارق يتراوح عددها من 6 إلى 10 ونجعل درجة الحرارة مساوية لدرجة حرارة العينات وقت أخذها من مكانها الأصلي .

2 -نضيف الكميات الموضحة فى الجدول رقم (12) من محلول الكلور القياسي لكل دورق على حدة .

جدول رقم (12)

جرعات محلول الكلور القياس التى تضاف لكل دورق فى التجربة

الجرعة القياسية للكلور (عدد النقط) (Drops of dilute dosing solution)	4	8	16	20	24	30	34	40
جرعة الكلور (مللجم/لتر)	0.4	0.8	1.6	2	2.4	3	3.4	4

3 -نقلب كل دورق على حدة ويترك عند نفس درجة الحرارة لمدة نصف ساعة أو ساعة أو ساعتين (وقت التلامس) فى الظلام .

4 -بعد انتهاء فترة التلامس التى يتم اختيارها نقلب كل دورق ونعين الكلور المتبقي الكلي المتاح (Total available residual chlorine) بإحدى الطريقتين الآتيتين :

أ- استخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم (N/4) :

يضاف للدورق 1 جم من بللورات يوديد البوتاسيوم ويعاير اليود المنطلق باستخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم N/4 حتى ظهور اللون الأصفر الباهت ثم يضاف كاشف محلول النشا وتتم المعايرة حتى نقطة النهاية .E.P وهى أول نقطة تجعل المحلول عديم اللون (Colorless) .

تتم هذه العملية لكل دورق على حدة وتسجل نتائج القراءات كما هو موضح فى الجدول رقم (13) .

جدول رقم (13)

تسجيل نتائج القراءات

قراءة السحاحة (مل)	كمية الكلور الفعلية (ملجم/لتر)	عدد نقاط محلول الكلور القياسي	زمن التلامس

باستخدام المعادلة الآتية يتم حساب الكلور المتبقي :

$$\frac{\text{قراءة السحاحة (عدد ملليلترات من ثيوكبرتيات الصوديوم)} \times \text{تركيز قوة المحلول}}{\text{عدد ملليلترات من العينة}}$$

ثم ترسم علامة بين الجرعة المضافة والكلور المتبقي ومن خ لالها يتم تحديد الجرعة المطلوبة.

مثال :

باستخدام محلول تركيزه (0.9 ملليجم/مللي لتر) من الكلور القياسي أمكن الحصول على النتائج الموضحة فى الجدول رقم (14) ، والمطلوب حساب كمية الكلور الواجب إضافتها للمياه لتعطي نتائج بكتريولوجية مرضية .

جدول رقم (14)

النتائج التى تم الحصول عليها باستخدام محلول تركيزه 0.9 ملليجم/مللي لتر

رقم الدورق	كمية محلول الكلور تركيز 0.9 ملليجم/مللى لتر	جرعة الكلور المكافئة (ملليجم)	زمن التلامس	قراءة الثيوكبريتات N/4	كمية العينة	الكلور المتبقي
1	1.1 مللى لتر	1 مللى لتر	20 دقيقة	0.1 مللى لتر	250 مللى لتر	
2	2.2 مللى لتر	2 مللى لتر	20 دقيقة	0.2 مللى لتر	250 مللى لتر	
3	3.3 مللى لتر	3 مللى لتر	20 دقيقة	0.4 مللى لتر	250 مللى لتر	
4	4.4 مللى لتر	4 مللى لتر	20 دقيقة	0.5 مللى لتر	250 مللى لتر	
5	5 مللى لتر	5 مللى لتر	20 دقيقة	0.8 مللى لتر	250 مللى لتر	
6	6 مللى لتر	6 مللى لتر	20 دقيقة	1.1 مللى لتر	250 مللى لتر	

يتم حساب الكلور المتبقي لكل دورق كالآتي :

كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم 1 = $\frac{1000 \times 0.9 \times 0.1}{250}$ = 0.36 ملليجم/لتر

كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم 2 = $\frac{1000 \times 0.9 \times 0.2}{250}$ = 0.72 ملليجم/لتر

وبنفس الطريقة :

كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم 3 = 1.44 ملليجم/لتر

كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم 4 = 1.8 ملليجم/لتر

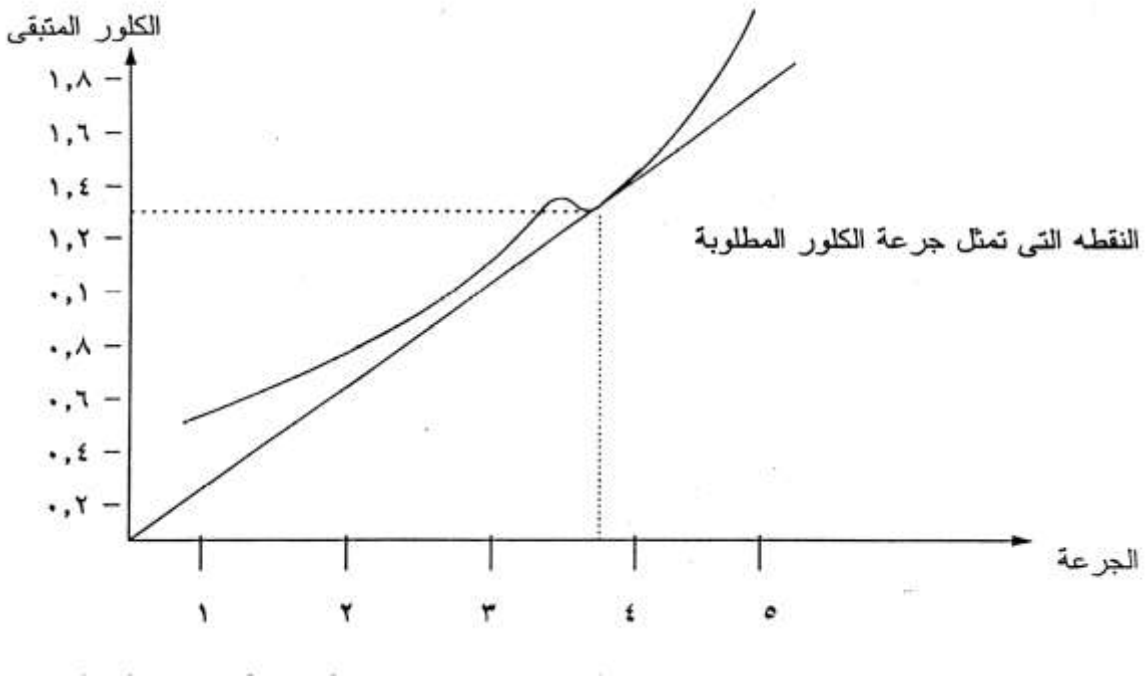
كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم 5 = 2.88 ملليجم/لتر

كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم 6 = 3.96 ملليجم/لتر

العلاقة بين جرعة الكلور والكلور المتبقي بيانياً :

يوضح الشكل رقم (8) العلاقة بين جرعة الكلور المضافة وكمية الكلور المتبقي:

الجرعة	1.1	2.2	3.3	4.4	5.5	6.6
الكلور المتبقي	0.36	0.72	1.44	1.8	2.88	3.96



شكل رقم (8)

العلاقة بين جرعة الكلور المضافة وكمية الكلور المتبقي

كمية الكلور المطلوبة = 3.1 ملليجم/لتر

خطوات قياس الكلور المتبقي فى المياه بطريقة DPD :

تمهيد :

عند إضافة n,n-diethyl-p-phenylenediamine إلى عينة ماء ، يتفاعل الكلور الحر المتاح فى الحال لينتج لون أحمر . يتم بعد ذلك معايرة العينة باستخدام كبريتات الأمونيوم الحديدية القياسية (FAS) حتى الوصول إلى نقطة معايرة نهائية واضحة .

- حجم العينة المستخدمة 100 مل .
- 1 مل من (FAS) يعادل 1 مللجم/لتر كلور حر متاح .

المعدات :

سحاحة 10 مل وحامل ، قارورة 250 مل ايرلنمير ، مخبار 100 مللى لتر مدرج .

الكواشف :

أ- كبريتات الأمونيوم الحديدية (القياسية) :

يذاب 1.106 جرام من ملح موهو ($Fe(NH_4)\ (SO_4)_2.6H_2O$) فى ماء مقطر يحتوى على 1 مل من حمض الكبريتيك (1 : 3) لعمل محلول لتر باستخدام ماء مقطر فعلي ومبرد . وتستخدم لمدة أسبوع ويتم معايرتها فى مقابل ثاني كرومات البوتاسيوم إذا استخدمت لمدة أطول من ذلك .

ب- N,N-diethyl-p-phenediamine (DPD) :

وهو محلول مبين . يحضر بإذابة 1 جرام من أوكسالات الـــDPD أو 1.5 جرام من كبريتات P-amino-N-N-diethylaniline فى ماء مقطر خالي من الكلور يحتوى

على 8 مل من 143 حمض كبريتيك ، 200 ملجم من ملح (EDTA) disodium ethylenediamine dehydrate لعمل محلول لتر باستخدام الماء المقطر ويحفظ فى زجاجة بنية اللون تغلق بسدادة .

جـــ- محلول الفوسفات المنظم (ثابت الأس الهيدروجيني) :

يحضر بإذابة 24 جرام من "Anhydrous disodium hydrogen phosphate" (Na_2HPO_4) و46 جرام من (KH_2PO_4) فى ماء مقطر ، بإضافة 100 مللى لتر من الماء المقطر المذاب به 0.8 جم من D.T.A ثم يتم التخفيف للمحلول إلى لتر باستخدام الماء المقطر .

ويمكن إضافة 0.2 جرام من كلوريد الزئبق كمادة حافظة ولمنع تداخل اليود

الخطوات :

1 - **تحضير العينة :**

أ -إضافة 5 مللى لتر من محلول الفوسفات إلى الدورق .

ب إضافة 5 مللى لتر من الكاشف DPD .

ج إضافة 100 مللى لتر من العينة .

2 - **المعايرة :**

أ أملأ السحاحة بكبريتات الأمونيوم الحديدية القياسية (سعة 25 مللى لتر) .

ب - قم بتصريف الـــF.A.S الزائدة لإزالة فقاعات الهواء من الطرف .

ج - قم بالتصريف حتى خط الصفر .

د قم بمعايرة العينة إلى أن يختفى اللون الأحمر .

ه سجل عدد مللى لترات الـــF.A.S المستخدمة .

3 – **الحسابات :**

كل مللى لتر F.A.S يكافئ (يعادل) 1 ملليجم/لتر كلور حر متاح تضرف القراءة × 10 = ملليجم/لتر .

4 – **البدائل :**

يمكن استبدال المحلول الثابت الأس الهيدروجيني (الفوسفات) ومحلول الـــD.P.D. بواحدة من مسحوق هاك (Hach powder pillow) للحصول على الكلور الحر المتاح .

5 – **تفسير النتائج :**

إذا ظهر لون أصفر مع D.P.D. بدلاً من اللون الأحمر فذلك يعنى أن العينة تحتاج إلى التخفيف بالماء المقطر واختبار التخفيف لمعرفة الكلور الحر .
ويوضح الجدول رقم (15) العلاقة بين مدى كمية الكلور المتبقي والحجم الأصلي للعينة وحجم الماء المقطر .

جدول رقم (15)

العلاقة بين مدى كمية الكلور المتبقي والحجم الأصلي للعينة وحجم الماء المقطر

مدى الكلور المتبقي (ملليجم/لتر)	الحجم الأصلي للعينة (مللى لتر)	حجم الماء المقطر (مللى لتر)
صفر – 4.0	100	صفر
8.0–4.1	50	50
16–8.1	25	75

قياس الكلور الحر والمتحد باستخدام كبريتات الحديدوز النوشادرية :

1 – من الخطوات السابقة يتم معرفة الكلور الحر المتاح وذلك بأخذ 100 مللى لتر من العينة ، 5 مللى لتر من محلول الفوسفات المنظم ، 5 مللى لتر من كاشف D.P.D. فى دروق 250 مللى لتر ومعايرته باستخدام F.A.S حتى زوال اللون الأحمر .

2 – يضاف 1 جرام من يوديد البوتاسيوم للدورق ويقلب حتى الذوبان . يترك المحلول دقيقتين (فى هذه الحالة يحول الكلورأمين اليوديد إلى يود) (Iodide → Iodine) ويتحول اللون للأحمر مرة أخرى .

3 – تتم عملية المعايرة باستخدام F.A.S. مرة أخرى حتى نقطة التعادل (عديم اللون) وتسجل القراءة . وتمثل الكلور الكلي المتاح.

الكلور المتحد = الكلور الكلي – الكلور المتبقي (الحر)

الكلور المتحد (ملجم/لتر) = (قراءة السحاحة فى الخطوة 3) – (قراءة السحاحة فى الخطوة 1) × 10

حسابات جرعات الكلور :

1 – لإيجاد كمية الكلور (بالكجم) اللازمة لتحضير جرعة محددة لإضافتها إلى مقدار معلوم من الماء .

الكمية المطلوبة من الكلور (100%) = متر مكعب من المياه × مللجم /لتر (الجرعة) × 0.001 .

مثال :

ما مقدار كمية غاز الكلور (بالكجم) المستخدمة فى عمل جرعة 4.0 ملليجم/لتر من غاز الكلور لإضافتها إلى 21000 م^3 من الماء ؟

الكمية = 21000 × 4.0 × 0.001 = 84 **كجم كلور**

2 – لإيجاد مقدار هيبوكلوريت الكالسيوم المطلوب ليعطي 84 كجم كلور ، فإن :

$$\text{كمية الهيبوكلوريت بالكجم} = \frac{\text{الكلور المطلوب (كجم)} \times 100}{\text{نسبة الهيبوكلوريت}}$$

مثال :

ما كمية هيبوكلوريت الكالسيوم (65%) المطلوبة إذا علمت أن مقدا ر الكلور المطلوب هو 84 كجم ؟

$$\textbf{الكمية} = \frac{84 \times 100}{65} = 129.23 \textbf{ كجم}$$

3 –لإيجاد جرعة الكلور (ملليجم/لتر) عندما يكون كلاً من مقدار الكلور (بالكجم) وكمية المياه المراد معالجتها (بالمتر المكعب) معلومين :

$$\text{جرعة الكلور بالملليجم/لتر} = \frac{\text{مقدار الكلور بالكجم}}{\text{المتر المكعب} \times 0.001}$$

مثال :

ما هى جرعة الكلور (ملليجم/لتر) إذا تم استخدام 37 كجم كلور لكل 20000 م^3 من الماء .

$$\text{الجرعة} = \frac{37}{20000 \times 0.001} = 1.8 \text{ ملليجم/لتر}$$

ARAB REPUBLIC OF EGYPT
German Technical Cooperation

مياه الشرب
العينات والمعايير القياسية
Sampling and Standard on Water

الملحقات
Annexes

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعى كلية العلوم جامعة عين شمس

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

الملحق الأول

Annex 1

Annex (1)

Sampling

Sampling is in its simplest terms a collection of a portion of an effluent or body of water to be analyzed and decisions taken about its contents and methods of their removals in case of polluted and/or contaminated water.

Sampling will be performed by the laboratories affiliated to the EEAA in order to check the compliance of variable sources generating, domestic, industrial, agricultural and commercial liquid wastes, to the limits stated by the different environmental laws governing the different discharges of wastewater bodies. Non compliance as indicated by analysis results will lead to legal consequence to be filed by EEAA against the polluters.

Sampling should be carried out by EEAA laboratories staff in presence of the representative of the point source responsible party, i.e. assigned representative of the industrial facility by the management of the facility, should be present while sampling the effluent generated by the plant for the sake of proper legalities. In order to verify his presence he should sign both the chain of custody sheet and the analysis request form. This procedures will insure his witnessing to the sampled water.

Representative samples of effluent is of major importance and in case of inherently variable effluent a time composite sample must be collected in order to judge the conformity of treatment units performance or average loads of a final effluent with the laws and standards.

Sampling apparatus and technique should be selected and adopted to best suit:

(1st) Physical conditions in the area being sampled.

(2nd) The objective of monitoring.

(3rd) The analysis to which the sample will be subjected.

Types of Samples:

Sample collection can be carried out in different ways, these are:

Grab Sample. This represents the quality of the sampled effluent at the moment of sampling. This type of sampling should be collected to test the compliance with the of treated industrial, domestic, or any generated liquid waste to the executive regulations at any time.

Composite Sample. Where a portion of the wastewater effluent is collected and analyzed to give the minimum and maximum pollutional loads generated by the checked source. Also it is necessary to calculate the penalties to be incurred by the polluting party based on average loads.

Time Composite Sample. This can be prepared by collecting and mixing an equal volume over a span of a full production day at equal time intervals in a sampling container. All collected different types of samples must be kept in an ice box having ice and salt or frozen block's of water in a tight plastic bag to maintain its low temperature and insure ceasing its biodegradability changes before it reaches the laboratory for analysis. The length of the time intervals can vary from every five minutes to every two hours depending on the frequency of change in the sampled effluent as judged by the collector based on the inherent variability of the processes or sources of pollution and/or contamination affecting the quality of the effluent.

In order to satisfy the legal requirements of confidence about the extent of non compliance of the effluent normally changing, at least three composite samples should not be complying. The samples should be collected on different days of the week in order to show the persistence in the level of deviation from the law.

Methods of Sampling:

Sampling regardless of its type can be conducted by either one of the following ways :

Manual Sampling. Which evolves minimal cost and equipment. But it should be carried with extra care in order not to contaminate one sample by another specially if the first sample is contaminated with excessive amounts of oil as it could linger in the sampling container and contaminate the following samples. The same rule applies for samples collected for bacterial analysis where it is not possible to collect the wastewater sample from a sterilized faucet.

Automatic Sampling. Automatic samplers can be useful in case they are available and sources of energy to operate them are accessible at the site of sampling they are more superior than manual sampling, yet they need extra care in operating them, they are liable to plugging, especially in case of waste water effluent with high content of suspended solids. They also may need continuous supervision.

Sampling Containers :

Sampling containers are either glass or plastic. But different grades of each type are preferred in special sample's determinants. Glass is recommended for samples collected for trace organic determinations, as plastics can leach out their additives which can interfere with the results in this case. While glass is not recommended at all for water samples collected for heavy metals determinations as they tend to replace the sodium in the glass matrices.

A variety of factors affect the choice of containers and cap material. These include resistance to breakage, size, weight, interference with constituents, cost and availability. There are also various procedures for cleaning and preparing bottles depending upon the analyses to be performed on the sample.

Container Material. Two major types of container materials are commonly used, plastic and glass. These types are shown in Table (1).

Table (1) Types of container materials

Glass	Plastic
Kimax or Pyrex brand-borosilicate	Conventional polyethylene
Vycor- generally	Linear polyethylene
Ray-Sorbor law-Actinic- Generally lab ware	Polypropylene
Corex-generally lab. Ware	Polycarbonate
	Rigid polyvinyl chloride
	Teflon

All these materials have various advantages and disadvantages. Kimax or Pyrex brand borosilicate glass is inert to most materials and is recommended where glass containers are used. Conventional polyethylene is to be used when plastic is acceptable because of reasonable cost and less absorption of metal ions. The specific situation will determine the use of glass or plastic. However, use glass containers for pesticides, oil and grease, and other organics. Table (2) summarizes the advantages of these materials.

Table (2) Comparison of advantages and disadvantages of glass and plastic containers

	Borosilicate glass	**Conventional polyethylene**
Interference with sample	Inert to all constituents except strong alkali	Good for most constituents except organic, oil and grease
Weight	Heavy	Light
Resistance to breakage	Very fragile	Durable
Cleaning	Easy to clean	Some difficulty in removing absorbed components
Sterilizable	Yes	In some instances
Space	Takes up considerable space	Cubitainers- substantial space savings during extended field studies

Container Caps. There are two major types of plastic used in container caps: polyethylene and backlite with liners. Polyethylene caps are recommended for ease of cleaning unless oil and grease analyses are to be performed. Caps with Teflon liners should be used for pesticides and oil and grease samples. Silicon rubber material should be avoided for trace metals because of zinc contaminations. There are three liners types available and the advantages/disadvantages are listed in Table (3).

Table (3) Comparison of cap liners

Liner type	Advantages	Disadvantages
Wax coated paper	Generally applicable to most samples, inexpensive	Must be inspected prior to each because of deterioration. Cannot be used with organics.
Neoprene	Same as wax coated paper	Same as wax coated paper
Teflon	Applicable for all analyses. Minimizes containers/sample interaction	High cost

Container Structure. Use a wide mouth container in most instances. This structure will permit easy filling and sample removal. It is also easily cleaned, quickly dried, and can be stored inverted. Use a narrow neck bottle when interaction with the cap liner or outside environment is to be minimized. Use a solvent cleaned glass container for pesticides sample collection.

Disposable Containers. Use disposable containers when the cost of cleaning is high. These containers should be precleaned and sterile. The most commonly used disposable container of this type is the molded polyethylene cubitainer shipped nested and sterile to the buyer. However since their cubic shape and flexible sides make them almost impossible to clean thoroughly, use these containers only once.

Container Washing. The following procedure should be followed to wash containers and caps for inorganic and general parameters :

(1) Wash containers and caps with a non-phosphate detergent and scrub strongly with a brush (if possible wash liners and caps separately).

(2) Rinse with tap water, then distilled water.

(3) Invert to drain and dry.

(4) Visually inspect for any contamination prior to storage.

(5) If the container requires additional cleaning, rinse with a chromic acid solution (35 ml saturated sodium dichromate solution in 1 liter of sulfuric acid - this solution can be reused. Then rinse with tab water an distilled water and dry as indicated above.

Container Preparation:

For certain parameters, a special cleaning procedure is needed to avoid adsorption or contamination due to interaction with container walls. These procedures are outlined below :

Metals. If metals are to be analyzed, rinse the container with a solution of one part nitric acid to four part water, then with distilled water. If phosphorus is to be analyzed, rinse the container with a solution of one part hydrochloric acid to one part water, followed by distilled water. Treat the caps similarly.

Organics. If oil and grease or pesticides are to be analyzed, rinse the sample container with methylene chloride followed by acetone. The container should have been previously cleaned with chromic acid solution. Treat the container caps similarly.

Sterilization. For microbiological analysis, sterilize the container and its stopper/cap by autoclaving at 121°C for 15 minutes or by dry heat at 180°C for two hours. Heat-sensitive plastic bottles may be sterilized with ethylene oxide at low temperature. Wrap bottles in Kraft paper or cover with aluminum foil before sterilization to protect against contamination. An acceptable for emergency or field use is sterilization of containers by boiling in water for 15 minutes.

Sample Holding Time :

Holding time is the time interval between collection and analysis, in general, the shorter the time that elapses between collection of a sample and its analysis, the more reliable will be the analytical results. It is impossible to state exactly how much time may be allowed to elapse between collection of the sample, particular analysis to be made, and the conditions of the storage.

For information purpose, however, data relating to holding times for general and inorganic parameters were collected from various literature sources and is tabulated in Annex 1.

Sample Volume :

The volume of sample collected should be sufficient to perform all the required analyses plus an additional amount to provide for any quality control needs, split samples or repeat examination. Although the volume of sample required depends on the analyses to be performed, the amount required for a fairly complete analyses is normally about 8 liters, (about 2 gallons.) The laboratory receiving the sample should be consulted for any specific volume requirements. Individual portions of a composite sample should be at least 100 milliliters in order to minimize sampler solids bias.

Sample Preservation :

Immediate analysis for the collected samples is the best way to keep the integrity and qualitative presentation of the sample constituents. In case the time lapsing between the sample collection and analysis is not less than 2-6 hours, preservation may be recommended.

Complete preservation of samples, either domestic sewage, industrial wastes, or natural water, is practical impossibility. Regardless of the nature of the sample, complete stability for every constituent can never be achieved. At best, preservation techniques can only retard the chemical and biological changes which can take place in a sample after its collection from the parent source. To maintain the integrity of the sample, appropriate selection of containers, pre treatment of containers if necessary and the holding times, form the integral part of the sample preservation program.

Methods of preservation are relatively limited and are intended generally to:

(1) Retard biological activity.

(2) Retard hydrolysis of chemical compounds and complexes.

(3) Reduce volatility of constituents.

Preservation methods are generally limited to chemical addition, pH control; refrigeration, and freezing, combinations of these methods are often used for sample preservation.

Chemical Addition. The most convenient preservative is a chemical which can be added to a sample bottle prior to sampling. When the sample is added, the preservative disperses immediately, stabilizing the parameter (s) of concern for long periods of time. When the preservative added interferes with other parameters being measured, additional samples for those parameters must be collected. For example, concentrated nitric acid added for the preservation of some of the metals would interfere with BOD, so an additional sample must be collected for BOD.

pH Control. pH control to preserve the sample is dependent upon chemical addition. As an example, to keep metal ions in a dissolved state, concentrated nitric acid is added to lower the pH to less than 2.

Freezing. Freezing has been the subject of many preservation studies. It is felt by some that freezing would be a method for increasing the holding time and allowing collection of a single sample for all analysis. However, the residue solids components (filterable and non filterable) of the sample change with freezing. Therefore, Return to equilibrium and then high speed homogenization is necessary before any analysis can be run. This method may be acceptable for certain analysis but not as a general preservation method.

Refrigeration. Refrigeration or icing has also been studied with various results. This is a common method used in field work and has no detrimental effect on sample composition. Although it does not maintain integrity for all parameters, it does not interfere with any analytical methods.

Preservation Guidelines. For industrial and point source samples, the technition must use specific preservatives if the sample cannot be analyzed immediately after collection. If preserved, the analyses must be conducted within a specified time frame.

Alternative Preservation Methods. Alternative preservation methods with different preservatives or storage conditions can be used if its effectiveness can be demonstrated by supporting data through preservation studies. Such preservation studies must specify:

(1) Type of water/waste water used as a sample in the experiment.

(2) Type of containers used.

(3) Pre treatment of the container and the glassware used.

(4) Preservation methods used.

(5) Specific temperatures or temperature range used.

(6) Duration of storage.

(7) Stored in light or darkness.

(8) Quality control samples-spikes, duplicates.

(9) Blanks-controls.

(10) Number of samples analyzed, and results.

(11) Statistical analysis, precision and accuracy.

Chain of Custody Procedures :

It is very important to insure the sample quality from the time of sampling through transportation, analysis and data reporting. For legal purposes the collected sample integrity should not be changed or tampered with during any of the above mentioned steps.

All collected samples must be sealed in a manner to secure its safe arrival without any interference to devalidate the results on grounds of sample unrepresentativness due to intended changes, or interference by other parties. The chain of custody should be clearly stated in a form attached to each sample.

The following steps summarize the chain of custody :

Sample Labels. Gummed paper or self adhesive tapes can be used to identify the following items:

(1st) Sample number.

(2nd) Date of sampling, and time of collection.

(3rd) Name of collector.

(4th) Site of sampling.

(5th) Sample preservative, if used.

Sample Seal. Use self adhesive tape to secure the cover closure against any unauthorized tampering. The tape can be signed by the collector to insure the sample security. The seal must be attached in a way to reveal any opening or the cover.

Log Book. Prepare a bound log book to report all descriptive information about the site of the sample collection, purpose of sampling, nature of the source sampled (variable by time as in case of industrial effluent), and if the sample is grab or composite. Field contact person should be mentioned. In case of industrial and the point source waste water effluent, it will be highly valuable to indicate suspected non complying ingredients. It is important to secure the safety of log book.

Record. Fill out a chain of custody record for each different sample or for a group of samples collected from the same source. The record should cover the following items :

(1st) Sample number.

(2nd) Signature of the collector.

(3rd) Date : Time : Site :

(4th) Type of sampling.

(5th) Signature of person (s) involved in the chain of possession and dates of possession.

Sample Analysis Request Sheet. Prepare a sheet comprising the field parameters as pH, temp., turbidity, as well as the lab analysis needed to be conducted on the sample.

Sample Delivery. Samples must be delivered to the analytical laboratory within hours of its collection. The maximum allowed lapse time is two (2) days under refrigeration and preserved for the different needed analytical parameters.

Sample Receival. The receiving custodian of the sample in the assigned analytical laboratory, should record the state of the sample as received in the lab with respect to the integrity of the sealing and should keep it in a refrigerator until analyzed by an assigned analyst. As a quality control procedure for chemical analysis, part of the sample should be kept in a deep freezer in case it is felt there is a need to store it and conduct a new set of analysis as indicated in the analysis request sheet.

Sample Assignment. The samples should be assigned to an analyst for analysis and recording of the results. The analyst should record all pertinent data, instrument readings for samples and standards as well as basic calculations leading to a final result in a log data book, which should be under his personal control.

Preparation for the Field Trip :

(1) Prepare lists of the required equipment and materials.

(2) Ensure that all sample bottles have been cleaned in accordance with standard procedures.

(3) Ensure that the laboratory has prepared the chemical reagents and standards needed for the trip.

(4) Prepare checklist.

(5) Check and calibrate meters (for field measurements), pH, temp, specific conductivity, turbidity, dissolved oxygen.

(6) Complete the supplies of reagents (Dissolved O_2 determination and chemical preservation).

(7) Obtain fresh buffer solutions (pH value of the buffer solution should be close to values expected in the field).

(8) Obtain KCl solution for pH probes.

(9) Obtain road maps, station location description, sampling documents, log sheet, sampling bottles, labels, samplers, preservatives, pipettes, equipment manual, …….. etc.

(10) Obtain writing materials, extra rope and tool box.

(11) Obtain charging cords if the equipment has in field charging capabilities.

(12) Obtain distilled water and clean beakers for pH, blanks and buffer measurements.

(13) Obtain filtering apparatus if required.

(14) If micro biological sampling is to be done, obtain sterile bottles and ice chest (ice chest are recommended for all sample storage).

Collection and Handling of Ambient Water Samples for Chemical Analysis

Ambient water could be classified into:

(1) Surface water/subsurface water of lakes, rivers, streams, sea water, reservoirs.

(2) Sediments/deep waters.

(3) Underground waters.

(4) Run-off, floods.

Samplers and sampling apparatus recommended, depend on the following:

(1) Type of water and site.

(2) Parameters.

(3) Sampling frequency.

(4) Volume of the sample.

(5) Other factors (filtration, preservation, preparation, procedures, transportation, …….. etc).

Reference factors depend on:

(1) Availability of spare parts.

(2) Calibration procedures.

(3) Maintenance.

(4) Availability of repairing.

(5) Field quality control.

In addition to standardized field procedures, field control requires the submission of blank and duplicate samples, their functions are:

(1) To test the purity of chemical preservatives.

(2) To check for contamination, sample containers, filter papers, filtering equipment or other equipment that are used in sample collection and handling.

(3) To detect other systematic and random errors occurring from the time of sampling to the time of analysis.

Remark:

At least once at each sampling point, control samples for each parameter being measured should be prepared by spiking a four-way split of a single water sample with three different levels of the parameter of interest within the concentration range capability of the analytical method employed. The information gained from these control samples is used to reveal any systematic errors or bias in the analytical methodology, which is important in interpreting the data.

Selection of Sample Volume :

This depends on :

(1) Type of parameters.

(2) Number of parameters.

(3) The analytical method.

(4) The expected concentrations of the parameters in the water.

The sample volume should be specified by lab. technician. Sample bottles are usually cleaned and provided by the lab.

Collecting surface water samples

(1) It is essential to ensure sample integrity from collection to data reporting for control of sample flow.

(2) Use the chain of custody procedures as recommended by the standard methods, it involves.

(3) Sample labels, sample seals, records, log books, and analysis request sheet.

Types of Samples :

Grab Sample. Used when the source is fairly constant in composition over a considerable period of time or over substantial distances in all directions.

Composite Sample. A mixture of grab samples collected at the same sampling point at different times. Used only for components that remain unchanged under the conditions of collection and preservation. Used for sampling sewage effluents and wastes.

Integrated Samples. Used in case of surface water (e.g. rivers, streams,) those vary in composition across its width, depth. These are mixtures of grab samples collected from different points.

Remark:

(1) Do not use the same sample for chemical, bacteriological and microscopic examination because the method of collection and handling are different.

(2) Sampling procedures as influenced by station location and season.

Sampling Methods and Equipment:

Sampling Procedures from Bridges, Abutments, and Boats

(1) Attach sufficient rope to permit the sampler to reach the required maximum depth. The other end of the rope should be secured to a permanent fixture on the bridge, abutment or boat.

(2) Ensure that all of the lines that are suspending the samples remain in the vertical position to enable the accurate estimation of the depth of sample.

(3) Weights may be added; the greater the stream velocity, the heavier the weight required.

(4) Ensure keeping boat location by anchoring or the use of boats motor.

(5) When sampling from a boat, take sample from upstream side.

(6) Ensure that sampling bottle not to be permitted to touch the bottom of the river or lake to avoid contamination from stirred up sediment. To avoid this, it is useful to predetermine the water depth.

(7) Rinse the sample 3-4 times with the water to be sampled unless the sampler contains a sterilized bottle or contain a preservative.

(8) Obtain the required sample volume for field tests, and then repeat the procedures to fill the remaining bottles.

(9) Carry out the required preservation procedures for each sample. See details in preservation chapter.

Sampling Procedures from Shores, Stream Banks and Wharves

Remark:

(1) A sampling iron is often used in this case.

(2) In the case of very shallow streams (about 0.5 m), the sample should be collected by hand, wading out if necessary, facing upstream. Make sure not to contaminate the sample with sediment, debris and other floating materials.

Station Location :

(1) The filed investigator should locate all sampling station accurately.

(2) It is important to take the sample at exactly the same location each time.

(3) Accurate station location description must be prepared on the first visit to every side, stakes, buoys or landmarks for location description.

Observation - Based Samples :

Filed investigators are responsible for observing any unusual conditions which may indicate a need for additional water samples.

Field Quality Assurance :

(1) Field quality assurance involves a serious of steps, produced procedures and practices which must be considered.

(2) Follow the instructions in the manual.

Prevention of Samples Contamination :

The field investigators must take the necessary precautions to protect samples from contamination and deterioration.

Collection and Handling of Industrial Wastewater for Chemical Analysis

Background :

Industrial waste water vary significantly in pollution characteristics. This chapter presents general guidelines and considerations so that effective sampling programs can be established for varied situation.

Objective of Sampling Program :

Regulatory :

Sampling of industrial waste water is required by regulatory authorities to satisfy the environmental law requirement.

Process Control :

In addition sampling is performed within the plant to monitor individual waste stream, as a check on the process efficiencies and to compute material balances.

Research and Development :

The special need of each research and development project on industrial waste treatment will dictate the sampling program. No general guidelines can be given. Projects are normally conducts :

(1) To explore potential recovery from a given department or unit process. Projects consider process modification and study the economics of changes.

(2) To define factors influencing character of wastes from a given department or unit process.

(3) To investigate and demonstrate variation in the character and concentration of combined wastes.

(4) To establish a sound basis for the treatment of residual wastes.

Frequency of Sampling :

Established by Regulation :

Use permit requirement when compliance monitoring is the objective. If the sampling frequency is not specified regulation, sampling interval should be one hour or less, and if data is available use statistical methods as a tool to determine the frequency of sampling.

Use of Statistics :

Background data must be collected to determine mean and variance. One of the following procedures can be used to obtain this information (listed in order of preference) if it has not been previously collected:

(1) Conduct a week long preliminary survey consisting of hourly samples to characterize the system.

(2) Conduct one 24 hour survey taking hourly samples. Analyze individual samples if batch dumps are suspected any weekly pattern must be considered and samples taken on the day of the greatest variation of the parameters of interest.

(3) Obtain data from a plant with the same type of industrial operation. However, where processes differ, take samples to quantify the variation. After data collection, use production figures to estimate extreme values, assuming a linear operating relationship (which is not always the case).

Other Consideration:

Consider variable plant operation when determining frequency

(1) Seasonal operation.

(2) Less than 24 hour per day operation.

(3) Special times during the day week.

(4) Any combination of the above.

When monitoring these types of operations, it is necessary to sample during normal working shifts in the season of productive operation.

Location of Sampling Points:

Effluent Monitoring :

Regulatory permits are issued based on the quality of the final discharge point of source before its mixing with any other sources. Regulatory permits establish effluent monitoring points within a plant. The permit may specify only the total plant discharge or a specific discharge from a certain operation or operations.

Type of Sample :

The permit will specify the type of sample, grab or composite, for effluent monitoring, but consider both types for in-plant monitoring. Where in-plant data do not exist, conduct a preliminary survey with production personnel of each unit process to determine the chemical reactions, production variability, location of individual waste streams and their potential chemical constituents in each waste stream. After careful analysis of the unit process, select the appropriate type of sample to be collected. Collect proportional composite samples to determine the average amount of pollutant or collect grab samples :

(1) If a batch discharge is to be characterized.

(2) If the flow is homogeneous and continuous with relatively constant waste characteristics so a grab sample is representative of the stream.

(3) When the extremes of flow and quality characteristics are needed.

(4) When one is sampling for a parameter requiring that the entire sample be used for analysis with no interior transfers of containers, e.g. oil and grease.

(5) When sampling for parameters which change character rapidly such as dissolved gases or those which cannot be held for a long length of time before analyses, e.g. bacteria counts. Chlorine dissolved oxygen and sulfide.

Methods of Sampling:

Choose manual or automatic sampling depending upon which method is best for the specific sampling program. Only trained personal should be entrusted the task of sample collection.

Automatic Samplers. If an automatic sampler is to be used, the actual type of sampler is determined by the constituents in the waste water. If the variability of the waste water is not known or is large, use a sampler containing a multiplex feature, which permits the collection of a composite sample in a single container while collecting one or several discrete sampling during a preset time interval. Once the needed features can be selected. Available samplers point to avoid problems when using automatic samplers in streams with a high solids content.

Volume of Sample and Container Type. The volume of sample to be taken is determined by the number of analyses to be performed on the sample. If this has not been determined, a grab sample volume, a minimum of one liter and an individual composite volume of 100 milliliters should be taken. The container type is also contingent upon the analysis to be run.

Preservation and Handling of Sampling. The preservation, holding times and materials associated with sampling depends upon the parameters to be analyzed. Reference should be made to Annex 1 .

Flow Measurements. Flow measurements techniques adopted should be in relation to the sampling location, type of flow, and other similar characteristics. Primary and secondary devices should not be calibrated prior to taking flow measurements.

Collection and Handling of Water Samples for Bacteriological Analysis

Background :

Fecal contamination from warm-blooded animals and humanbeings is present in certain industrial effluents, urban and rural run-off, and in municipal waste water. It can cause serious diseases and other health problems in drinking water supplies and recreational, agricultural, or processing waters used in the food, dairy and beverage industries. Consequently, monitoring of water supplies, ambient water effluent for compliance with bacterial limits is urgently needed.

To control pathogens discharged into different waters, selected groups of microorganisms are monitored as indicators of the sanitary quality of a stream or water supply. These include "total" bacteria (Standard plate count), total coliform bacteria, fecal coliform bacteria, and fecal streptococci. The pathogens Salmonella, Shigella, Giardia, Pseudomonas, Klebsiella, Clostridium spp, and viruses are not routinely tested because they are present in such small numbers that the methodology is rather time-consuming and seldom quantitative.

Sample Bottle Preparation:

Sample bottle must be resistant to sterilizing conditions and the solvent action of water. Wide-mouth glass or heat -resistant plastic bottles with screw-cap or ground glass stoppers may be used if they can be sterilized without producing toxic materials. Capped bottles must be equipped with neoprene rubber liners or other seal. Before use, thoroughly clean bottles and closures with detergent. Then rinse three times with a good quality laboratory reagent water.

Dechlorinating and Chelating Agents:

Use a dechlorinating agent in the sample bottle when water and waste water sample containing residual chlorine are anticipated. Add 0.1/ml of a 10 percent solution of sodium thiosulfate to each 125 ml (4/oz.) sample bottle prior to sterilization.

Use a chelating agent when waters are suspected of containing more than 0.01 mg/L concentration of heavy metals such as copper, nickel, tetra-sodium salt (EDTA), to each 125 ml (4/oz) sample bottle prior to sterilization.

Wrapping of Bottles :

Protect the tops and necks of glass-stopper bottles from contamination by covering them with aluminum foil or Kraft paper before sterilization. Screw cap closures do not require a cover.

Sterilization of Bottles :

Autoclave glass or heat resistant polypropylene plastic bottles at 121°C for 15 minutes. Glassware may be sterilized in a hot air oven at 170°C for 2 hours. Ethylene oxide gas sterilization is acceptable for plastic containers which are not heat resistant. Before use of sample bottles sterilized by gas, store overnight to allow the last traces of gas to dissipate.

Sampling Methods and Equipment :

These methods are applicable for sampling potable water, streams and rivers, recreational waters such as bathing beaches and swimming pools, lakes and reservoirs, puplic water supplies, marine and estuarine waters, Shellfish harvesting waters, and domestic and industrial waste discharges.

In no case should composite samples be collected for micro biological examination. Data from individual samples show a range of values which composite samples will not display. Individual results give information about industrial process variations. Also, one or more portions that make up a

composite sample may contain toxic or nutritive material and cause erroneous results.

Do not rinse bottle with sample, but fill it directly to within 2.5-5 cm (1-2 in) from the top to allow mixing of the sample before analysis. Use cautions to avoid contaminating the sample with fingers, gloves or other materials. Test any chlorinated sample for absence of chlorine, to assure that the reagent was effective.

Completely identify the sampling site on a field log sheet, label and on a chain of custody, if this is required.

Surface Sampling by Hand :

Collect a grab sample directly into a sample bottle prepared as described previously. Remove the bottle top cover and closure and protect them from contamination. Avoid touching the inside of the closure. Grasp the bottle securely at the base with one hand and plunge its mouth down into the water, avoiding surface scum. Position the bottle towards the current flow and away from the hand of the collector, the shore, the side of sampling platform, or boat. The sampling depth should be 15 to 30 cm (6 to 12 inch) below the water surface. If the water is static, an artificial current can be created by moving the bottle horizontally in the direction it is pointed and away from the sampler. Tip the bottle slightly upwards to allow air to exit and the bottle to fill. After removal of the bottle from the stream, tightly stopper and label the bottle.

Surface and Well Sampling by Weighted Bottle Frame :

When sampling from a bridge or other structure above a body of water, place the bottle in a weighted frame that holds the bottle securely. Remove the

cover and lower the device to the water. It is preferable to use nylon rope which does not absorb water and will not rot.

Swing the sampling device down stream, and then allow it to drop into the water, while pulling on the rope so as to direct the bottle upstream. Pull the sample device rapidly upstream and out of the water, simulating the scooping motion of grab sampling platform.

Use a weighted sterilized sample bottle when sampling a well that does not have pumping machinery. Avoid contaminating the sample with surface scum or dislodged material from the sides of the well.

Depth Sampling :

Several additional devices are needed for collection of depth samples from lakes, reservoirs, estuaries and seas. These depth samplers require lowering the sample device and/or container to the desired depth, then opening, filling, and closing the container and returning the device to the surface. Although depth measurements are best made with a pre-marked steel cable, the sample depths can be determined by pre-measuring and making a nylon rope at intervals with non smearing ink, paint, or fingernail polish. The following list of depth samplers is not inclusive but can serve as a guide : The ZoBell J-Z, the Niskin, the New York Dept. of Health, and the Kemmerer samplers.

Sediments and Sludge Sampling :

Microorganisms attach to particles and artifacts in water and are found in large numbers in the bottom sediment and at interfaces in any body of water. Sewage solids in treated domestic waste waters and sludges contain very large numbers of microorganisms which pass into receiving streams, lakes and oceans and then settle into the bottom sediments. This is particular concern in the seas

dumping program because of the concentrated disposal of very large amounts of sludge in selected sea dump sites. Microorganisms in these materials are periodically released into the overlying waters as the bottoms are disturbid.

Sediments and bottom materials are difficult to sample because of the variable composition, size, density and shape of particles and the lack of homogeneity. They vary from light, fluffy particles to compacted high density, solid layers.

Sample Frequency and Site Selection :

Frequency of Sampling :

The frequency of sampling depends upon the type of pollution that is to be measured. Cyclic pollution and its duration are measured as frequently as practical immediately downstream from the source and at less frequent time intervals than cyclic pollution. A common approach for short term studies is to collect samples from each side daily and advance the sampling intervals one hour during each 24 hour period to obtain data for a 7 to 10 day study.

Some standards require a minimum number of samples to be collected each month. Other standards are less explicit and simply indicated that the geometric mean coliform density shall not exceed a certain level each month, with no more than 10%, 20%, etc of samples exceeding a certain value. Where the number of samples required is undetermined, a sufficient number should be collected to measure the variations in conditions.

Raw Water Supplies :

Reservoirs and lakes used as water supplies are sampled at inlets, other possible sources of pollution, the draw off point, the quarter point intervals around the draw off point, at about the same depth, and about the same depth, and the reservoir outline.

Stream Sampling :

the objectives of the initial survey dictate the locations, frequency and number of samples to be collected. The Egyptian Law gives standard to be met after pollution point source discharge.

Selection of sampling sites. A typical stream sampling program includes sampling location upstream of the area of concern, upstream and downstream of waste discharges, upstream ad downstream from a tributary. Downstream sites should be located far enough below entry of discharge or tributary to allow through mixing. For more complex situations, where several waste discharges are involved, sampling includes sites upstream and downstream from the combined discharge area and samples taken directly from each industrial or municipal waste discharge. Using available bacteriological, chemical and discharge rate data, the contribution of each pollution source can be determined.

Small Streams. Should be sampled at background stations upstream of the pollution sources and at station downstream from pollution sources. Additional sampling sites should be located downstream to delineate the zones of pollution. Avoid sampling areas where stagnation may occur (backwater of a tributary) and areas located near the inside bank of a curve in the stream which may not be representative at the main channel.

Large Streams and Rivers. Large screams are usually not well mixed laterally for long distances downstream from the pollution sources. Sampling sites below point source pollution should be established to provide desired downstream travel time and dispersal as determined by flow rate measurements. Particular care must be taken to establish the proper sampling points at: The upper reach control station, non-point sources of pollution, waste discharges as they enter the stream, quarter-point samples below the pollution sources to detect channeling, tributaries, and downstream from tributaries after mixing. Occasionally, depth samples are necessary to determine vertical mixing patterns.

Preservation and Transit of Samples:

The adherence to sample preservation and holding time limits is critical to the production of valid data. Samples exceeding the limits should not be analyzed. Observe the following rules :

Storage Temperature and Handling Conditions. Bacteriological samples should be iced or refrigerated at a temperature of 1 to 4°C during transit to the laboratory. Insulated containers are preferable to assure proper maintenance of storage temperature. Care should be taken that samples bottle tops are not immersed in water during transit or storage.

Holding Time Limitations. Although samples should be examined as soon as possible after collection, they should not be held longer than six hours between collection and initiation of analysis. This limit is applied to fresh waters, sea waters, and shelfish - bed waters. The exception is water supply samples mailed in from water treatment systems. Current drinking water regulation permit these samples to be held up to 30 hours.

Although a holding time of six hours is permitted for sewage samples, organically rich wastes and marine waters are particularly susceptible to rapid

bacterial increase or die-away, should be held for the shortest time possible, to minimize change.

If the specified holding time limits cannot be observed, the following alternatives should be considered:

Temporary Field Laboratories. In situations where it is impossible to meet the 6 hour maximum holding time between collection and processing of samples, consider the use of temporary field laboratories located near the collection site.

Delay Incubation Procedure. If sampling and transit conditions require more than 6 hours, and the use of field laboratories is impossible, consider the delayed incubation procedure for total-and fecal- coliforms and fecal streptococci.

Puplic Transportation. Occasionally, commercial forms of transit such as airlines, buslines, or couriers are used to transport samples contained in ice chests to the laboratory. These should be considered only when storage time, temp. requirements and the proper disposition of the samples can be assured.

Collection and Handling of Water Samples for Biological Examination

Plankton is a term refers to those microscopic aquatic forms plankton is divided into Phytoplankton and and Zooplankton.

(Plant) Phytoplankton : Microscopic algae and bacteria.

(Animal) Zooplankton : Protozoa.

General Consideration :

Locate sampling station as near as possible to those selected for chemical and bacteriological sampling to ensure maximum correction of findings.

(1) Establish a sufficient number of station in as many location as necessary to define adequately the kinds and quantities plankton in the waters studied.

(2) In stream and river work, locate stations upstream and down stream from suspected pollution sources.

(3) If possible locate stations on both sides of the rivers because lateral mixing river water may not accur for great distance downstream.

(4) In rivers that are mixed vertically and horizontally, measure plankton population by examining periodic samples collected at midstream 0.5-1 meter below the surface.

(5) In shallow areas of 2-3 meters depth, subsurface samples collected at 0.5-1 meter usually are enough in deeper areas collect samples at regular depth intervals.

(6) Collection off-shore marrine samples at intervals of 3m or more throughout the euphonic zone and to the botton if zooplankton are to be included.

(7) Samples are usually referred to as :

(1st) Surface.

(2nd) Depth (Subsurface).

Collection and Handling of Water Samples for Radioactivity Examination

General Consideration :

(1) Because a radioactive element often is present in submicrogram quantities, a significant fraction may be lost by adsorption on the surface of the containers.

(2) Radionuclide may be largely or wholly adsorbed on the surface of the suspended particles.

(3) The adsorption of large fractions will cause a loss of radioactivity and possible contamination of subsequent samples collection in inadequately cleaned containers.

(4) Use containers of plastic (polyethylene or equivalent) or glass, except for tritium samples (use glass only).

(5) Sample container vary in size from 0.5 L to 18 L, depending on the required analysis.

الملحق الثانى

Annex 2

Annex (2)

Summary of Sampling and Handling Requirements.

Determination	Container	Minimum Sample Size, mL	Sample Type	Preservation	Maximum storage Recommended Regulatory
	P,G (B)	100	g	Refrigerate	24 h/14 d
Alkalinity	P,G	200	g	Refrigerate	24 h/14 d
BOD	P,G	1000	g	Refrigerate	6 h/48 d
Boron	P	100	g,c,	Non required	28 d/6 months
Bromide	P,G	100	g,c,	Non required	28 d/28 d
Carbon organic, total	G	100	g,c,	Analyze immediately or refrigerate & add H_3PO_4 or H_2SO_4, to pH<2.	28 d/28 d
Carbon dioxide	P,G,	100	g	Analyze immediately	Stat /N.S.
COD	P,G,	100	g,c	Analyze as soon as possible or add H_2SO_4 to pH<2, Refrigerate	7 d/28 d
Chloride	P,G,	50	g,c,	None required	28 d
Chorine, residual	P,G,	500	g	Analyze immediately	0.5 h/stat

Determination	Container	Minimum Sample Size, mL	Sample Type	Preservation	Maximum storage Recommended Regulatory
Chlorine dioxide	P,G,	500	g	Analyze immediately	0.5 h/N.S.
Chlorophyll	P,G,	500	g,c	30 d in dark	30 d/N.S.
Color	P,G,	500	g,c	Refrigerate	48 h/48 h
Conductivity	P,G,	500	g,c	Refrigerate	28 d/28 d
Cyanide, total	P,G,	500	g,c	Add NaOH to pH>12, refrigerate in dark	24 h/14 d, 24 h if sulfide present
Cyanide, amenable to chlorination	P,G,	500	g,c	Add 100mg $Na_2S_2O_3$/L	stat/14 d,24 h if sulfide present
Fluoride	P	300	g,c	Non required	28 d/28 d
Hardness	P,G	100	g,c	Add HNO_3 to pH<2	6 months/6 months
Iodine	P,G,	500	g,c	Analyze immediately	0.5 h/N.S.
Metals, general	P(A), G(A)	500	g	Refrigerate for dissolved metals filter immediately, add HNO_3 to pH>2	6 months / 6 months
Chromium (VI), copper by colorimelry	P(A), G(A)	300	g	Refrigerate	24 h/24 h

Determination	Container	Minimum Sample Size, mL	Sample Type	Preservation	Maximum storage Recommended Regulatory
Mercury	P(A),G(A)	500	g,c	Add HNO_3 to pH<2, 4°C Refrigerate	28 d/28 d
Ammonia-nitrogen	P,G	500	g,c	Analyze as soon as possible or add H_2SO_4 pH<2, refrigerate	7 d/28 d
Nitrate-nitrogen	P,G	100	g,c	Analyze as soon as possible or, refrigerate	48 h/48 h (28 d for chlorinated samples)
Nitrate + nitrite	P,G,	200	g,c,	Add H_2SO_4 to pH<2, Refrigerate	none/28 d
Nitrite-nitrogen	P,G	100	g,c,	Analyze as soon as possible or, refrigerate	None/48 h
Organic Kjeldahi	P,G,	100	g,c,	Refrigerate, add H_2SO_4 to pH<2	7 d/28 d
Odor	G	500	g	Analyze as soon as possible, refrigerate	6 h/N.S.
Oil & grease	G, wide mouth claibrated	1000	g,c	Add HCl to pH<2, refrigerate	28 d/28 d
Organic compounds					
MBAS	P,G,	250	g,c	Refrigerate	48 h
Pesticides	G(s), TFE - lined cap	1000	g,c	Refrigerate, add 1000 mg ascorbic acid/L, if residual chlorine present	7 d/7 d until extraction, 40 d after extraction.

Determination	Container	Minimum Sample Size, mL	Sample Type	Preservation	Maximum storage Recommended Regulatory
Phenols	P,G,	500	g,c	Refrigerate, add H_2SO_4 to pH<2.	28 d
Organics purgeables	G,TFE -lined cap	2x40	g	Refrigerate, add HCl to pH<2, add 1000 mg ascorbicacid/L if residual chlorine present	7 d/14 d
Oxygen, dissolved by electrode by Winkler titration	G,BOD bottle	300	g	Analyze immediately Titration may be delayed after acidification	0.5 h/stat 8 h/8 h
Ozone	G	1000	g	Analyze immediately	0.5h/N.S.
pH	G	50	g	Analyze immediately	2 h/stat.
Phosphate	G(A)	100	g	for dissolved phosphate filter immediately, refrigerate	48 h/N.S.
Salinity	G,wax seal	240	g	Analyze immediately or use wax seal	6 months/N.S.

Determination	Container	Minimum Sample Size, mL	Sample Type	Preservation	Maximum storage Recommended Regulatory
Silica	P	200	g,c	Refrigerate, do not freeze	28 d/28d
Sludge digester gas	G, gas bottle	-	g		N.S.
Solids	p,G	200	g,c	Refrigerate	7 d/2-7 d, see cited reference
Sulfate	P,G	100	g,c,	Refrigerate	28 d/28 d
Sulfide	P,G	100	g,c,	Refrigerate, add NH_4OH to pH>9	28 d/7 d
Taste	G	500	g	Analyze as soon as possible, refrigerate	24 h/N.S.
Temperature	P,G	-	g	Analyze immediately	stat/stat
Turbidity	P,G	100	g,c	Analyze same day, store in dark up to 24 h, refrigerate.	

الملحق الثالث

Annex 3

Annex (3)

Quality Control / Quality Assurance Manual for Water Sampling and Analysis

Introduction:

Quality Control and Quality Assurance (QC/QA) are two important, if not critical, parts of meeting Data Quality Standards (DQS). The EEAA laboratories must detail how QC/QA (DQS) standards will be set, data checked, standards maintained, and explain how failure of standards will classify the affected data. Both field and lab practices contribute in reaching these objects .

The term quality assurance describes the system of activities intended to provide evidence to the producer or user of a product or service that it meets predefined standards of quality with a stated level of confidence. It consists of related but independent activities: quality control and quality assessment. Quality control describes those activities and procedures used internally (within a lab or in the field) to produce consistent and reliable data. Quality assessment deals with activities to independently evaluate data quality, after a value is produced by the analysis method used.

This section is a minimum outline of methods and procedures the EEAA must consider in developing the site-specific DQS for both field sample collection and lab analysis. Scientifically valid test data does not just happen ,it results from careful work and has a considerable cost, in both time and money. Poor quality data could lead to placing the facility into assessment monitoring or corrective action when it isn't necessary. It is impossible to provide high quality analytical data on low quality samples. It should be your lab's policy to give

higher priority to data quality over data quantity. However analytical data can only be as good as the samples analyzed. Sample shortcomings can include:

- That is not representative of the matrix (media) being assessed;
- Which is collected in insufficient amounts for the analytical method used; or,
- Where samples are contaminated by sampling or handling procedures.

Data of this type cannot be made representative, increased in quantity, or corrected for contamination by lab efforts. The lab must assume that everything in the sample container constitutes the sample, that the sample was collected and preserved properly, and that it does not contain extraneous contamination. Due to the sophistication of today's measurement techniques and their cost, considerable planning may be necessary to assure meaningful test data.

The goal is to collect an appropriate number of high quality samples representing the environmental entity being tested. Reduced numbers of samples require even better planning to assure that any gaps in the data set, caused by omissions or post-analysis data rejection, don't weaken conclusions or preclude decision-making.

Field Activity:

QA/QC in the field requires attention to the following:

1) Meter checks and calibration;

2) Sample point assessment;

3) Assessment of sampling equipment ;

4) Duplicate samples;

5) Split samples;

6) Blanks;

7) Field sample data sheets;

8) Request for analysis forms; and,

9) Chain-of-Custody forms.

Meters Calibration. Meters used in the field to measure such parameters as depth to water and depth to bottom, temperature, pH, specific conductance, oxidation-reduction potential, dissolved oxygen, and turbidity, must be checked and calibrated, according to each meter manufacturer's recommendations. All information pertinent to meter checks and calibration, such as date, time, field personnel name(s), weather, check/calibration standards, and meter problems, should be recorded in a logbook dedicated to the meter. Details for the sampling procedures are found in Annex (1).and in each meter manufacturer's operation manual. Project logbooks must contain all meter types used for each sample event. Specific meter logbooks are considered as part of the site operating record. The logbooks must remain with that record when not in use. Meter specific logbooks must remain with the meter. Copies of all meter logbook entries pertinent to the facility must be included in the site operating record.

Sampling Point Assessment. For water sampling, upon arrival to the location, certain observations should be recorded on a field data sheet or in a notebook dedicated to that site. These observations should include, but are not limited, to the following:

- any odors or any unusual conditions at or around the sample site (such as standing water, nearby construction, etc.);
- ease of access to the sampling location (the presence or absence of any intrusive vegetation, equipment, refuse, steep or slippery slopes, etc.);
- approximate flow rate of stream, if applicable;
- condition of the sample point or fixed sample device;
- level of water in reservoir, if applicable;
- tidal stage of estuary or coastal stream, if applicable; and,
- weather conditions.

All logbooks are part of the Site Operations Record.

Sampling Equipment. The type and condition of purging and sampling equipment should be recorded in the site logbook, including any decontamination information that may be pertinent. Any operational problems or peculiarities should be noted, along with any repairs made to the equipment. A typical check list should consider the following:

□ □ make(s), model(s), and condition(s) of pump(s) used;

□ □ brand and size of tubing used;

□ □ make(s), model(s), and condition(s) of field parameter measurement equipment (meters,

flow-through cells, tubing, valve(s), transducer(s), generators, power cable(s), battery (ies),etc.);

□□ spare batteries or power backup for each piece of equipment, as needed;

□□ type and amount of liquid or powdered detergent, if used;

□□ type, source, and amount of rinse water used (non-potable, potable, commercial, lab,

distilled, deionized, etc.);

□□ type, source, and amount of other cleansing/rinsing agents, if used (alcohol, hexane, acid, etc.);

□□ cleaning tools used (brushes, sponges, towels, etc.);

□□ decontamination location (lab, office, field work site, motel parking lot, etc.);

□□ weather during decontamination, if performed outside;

□□ date, time, and field personnel present during decontamination procedure(s); and,

□□ any other information deemed important.

Duplicate Samples. The best single estimate of precision for the overall monitoring program is the comparison of blind duplicate samples (Annex 2) . The variability in the results obtained from duplicate samples is a sum of the sampling and analytical variability, and is the most meaningful measure of uncertainty in the individual samples obtained. Duplicate samples are collected as independent samples, blindly labeled, and should use the same sampling procedures (i.e. separate grab samples with a bailer or consecutive samples). A duplicate sample shall be collected once for every field day, or every ten samples, or once per sampling event, whichever is more frequent. Duplicate samples may not account for poor or improper decontamination.

Depending on the lab's QA procedure, and when the quantity of sample permits, a lab replicate is analyzed every tenth sample for each type of matrix in the analytical run (i.e. water, soil, etc.), and must fall within control limits. These

limits are based on historical data from the previous year, if available. Replicates are used to determine the method's precision.

Split Samples . The same crew, or a separate crew, can collect split samples. One or two different labs independently perform the analysis of each sample set (Annex 1). Generally, when the lab requires a split sample it will send out a team of their samplers to collect one or several sample sets when the permittee's field crew is collecting theirs. The lab will then transport the samples to the lab, or other contract lab for analysis. There are several methods to split a sample. At this time the lab recommends split samples be taken from a pooled aliquot.

Field Blank Sample. A field blank is "clean" samples (i.e., containing no analyte of concern) collected or transfer in the field. There are three types of field blanks collected for each sampling event: equipment; transfer; and, trip blanks (Annex 3).

□□ Field equipment blanks are pure water samples (RO/DI) transported to the site then exposed to equipment that has been decontaminated in the field and stored in the appropriate containers for analysis by the lab. Required only if non-dedicated purge and sample equipment is used. This blank will determine the effectiveness of decontamination procedures.

□□ A field transfer blank involves the transfer (pouring) of (RO/DI) water from a clean, lab supplied container, into a complete set of sample containers for analysis of all inorganic parameters required.. This transfer blank shall be performed at or near one of the site sampling locations. Contamination found in the field transfer blank indicates the presence of contaminants:

1. in the ambient air at the site;

2. in the blank water; or,

3. in the "clean" sample containers.

□□ A field trip blank (field or transfer blank) is for sites requiring sampling of organics and/or pesticide analysis. The field crew transfers organic-free RO/DI

water from a clean, lab-supplied container, into the appropriate, clean sample container(s) while at the sample location.

Field Sample Data Sheets. All activity taking place shall be recorded on an approved field sample data sheets (FSDS). The FSDS shall be designed such that it can accommodate information from sampling activities at groundwater, surface water, wastewater , soil sample, and leachate treatment and collection sites. Information to be considered for recording on the FSDS includes, but is not limited to, the following:

□□ sampling location and source ;

□□ condition of sample site;

□□ meter(s) used for field parameter determination;

□□ depth to water and depth to bottom;

□□ well casing inside diameter and borehole diameter, if needed;

□□ purge volume calculations (casing or borehole volume method, as applicable);

□□ purge and/or sample equipment (e.g. dedicated/disposable bailer, bailer dimensions.

Chain of Custody and Request for Analysis Forms. The "Request for Analysis Form" is an important element for logging coded samples into the select laboratory. It serves as documentation linking analytical data in the lab's information management system with the appropriate project or monitoring event. Certain information on the form is absolutely necessary. Such information as the Sampling Location/Site should be kept short but be as descriptive as possible. The Request for Analysis form usually contains the only information the lab has about sample origin, possible contaminants and sources, conditions of collection, etc. It would be helpful, when the field sampler has kept a field notebook, if pertinent information was transcribed onto these forms.

Information, such as “suspect cyanide in samples,” “diesel spill,” “samples contain elemental mercury,” should be noted as a safety warning to any person that will subsequently be handling the samples. When a sampling event is only one of several, assure the same project name is used on each Request for Analysis for each sampling event. As each case is completed and reported, a database is updated, linking the project name with appropriate case numbers and reporting date. If several sampling events related to the same project are listed using different names, it may be impossible to connect them in the future. The following information is recommended to be included on the Request for Analysis form:

- sampling site description;
- date and time of sample collection;
- sample matrix (wastewater ,surface water, sea water , groundwater, drinking water, soil, sediment, etc.);
- volume and number of sample bottles
- analysis requested;
- preservative(s) and amount (if applicable);
- sampler's name;
- purpose for sampling;
- description for each discrete sampling location;
- blind coded container ID number(s) (in spaces provided); and
- request analysis for a specific analyte by name or test group

Flag on the Request for Analysis samples known or suspected to contain sewage, cyanide, toxic solvents or heavy metals, etc. This is safety information for any person who will subsequently handle the container and sample material. The holding time for a sample begins when the sample is collected, not when it arrives at the laboratory. This could lead to problems for samples having extremely short holding times, such as nitrate, BOD5, orthophosphate, turbidity

(48 hours), and chromium+6 (24 hours). Should a sample exceed the holding time, the test will be performed, but results will be reported as an "estimate", and the data flagged. Continued failure to analyze within method holding time will require immediate re-sampling until a valid sample is analyzed.

Laboratory Activity:

Before, during, and after field sampling activity, the laboratory which will analyze the samples must have a QC/QA procedures. These include attention to the following:

1) QC/QA manual;

2) Standard operation procedures (SOP's);

3) Calibration ;

4) Method blank;

5) Matrix spike and matrix spike replicate;

6) Surrogate spikes ;

7) Anion/cation balances ;

8) Quality indicators and data quality objectives;

9) Corrective action;

10)Preventive maintenance;

11) Training requirements;

12) Documents and records;

13) Quality control requirements

14) Equipment testing, inspection and maintenance. :

QA/QC Manual. Prior to performing any laboratory analytical work, the laboratory should prepare , maintain and implement a QC/QA Manual. The laboratory QC/QA manual must document explicitly the approved methods used to meet or exceed the program's minimum analytical criteria.

Analytical Methods (SOP's). Annex (3), presents quality indicators of the analytical test methods. Further refined EPA methods can also be used (e.g. Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry for trace metals). Every contract laboratory used for analytical purposes must document in their QA/QC Manual the equivalent or improved methods for permit-required analytical tests. Monitoring will be conducted in accordance with EPA-approved or standard analytical procedures. For usual water parameters, approved analytical methods, method detection limits, minimum reporting limits, and accuracy and precision values applicable are given (Annex 3) . All equipment and sampling kits used by Water staff in the field should meet EPA- or similar standard approved methods. For safety and to avoid contamination, the storage will be in a lockable cabinet.

Calibration:

Though much attention is given to the generation and evaluation of known standards, reference samples, blind standards, and matrix spikes in ensuring analytical accuracy, perhaps the most overlooked aspect is calibration. Analysts are provided with a wide array of options, including instrument pre-programmed calibrations, hand-drawn calibration curves, the use of sophisticated scientific calculators, and even computer software. Field instruments will be calibrated according to the manufacturer's instructions prior to using the instruments. For example, pH meters will be calibrated according to the manufacturer's specifications using pH buffers at 4.0, 10.0 and mid-range. If equipment and/or kits require calibration immediately prior to the sampling event, the calibration dates will be noted on the checklist. When field instruments require only periodic calibration, the record of this calibration will be kept with the specific instrument. Water staff in each lab will ensure that instruments are calibrated

correctly. The laboratory will follow the calibration procedures found in the laboratory's Standard Operating Procedures (SOPs). The calibration process entails establishing a relationship between instrument response and concentration of analyte. The following "rules" should be applied to this process to ensure the generation of accurate data.

Use an Appropriate Number of Standards. Calibrations must be constructed using at least 3 standards and a blank. The majority of the instruments used in the environmental laboratory relate response to concentration linearly, or transform the primary signal to produce a linear output. Although deviations from linearity are encountered in the analytical range, they are more common at the extremes, where detector saturation or insensitivity are the culprits. The simplest means to generate a calibration curve is linear regression; the most defensible way to do this is to establish concentration as the **x**-axis and response to the **y**-axis.

Know When to Include a Zero. Unless you are using a calibration algorithm that fits points exactly, you will have to decide what to do about blank signals. A good rule of thumb to follow is: if you can adjust your instrument to read zero in the presence of a blank, then include a zero point in your calibration curve. Including a zero is generally appropriate for colorimetric procedures which use a spectrophotometer to measure response.

Do not Force Curves Through Zero. Doing this manipulates the data mathematically to obtain a y-intercept equal to zero. As a result, we lose valuable information about the lower limits of the analytical signal, and a good estimator of the limit of detection on the calibration day. Even when it is justified to include a zero point in the calibration curve, forcing the intercept to read zero is not.

Evaluate the Accuracy of the Calibration. Unfortunately, little advice beyond, essentially, "plot concentration vs. response" is offered by most analytical methods. Consequently, these types of curves are occasionally encountered. Take note that a line "of best fit" drawn through a set of

calibration points is just that. Without a means of evaluating the resultant line, data quality can suffer. One measure of a particular curve's validity is the correlation coefficient. A correlation coefficient of at least 0.995 generally indicates acceptable characterization of the curve. If this degree of correlation is not obtained, the reason for the lack of linearity should be investigated, any necessary corrective action taken, and a new calibration curve must be constructed. Many inexpensive scientific calculators provide the correlation coefficient of a set of data with a single keystroke. Another way of evaluating a calibration curve is to utilize the calibration equation (e.g., slope and intercept) to convert the response obtained for the calibration standards into concentration. This "predicted" concentration should agree reasonably well with the known, or "true" concentration of the standards. Opinions differ as to what constitutes "reasonable" agreement, however, if the predicted concentration is generally within 5-10% of the "true" concentration, the calibration is acceptable.

Define the Calibration Range Properly. The calibration range should be appropriate for the samples being analyzed (i.e. don't calibrate from 1 to 5 mg/L when all the samples fall between 0.05 and 0.5 mg/L). For low level work, it is best to choose points above, but near detection limits. For high level work, defining the upper limit of the calibration range is more important. The most accurate results are obtained when the signals of unknowns (i.e., samples) are close to those found in the knowns used to establish the calibration curve. A good calibration curve is like a well-maintained highway: it has legible signs and evenly spaced markers. All curves should be accompanied by the equations or coefficients that define them and should be generated using, as much as possible, evenly distributed points, the more (at least three), the better. Always use the full calibration curve to quantitate samples.

Pre-programmed Calibrations. A number of commercially available spectro-photometers and other equipment offer "pre-programmed" calibration curves for many of the routine wastewater tests, including chlorine residual, and phosphorus. The use of pre-programmed calibrations is unacceptable. The

laboratory must generate its own standard curve. A manufacturer's claim that their method is approved or acceptable does not mean that the approval extends to pre-programmed calibrations. When the EPA extends "approval" to one of these manufacturers that their particular technique is "equivalent" to a referenced EPA method, the approval is granted on the basis of no significant difference in the stoichiometry or chemistry of the procedure.

Hand-drawn Calibration Curves. Many laboratories use a calibration curve constructed manually by plotting the concentration of on the x-axis and absorbance on the y-axis. A straight line which best fits the data points is then drawn, and sample concentrations are determined using the "best fit" line to convert absorbance into concentration. The laboratory certification and registration program discourages this practice because there is significant variability in both how the scale of the graph is constructed, and how any individual draws the "best fit" line through the calibration data points. This degree of variability makes it difficult to trace your results as they appear on the discharge monitoring report (DMR) back to the raw data. The best fit line becomes the one you drew, and not necessarily the one that best represents the relationship between concentration and instrument response. One part of the audit process will be to verify that the absorbance for a particular sample indeed relates to the concentration reported on the DMR. Traceability of results is a critical requirement of laboratory record-keeping practices.

Instrument Calibration. The instruments should be calibrated each time they are used. The degree of calibration depends on the instrument. Commonly used is the calibration regression for spectrophotometers, auto-analyzers, and ion chromatographs, constructed using a reagent blank, and at least three upscale calibration standards, evenly dispersed throughout the calibration range. Correlation coefficients from regressions must be □ □ 0.9950. Calibration curves are verified for accuracy, using one or more QC standards, one of which is mid-range on the calibration curve, and must fall within control limits. This standard is often referred to as a Laboratory Control Standard (LCS). The origin of the LCS is different than calibration standards. A high to mid-range calibration

standard is used for a calibration check standard (CCS), or continuing calibration verification (CCV) standard. The CCS is analyzed every 10 samples to assess initial calibration drift and sensitivity, and must fall within control limits. When an analytical test is proven stable, the calibration check standard frequency may be reduced, but one is always run at the end of a sample batch.

Not every instrument is calibrated every time it is used. In some cases, saved calibration routines are used, but verified by QC checks. Although it really is better laboratory practice to create a new calibration with every analysis, this is not always the case. Laboratories should use, at a minimum, a calibration blank and at least two calibration standards. The lowest calibration standard should be equal to the Method Reporting Limit. The laboratory should only report concentrations that fall between the lowest and highest calibration standards. The laboratory should also be free to include more calibration standards that can fall anywhere within this range. A few analytical techniques may show non-linearity at high or low concentrations (within the calibration range), so labs may choose to cluster some standards. As a result, I would drop the statement that the calibration standards must be evenly distributed. All calibration (new or stored) should be checked with a LCS and CCV:

-A second source Laboratory Control Standard (LCS) should be analyzed following every initial calibration. The acceptance standards for the LCS should be at least ±10%.

-A Continuing Calibration Verification (CCV) should be analyzed at a minimum twice during an analytical run--once at the beginning and once at the end. Good laboratory practice is to analyze a CCV with every 10 samples.

The concentrations of the CCVs analyzed during a single analytical run should varied within the calibration range of the instrument. Acceptance limits for CCVs should be ±10%.

Balances are routinely calibrated using NIST "Class S" weights, from 0.001 to 100.0 grams. Document results in a bound notebook. Thermometers used in

incubators, ovens, and water baths, are referenced periodically to an NIST certified thermometer. Document the results. Calibrate pH meters with pH 4.0, pH 7.0, and pH 10.0 buffers. Document results in logbooks. Gas chromatographs are calibrated with each use, using instrument blank and calibration standards. The first calibration standard is used to check instrument response, based on the previous calibration, and to update the initial calibration. Mid-range calibration standards are run during, and at the end of the sequence, and must fall within control limits. The GC/MS system is tuned daily to meet specifications outlined in the method. Calibration standards are run to establish response factors, with respect to the internal standards, for each compound tested, during sample analysis. Each sample is spiked with one to three surrogate standards, which must fall within control limits, to verify the calibration throughout the analytical period.

Method Blank. A method blank is "clean" samples (i.e., containing no analyte of concern) collected or transfer in the lab. There are three types of common lab blanks used for each sampling event: transport; transfer; and, method blanks (Annex 4).

□□ A lab transport blank (trip blank) is required for all sites that collect samples. This involves containers that should be filled with organic-free RO/DI water. These containers are transported into the field, and then sent back to the lab, with the rest of the site samples, for analysis. These containers remain closed, from the time of initial filling in the lab, until analysis in the lab. Analyzing these blank samples will indicate presence of ambient contaminants:

(1) in the lab during the time of analysis; or,

(2) in the blank water.

The validity of this latter possibility could be determined through the analysis of a method blank.

□□ A lab transfer blank may be required for other non-volatile organic compounds (VOC), or other pesticides parameters to be analyzed. The

corresponding sample type containers that should be filled with organic-free RO/DI water. These containers are transported into the field, and then sent back to the lab, with the rest of the site samples, for analysis. These containers remain closed, from the time of initial filling in the lab, until analysis in the lab. Analyzing these blank samples will indicate a presence of ambient contaminants:

1. in the lab during the time of analysis; or,

2. in the blank water.

□□ A lab method blank is composed, most often, of RO/DI water, to which all reagents are added and analytical procedures performed. This blank does not leave the lab. Method blanks are analyzed daily, or at a minimum frequency of 1 per 10 samples, to assess possible contamination from the laboratory, so that corrective measures may be taken, as necessary.

A method blank is required at a frequency of 1 per sample batch per matrix type per sample extraction/preparation method. If an analyte is identified in the method blank, the concentration should be less than 10% of the lowest concentration identified in the samples.

Matrix Spike and Matrix Spike Replicate . A matrix spike is included to identify any possible analytical interference (Annex 2). Generally, matrix spike/matrix spike replicates are used on analyses where contaminants are not routinely detected. Matrix spikes should be included at a frequency of every 1 in 20 samples . Spike recoveries are used to determine test method analytical accuracy. Every sample observed to exhibit matrix interference is analyzed using "Standard Additions" method. Sample dilution is sometimes used to minimize interference. Some methods require the use of an interference check standard to ensure that interferences are being corrected for. Matrix spikes should have a recovery of ± 20%. A matrix spike replicate or an analytical replicate is done as above, but a replicate from a single sample is carried through the entire analytical sequence. Matrix spike replicates should be analyzed with every 20 samples. The acceptance limit for duplicates should be ±10%.

Surrogate Spikes. Surrogate spikes (Annex 2) should be included with all organic chromatography methods. Spikes are added to each sample, standard or blank analyzed, as a quality control measure. Percent recovery of these surrogates must fall within a specific range for the analysis to be considered "acceptable." Anywhere from one to three surrogate compounds per method, depending on the method. Problems can occur with surrogate recoveries on samples containing elevated concentrations of one or more analytes. Surrogate spikes are prepared at a concentration to function within the normal calibration range of the analytical instrument. Observation of very high concentrations of one or more analytes requires sample dilution to bring these elevated concentrations within the valid concentration range. Substantial sample dilution often results in surrogate concentration dilution to a level below their detection limit.

Anion/Cation Balances. Anion-cation balances provide a means of evaluating overall laboratory performance. Theoretically, samples with a neutral charge should be composed of an equal number of positively charged ions (cations) and negatively charged ions (anions). The concentrations of common cations and anions in a sample (reported in mg/L), are converted to milliequivalents per liter (meq/L), based on atomic weight and the valence of each constituent. The relative percent difference (RPD) between the cation and anion sums is then evaluated. Theoretically, the cation and anion sums in a sample with a neutral ionic charge, should be the same. Any imbalance in the charge exceeding acceptable standards indicates the cation and/or anion concentrations may be over or under reported. Ion balance should be within ± 10% for samples with a total dissolved solids concentration of more than 100 ppm. If there is no balance, a corrective action process should be initiated.

□□ In highly turbid groundwater samples, the concentration of a given metal, expressed as total recoverable, can be significantly different than the concentration of the same metal, expressed as the dissolved portion of that metal in the water sample. This situation is common at many solid waste facilities, and often leads to cation-anion balances with relative percent differences (RPDs) exceeding 20%.

□□ In relatively clean water samples, in which the inherent total cation and anion milli-equivalents are low, a relatively small difference in values, when viewed in terms of absolute magnitude, can significantly affect the RPD. In such situations, it may be more prudent to evaluate cation-anion balances in terms of absolute variances, rather than RPD. Using an acceptance criteria of 0.2 meq/L, rather than a percent difference, in samples where the total anion milliequivalents are low (e.g., 0.0 – 2.0 meq/L), recognizes the fact that an absolute difference of 0.2 meq/L between total cations and total anions can generate a large RPD.

Quality Indicators and Data Quality Objectives:

Quality Indicators. Data Quality Objectives (DQOs) are the quantitative and qualitative terms that water staff members use to describe how good the data need to be in order to meet the project's objectives. DQOs for measurement data (also known as data quality indicators) are precision, accuracy, representativeness, completeness, and comparability, etc. The overall QA objective for analytical data is to ensure that data of known and acceptable quality are provided. To achieve this goal, the water staff must review the data obtained for quality indicators (Annex 3). These are necessary attributes to ensure that analytical data are reliable, scientifically sound, and defensible.

Lower Limit of Detection (LLD). Lower limit of detection (LLD) or limit of detection (LOD) or minimum detection limit (MDL) is the concentration of the analyte giving a signal equal to the blank plus 3 × the standard deviation of the blank. Because in the calculation of analytical results the value of the blank is subtracted (or the blank is forced to zero) the detection limit can be written as:

$$\textbf{LLD, MDL, LOD} = 3 \times s_{bl}$$

At this limit it is 93% certain that the signal is not due to the blank but that the method has detected the presence of the analyte (this does not mean that below this limit the analyte is absent). The calculated LLD, MDL or LOD should be evaluated using several checks to determine if it will meet all of the necessary criteria. The following five actions, which will be collectively referred to as the "Five Point Check", are simple ways to evaluate a calculated LOD :

1. Does the spike level exceed 10 times the LOD? If so, the spike level is high.
2. Is the calculated LOD higher than the spike level? If so, the spike level is too low.

3. Does the calculated LOD meet regulatory requirement (i.e., permit limits)?

4. Is the signal/noise (S/N) in the appropriate range?

5. Are the replicate recoveries reasonable?

Items 1, 2, and 3 are requirements for all LODs. Because even the lowest permit limits are substantially greater than the LODs which can be reasonably achieved for BOD, TSS, ammonia, and phosphorus, item 3 can be ignored for wastewater laboratories whose testing is limited to these parameters. Items 4 and 5 are not required, but are useful for evaluating the LOD data. Due to the dependence of precision on concentration, the calculated LOD must be greater than one-tenth of the spike level. This is the maximum concentration for an LOD study, and concentrations below this maximum are preferable. At the other extreme, the calculated LOD must not be higher than the spike level. Logically, if the calculated LOD exceeds the spike level it is not statistically possible to differentiate the spiked samples from a blank (and the precision of the determination was very poor!). The following inequalities are useful for evaluating a calculated LOD:

Accuracy (Recovery). Laboratory accuracy is evaluated by the percent recovery (%R) of the target analyte in spiked samples and also by the recoveries of the surrogates in all samples and QC samples. Recovery is defined as the 'fraction of the analyte determined after addition of a known amount of the standard analyte to a wastewater sample'. In practice, control samples are most commonly used for spiking. The sample as well as the spikes are analyzed at least 10 times, the results averaged and the relative standard deviation (RSD) calculated. The recovery is calculated with:

$$\textbf{Recovery, \%} = [(X_s - X) / X_{add}] \times 100$$

Where X_s = mean result of spiked wastewater samples

X = mean result of unspiked wastewater samples

X_{add} = amount of added standard analyte

Trueness. This is expressed by the equation:

Trueness, % = (X / μ) x 100

Where

X = mean of test results obtained for reference sample
μ = "true" value given for reference sample

Bias.

It is more commonly used than trueness, and expressed by the equation:

Bias, % = [(X – μ) / μ] x 100

Precision.

Precision is a measure of the degree to which data generated from replicate or repetitive measurements differ from one another. If calculated from duplicate measurements, relative percent difference is the normal measure of precision.

$$\mathbf{RPD = [(C_1 \times C_2)/ (C_1 + C_2)/2] \times 100}$$

Where RPD = relative percent difference
C_1 = larger of the two observed values
C_2 = smaller of the two observed values

Better results are obtained from replicate analyses performed on a reference sample. Numerically, precision is expressed by the relative standard deviation (RSD) or coefficient of variation (CV)

Precision, % = (S/X) x 100

Where

X = mean of test results obtained for the reference standard sample
S = standard deviation of x ,[$\mathbf{S^2 = \sum (X_1 - X)^2 / n\text{-}1}$]

n = degree of freedom

Range is often used as an index of precision. For measurements such as pH, where the absolute variation is more appropriate, precision is usually reported as the absolute range of duplicate measurements:

$\mathbf{D = m_1 - m_2}$

Where D = absolute range

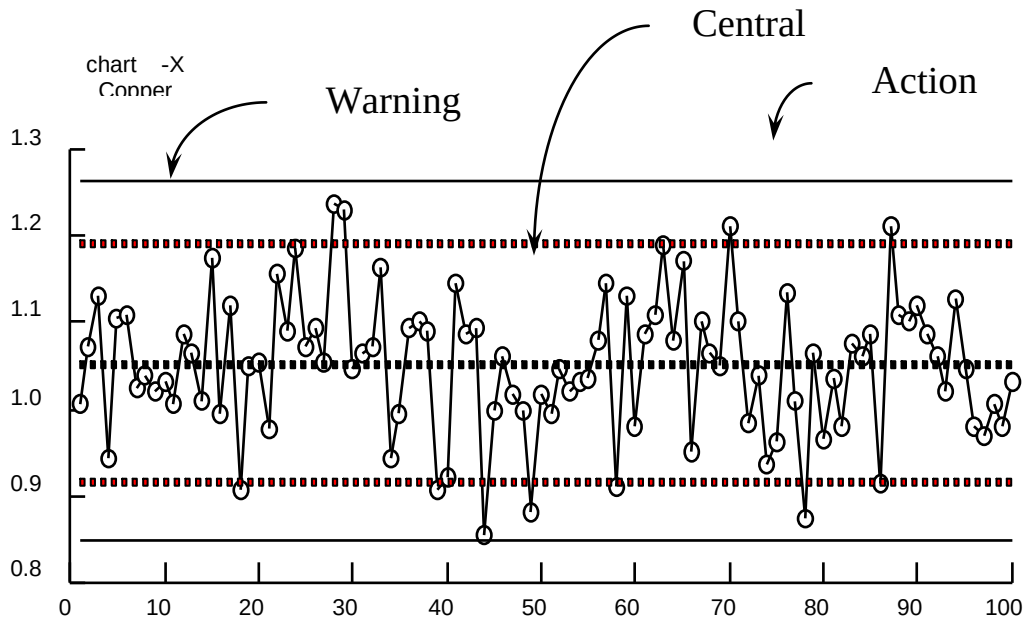
m_1 = first measurement

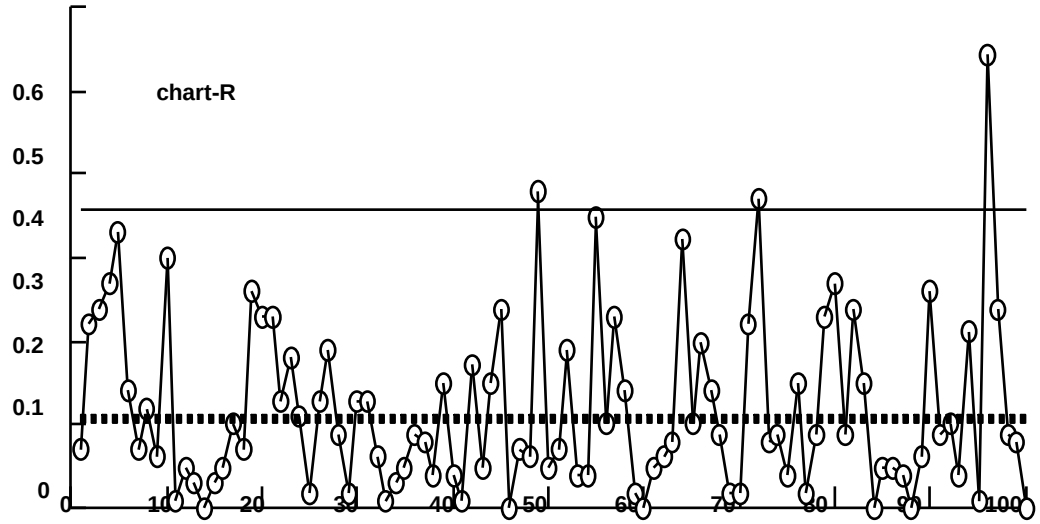
m_2 = second measurement

Control Charts. Control charts are used for recording internal quality control data .The principle of control charts is that internal quality control (IQC) data can be graphically plotted so that they can be readily compared and interpreted. Various types of control charts can be used such as X-chart and R-chart. X-chart is a graph with time (or assay batch) on the x-axis and the concentration of the variable in the reference material on the y axis. The mean of a number of control values obtained over a suitably long period of time is used as the central line in the chart. Two other lines above and two below the central line are also drawn. These are the upper and lower warning limits and the upper and lower action limits. The limits are based on two and three times the

standard deviation of the batch means, respectively. Provided the distribution is normal, 95 per cent of results from assays in control will fall between the two warning lines. Action lines are normally placed at three standard deviations to either side of the target line and 99 per cent of normally distributed results should be between the action lines. Examples of typical X- charts are shown below.

An R-chart is a similar control chart in which the mean range of repeated measurement is used as the central line, the control values being the difference between highest and lowest response value for a control sample in one batch. R-charts are normally used only with action limits. In the regular day-to-day use of the control charts, an aliquot from an appropriate reference material is analyzed with every batch of samples and the measured concentration of the variable in the aliquot is plotted on the chart.





Typical X-chart and R-chart

Out-of control situation exists according to ISO 13530 when:

(1) One control value lies outside the action limit,

(2) Two consecutive control values lie outside the warning limits,

(3) Seven consecutive values appear with raising or failing tendency,

(4) Ten out of 11 consecutive control values lie on one side of the central line in case of X-chart ,

(5) Seven consecutive values lie above the central line in R-charts.

Out-of control situation requires prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data. Results outside the action limits should prompt detailed checking of the analytical method and rejection of the assay data.

Reproducibility. This is a measure of the spread of results when a sample is analyzed by different laboratories .This is a measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference material under different conditions (execution by different persons, in different laboratories, with different equipment and at different times). The measure of reproducibility R is the standard deviation of these results s_R, and for a not too small number of data (n < 8) R is defined by (with 95% confidence):

$$\mathbf{R = 2.8 \times s_R}$$

(where $2.8 = 2\sqrt{2}$ and is derived from the normal or Gaussian distribution; ISO 5725).

Repeatability. The measure of agreement between results obtained with the same method on identical test or reference standard sample under the same conditions (job done by one person, in the same laboratory, with the same equipment, at the same time or with only a short time interval). Thus, this is the best precision a laboratory can obtain: the within-batch precision. The measure for the repeatability r is the standard deviation of these results s_r, and for a not too small number of data (n> 10) r is defined by (with 95% confidence):

$$\mathbf{r = 2.8 \times s_r}$$

Representativeness. Representativeness is the degree to which data from the project accurately represent a particular characteristic of the environmental matrix that is being tested. The Water staff designs the sampling scheme, including sampling locations and the number of samples to ensure representativeness of samples of each matrix or product of chemical processes being sampled. The Water staff also ensures representativeness of samples by adherence to standard field sampling and analysis protocols and by using standard laboratory protocols.

Completeness. Completeness is the percentage of valid results obtained compared to the total number of samples taken for a parameter. Since sampling during inspections, complaint response and technical assists are usually grab samples and limited in number of samples, the lab expects the number of valid results from the analyses to be equal to or better than 85%. A simple equation for completeness is defined as:

% C = (V/T) x 100

Where % C = percent completeness

V = number of measurements judged valid

T = total number of measurements

Comparability. Comparability is a qualitative term that expresses the measure of confidence that one data set can be compared to another and can be combined for the decision(s) to be made. The Water staff ensures Comparability by using standard sample collection, preparation and handling procedures, EPA-approved analytical methods and holding times, and by following the QA/QC protocols set by the lab.

Corrective Action:

An appropriate series of corrective actions can be taken to keep the

quality control, these are :

- Review quality control limit calculations for obvious errors.
- Rest the data for outliers, exclude any that are identified as such, and re-calculate control limits.
- Review matrix spike preparation procedures to determine if any errors were made.

The laboratory continually monitors their results for quality control sample determinations and takes appropriate action to correct problems. Frequently, samples may be re-analyzed after an analytical problem is corrected. This is also the case for location measurements with respect to check standard results. Due to sample holding time limitations, re-analysis is usually not possible if problems are discovered in field QC data. Corrective courses applying to subsequent data collection are possible . However, if data are compromised due to poor precision, the source of the variability will determine the course of action that is required. Possible actions include:

1) Changing the standard operating procedures or instrumentation.

2) Informing the laboratory when lab error appears to be the source (and possibly changing analytical methods);

3) Re-evaluating the required precision, when it appears that the required error is unattainable.

A persistent, consistent bias in the data may warrant adjusting the values, otherwise the corrective action for bias will be to inform the lab, which will be expected to address the problem. Significant changes in methods, instrumentation, or methodology will be made only after it has been documented that these changes will not bias the data. Summary of an internal quality control program f or each parameter is:

- Analyze five standard solutions at six different known concentrations covering the working range to develop a calibration curve or, when a calibration curve already exists, analyze two standard solutions at different known concentrations covering the working range to validate the existing calibration curve.

- Analyze one method blank per set of 20 wastewater samples.

- Analyze one field blank per set of wastewater samples.

- Analyze one duplicate of a wastewater sample chosen at random from each set of up to 20 samples.

- Analyze one wastewater sample that has been spiked with a known amount of the variable as a recovery check. This sample should have a matrix similar to those of the wastewater samples being processed.

When data quality criteria are not met, corrective action procedures must be put into effect. As a general guideline, if ion balances do not agree within ± 10%, then a corrective action process should be initiated. For duplicate samples, the routine precision criterion is ± 20% Relative Percent Difference (RPD), unless the value is less than 2.0 meq/L. If so, then use 0.4 meq/L. These criteria may not be achievable at very low concentrations, and in this case precision is determined by absolute range of duplicate analyses. Field duplicates are collected at a ten percent frequency, and are used as a quality control check on the overall monitoring system. The QA chemist reviews field duplicate precision, and corrective action is initiated when poor precision is obtained. This corrective action process may include reanalysis, when holding time and sample quantity permit.

When an "out of control" condition is identified (e.g. either control limits or holding time has been exceeded), the analyst is responsible for initiating corrective action, which may consist of:

□□ The analytical system is recalibrated or verified, and the analysis is repeated, if holding time and remaining sample volume permits.

□□ The "out of control" condition is documented, corrective action is taken, and the results are documented on an Incident Report Form and should be investigated .and corrected. If time for reanalysis exceeds the allowable holding time for the analyte, then the following procedure is suggested:

- The sampler is notified, and re-sampling is requested, or

- If re-sampling is not feasible, and the particular analytical results are not critical, then the initial analytical results are flagged and reported as an "estimate", indicating that all of the QC criteria have not been met.

Preventive Maintenance:

Preventive maintenance is performed, according to the procedures and the frequencies outlined in instrument manufacturers' manuals. Control charts indicating trends, or exceedance of control limits, are employed to help identify equipment possibly requiring servicing or maintenance. Instrument maintenance logs are kept. This log documents repair and/or maintenance. Maintenance contracts are obtained for analytical balances, autoclaves, and analytical instruments, to assure their performance remains accurate and dependable.

Training Requirements:

Water staff are required to have training in analysis, instrumentation, applied statistics, quality, sampling, sampling handling and transport, sample documentation. Training should also includes filling out the "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms", field analysis, and filling out the "Sampling Checklist". However, training may also be obtained by "mentoring" provided by senior staff, and by coordination with the subcontracted laboratory or universities and institutions. Laboratories performing analytical work for EEAA should have extensive knowledge and skill in execution of the analytical methods being requested. Information on laboratory staff competence is usually provided in the Quality Management record.

Documents and Records:

The water staff fills out the "Sampling Checklist", and a field logbook or field data sheets with “write in the rain” ink or pencil, as appropriate. Changes are made by crossing out errors and adding correct information. The checklist, logbook or data sheet should not be erased. Logbooks should be bound with numbered pages shall include:

In addition to the checklist, field logbooks, field data sheets, "Chain-of-Custody" , "Transmission Forms" , laboratory analysis and laboratory QC reports , documentation may include:

• Investigation summary

• Inspection checklist

• Record of sampling

• Inspection report

• Laboratory raw data,

• Discharge monitoring reports (DMRs)

• MSDS sheets, chemical labels, photographs, drawings

• Permits, certifications, authorizations,

• Workplans, monitoring plans

• Correspondence with affected/involved parties, agencies, or others.

All documents, records, data collected, final "Sampling Checklists", and final reports shall be be stored. Pertinent data, which has been verified and validated, must be entered into the STORET database system, when available. This information may be requested by the water staff. The laboratory is responsible for verification and validation of its laboratory analysis results prior to release. The Chain-of-Custody or Transmission form and laboratory QC sheets will accompany all laboratory data results back to the water staff and the laboratory will provide information to the water staff on any qualified data results.

Data Reporting.

Only data that have been validated and qualified, as necessary, shall be entered into water analysis databases. If, for any reason, the inspection schedules, sampling and analytical procedures specified cannot be followed, the water staff will describe these departures along with any QC/QA corrective actions in the "Sampling Checklist" and relay this information to the quality manager. for resolution. Database entries will be flagged as appropriate if they are outside QC/QA acceptable ranges. If necessary, the final report will discuss any QC/QA issued raised during the monitoring, as well as QC/QA resolution of these issues.

Data Acquisition.

Non-direct measurements include data from previous studies, information gathered about the facility, maps and GPS to determine sampling locations, etc. The water staff will determine when and how previously collected data will be used, and will document the data quality objectives for their use.

Data Management.

For each sampling event, the "Sampling Checklist" must be completely filled out. Field logbooks and data sheets, photos, maps, and GPS location data as well as field sample labels and "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms" will be used as required to document sampling and inspection activities. Field duplicates will be identified as such only in the checklist, field logbook or in field data sheets. For laboratory analyses, field duplicates will be assigned separate unique sample identifier numbers and will be submitted “blind” to the analytical laboratory. If possible, laboratory data will be transferred electronically to the lab quality manager to reduce transcription errors, to allow for graphing information, and to allow data to be stored in the data base. Final reports will be developed according to lab guidance documents. All reports, including those for

potential enforcement cases, will be completed within 10 days of the sampling event date, if possible. Validated laboratory results and interpretation (as applicable) will be appended. Photographs and other supporting data along with the final report will be used to determine permit, certification, authorization or other water quality compliance. All data generated during this project will be processed, stored, and distributed according to the lab guidance documents.

Data Verification.

The primary goal of verification is to document that applicable method and procedural requirements were met in the field sampling and laboratory analysis. Verification checks to see if the data were complete, if sampling and analysis matched the requirements, and if the "Standard Operating Procedures (SOPs)" were followed. Verification of data compiled for a sampling event is the responsibility of the water staff. Verification should cover at least 5% of the data generated within the water monitoring activities each year.

Data Validation.

Data validation determines whether the data sets meet the requirements of the Quality Assurance Guidelines. That is, were the data results of the right type, quality, and quantity to support their intended use? Data validation also attempts to give reasons for sampling and analysis anomalies, and the effect that these anomalies have on the overall value of the data. All data generated will be validated in accordance with the QC/QA requirements specified in the methods and the technical specifications outlined in the lab manual. Raw field data will be maintained by the water staff who collected it. Raw laboratory data will be maintained by the laboratory. The laboratory may archive the analytical data into the laboratory data management system. All data will be kept a minimum of 3 years.

The summary of all laboratory analytical results will be reported to the water Quality manager. Data validation will be performed by the laboratory for all analyses prior to the release of data. All data will be validated according to the laboratory's SOPs. The rationale for any anomalies in the QC/QA of the laboratory data will be provided to the water staff with the data results. Completed "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms "will be sent back from the laboratory to the water quality manager. Data will be qualified as necessary. Sampling may need to be repeated. Unacceptable data (i.e., data that do not meet the QA measurement criteria of precision, accuracy, representativeness, comparability and completeness, etc.) will not be used or if used, the problems with the data will be clearly noted in the final report. Any actions taken to correct QC/QA problems in sampling, sample handling, and analysis will be noted. The water staff will keep the record of any QC/QA issues and QC/QA corrective actions taken in the space provided in the "Sampling Checklist". The water Quality manager is responsible for reviewing field log notebooks and field data sheets for accuracy and completeness within 48 hours of each inspection, if possible. Water staff will calculate the Relative Percent Difference (RPD) between field duplicate samples to determine if QC/QA objectives for field precision have been met.

Sample results provided to the water staff by the laboratory, after these data have been verified and validated by the laboratory Quality manager, will become part of the permanent file for each facility or project. Water staff will compare the sample information in the field log notebooks and/or data field sheets with the laboratory analytical results to ensure that no transcription errors have occurred, and to check the Relative Percent Difference (RFD) between duplicate samples sent "blind" to the laboratory. Laboratories calculate and report the RPD of analytical duplicate samples and report this information in the QC data sheets which accompany the data results. RPD's greater than the assigned limit will be noted. Water staff, along with Water quality manager will decide if any QC/QA corrective action will be taken if the RPDs exceed the criteria. If evidence of QC/QA non-compliance is observed with the data, additional sampling and analysis may be required.

Data Reconciliation.

All data and related information obtained during the monitoring services, such as the final report, data report package or inspection report, will be filed. Water staff will check the original against the information obtained and determine if the data meet the original intent. If there are discrepancies, these will be addressed before the next sampling event.

Data Assessment/Oversight.

An internal assessment of water monitoring activities will be performed annually. An audits of field activities and/or laboratory activities on at least 5% of the water monitoring activities. Results of such assessments or audits will be reported to water Quality Manager with recommendations for QC/QA improvements.

Quality Control Requirements:

Quality Control measures in the field include but are not limited to:

- Proper cleaning of sample containers and sampling equipment,
- Maintenance, cleaning and calibration of field equipment/ kits per the manufacturer's
and/or laboratory's specifications,
- Use of chemical reagents and standard reference materials prior to expiration dates,
- Proper field sample collection and analysis techniques,
- Correct sample labeling and data entry,
- Proper sample handling and shipping or transport techniques,
- One field duplicate per set of 10 samples (minimum of 1).

Quality Control in laboratories includes the following:

- Laboratory instrumentation calibrated with the analytical procedure,
- Laboratory instrumentation maintained in accordance with the instrument manufacturer's specifications.
- Method Blanks, Matrix spike/matrix spike duplicates, sample duplicates, etc.
- Laboratory data verification and validation prior to sending data results.

A water staff member shall perform the field data verification and validation, and reviews the laboratory reports. The water staff reviews these data to ensure that the required QC/QA measurement criteria have been met.

Equipment Testing, Inspection and Maintenance:

Water staff in each lab will ensure that instruments and kits are in good working order. Prior to a sampling event, all sampling instruments and equipment will be tested and inspected in accordance with manufacturers' specifications. All standard reference materials and kit chemicals will be inspected to ensure that expiration dates have not been exceeded. For each sampling event, a water staff will document on the Checklist that required testing, inspection and maintenance have been performed.

الملحق الرابع

Annex 4

Annex (4)

Water Sampling

Sampling Plan Checklist:

Sampling Plan Checklist is a summary of site-specific sampling and analysis requirements of a sampling event. The QC/QA information includes sampling methods, sample containers, holding times, and approved analytical methods. The site-specific Sampling Plan Checklist contains:

• Site information such as facility or project name, address, water body, latitude/longitude, file number, permit number (if applicable), contact person, contact person's phone number and/or email address,

• Sampling date/s and sampling location/s such as the effluent or river reach,

• Name/s of the EEAA staff setting up and conducting the monitoring activities, reviewing data and preparing reports,

• The list of parameters that will be sampled for and analyzed in the field and those that the laboratory will perform,

• List of QC/QA measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,

• QC/QA problems encountered in the field and/or laboratory and any QC/QA corrective actions taken,

• Water staff member responsible for the sampling event - signature and date. Whenever samples are collected and/or analyzed in the field, the water staff member fills out the site-specific 'Sampling Checklist" for each sampling event. As much of the Checklist as possible is filled out prior to the event.

Items that may be known prior to sampling are the facility name, sampling dates and locations, parameters, subcontracted laboratory, etc. Because a sampling event involves unknowns, the Sampling Plan Checklist is taken into the field and filled out as necessary. Items which are required to be completed in the field include:

- Any new sampling locations
- Any new parameters
- QC/QA problems identified in the field such as malfunctioning equipment, broken vials, etc., as well as QC/QA corrective actions taken,
- Any changes or departures from the QC/QA protocols described in this manual, such as using non EPA-approved methods as well as the rationale for these changes or departures.

<u>In summary, the site-specific Sampling Plan Checklist must include:</u>

- Name of the facility, project or event,
- Physical location (GPS) and address if applicable,
- Folder names, if applicable,
- Site contact person, phone number, email address, if applicable,
- Name of water staff person(s),
- Sampling date/s and sampling locations,
- Parameters to be sampled or analyzed,
- List of QC/QA measures such as duplicate samples, blind samples, etc.,
- Field or lab QC/QA problems identified and QC/QAC corrective actions taken,
- Name of data reviewer/s
- Dated signature of water staff member responsible for sampling event.

Representativeness of Samples . When water samples are taken in response to water pollution complaints, care should be taken to ensure the sampling sites are representative of the pollution event; e.g., at the pollution site, and above and below it. When a sample is taken at a wastewater facility discharge line, a volume of water equal to at least ten times the volume of the sample discharge line will first be discharged into a bucket or similar container, to clear the line of standing water and possible contamination. Since many wastewater treatment facilities do not have a discharge line faucet, it is acceptable to take the sample from the last effluent chamber, while taking precautions to avoid sample contamination.

Grab Sample. Grab samples consist of either a single sample or individual samples collected over a period of fifteen minutes or less. The quantity collected is determined by the type and number of analytical parameters. Grab sampling is useful when the waste stream is not continuous, such as the cases of batch discharges and intermittent flows. Grab sampling may also be appropriate when the characteristics of the waste stream are known to be constant through time. Samples for certain parameters are required to be collected as grab samples .Grab samples are most often collected manually. Grab samples are generally authoritative in nature. Sample bottles will be filled sequentially, normally being filled to the shoulder of the bottle, leaving a small space for expansion and mixing.

Composite Sample. Samples will be composited directly into the sample bottles and collected sequentially. Between composite aliquots, bottles will be kept in a cooler with ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 ± 2°C. The time of the initial portion of the composite, composite intervals, and the final compositing time will be noted in the field logbook or data sheets. The sample time listed on the "Chain-of- Custody" or "Transmission Form" and the sample bottle will be the time of the final sample composite portion. . Four types of composite samples are listed below:

1. **Time Composite (TC).** A sample comprised of a varying number of discrete samples (aliquots) collected at equal time intervals during thecompositing period. The TC sample is typically used to sample wastewater or streams.

2. **Flow Proportioned Composite (FPC).** A sample collected proportional to the flow during the compositing period by either a time-varying/constant volume (TVCV) or time constant/varying volume (TCVV) method. The TVCV method is typically used with automatic samplers that are paced by a flow meter. The TCVV method is a manual method that individually proportions a series of discretely collected aliquots. The FPC is typically used when sampling wastewater.

3. **Areal Composite**. This is a sample composited from individual, equal aliquots collected on an areal or horizontal cross-sectional basis. Each aliquot is collected in an identical manner. An example is a sediment sample composited from quarter-points of a stream.

4. **Vertical Composite**. It is a sample composited from individual, equal aliquots collected from a vertical cross section. Each aliquot is collected in an identical manner. Examples include vertical profiles in lakes and estuaries.

Quality Control Sample. This is a collected sample during field studies for various purposes which include the isolation of site effects (control samples), define background conditions (background sample), or evaluate field/laboratory variability (spikes and blanks, trip blanks, duplicate, split samples). The definitions for specific quality control samples are listed below.

Control Sample. It is a discrete grab sample collected to isolate a source of contamination. Isolation of a source may require the collection of both an upstream sample at a location where the medium being studied is unaffected by the site being studied, and a downstream control which could be affected by contaminants contributed from the site under study.

Background Sample. It is a sample (usually a grab sample) collected from an area, water body, or site similar to the one being studied, but located in an area known or thought to be free from pollutants of concern.

Duplicate Sample. It is two or more samples collected from a common source. The purpose of a duplicate sample is to estimate the variability of a given characteristic or contaminant associated with a population.

Trip Blank. It is a sample which is prepared prior to the sampling event in the actual container and is stored with the investigative samples throughout the sampling event. They are then packaged for shipment with the other samples and submitted for analysis. At no time after their preparation are trip blanks to be opened before they reach the laboratory. Trip blanks are used to determine if samples were contaminated during storage and/or transportation back to the laboratory (a measure of sample handling variability resulting in positive bias in contaminant concentration). If samples are to be shipped, trip blanks are to be provided with each shipment but not for each cooler.

Equipment Field Blank. It is a sample collected using analyte-free water which has been run over/through sample collection equipment. These samples are used to determine if contaminants have been introduced by contact of the sample medium with sampling equipment. Equipment field blanks are often associated with collecting rinse blanks of equipment that has been field cleaned. An example is a purified water chlorophyll a blank which is subjected to the chlorophyll filtering process.

Field Blank. It is a sample that is prepared in the field to evaluate the potential for contamination of a sample by site contaminants from a source not associated with the sample collected (for example air-borne dust or vapors which could contaminate an organics and/or metals sample). Purified organic-free water is taken to the field in sealed containers or generated on-site. The water is poured into the appropriate sample containers at pre-designated locations at the site. Field blanks should be collected in dusty environments and/or from areas where volatile organic contamination is present in the

atmosphere and originating from a source other than the source being sampled. Samples will be listed as “composite” or “grab” on the "Chain-of- Custody" or "Transmission Form" and in field logbook or field data sheets.

Sample Containers and Equipment:

All sampling equipment and sampling containers must be certified clean by the laboratory providing them, or cleaned according to the manufacturer's equipment specifications or the analytical laboratory. Bottles supplied by a laboratory are pre-cleaned and must never be rinsed, and will be filled only once with sample. All previously used sampling equipment must be properly decontaminated before sampling and between sampling locations to prevent introduction of cross-contamination. Washwater and rinsate solutions must be collected in appropriate containers and disposed of properly in accordance with federal, state, and local regulations. Individual sample containers will be placed immediately into a cooler containing ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 ± 2°C. All samples will be collected and transported to the analytical laboratory with proper sample custody and/or transmission documentation.

Sampling of Water:

Because stream waters are usually well mixed vertically, subsurface sampling at a convenient depth is adequate for collection of representative samples at a given point. Subsurface samples are taken within the upper meter or may be a composite of two or more strata. The sampler should take into account thermal stratification due to discharges or tributaries when the sampling plan is being developed.

Lakes, Ponds, Reservoirs. In shallow waters (2 to 3 m), samples shall be collected at 0.5 to 1 m. In deeper water, samples should be collected at regular depth intervals.

Ground Water Wells. Only grab samples may be obtained. The well should be purged of at least three casing volumes of water before sample collection, and the purged well should be allowed sufficient time to equilibrate and fines to settle. If a bailer is used, it should be slowly lowered and raised to minimize disturbances. Samples should be taken as close as possible to the water level, unless analysis indicates that contamination is at a different depth. An equipment blank, a portion of rinsate, should be collected into a separate container and analyzed along with the other groundwater samples. Bailing strings and wires and other disposable sampling tools must be properly disposed of after use at each well.

Wastewater Discharge. A "representative sample" is often defined as a sample that reflects one or more characteristics of the population being sampled. For example, the characteristic which is desired to be reflected by the sample may be the average, minimum, or maximum concentration of a constituent of concern. Ultimately a representative sample is defined by the study objectives. Stratification and Heterogeneous Wastes Environmental media, as well as waste matrices, may be stratified, i.e., different portions of the population, which may be separated temporally or spatially, may have similar characteristics or properties which are different from adjacent portions of the population.

Sampling Procedures: The water staff collecting samples should wear disposable gloves and safety eyewear if needed, and observe precautions while collecting samples, remaining aware of the potential chemical and biological hazards present. The water staff collecting samples will take care not to touch the insides of bottles or lids/caps during sampling.

Sample Custody Procedures:

Samples will be kept in the custody of the water staff. "Chain-of-Custody" or "Transmission Forms" will accompany all samples to subcontracted laboratories. Custody seals will be placed on shipping containers if the water staff decides seals are necessary.

Shipping Requirements:

Packaging, marking, labeling, and shipping of samples will be carried out. Staff should receive the necessary training for shipping samples. Holding time limitations will be considered when decisions are made regarding sampling and shipping time.

الملحق الخامس

Annex 5

Annex (5)

Common Types of Quality Control Samples Used in Water-Quality Monitoring

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Replicae samples	Multiple samples are collected from the environment at the same time and place, using the same method.	Evaluate the variability in sampling and analysis processes.	No other good way to estimate the reproducibility of environmental sampling.	Estimate sampling process variability, by using in conjunction with split samples
Split samples	One sample collected from the environment is divided into two or more equivalent parts. May be done in field or at lab.	Evaluate analysis variability, if sent to the same lab. Evaluate interlaboratory bias if sent to different laboratories.	Many other ways of determining laboratory variability or interlab bias are possible. This method has the advantage of being matrix-specific.	Sample-splitting process may not produce exact replicates. Also, splitting procedure may introduce contamination, or allow loss of analyte through volatilization or sorption.
Spiked samples	Measured amounts of analytes are added to known volumes of sample. Analyses are compared to those of unspiked sample, identically treated.	Evaluate recovery of the analyte(s) from the specific sample matrix by the analytical method.	Laboratories usually have recovery data for normal sample matrices. Spikes are useful for unusual matrices.	Recovery of spikes may not accurately represent recovery of native materials.

Surrogate-spiked samples	Measured amounts of surrogate compounds are added to known volume of sample.	Evaluate the recovery of analytes by monitoring recovery of a chemically similar compound.	Analyte spike provides similar data, but requires to analyses.	Typically used with multi-analyte organic methods.
Synthetic samples	A known concentration of analyte(s) is added to a matrix (commonly source water; occasionally a synthetic matrix such as seawater).	Document the bias of a laboratory's analyses.	Reference samples, spiked samples may also be used to test bias.	Unless a synthetic matrix is created, results do not take matrix effects on bias into account and therefore tend to give optimistic results.
Reference samples	An actual environmental sample in which the "true" concentration of analytes is known, through multiple analyses by multiple laboratories, using multiple methods.	Document the bias of a laboratory's analysis.	Synthetic samples, spiked samples may also be used to test bias. Reference samples provide an absolute standard, not prepared by the user.	Matrix-specific reference materials may be difficult or impossible to obtain. Non-matrix specific reference samples may provide misleading results. Reference samples are used sparingly because they are expensive.

الملحق السادس

Annex 6

Annex (6)

Data Quality Objectives (Quality Indicators)

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Bacteria, (total fecal coliform)	SM9221 or 9222	1 FC/100 ml	1 FC/100 ml	NA	NA	85-100%	$Na_2S_2O_3$[a]	100 ml	Sterile plastic	6 Hours
Biological Oxygen Demand (BOD_5)	EPA405.1 or SM5210B	2 mg/L	2 mg/L	80-120	<30%	85-100%	4ºC	1L	Plastic	48 Hours
Chemical Oxygen Demand (COD)	EPA 410 or SM5220	Lab Control Chart	5 mg/L	85-115	<20%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2	125 ml	Plastic	28 days
Chlorine, Total residual	EPA330.1-330.5 or SM4500	0.1 mg/L	0.1 mg/L	NA	<30%	85-100%	N/A	NA	NA	Do in the field
Dissolved Oxygen	EPA 360.2 or SM4500	0.05 mg/L	0.05 mg/L	85-115	<30%	85-100%	N/A	300 ml	Plastic	Do in the field

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Total Nitrogen (ammonia, nitrate, nitrite, TKN)	SM 4500 or EPA350 series	0.06 mg/L	0.06 mg/L	70-130	<30%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4ºC	500 ml	Plastic or Glass	28 days
pH	EPA150.1	0.1 standard units	0.1 standard units	0.1 pH units	0.1 pH units	85-100%	N/A	NA	NA	Do in the field
Total Phosphate or o-Phosphate	EPA 365 series or SM4500	0.01 mg/L	0.01 mg/L	70-130%	<30%	85-100%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 hours
Specific Conductance	EPA120.1 or SM2510B	0.07 uS/cm	0.07 uS/cm	85-115%	10%	85-100%	NA	N/A	Plastic, glass	Do in the field
Total Organic Carbon	EPA 415.1 or SM5310	1 mg/L	1 mg/L	85-115%	<20%	85-100%	Cool to 4ºC, add HCl, H_2SO_4 or H_3PO_4 to <pH2	125 ml	Amber Glass	28 days
Turbidity	EPA180.1 or SM2130B	01. NTUs	01. NTUs	85-115%	<20%	85-100%	Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 h. or do in the field

Parameter	EPA-Approved Method	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Precision (RPD)	Completeness	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Temperature ºC	EPA170.1 or SM2550B	0.1 ºC	0.1 ºC	90-110%	<10%	85-100%	N/A	N/A	N/A	Analyze in field
Total Suspended Solids	EPA 160 series or SM2540	0.2 mg/L	4 mg/L	85-115%	<20%	85-100%	Cool 4ºC	1 L	Plastic or glass	7 days
Total Settleable Solids	EPA 160.5 or SM2540	0.2 ml/L/hr	0.2 ml/L/hr	85-115%	<20%	85-100%	Cool 4ºC	1 L	Imhoff cone	Analyze as soon as possible
Total Recoverable Metals	EPA 200 series or SM 3100 series	See specific metal	See specific metal	See specific metal	<20%	85-100%	Add HNO_3 to <pH 2 except for Hg and Cr VI	100 ml	Plastic	28 days
Volatile Organic Compounds (VOCs)	SM 8260B or 6400	See specific VOC	See specific VOC	See specific VOC	<20%	85-100%	$Na_2S_2O_3$ to pH<2	40 ml	Special 40 ml glass vial	14 days

الملحق السابع

Annex 7

Annex (7)

Common Types of Quality Control Blank Samples Used in Water-Quality

Type{Monitoring	Description	Purpose	Alternative	Comments
Source water blank	A portion of the water that is used as the source of all blanks, and as the matrix for all QC samples, is analyzed.	Document that the source water is free of contamination .	Buy certified source water from the laboratory or a commercial supplier, and accept their analysis. Use water from a deionizer in the field laboratory	Field-lab deionizers may be a significant source of contamination, and should be monitored with conductance meters, using a safe cutoff value. The value chosen will depend on the detection limit of the analyses being performed.
Field blank	Source water in taken to the sampling site and, as nearly as possible sampled, preserved, and bottled in the same way as the environmenta l samples.	Document that the field sample handling process is not introducing contamination .	No reasonable alternative. Necessary for all but the roughest reconnaissance studies.	If contamination is found in the analysis of the field blank, it gives no indication of the source, only that it has occurred. Also, it is often not possible to sample the source water exactly the same way as the environmental.

Type{Monitoring	Description	Purpose	Alternative	Comments
Ambient atmosphere blank	A sample container of source water is exposed to the atmosphere at the sampling site for the same amount of time required to handle a sample.	Document that the atmosphere of the sampling site is not introducing contamination .	Test the atmosphere for analytes to be determined in the samples.	Especially important for relatively "clean" ground water samples collected in surface environments that are highly contaminated, either by volatile constituents or air borne particulates.
Equipment blank	A source water sample is passed through the sampling, splitting, or filtration equipment, then bottled and preserved like a sample and sent to the lab.	Document that the sampling equipment is not introducing contamination .	Super-clean the equipment before coming to the field, seal it in a protective container, and use it only once per trip, to ensure that no contamination is introduced.	Separate blanks for sampler, splitter, pump, filter, etc., may be used to identify individual sources of contamination. Analyze total equipment blank first. If it is blank, no further tests needed.
Preservation blank	A source water sample that has been preserved exactly as the environmenta l samples, is analyzed.	Document that the preservative, and the act of adding it to the sample, is not introducing contamination .	Use pretested preservative supplied by the lab, and assume that the operation of introducing preservative in the field isn't causing contamination.	If preservation blanks show no contamination, there is no need to analyze separate source blanks.

Common Types of Quality Control Blank Samples Used in Water-Quality Monitoring (Continued)

Type	Description	Purpose	Alternative	Comments
Trip blank	A sample of source water, preserved and contained identically to the samples, is shipped with environmental samples.	Document that contaminants are not introduced during shipping.	Detect contamination during shipping, from atmospheric or container/ closure sources, or from other samples.	Most necessary when volatile analytes will be determined. Cross contamination may occur between "clean" and "loaded" samples shipped together.
Laboratory blank	A source of water sample is prepared at the laboratory, and analyzed along with the environmental samples.	Document that contamination has not occurred during lab storage, subsampling, and analysis	If the blank shows no contamination throughout the entire sampling and analysis process, the absence of contamination in both field and lab is documented, and separate lab blanks are unnecessary.	If the field blank shows contamination, the laboratory blank helps identify its source as being in the field or in the laboratory.

الملحقات

References

References:

[1] APHA, (1998). Standard Methods for he Examination of Water and Wastewater, 20th edition. American Public Health Association, Washington.

[2] M.P.Berndt, B.G.Katz (2000) Quality Assurance Plan for Water Quality Activities in the orth lorida, Progrm Office, Florida District, US Geological Survey, Report 00-426, Florida.

[3] F.M.Garfield (1997) Quality Assurance Principles for Analytical Laboratory, AOAC International USA.

[4] G.Katerman, L.Buydens (1993) Quality Control in Analytical Chemistry, 2ne edition, Wiley-Intersciece, New york .

[5] J.P. Dux, (1990) Handbook of Quality Assurance for the Analytical Chemistry Laboratory. 2nd edition, Van Nostrand Reinhold, New York.

[6] F.M. Garfield, (1991) Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories. 2nd edition, AOAC International, Arlington, VA.

[7] R. Caulcutt, and R. Boddy, (1983) Statistics for Analytical Chemists. Chapman & Hall, London.

[8] ISO/IEC 17025 (1999) "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories"

[9] Water Quality Monitoring- A How to Guide (2007) Chehalis iver Council, Washington USA, http://www.crcwater.org/index.html.

[10] H.Gunzler (1994) Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry, Springer, Berlin .

[11] W.A. Shewhart, (1986) Statistical Method from the Viewpoint of Quality Control. Dover Publications, New York.

[12] A.J. Duncan, (1986) Quality Control and Industrial Statistics. 5th edition, Irwin, Burr Ridge, IL.

[13] D.Hallock, W.Ehlnger (2003) Quality Assurance monitorig Plan, Stream Ambient Water Quality Monitoring, Pub.No. 03-03-200, Washington State Department of Ecology.

[14] US Environmental Protection Agency (1983). Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, EPA-600/ 4-79-020. U.S. Environmental Protection Agency, Cincinnati, Ohio, USA.

[15] J.C. Miller, and J.N. Miller, (1992) Statistics for Analytical Chemistry. 3rd edition, Prentice-Hall, Inglewood Cliffs, NJ.

[16] R.J. Mesley, W.D. Pockington, and R.F. Walker, (1991) Analytical Quality Assurance-a Review. The Analyst, **116**, 975-990.

ARAB REPUBLIC OF EGYPT
German Technical Cooperation

مياه الشرب
العينات والمعايير القياسية
Sampling and Standard on Water

الماده المقدمه

Presentation

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعى كلية العلوم جامعة عين شمس

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

مياه الشرب
العينات والمعايير القياسية
Sampling and Standard of Drinking Water

الماده المقدمه-خطه الدرس
Lesson plane-Presentation

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعى كلية العلوم جامعة عين شمس

July 2008

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit - GTZ
Water and Wastewater Management Programme
GTZ Project No. 06.2006.3

المحتويات

أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبى الطرق القياسية لجمع عينات مياة الشرب

1. الهدف العام للدورة التدريبية
2. المجموعة المستهدفة
3. عدد المتدربين
4. منهجية التدريب
5. مساعدات التدريب
6. قائمة الدورات التدريبية
7. مكان التدريب و طريقة الجلوس بجلسات التدريب

ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية الطرق القياسية لجمع عينات مياه الشرب

1. أهداف الدورة
2. موضوعات الدورة
3. مدة الدورة
4. البرنامج الزمنى للدورة

أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبى الطرق القياسية لجمع عينات مياه الشرب

1. الهدف العام للدورة التدريبية

اختبارات مياه الشرب لمعرفة مكوناتها وطبيعتها قبل دخول المياة الخام الى محطات المعالجة وكذلك بعد معالجتها هو الوسيلة للتحقق من صلاحية المياة للشرب وفاعلية عملية المعالجة.

وتهدف الدورة الى رفع كفاءة العاملين بمحطات مياة الشرب وتزويدهم بالجديد من المعلومات والخبرة والمهارة فى مجا ل تحاليل مياه الشرب وذلك اتباع الطرق القياسية فى جمع وتقدير مكونات مياه الشرب وسوف تهتم الدورة بالتركيز على توضيح الطرق والاحتياطات اللازم مراعاتها للحصول على عينات صحيحة ممثلة لنوعية المياه وعلى النتائج الصحيحة. وسيتم استعراض الطرق المختلفة الممكن اتباعها وسنصل فى النهاية الى أنسب الطرق الممكن اتباعها لتوحيد طرق اختبار المياه على مستوى المعامل المركزية والتى لها دور اساسى فى عمليات تقييم اداء محطات المعالجة.

2. المجموعة المستهدفة

العاملين بالمعامل المركزية لمياة الشرب فى شركات المياه التابعة للشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحى.

3. عدد المتدربين

يبلغ عدد المتدربين المقدر لحضور كل الدورة ما بين 20 – 22 متدرب من المعامل المركزية للشركات التابعه ويتم تكرار الدورات أربع مرات .

4. منهجية التدريب

تعتمد منهجية التدريب بالدورة على عدة اسس يكون الهدف الرئيسى منها توصيل المعلومة بسهولة ويسر للمتدرب وكذلك ضمان المشاركة الفعالة من المتدربين أثناء جلسات التدريب والتأكد من الفهم الكامل لمحتويات وموضوعات الدورة والتدريب العملى والشخصى على الموضوعات التى ستتناولها الدورة.

هذا ويمكن تلخيص المنهجية المتبعة فيما يلى:

- **المحاضرات:** التى يلقيها المدرب ذا الخبرة بهدف توصيل أحدث المعلومات على صورة نظرية وعملية والتأكد من التطبيق العملى بطريقة صحيحة وعلى أساس من الفهم مما يمكنه من تلاشى الأخطاء التى من الممكن أن تلعب دورا فى صحة النتائج التى يتحصل عليها والتى تهتم بنوعية مياه الشرب.
- **الشرائح Power point:** التى تعرض أثناء الشرح لإبراز النقاط الرئيسية لكل موضوع فى تسلسل منطقى ولضمان وتثبيت المعلومة لدى المتدرب
- **المناقشات المفتوحة :** ويديرها المدرب أو المحاضر وتتيح هذة المناقشات الفرصة لتبادل الأراء وتوجبه الأسئلة و الحصول على معلومات جديدة كم ا إنه يتم من خلالها نقل المعارف والخبرة العملية والنظرية من المدرب إلى المتدربين واصلاح لمفاهيم غيرالصحيحة أو غير الحديثة لدى المتدربين.
- **دراسة الحالات الواقعية :** وهى تفيد فى عرض المشاكل العملية التى يواجهها المتدربون أو التى سوف يواجهونها فى عملهم و أساليب التغلب عليها بالاسلوب العلمى الصحيح.

- **التدريب العملى:** والذى سيتاح بصورة فردية لكل متدرب باستخدام الطرق القياسية الحديثة لضمان الفهم التام والتطبيق الصحيح من المتدرب للمعلومات والطرق العملية التى تم تدريسها.
- **المراجع العلمية و الكودات و المواصفات:** يتم إعطاء المتدرب المراجع العلمية التى أعتمد عليها والتى يمكن الرجوع إليها لزيادة التعمق فى المجال وكذلك الإشارة ومناقشة الكود الخاص بتشغيل محطات معالجة مياه الشرب والمواصفات الحديثة الحاكمة والمعمول بها فى مصر وعلى المستوى الدولى فى مجال مياه الشرب.

فى نهاية الدورة يتم تقييم الحاضرين من خلال اختبار تحريرى فى مواد الدورة.

5. مساعدات التدريب

- جهاز عرض الشرائح (Power Point Projector)
- سبورة بيضاء أو سبورة ورقية
- شاشات عرض.

6. مكان التدريب و طريقة الجلوس بجلسات التدريب

يجلس المتدربون وفى مواجهتهم المحاضر فى المنتصف وعلى يمينه جهاز الكمبيوتر لعرض الشرائح Power Point وشاشة العرض وعلى يساره السبورة البيضاء أو السبورة الورقية ويكون وضع كل من شاشة العرض والسبورة بحيث يسمح بسهولة الرؤية لجميع المتدربين.

وتقدر المساحة المطلوبة لقاعة التدريب بما لا يقل عن 5 × 7 مترا لتستوعب المتدربين والمدرب لتسمح بسهولة حركة المدرب وإمكانية وصولة لأماكن جلوس المتدربين . ويلزم أن تتوفر بالقاعة الإضاءة اللازمة والتهوية الكافية والأجهزة الصوتية المناسبة.

ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية

أ. دورة الطرق القياسية فى تجميع مياه الشرب

محاضر: أ.د. سعد حسن

تدريبات عملية: مساعد من هيئة العاملين بالمحطة التى تتم فيه الدورة.

1 - أهداف الدورة

بنهاية الدورة فإن المشاركين سوف:

- يجمعون عينات مياه الشرب ممثلة للواقع الفعلى للتحليل .
- يجمعون عينات خطافية ومركبة ومستمدة.
- يختارون العبوات والمواد الحافظة المناسبة.
- يجمعون الحجوم المناسبة والكافية للتحاليل.
- كيفية تنظيف العبوات بالطرق السليمة طبقا لكل نوع من التحاليل.
- يعرفون دورية تجميع العينات والاوقات المناسبة.
- يعرفون كيفية اعداد تقارير تسلسل الحيازة.
- يعرفون الطرق القياسية الحقلية لقياس بعض المعايير مثل الرقم الايدروجينى والتوصيل الكهربى ودرجة الحرارة والأكسجين المذاب فى المحطات.
- يعدون خطط ضبط وتأكيد جودة جمع وتحليل عينات مياه الشرب.
- يعرفون معايرة أحهزة القياس والجمع.
- يعرفون المعايير المحلية والدولية لنوعية مياه الشرب.
- يعرفون المعايير الفيزيائية والكيميائية والبيولوجية لتقييم مياه الشرب.
- يعرفون طرق اعداد التقارير المتكاملة عن جمع وتحليل مياه الشرب.

2 - موضوعات الدورة

- المقدمة وشرح الهدف من الدورة.
- أهداف طرق الجمع.
- طرق جمع العينات.
- انواع العبوات المستخدمة فى جمع العينات.
- حجم ووقت تخزين عينات مياه الشرب.
- حفظ عينات مياه الشرب باضافة الكيماويات – ضبط الرقم الهيدروجينى – التبريد.
- تقارير تسلسل الحيازة – تكويد العينات – سجلات العينات.
- المعايير التى تقاس فى المحطات.
- دلالة بعض النتائج وجودة التحاليل.
- برامج ضبط وتأكيد جودة جمع وتحليل عينات مياه الشرب.
- مصادر الأخطاء فى جمع وتحليل عينات مياه الشرب.

3 - مدة الدورة

تستغرق الدورة مدة خمسة أيام متواصلة و يبدأ العمل يوميا من الساعة التاسعة صباحا حتى الساعة الرابعة بعد الظهر، أى مدة سبعة ساعات يوميا يتخللها نصف ساعة لتناول المشروبات والغداء.

أ.4 البرنامج الزمنى للدورة

اليوم	الجلسة	التوقيت	الموضوع	المحتوى
اليوم الأول	جلسة الإفتتاح	9 – 9.30	إستقبال و تسجيل المشاركين فى الدورة	
	الجلسة الأولى	11.30-9.30	نوعية مياه الشرب والقوانين المصرية	• المعايير المحلية والدولية لنوعية مياه الشرب • نوعية مياة فرعى نهر النيل والمصارف
	استراحة	12.00-11.30	استـــــــــــــراحـــــة	
	الجلسة الثانية	2.30-12.00	طرق تجميع وحفظ مياه الشرب	• أهداف خطة جمع العينات • أنواع القياس
	الجلسة الثالثة	4.00-2.30	متطلبات الجودة لتجميع وقياس مياه الشرب	• خطة الجمع – دورية القياس – حفظ العينات – الحجوم العبوات

اليوم	الجلسة	التوقيت	الموضوع	المحتوى
اليوم الثانى	الجلسة الرابعة	11.30-9.00	المستندات والسجلات والتقارير الخاصة بتجميع وتحليل مياه الشرب	• سجلات تسلسل الحيازة وجمع العينات وطلب التحاليل ونتائج التحاليل والتقارير
	استراحة	12.00-11.30	استـــــــــــــراحـــــة	
	الجلسة الخامسة	2.30-12.00	نظام الجودة الداخلى فى تجميع وتحليل مياه الشرب	• عناصر ضبط وتأكيد الجودة • اعداد خطة ضبط وتأكيد جودة تجميع وتحليل مياه الشرب
	الجلسة السادسة	4.00-2.30	تقييم نوعيه مياه الشرب	• نوعية مياه الشرب ودلائل معالجتها
اليوم الثالث	الجلسة السابعة	11.30-9.00	تمارين على ضبط وتأكيد جودة جمع وتحليل مياه الشرب	• تحضير عينات الغفل وعينات مياه الشرب للتحاليل الكيميائية والفيزيائية والبيولوجية
	استراحة	12.00-11.30	اســـــــــــــتراحـــــة	
	الجلسة الثامنة	2.30-12.00	مصادر الخطأ فى تجميع وتحليل مياه الشرب	• تقييم جودة النتائج ومصادر الأخطاء فى الجمع والتحليل
	الجلسة التاسعة	4.00-2.30	الاطار العام للطرق المستخدمة فى تقييم مياه الشرب ودلالاتها	• المعايير المستخدمة فى تقييم مياه الصرف ودلالتها وطرق الاستفادة منها فى محطات معلجة مياة الشرب

اليوم	الجلسة	التوقيت	الموضوع	المحتوى
اليوم الرابع	الجلسة العاشرة	11.30-9.00	تجارب عملية على تجميع مياه الشرب بالطرق القياسية	• استخدام الطرق اليدوية والاجهزة فى جمع مياه الشرب
	استراحة	12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الحادية عشر	2.30-12.00	تجارب عملية على تقدير الأكسجين المذاب – درجة الحرارة – العكارة - الرقم الهيدروجينى والتوصيل الكهربى لمياه الشرب	• استخدام أجهزة القياس والطرق القياسية لقياس بعض المعايير لمياه الشرب
	الجلسة الثانية عشر	4.00-2.30	استخدام نتائج التحاليل فى تشغيل وضبط اداء المحطات	• استخدام أجهزة القياس والطرق القياسية لقياس بعض المعايير لمياه الشرب
اليوم الخامس	الجلسةالثالثة عشر	11.30-9.00	معايرة أجهزة جمع وقياس مياه الشرب	• الطرق القياسية فى معايرة أجهزة الجمع والقياس
	استراحة	12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الرابعة عشر	2.00 – 11.00	مناقشة عامة وحلول لمشاكل تجميع وتحليل مياه الشرب	
	الجلسة الخامسة عشر	5.30 – 3.00	اختبار تحريرى	

مياة الشرب
(العينات والمعايير القياسية)

أ.د. ســـــــــــعـــد الســـيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعى كلية العلوم جامعة عين شمس

نوعية ومواصفات مياه الشرب والتشريعات المصرية

الخصائص العامة لمياه الشرب

يتطلب السماح باستخدام المياه في الشرب التأكد من تمام صلاحيتها من حيث اللون والطعم والرائحة وخلوها من كافة المكونات الضارة أو السامة وضرورة فحصها بكتيريولوجياً وميكروسكوبياً .

نظراً لأن مصدر مياه الشرب الرئيسي فى مصر هو نهر النيل (بالإضافة إلى الآبار فى بعض المناطق) ، كما أن النيل يستقبل كل يوم الكثير من المخلفات الآدمية والصناعية والزراعية لذلك وجب التأكد من خلو المياه من كل من :

- الكائنات الدقيقة كالبكتريا – الفيروسات – الطفيليات الأولية .
- العكارة التى يؤدي وجودها إلى تداخلها مع المطهرات المستخدمة .
- العناصر والمواد غير العضوية السامة .
- المركبات العضوية التخليقية مثل المبيدات والمركبات المتطايرة .
- النواتج الثانوية الناتجة من المعالجة بالكلور لتفاعله مع المركبات العضوية .
- المواد المشعة .

التشريعات المصرية الخاصة بتحديد مواصفات المياه :

- **المياه التى تصرف على نهر النيل وفروعه وعلى الخزان الجوفي :**

صدر فى مصر القانون رقم ٤٨ فى سنه ١٩٨٢ بشأن حماية نهر النيل والمجاري المائية من التلوث وعدم الترخيص بصرف أية مخلفات سائلة إلى نهر النيل أو فروعه أو الترع والمصارف والجنابيات وخزانات المياه الجوفية ، قبل مطابقتها للمعايير الواردة باللائحة التنفيذية للقانون والصادرة بقرار وزير الرى رقم ٥٨ لسنه ١٩٨٣ .

. وقد نصت المادة ٦٠ من القانون ٤٨ لسنه ١٩٨٢ على أنه : " يجب أن تبقى مجاري المياه العذبة التى يرخص بصرف المخلفات الصناعية السائلة المعالجة إليها فى حدود المعايير والمواصفات المبينة فى الجدول رقم (١) " .

جدول رقم (١)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات الصناعية السائلة المعالجة للصرف على النيل وفروعه والخزان الجوفي

الاختبار	المواصفات ملليجرام/لتر (ما لم يذكر غير ذلك)
اللون	لا يزيد على ١٠٠ درجة
مجموعة المواد الصلبة	٥٠٠
درجة الحرارة	٥ درجات مئوية فوق المعتاد
الأكسجين الذائب	لا يقل عن ٥
الأس الإيدروجيني	٧-٨.٥
الأكسجين الحيوي الممتص	لا يزيد عن ٦
الأكسجين الكيماوي المستهلك	لا يزيد عن ١٠
نيتروجين عضوي	لا يزيد عن ١
نشادر	لا يزيد عن ٠.٥
شحوم وزيوت	لا تزيد عن ٠.١
القلوية الكلية	لا تزيد على ١٥٠ ولا تقل عن ٢٠
كبريتات	لا تزيد عن ٢٠٠
مركبات الزئبق	لا تزيد عن ٠.٠٠١
حديد	لا يزيد عن ١

الاختبار	المواصفات ملليجرام/لتر (ما لم يذكر غير ذلك)
منجنيز	لا يزيد عن ٠.٥
نحاس	لا يزيد عن ١
زنك (خارصين)	لا يزيد عن ١
منظفات صناعية	لا تزيد عن ٠.٥
نترات	لا تزيد عن ٤٥
فلوريدات	لا تزيد عن ٠.٥
فينول	لا يزيد عن ٠.٠٠٢
زرنيخ	لا يزيد عن ٠.٠٠٥
كادميوم	لا يزيد عن ٠.٠٠١
كروم	لا يزيد عن ٠.٠٠٥
سيانيد	لا يزيد عن ٠.٠٠١
رصاص	لا يزيد عن ٠.٠٠٥
سلينيوم	لا يزيد عن ٠.٠٠١

وحددت المادة ٦١ من نفس القانون :

" معايير الترخيص بصرف المخلفات الصناعية السائلة المعالجة إلى مسطحات المياه العذبة وخزانات المياه الجوفية التى وضعتها وزارة الصحة طبقاً لما هو مبين فى الجدول رقم (٢)" .

ونصت المادة ٦٢ من نفس القانون على أنه :

" لوزارة الري ، ودون إخلال بأحكام المادة ٦٠ من هذه اللائحة ، أن تتجاوز عن بعض المعايير المشار إليها بالمادة ٦١ وذلك فى الحالات التى تقل فيها كمية المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها إلى مسطحات المياه العذبة عن مائة متر مكعب فى اليوم ويشترط إلا تزيد عن الحدود الموضحة فى الجدول رقم (٣) " .

ونصت المادة ٦٣ من نفس القانون على أنه :

" يجب ألا تكون المخلفات الصناعية السائلة المعالجة والتى يـــرخص بصرفها إلى مسطحات المياه العذبـــة مختلطـــة بمخلفـــات آدميـــة أو حيوانية " .

جدول رقم (٢) المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات الصناعية السائلة المعالجة للصرف على مسطحات المياه العذبة وخزانات المياه الجوفية

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجابيات وخزانات المياه الجوفية
درجة الحرارة	٣٥°م	٣٥°م
الأس الايدروجيني	٦-٩	٦-٩
اللون	خالية من المواد الملونة	خالية من المواد الملونة
الأكسجين الحيوي الممتص	٣٠	٢٠
الأكسجين المستهلك كيميائيا (دايكرومات)	٤٠	٣٠
الأكسجين المستهلك كيميائيا (برمنجانات)	١٥	١٠
مجموع المواد الصلبة الذائبة	١٢٠٠	٨٠٠
رماد المواد الصلبة الذائبة	١١٠٠	٧٠٠
المواد العالقة	٣٠	٣٠
رماد المواد العالقة	٢٠	٢٠
الكبريتيدات	١	١
الزيوت والشحوم والراتنجات	٥	٥
الفوسفات غير العضوي	١	١
النترات	٣٠	٣٠
الفينول	٠.٠٠٢	٠.٠٠١
الفلوريدات	٠.٥	٠.٥
الكلور المتبقى	١	١

" تابع " جدول رقم (٢)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات الصناعية السائلة المعالجة للصرف على مسطحات المياه العذبة وخزانات المياه الجوفية

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجنابيات وخزانات المياه الجوفية
مجموع المعادن الثقيلة :	لا يزيد عن ١	لا يزيد عن ١
* الزئبق	٠.٠٠١	٠.٠٠١
* الرصاص	٠.٠٥	٠.٠٥
* الكادميوم	٠.٠١	٠.٠١
* الزرنيخ	٠.٠٥	٠.٠٥
* الكروم سداسي التكافؤ	٠.٠٥	٠.٠٥
* النحاس	١	١
* النيكل	٠.١	٠.١
* الحديد	١	١
المنجنيز	٠.٥	٠.٥
الزنك	١	١
الفضة	٠.٠٥	٠.٠٥
المنظفات الصناعية	٠.٠٥	٠.٠٥
العد الإحتمالي للمجموعة القولونية فى ١٠٠ سم٣	٢٥٠٠	٢٥٠٠

جدول رقم (٣)
المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات السائلة المعالجة التى تقل عن ١٠٠ م٣ يومياً للصرف على مسطحات المياه العذبة

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجنابيات وخزانات المياه الجوفية
الأكسجين الحيوي الممتص	٤٠	٣٠
الأكسجين المستهلك كيميائيا (الدايكرومات)	٦٠	٤٠
الأكسجين المستهلك كيميائيا (البرمنجانات)	٢٠	١٥
مجموع المواد الصلبة	١٥٠٠	١٠٠٠
رماد المواد الصلبة	١٠٠٠	٩٠٠
المواد العالقة	٤٠	٣٠
الزيوت والشحوم والراتنجات	١٠	١٠
النترات	٤٠	٣٠
الفينول	٠.٠٠٥	٠.٠٠٢

جدول رقم (٣)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى المخلفات السائلة المعالجة التى تقل عن ١٠٠ م٣ يومياً للصرف على مسطحات المياه العذبة

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التى يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجنابيات وخزانات المياه الجوفية
الأكسجين الحيوي الممتص	٤٠	٣٠
الأكسجين المستهلك كيميائياً (الدايكرومات)	٦٠	٤٠
الأكسجين المستهلك كيميائيا (البرمنجانات)	٢٠	١٥
مجموع المواد الصلبة	١٥٠٠	١٠٠٠
رماد المواد الصلبة	١٠٠٠	٩٠٠
المواد العالقة	٤٠	٣٠
الزيوت والشحوم والراتنجات	١٠	١٠
النترات	٤٠	٣٠
الفينول	٠.٠٠٥	٠.٠٠٢

ونصت المادة ٦٤ على أنه :

" فى تطبيق أحكام أحكام القانون رقم ٤٨ لسنه ١٩٨٢ المشار إليه تسرى أحكام التشريعات المنظمة للمعايير الخاصة بالإشعاعات والمواد المشعة للتأكد من مطابقة المخلفات الصناعية السائلة لها قبل الترخيص بصرفها على مسطحات المياه العذبة " .

ونصت المادة ٦٥ على أنه :

" يجب أن تتوافر فى مياه المصارف قبل رفعها إلى مسطحات المياه العذبة المعايير المبينة فى الجدول رقم (٤) " .

جدول رقم (٤)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها فى مياه المصارف قبل صرفها إلى مسطحات المياه العذبة

الاختبار	المعايير (ملليجرام/لتر ما لم يذكر غير ذلك)
اللون	لا يزيد عن ١٠٠ وحدة
مجموع المواد الصلبة	٥٠٠
درجة الحرارة	٥°م فوق المعتاد
الرائحة	٢ درجة على البارد
الأكسجين الذائب	لا يقل عن ٥
الأس الايدروجيني	لا يقل عن ٧ ولا يزيد عن ٨.٥
الأكسجين الحيوي الممتص	لا يزيد عن ١٠
الأكسجين الكيميائي المستهلك (دايكرومات)	لا يزيد عن ١٥
الأكسجين الكيميائي المستهلك (برمنجانات)	لا يزيد عن ٦
النشادر	لا يزيد عن ٠.٥
زيوت وشحوم	لا يزيد عن ١
القلوية الكلية	لا تزيد عن ٢٠٠ ولا يقل عن ٥٠
مركبات الزئبق	لا يزيد عن ٠.٠٠١

الاختبار	المعايير (ملليجرام/لتر ما لم يذكر غير ذلك)
حديد	لا يزيد عن ١
منجنيز	لا يزيد عن ١.٥
نحاس	لا يزيد عن ١
زنك	لا يزيد عن ١
منظفات صناعية	لا يزيد عن ٠.٥
نترات	لا يزيد عن ٤٥
فلوريدات	لا يزيد عن ٠.٥
فينول	لا يزيد عن ٠.٠٠٢
زرنيخ	لا يزيد عن ٠.٠٠٥

Seite ٢١

الاختبار	المعايير (ملليجرام/لتر ما لم يذكر غير ذلك)
كادميوم	لا يزيد عن ٠.٠٠١
كروم سداسي التكافؤ	لا يزيد عن ٠.٠٠١
سيانيد	لا يزيد عن ٠.٠٠١
التانين واللجنين	٠.٥
فوسفات	١
مستخلص كربون – كلوروفورم	١.٥ جم/لتر
العد الإحتمالي للمجموعة القولونية / ١٠٠سم٣	٥٠٠٠

Seite ٢٢

المياه المستخدمة في الشرب :

أصدرت اللجنة العليا للمياه بجلسة ٧/١/١٩٧٥ المواصفات والمعايير الواجب توافرها في مياه الشرب ، ثم صدر قرار وزير الصحة رقم ١٠٨ لسنة ١٩٩٥ ثم صدر مؤخرا قرار وزير الصحة رقم ٤٥٨ لسنة ٢٠٠٧ والذي تضمن المواصفات والمعايير الواجب توافرها في مياه الشرب (كما هو مبين بالجدول رقم ٥) .

جدول رقم (٥)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها في المياه الصالحة للشرب طبقا للقرار ٤٥٨ لسنة ٢٠٠٧

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
اللون	معدوم
الطعم	مقبول
الرائحة	معدومة
العكارة	١ وحدة (NTU)
الأس الأيدروجيني	٦.٥-٨.٥
الأملاح الذائبة عند ١٢٠ ٥ م	١٠٠٠ ملجرام/لتر
الحديد	٠.٣ ملجم/لتر
المنجنيز	٠.٤ ملجم/لتر
النحاس	٢.٠ ملجم/لتر
الزنك	٣.٠ ملجم/لتر

تابع جدول رقم (٥)

المواصفات والمعايير الواجب توافرها في المياه الصالحة للشرب طبقا للقرار ٤٥٨ لسنة ٢٠٠٧

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
العسر الكلي (كربونات كالسيوم)	٥٠٠ ملجم/لتر
الكالسيوم	٣٥٠ ملجم/لتر
الماغنسيوم	١٥٠ ملجم/لتر
الكبريتات	٢٥٠ ملجم/لتر
الكلوريدات	٢٥٠ ملجم/لتر
الصوديوم	٢٠٠ ملجم/لتر
الألومنيوم	٠.٢ ملجم/لتر
مواد غير عضوية ذات تأثير على الصحة العامة :	
الباريوم	٠.٧ ملجم/لتر
الرصاص	٠.٠١ ملجم/لتر
الزرنيخ	٠.٠١ ملجم/لتر
السيانيد	٠.٠٥ ملجم/لتر
الكادميوم	٠.٠٠٣ ملجم/لتر
السيلينيوم	٠.٠١ ملجم/لتر

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
الزئبق	٠.٠٠١ ملجم/لتر
الكروم	٠.٠٥ ملجم/لتر
النترات	٤٥ ملجم/لتر
النتريت	٠.٢ ملجم/لتر
الأمونيوم	٠.٥ ملجم/لتر
الفلوريدات	٠.٨ ملجم/لتر

رابعا: المعايير الميكروبيولوجية:

م	نوع الفحص	طريقة القياس المتبعة	الحد الأقصى المسموح به
أ	العد الكلى للبكتريا	صب الأطباق poured plate method	- لا يزيد عن ٥٠ خلية/سم٣ عند درجة حرارة ٣٧ درجة منوية لمدة ٢٤ ساعة - لا يزيد عن ٥٠ خلية /١سم٣ عند درجة حرارة ٢٢ درجة منوية لمدة ٤٨ ساعة.
ب	أدلة التلوث بكتيريا القولون الكلية Total Coliform	"MPN"أو"MF"	- يجب أن تكون ٩٥% من العينات التى يتم فحصها خلال العام خالية تماما من بكتيريا القولون حتى ١٠٠ سم٣ من العينة. - كما يجب ألا تحتوى أى عينة من العينات على أكثر من ٢ خلية/١٠٠ سم٣ على الا يتكرر ذلك فى عينتان متتاليتان من نفس المصدر.
	بكتريا القولون البرازية "باسيل القولون النموذجى"		- يجب أن تكون العينات خالية من باسيل القولون النموذجى.

رابعا: المعايير الميكروبيولوجية:

م	نوع الفحص	طريقة القياس المتبعة	الحد الأقصى المسموح به
ج	الفحص البيولوجى		
	عند فحص عينات المياه للطحالب		- يجب الا يزيد نسبة الميكروسستين عن ميكروجرام/لتر ويتم اجراء هذا التحليل فى حالة ظهور نمو مفاجئ للطحالب الخضراء المزرقة Blue Green Alage أو وجود أعداد عالية منها.
	عند فحص عينات المياه ميكروسكوبيا		- يجب أن تكون خالية تماما من البروتوزوا الحية وجميع أطوار الديدان المسببة للامراض.

خامسا: المواد المشعة :

م	نوع الفحص	الحد الأقصى المسموح به
أ	مشتقات من فصيلة ألفا (α)	٠.١ بيكرل / لتر
ب	مشتقات من فصيلة بيتا (β)	١- بيكرل /لتر

طرق سحب وتجميع عينات المياه وحفظها

- **العينات الممثلة واختيار موقع أخذ العينات**

إن أخذ عينة من مجري مائي أو خزان تختلط فيه المياه خلطا جيدا يعتبر أمرا يسيرا ، ولكن كثيرا من المصادر لا تكون مياهها متجانسة أو جيدة الخلط ، وبذلك فإن الحصول علي عينة مماثلة متجانسة يعتمد علي طريقة أخذ العينة . ويعتبر أخذ عينة مجمعة من نقاط مختلفة من نفس المصدر أفضل من أخذ عينة من نقطة واحدة ، وكلما تعددت النقاط كلما كانت العينة أكثر تمثيلا ، ويعتمد الحجم الذي يجب تجميعه علي عدد وأنواع الاختبارات المطلوب إجرائها.

يجب اختيار موقع يمثل تماما الوضـــع والظـــروف الحقيقيـــة ويسمي (النقطة الممثلة) ، ويعتمد اختيار هذا الموقع علي عدة أمور :

- تجانس العينة حيث تؤخذ من المواقع التي تختلط فيها المياه ، ثم تمزج بطريقة متجانسة.

- اختيار مواقع مناسبة من حيث إمكانية قياس سرعة تدفق المياه وسهولة الوصول إليها.

خطة مراقبة وتأكيد الجودة في جمع العينات

بالإضافة للنتائج المعملية ، هناك سلسلة من الإجراءات تؤكد درجة الثقة في النتائج الكلية . والخطة المذكورة في هذا الجزء تتضمن سلسلة من الخطوات والأساليب التي يمكن تلخيصها فيما يلي :

- معايير عامة لضمان الجودة .
- منع تلوث العينات .
- إجراءات حقلية لضبط الجودة .
- تجهيز العبوات (الأوعية)

gtz Partner for the Future. Worldwide.

أ- معايير عامة لضمان الجودة:

- كل الأجهزة والأدوات يجب حفظها نظيفة ، وفي حالة جيدة .
- وجود سجل بقطع الغيار ، والإصلاحات التي تمت علي كل جهاز
- الحفاظ علي نوعية البيئة دون تلوثها في أماكن العمل .
- إتباع طرق قياسية موثوق في مصداقيتها ونتائجها .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

ب- منع تلوث العينات

نظرا لأن النتائج التي يحصل عليها تعتمد أساسا علي العينات التي تصل إلي المعمل فإن هناك إجراءات يجب إتباعها ، والتقيد بها حتى يمكن التأكد من أن العينات المرسلة للتحليل ممثلة تماما للواقع ولم تتعرض لأي تلوث أثناء أخذها أو لأي تحلل نتيجة لتخزينها . ونظرا لأن مصادر التلوث متعددة فنذكر فيما يلي بعض الاحتياطات الواجب إتباعها .

- القياسات الحقلية مثل قياس الأس الايدروجيني ، ودرجة الحرارة ، وتركيز الكبريتيد يجب إجراؤها علي جزء منفصل من العينة ، يتم التخلص منه بعد إجراء القياس مباشرة.

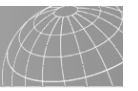
- العبوات المستخدمة لتجميع العينات يجب أن تكون جديدة لم تستخدم من قبل ، وتكون قد أجريت عليها عملية التنظيف اللازمة مثل الغسيل بالحمض – التنظيف بالمذيبات – التنظيف بالبخار حسب نوع التحليل المطلوب إجراءه .

- استخدام نوعيات مناسبة من العبوات (بلاستيك – زجاج) تتناسب مع كل تحليل .

- عدم استخدام أي عبوات معملية سبق استخدامها مع محاليل مركزة ، في جمع العينات المراد تحليلها .

- اختبار كل المواد الحافظة والزجاجات للتأكد من صلاحيتها قبل استخدامها.

- يجب أن تكون كل المواد الحافظة المستخدمة علي درجة عالية من النقاوة .



• يجب حفظ المواد الحافظة التي تستخدم في حالة أو حالات معا مع العبوات المخصصة للتحليل المخصص له هذه المواد .

•أغطية العبوات المستخدمة لتجميع العينات المطلوب تحليل مواد عضوية بها تغلف برقائق ألومنيوم أو شرائط تيفلون .

•عدم لمس السطوح الداخلية للعبوات وأغطيتها باليد بعد الغسيل .

•حفظ العبوات في مكان نظيف خال من الأتربة ، والأبخرة والميكروبات.

•تجنب أبخرة الجازولين ونواتج احتراقه ، وأدخنة السجائر عند تجميع ونقل العينات للتحليل .

•حفظ كل الأجهزة ، والمعدات المستخدمة في تجميع العينات نظيفة مغلقة برقائق ألومنيوم سبق غسلها .

•العبوات المعقمة لجمع العينات للتحليل البيولوجي يجب أن تحفظ طول الوقت معقمة وحتى الاستخدام .

•تجنب تعرض الأدوات والمعدات المعدنية للأحماض وأبخرتها .

•عدم تعريض عبوات العينات المجمعة لأشعة الشمس ، وحفظها في درجة حرارة منخفضة .

•سرعة إرسال العينات إلي المعمل خلال فترة زمنية لا تتجاوز ثلاث ساعات .

جـ – إجراءات حقلية لضبط الجودة

•قبل إجراء عملية جمع العينات تختار عبوة من بين كل ١٠ عبوات وتملأ بالماء المقطر ، وتضاف إليها المادة الحافظة بنفس الطريقة التي بها العينات ، وترسل للتحليل علي إنها عينة غفل (blank) لمراقبة مصدرأي تلوث أو تغير خارجي .

- تغسل الأدوات المستخدمة في تجميع العينات بطريقة دورية ، ويحلل الغسيل للتأكد من عدم مساهمة أدوات التجميع في إدخال عناصر غريبة أو تلوث .

- عند استخدام أوراق أو أقماع ترشيح في الحقل يجب غسلها جيدا في المعمل وحفظها في أكياس بلاستيك مغلفة استعدادا لنقلها .

•تقسم إحدى العينات (واحد من كل ١٠) إلي جزئين (duplicate) وترسل للمعمل ، وذلك لتحديد مستوي أي خطأ أو تفاوت ينشأ منذ وقت أخذ العينة إلي وصولها إلي المعمل .

•تؤخذ أكثر من عينة من نفس الموقع (replicate) بصورة دورية (مرة كل ٢٠ تحليل) لتحديد مستوي التفاوت من نفس المصدر .

•تتبع طريقة الإضافة القياسية (spiked, standard addition) وذلك بأخذ إحدى العينات ، وإضافة كمية معلومة من العنصر المراد تقديره للتأكد من أن النتائج تعطي تركيزا يعادل ما هو موجود في العينة وحدها مضافا إليه ما أضيف من الكمية القياسية .

د – تجهيز العبوات :

تكون العبوات (الأوعية) التي توضع فيها العينات مصنوعة إما من الزجاج المتعادل المقاوم للكيماويات ولها فوهة مصنفرة ، وغطاء مصنفر محكم الغلق ؛ أو من البولي إيثيلين ، ويكون محكم الغلق أيضا ، وذلك حسب نوع التحليل المطلوب .

- يجب أن يكون الوعاء سهل التنظيف ، وذا فوهة واسعة ، وأن يسع الحجم المطلوب من العينة العبوات وأغطيتها المستخدمة في تجميع العينات للتحاليل غير العضوية

- يستخدم منظف صناعي لا يحتوى على فوسفات و فرشاة نظيفة .

- تغسل العبوات الزجاجية بحمض الكروميك .

- تغسل العبوات بالماء العادي ، ثم المقطر ، ثم إمرار البخار بها .

•تقلب العبوات لتصفية الماء وتجفيفها .

•العبوات المستخدمة فى تجميع عينات للفحص الميكروبيولوجي تعقم جيدا وذلك بحفظها فى أوتوكلاف لمدة ٢٤ ساعة .

•العبوات المستخدمة فى تجميع عينات لتحليل محتواها من العناصر المعدنية ، يجب غلسها بحمض النيتريك (جزء حمض + ٤ أجزاء ماء) ثم غسلها بالماء المقطر .

•العبوات المستخدمة لتجميع عينات لتحليل محتواها من المركبات العضوية ، يجب غسلها بالأسيتون ثم إمرار البخار بها ثم تجفيفها .

طريقة سحب العينات :

تسحب العينة من موقع مناسب بحيث تكون ممثلة لطبيعة المياه على قدر المستطاع ، ومن مكان مناسب (مثلاً فى نهاية عملية المعالجة أو عملية التنقية) .

تابع طريقة سحب العينات :

ويجب ألا يسمح ببقاء أى فقاعة غازية أو أى جزء غير مملوء ما بين سطح الماء داخل الوعاء وبين السدادة عند ملء الوعاء . ويراعى عند سحب العينة وضع فوهة الوعاء بعكس إتجاه تيار الماء . ولا تسحب العينة من السطح ولا من القاع . وبعد الإنتهاء من ملء الوعاء ، يجب إحكام غلقه بالسدادة ، ثم تغليف الفوهة بالشاش .

حفظ العينات :

يتم تحليل العينة عقب سحبها مباشرة حيث لا توجد طريقة قياسية واحدة للحفظ ، وإذا تعذر إجراء الاختبارات اللازمة بعد أخذها مباشرة فيجب حفظها عند درجة حرارة ٤°م ، وذلك بوضعها فى صندوق ثلاجة عند نفس الدرجة لمدة لا تزيد عن ٢٤ ساعة ، أو بوضعها فى صندوق مكسو من الداخل بألواح الزنك أو أى معدن آخر يحل محله مع إحاطة الوعاء بطبقة من نشارة الخشب أو أى مادة أخرى تقوم مقامها ، ومن الثلج المجروش بحيث تبقى درجة الحرارة أقل من ٤°م إلى نهاية مدة التجميع ، ووصولها إلى المعمل للتحليل . ولا تستخدم نفس العينة للتحليل الكيميائي ، والتحليل البكتريولوجي لأن طرق الحفظ تختلف .

حجم العينات :

لا يقل العينة المأخوذة للتحليل عن ٢ لتر ، ولبعض الاختبارات تسحب عينات أكبر حجماً ، كما سيرد فيما بعد عند تناول اشتراطات عينات التحليل الكيميائي .

أنواع العينات :

١- العينة المفردة(الخطافية) :

تسحب العينة المفردة مرة واحدة فى وقت معين إذا كانت مياه المصدر ذات طبيعة ثابتة مثل المسطحات المائية . أما إذا كانت مياه المصدر ذات طبيعة متغيرة فتسحب أكثر من عينة مفردة على فترات مناسبة طبقاً لظروف تغير المصدر.

ويفضل أخذ هذه العينات عندما يكون المصدر المائي غير منتظم التدفق ومحتواها لا يتغير كثيراً مع الوقت ، وكذلك عندما يتطلب الأمر إجراء بعض الاختبارات مثل الأكسجين مثل الأكسجين المذاب – القولونيات – الكلور المتبقى – درجة الحرارة – الأس الايدروجيني ، وكلها تتغير تغيراً كبيراً إذا تركت العينة قبل إجراء تحليلها وقتاً طويلاً .

٢- العينة المركبة :

تسحب العينة المركبة لدراسة ظروف العينة فى فترة تشغيل كاملة ، وهى عبارة عن تجميع لعينات سحبت على فترات مناسبة (كل نصف ساعة أو ساعة) من المكان المحدد عند النقطة التى يكون معدل التدفق ممثلاً تماماً لها ، ثم تخلط فى نهاية المدة المحددة لتجميع العينة . ويمكن استخدام جهاز لتجميع العينة إذا تيسر وجوده . ويستخدم لسحب هذه العينات وعاء ذو فوهة واسعة لا يقل قطرها عن ٣٥ مم ولا يقل حجم الوعاء عن ١٢٠ ملليلتر ومنه إلى وعاء تجميع العينة . ويجب مراعاة حفظ العينات الجزئية المجمعة ، وعند تمام تجميع العينات تخلط وتمزج جيداً .

الاشتراطات الواجب توافرها عند سحب العينة وحفظها :

- اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي .
- اشتراطات عينات التحليل الكيميائي .

١- اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي

يستعمل وعاء من الزجاج المتعادل لا يقل حجمه عن ٢٥٠ مليلتر له غطاء زجاجي مصنفر مع حماية هذا الغطاء بتغطيته بورق سلوفان أو رقائق ألومنيوم ، وتوضع كمية من ثيوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3.5H_2O$ فى الوعاء قبل تعقيمه ، وذلك لمعادلة ما قد يحتمل وجوده من الكلور الحر أو الكلور أمين المتخلـــف بالميـــاه ، والذي قد يؤثر على عدد البكتريا الموجودة أثناء نقل أو حفظ العينة .

وقد وجد أن ٠.١ ملليلتر من محلول ٣% من ثيوكبريتات الصوديوم المتبلور (أى ما يعادل ٣ ملليجرام) فى زجاجة سعة ١٧٠ ملليلتر كافية لمعادلة ٥ ملليجرام فى اللتر من الكلور المتخلف ، كما أنه ليس لها أى أثر يذكر على أحياء المجموعة القولونية .

ويجب كذلك فى حالة سحب عينات سبق معالجتها بالكلور تقدير كمية الكلور المتخلف فى مكان سحب العينة . ويجب مراعاة أن تملأ الزجاجة إلى ثلاثة أرباع سعتها ، وتوضع فى صندوق ثلاجة عقب سحبها مباشرة وألا يزيد الوقت بين سحب العينة وتحليلها عن ٦ ساعات.

٢- اشتراطات عينات التحليل الكيميائي :

الحجم المطلوب تجميعه ، ونوع الوعاء وطريقة الحفظ والزمن الأقصى لحفظ العينة قبل إجراء التحليل مبينة في الجدول المبين فى الكتاب .

بيانات العينة :

يجب تعريف كل عينة وذلك باستخدام لاصق مقاوم للرطوبة ولا يسهل إزالته تكتب عليه البيانات اللازمة الضرورية أثناء أخذ العينة كما يلازم ذلك ملء نموذج يحتوى على المعلومات التالية والاحتفاظ به فى ملفات خاصة لسهولة تتبع العينات :

- أسم وعنوان مصدر العينة .
- مكان سحب العينة .
- رقم العينة .
- سبب الفحص (جديد – دوري – تفتيش) .
- تاريخ سحب العينة .
- وقت سحب العينة .
- طبيعة العينة (مياه شرب معالجة – مياه خام) .

- درجة حرارة العينة وقت سحبها .
- درجة حرارة الجو وقت سحب العينة .
- نوع العينة (مفردة – مركبة) .
- الفترة بين العينات الجزئية فى حالة العينة المركبة .
- المواد الحافظة التى أضيفت .
- طرق المعالجة أو التعقيم إذا كانت مستعملة ونسبة المواد المستخدمة فى المعالجة أو التعقيم .
- الفحص الظاهري للعينة (لون – رائحة – عكارة – رواسب) .
- الاختبارات المطلوب إجراؤها .
- الأس الايدروجيني .
- اسم ساحب العينة وتوقيعه .

احتياطات السلامة الصحية عند جمع العينات :

- تجنب ملامسة العينة للجلد أو وصول أبخرة منها إلى الرئة .
- تجنب تلوث الأطعمة وحظر تواجدها بالقرب من العينات .
- وجوب ارتداء قفازات مطاطية ونظارة وبالطو أثناء أخذ العينات .
- منع التدخين أثناء أخذ العينات .
- منع أى مصدر إشعال بالقرب من أماكن أخذ عينات تحتوى على مركبات عضوية متطايرة قابلة للاشتعال .

متطلبات الجوده فى معامل تحاليل مياة الشرب

تتطلب إدارة معامل حاليل مياة الشرب بنظام الجودة على نحو يفى بمتطلبات الجوده العالمية بعض الاشتراطات وهى :

متطلبات فنية :

- عدد ونوعية الأفراد .
- ظروف وبيئة وتجهيزات مكان العمل .
- طرق الاختبارات والمعايرة المستخدمة.
- أجهزة تجميع العينات.
- أجهزة تحليل العينات .
- تداول مواد الاختبار والمعايرة .
- تأكيد جودة الاختبارات والمعايرة .
- توثيق المستندات و تسجيل النتائج وطرق الحفظ .

متطلبات إدارية :

- التنظيم والإدارة .
- نظام الجودة .
- ضبط المستندات .
- ضبط وتصحيح الاختبارات والمعايرات غير السليمة .
- الإجراءات التصحيحية .
- الإجراءات الوقائية .
- حفظ وادارة السجلات والمستندات .
- التفتيش الداخلي .
- مراجعة الإدارة .

متطلبات الأفراد :

على المعمل :

- أن يكون لديه العدد الكافي من العاملين ذوى الخبرة والدراية الفنية الملائمة للأعمال الموكلة لهم .
- الالتزام بتدريب العاملين .
- أن يحتفظ بسجلات للمؤهلات والتدريب والخبرات المهارية الخاصة بالعاملين .

متطلبات الاقامة والبيئة والأجهزة :

على المعمل :

- أن يوفر المكان والبيئة المناسبة التى لا تؤثر على نوعية النتائج .
- أن يكون لديه الصيانة الجيدة .
- أن يكون مزوداً بالأجهزة المطلوبة لأداء الاختبارات .
- يحتفظ ويسجل الصيانة التى تمت على أجهزة بعناية .

متطلبات الطرق وأنواع الاختبارات :

على المعمل :

- أن يكون لديه توجيهات موثقة عن طرق استخدام الأجهزة .
- أن يكون لديه طرق موثقة عن أخذ العينات والتحاليل .
- أن يتأكد من أن البيانات الخاصة بالكمبيوتر موثقة وكافية للاستخدام فى حالة استخدام الكمبيوتر .
- أن يكون لديه نظام موثق عن التعرف على عينات الاختبار .

متطلبات نظم الجودة والتفتيش والمراجعة :

على المعمل :

- أن ينشأ ويحافظ على نظام جودة مناسب لأنواع ومستويات وحجم النشاطات المختلفة.

•أن يقوم بإعداد كتيبات جودة وما يتعلق بها من وثائق جودة تحتوى على :

•سياسة الجودة .

•التسلسل الإداري وتوصيف الوظائف والمهام .

•طرق العمل التى يؤديها بما فى ذلك نشاطات الصيانة .

•طرق ونشاطات ضبط الجودة الداخلي .

•طرق التفتيش والمراجعة لنظام الجودة .

•طرق تناول الشكاوي وحماية السرية

متطلبات الإدارة والتنظيم :

على المعمل :

•أن يؤكد أن العاملين به لا يتعرضون لأى ضغوط تؤثر على جودة الأداء .

•أن يكون منظماً بطريقة توحى بالثقة فى استقلاليته وتكامله .

•له مدير مسئولاً على العمليات الفنية التى تجرى بالمعمل .

•له مدير جودة مسئولاً عن تطبيق نظام الجودة .

•أن يشارك فى الاختبارات والدراسات وبرامج المقارنات بين المعامل واختبارات الكفاءة .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

متطلبات السجلات والتقارير :

على المعمل أن :

•أن يحتفظ بنظام سجلات تسجل فيه كل المشاهدات الأولية والحسابات واشتقاق النتائج.

•أن تكون تقاريره متضمنة البيانات الكافية والمتضمنة على الأقل :

- اسم وعنوان المعمل .
- اسم وعنوان العميل .
- تعريف بالطريقة المستخدمة .
- ترقيم محدد ووحيد للعينة التى أجرى لها تحاليل النتائج .
- التوقيعات اللازمة .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

السجلات والتقارير وتسجيل النتائج:

يلزم اعداد سجلات تبين حالة العينات التى يتم تجميعها وتحليلها وتسمى هذه المتابعة سجل تسلسل الحيازة حيث تعتبر العينات تحت وصاية شخص ما من المعمل ما دامت فى حوزته وتحت مسئوليته ،

لذا وجب اعداد العديد من السجلات والتقارير المتعلقة بنشاط المعمل :

دفتر تدوين بيانات العينة فى الموقع حيث يسجل به البيانات الاتية:

- رقم العينة:
- مكان جمع العينة:
- حالة العينة: ملونة – معكرة .... الخ
- الاختبارات المطلوبة:
- تاريخ ووقت جمع العينة:
- نوع العينة:
- نقل العينة:
- اسم القائم بجمع العينة

تقرير تسلسل الحيازه وتسجل به البيانات الاتية:

رقم العينة:
توقيع من قام بجمعها :
تاريخ وزمن التجميع :
موقع العينة :
اسم من قام بنقل العينة :
تاريخ الاستلام :
وقت وصول العينة للمعمل :
اسم مستلم العينة :
وقت بدء تحليل العينة:
اسم مستلم العينة للتحليل:

كتيب حالة الأجهزه Log book

يجب أن يحتفظ لكل جهاز بسجل كامل يبين

- توصيف الجهاز .
- إجراءات المعايرة .
- إجراءات الصيانة التى تمت .
- طريقة التشغيل . ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الاتية :

- اسم الجهاز:
- اسم المورد وعنوانه:
- الشركة المنتجة :
- رقم المسلسل :
- حالة الجهاز : جديد – قديم – مجدد
- تاريخ شراء الجهاز:
- تاريخ بدء تشغيل الجهاز:
- قطع الغيار أو الاجزاء الملحقة به:
- مكان وضع الجهاز:
- نوع وتوقيت الصيانة التى تمت:
- تاريخ المعايرة:

gtz Partner for the Future. Worldwide.

العينات

رقم العينة:
مصدر العينة:
تاريخ تحليل العينة:
التحليل:
الطريقة المستخدمة:
وحدة القياس :
النتيجة :
اسم المحلل :
التوقيع:
مراجعة :
التوقيع:
التاريخ:

gtz Partner for the Future. Worldwide.

النتائج التفصيلية لتحليل العينات :

رقم العينة:
نوع العينة:
تاريخ ووقت التحليل :
حجم العينة المستخدمة (ملليلتر) (أ)

وزن الكأس فارغا (ب)
وزن الكأس + الراسب (جـ)
وزن الراسب (جـ – ب)
التركيز = (جـ – ب ÷ أ) × ١٠٠٠ = ملليجرام /لتر
اسم المحلل :
توقيع المحلل :
اسم المراجع:
التاريخ:

الطرق القياسية المستخدمة بالمعمل :

اسم الطريقة:

الاحتياطات اللازمة والتداخلات:

مدة ابقاء العينة وحفظها:

الاجهزة المستخدمة:

الكواشف المستخدمة:

محاليل المعايرة:

محاليل ضبط الجودة:

طريقة العمل :

وحدة التعبير عن النتائج:

الحسابات:

المراجع :

تسجيل النتائج :

يجب تسجيل النتائج المعملية فى نماذج واضحة . والنماذج الجيدة هى التى تحتوى على تفاصيل النتائج التى يمكن الرجوع لها مستقبلاً . وهذه النماذج يجب أن تتضمن :

- التعريف بالعينة ومصدرها ووقت جمعها .
- حجم العينة المستخدم فى كل تجربة .
- نوع الاختبار .
- النتائج المرحلية لكل خطوة من خطوات التجربة .
- اسم وتوقيع من قام بإجراء التحليل .
- مرجع الطريقة المستخدمة .
- طريقة حساب النتيجة .

وبعد مراجعة النتائج تحفظ النماذج بترتيبها الزمني فى ملفات خاصة يحتفظ بها لمدة ٥ سنوات على الأقل .

ومن المعروف أن استخدام أجهزة جيدة وطرق صحيحة لا يعطي بالضرورة نتائج صحيحة .

وعلى المحلل أن يراجع من وقت إلى آخر نوعية النتائج بالتأكد من صلاحية المواد الكيميائية المستخدمة والأجهزة والمواد القياسية وطرق الحساب والقياس وذلك بإجراء تجارب على عينات قياسية لمعرفة مدى الخطأ وهو ما يعرف بتجارب ضبط وتأكيد الجودة .

نظام ضبط الجودة الداخلي

مقدمة :

يتم تطبيق نظام ضبط الكفاءة الداخلي من خلال قياسات مستمرة لعينات ضابطة وإدخال القيم الضابطة المتحصل عليها فى إنشاء رسومات الضبط البيانية ، ولكن قبل التعرض لهذه القياسات وما يلي ذلك من إنشاء الرسومات البيانية نعرض بعض المفاهيم .

تابع نظام ضبط الجودة الداخلي

كفاءة الإدارة :

تعرف على أنها نشاطات من خلال فاعليات الإدارة . وهى تحدد سياسة الكفاءة والأهداف والمسئوليات . كما تقوم بالتأكد من تحقيق هذه النشاطات فيما بينها .

وتعطى كفاءة الإدارة جودة معلومة ومتناغمة . وتأتى معقولية الجودة من تحقيق نتائج متطلبات الجودة .

الأجهزة والمواد :

- **لابد من وجود صيانة دورية للأجهزة المستخدمة وذلك عن طريق مهندسي الصيانة المعتمد من الشركة المصنعة للأجهزة أو من خلال العاملين المهرة وذلك للحصول دوماً على أفضل ظروف تشغيل لهذه الأجهزة .**

- **لابد من استخدام مواد معملية وزجاجيات وكواشف وكيماويات ذات جودة معقولة .**

سياسة أخذ العينات :

لابد من وجود برنامج لأخذ العينات مصمم جيدا علي أن يحتوى بالتفصيل علي كل من :

- نوعية العينات التي يمكن أخذها .
- من أين تؤخذ هذه العينات .
- متي يتم أخذ العينات .
- كم عدد العينات التي لابد من أخذها .
- لابد أن يحتوي خطوات العمل في أخذ العينات علي طريقة تفصيلية وواضحة عن كيفية أخذ هذه العينات .

طرق التحاليل :

- لابد من استخدام طرق تحاليل موثقة كما لابد أن تحتوي خطوات العمل في هذه الطرق علي الطلوب تطبيقه من خواص الأداء مثل مقياس الضبط (precision) ومقدار الدقة (accuracy) وحدة القياس (limit of detection) .

- استخدام متداوم للفحص الداخلي علي مقياس الضبط ومقدار الدقة وذلك باستخدام مواد مرعية حيث تستخدم قيم القراءات لهذه المواد المرجعية في إنشاء رسومات الضبط البيانية .

•الاشتراك في اختبارات الجودة الخارجية .

•لابد من الأخذ في الاعتبار أن استخدام الطرق القياسية الأجهزة والتجهيزات المناسبة بواسطة عاملين مهرة لا يضمن أن المعمل يخرج دائما نتائج يمكن الاعتماد عليها .

•حتى العاملين من ذوي الخبرة العالية يمكن أن يقعوا في أخطاء وفي هذه الحالة نجد أن خطوات العمل تكون خارج السيطرة .

تعريف رسوم الضبط البيانية :

رسومات الضبط عبارة عن تمثيل بياني للنتائج حيث يتم رسم القيم الضابطة أمام رقم التشغيلة (أو زمن التشغيلة) . وتحتوي رسومات الضبط البيانية علي خط مركزي وعلي حد تحذيري أعلي وحد تحذيري أسفل وكذلك علي حد ضابط أعلي وحد ضابط أسفل .

تعريف رسوم الضبط البيانية :

ويعرف الخط المركزي علي إنه أفضل تقييم لمدي متغيرات القيم الضابطة علي سبيل المثال المتوسط الحسابي للقيم الضابطة . ويمكن الحصول علي هذه القيم الضابطة باستخدام قيم الاستجابة وهي القيم المستخرجة من عمليات القياس .

الحد التحذيري والضابط :

يعرف الحد التحذيري علي إنه فاصل تنحصر بين القيم الضابطة وذلك باحتمالية مقدارها ٩٥ % . كما يعرف الحد الضابط علي إنه فاصل يحصر الغالبية العظمي من القيم الضابطة (٩٩.٧ %) .

أنواع رسومات :

يوجد نوعين شائعين من رسومات الضبط البيانية وهي :

١- الرسم الضبطي للمتوسط الحسابي (X-chart) .

٢- الرسم الضبطي لمدى القراءات (R-chart) .

الرسم الضبطي للمتوسط الحسابي :

وهو عبارة رسم يمثل قيم ا لمتوسطات الحسابية لعينات مرجعية أو عينات محاليل فراغية أمام رقم التشغيلة أو زمن التشغيلية .

$\bar{X}$

gtz Partner for the Future. Worldwide.

مثال : نتائج لرسم المتوسط الحسابي :

رقم التشغيلية	X_1	X_2	
١	٤٩١	٤٩٣	٤٩٢
٢	٤٩٧	٤٩٧	٤٩٧
٣	٤٩٨	٥٠١	٤٩٩.٥
٤	٤٩٢	٤٨٥	٤٨٨.٥
٥	٥٠٥	٥١٠	٥٠٧.٥
٦	٥٠٦	٥١٢	٥٠٩
٧	٤٩٢	٤٨٧	٤٨٩.٥
٨	٤٩١	٤٨٨	٤٨٩.٥
٩	٤٩٧	٥٠٣	٥٠٠
١٠	٤٩٨	٤٩٣	٤٩٥.٥

$\bar{\bar{X}}$

gtz Partner for the Future. Worldwide.

الخط المركزي = ٤٩٦.٨

الحد التحذيري يبعد عن الخط المركزي بمسافة قدرها ± ٢ S (أى ضعف الحيود القياس) .

الحد الضابط يبعد عن الخط المركزي بمسافة ± ٣ S (أى ثلاثة أضعاف الحيود القياسي) .

مقدار الدقة :

يعرف مقدار الدقة بمدى نسبة قيم تركيزات العنصر المراد قياسه إلى القيمة الحقيقية للعنصر . وعادة ما يعبر عن مقدار الدقة بقيمة الاسترداد .

ولحساب مقدار الدقة يتطلب قياس العديد من القراءات للعينات المختارة من الأنواع الآتية :

- من قيمة الاسترداد المحسوبة لتركيز معلوم مضاف إلى عينة طبيعية .
- من مواد مرجعية معلومة التركيز .
- مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة محدودة الدقة.
- مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة أخرى موثقة .
- من خلال دراسات بين المعامل المختلفة .

رقم التشغيلية	X_1	X_2		S
١	٢٧٤	٢٧٠	٢٧٢	٢.٨٢٨
٢	٢٠٠	٢٥١	٢٥٥.٥	٣٦.٠٦
٣	٢٤٠	٢٣٠	٢٣٥	٧.٠٧١
٤	٢٥١	٢٦٤	٢٥٧.٥	٩.١٩٢
٥	٢٥٦	٢٧٢	٢٦٤	١١.٣
٦	٢٤٠	٢٤٠	٢٤٠	٠

القيمة الحقيقية = ٢٥٠

مقدار الدقة ٢٠٠/٢٥٠ إلى ٢٧٤/٢٥٠

أى يتراوح ما بين ٨٠-١١٠% .

استخدام وتفسير رسومات الضبط البيانية :

- **استخدام يومي :**

والاستخدام اليومي لهذه الرسومات يتم إما عن طريق المحلل نفسه أو عن طريق عضو الهيئة المكلف بالتحقيق من صحة النتائج .

•استخدام على فترات زمنية :

يتم فحص رسومات الضبط البيانية على فترات زمنية متباعدة وذلك بواسطة مدير الجودة وذلك للكشف عن التوزيع العشوائي ومقدار الخطأ العشوائي فى النتائج . وكذلك اكتشاف عما إذا كان هناك ميل أو تغيير فى اتجاه النتائج . كما يتم اختيار خواص الأداء مثل حد القياس ومقياس الضبط ومقدار الدقة والحيود . وكذلك لابد من التأكد إن كان هناك أى تغيير أو حيود فى خواص الأداء .

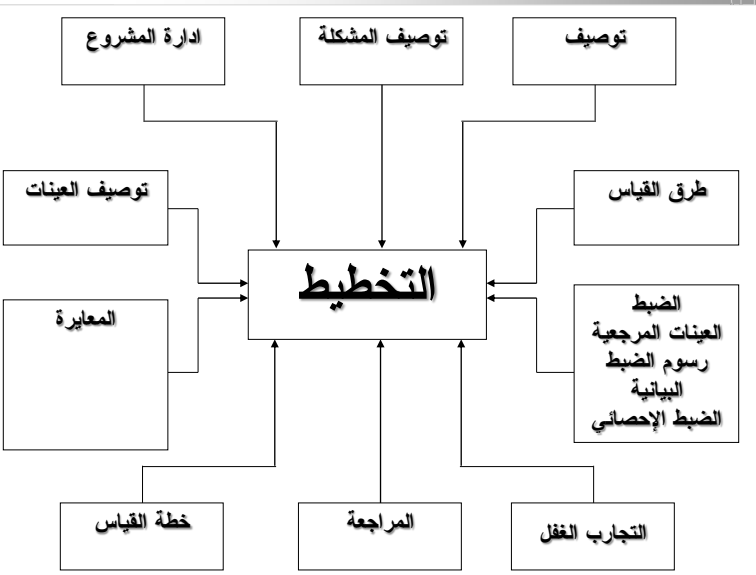
ضبط ومراقبة جودة جمع العينات و التحاليل الكيميائية

١. ضبط الجودة هى نشاطات وتقنيات تستخدم لضمان الجودة وتشتمل على:

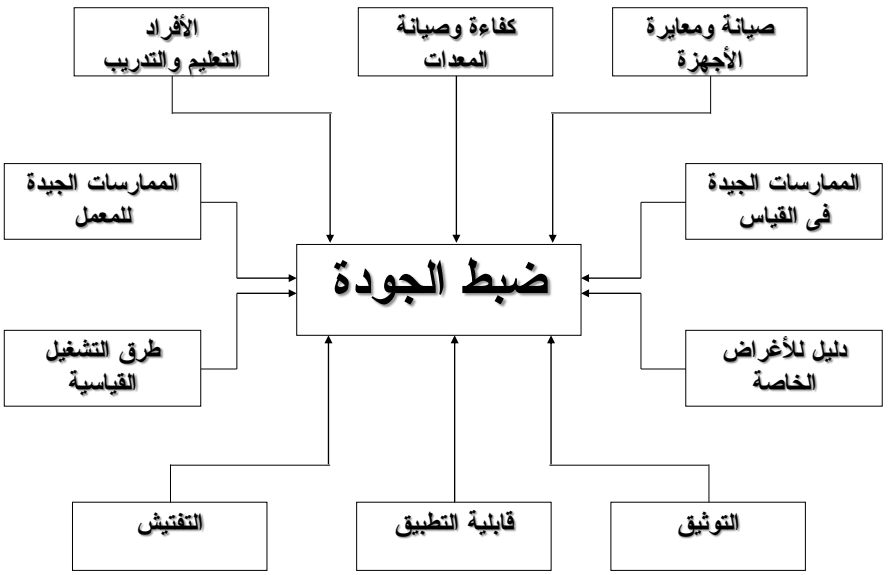
- اجراء تجارب غفل (Blank)
- قياس متكرر (Duplicate)
- تحليل عينة عمياء (Blind)
- تحليل عينات مضاف اليها تركيزات معلومة spike
- اصدار رسوم الضبط البيانية بنوعية التحاليل
- استخدام عينات مرجعية

٢. أما تأكيد الجودة فيشمل عدة نشاطات منها :

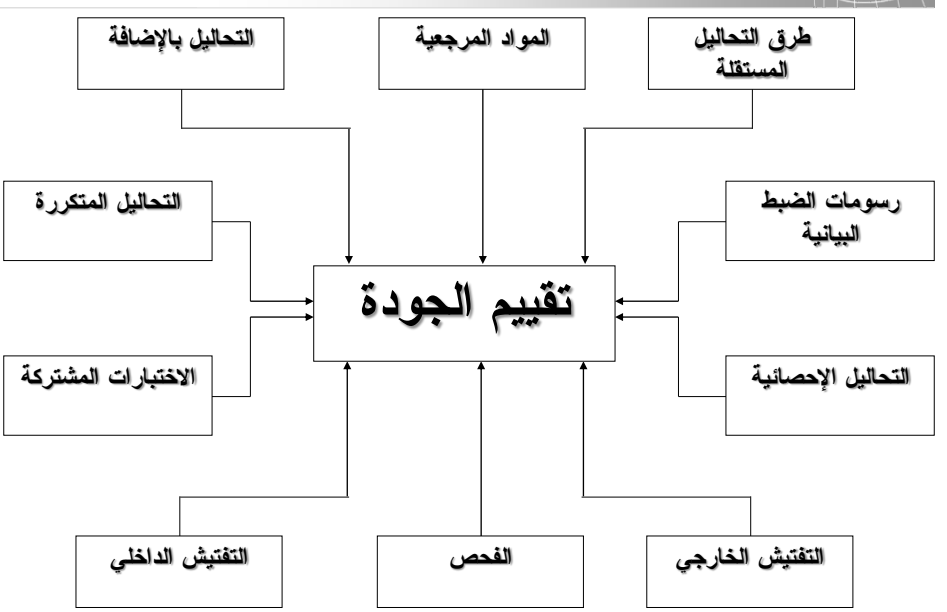
- معايرة الاجهزة
- تدريب العاملين
- صيانة الاجهزة
- التفتيش والمراجعة
- وتشمل المخططات التالية اجراءات اتباع نظام الجودة



نظام تطبيق الجودة



تقييم الجودة



نظام تقييم جودة جمع العينات وتحليلها

رسومات الضبط البيانية Control Charts :

تعتبر هذه الرسومات من أهم الوسائل للمتابعة والتأكد من جودة القياسات المعملية وهى طريقة مرئية لمراجعة العمليات التحليلية وإثبات أنها منضبطة إحصائياً ويتم الحصول على هذه الرسومات باستخدام مواد مرجعية أو قياسية وإجراء تحاليل دورية ومنتظمة لها واستخدام الأشكال الناتجة فى متابعة جودة التحاليل .

ورسوم الضبط البيانية تمثيل بياني يبين العلاقة بين نتيجة تحليل العينة المرجعية أو القياسية على أحد المحورين ورقم أو زمن القياس على المحور الآخر ومن هذا الشكل يظهر مستويات من النتائج تدور حول قيم مركزية مثالية وهذه المستويات تعرف بالحدود التحذيرية والحدود الضابطة .

•القيم الضابطة Control Value : هى قيم لتركيزات من مواد مرجعية توقع على رسومات الضبط البيانية .

•قيم الاستجابة Response Value : هى قيم عملية تنتج من القياسات وقد تكون قيم امتصاص أو انبعاث أو جهد ناتجة من الاستجابة للمادة المرجعية المستخدمة .

•خط الضبط Control Line : هى قيم للعينات الضابطة .

•الحد التحذيري Warning Limit : وهذا الحد قد يكون علوياً (upper) أو سفلياً (lower) حيث يبين أحتمال وجود ٩٥% من القيم الضابطة داخلة وهذه القيم تمثل ± ضعف الحيود القياسي (standard deviation) .

•الحد الضابط (Control Limit) : ويطلق عليه أيضاً حد الفعل (Action Limit) وهذا الحد قد يكون علوياً أو سفلياً أيضاً ويبين احتمال وجود ٩٩.٧% من القيم الضابطة داخله وهو يمثل ± ثلاثة أمثال الحيود القياسي .

أنواع رسومات الضبط :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من رسوم الضبط وهي :

- رسم ضبط المتوسط (X-chart)
- رسم الضبط للمدى (R-chart) .
- رسم الضبط للاسترجاع (D-chart) .
- رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .

رسم الضبط للمتوسط (X-chart)

(١) خط الضبط (CL) هي قيمة المادة المرجعية أو العينة الضابطة ذات التركيز المعلوم

(٢) حد التحذير (WL) وهى = $CL \pm 2\ S_x$

(٣) حد الضبط (AL) وهى = $CL \pm 3\ S_x$

(٤) قيمة الاستجابة وهى قيم X لكل مجموعة من النتائج

(٥) ويمثل بالشكل الآتي :

حد الضبط العلوي (AL) _____

حد التحذير العلوي (WL) _____

خط الضبط (CL) ----------

حد التحذير السفلي (WL) _____

حد الضبط السفلي (AL) _____

رسم الضبط للمدى (R-chart) ويشمل :

(١) خط الضبط (CL) — وهى الفرق بين أعلى وأقل نتيجة لعينة ضابطة أو مادة مرجعية مقاسة فى كل مجموعة $R = d_2 S_w$

(٢) حد الضبط العلوي UAL — $D_4 * R$

(٣) حد الضبط السفلي LAL — $D_3 = zero$

(٤) قيم الاستجابة — وهى قيمة R لكل مجموعة

(٥) ويمثل بالشكل الآتي :

حد الضبط العلوي UAL ———————

حد الضبط (CL) ———————

حد الضبط السفلي (LAL) ------صفر------

ويبين الجدول (٩) القيم الإحصائية لكل من D, d

عدد التحاليل المتكررة فى كل تشغيله	الخط الضابط D_2	حد الضبط السفلي D_3	حد الضبط العلوي D_4
٢	١.١٢٨	صفر	٣.٢٦٧
٣	١.٦٩٣	صفر	٢.٥٧٥
٤	٢.٠٥٩	صفر	٢.٢٨٢
٥	٢.٣٢٦	صفر	٢.١١٥

مثال :

عند إجراء ضبط الجودة للأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) أجريت القياسات الآتية على عينة قياسية تحتوى على ٥٠٠ ملليجرام أكسجين / لتر . بين رسم الضبط للمتوسط الحسابي (X-chart) ورسم الضبط للمدى (R-chart) .

رقم التشغيلة	التكرارية		المدى (R)	المتوسط ( )
	تجربة (١) X_1	تجربة (٢) X_2		
١	٤٩١	٤٩٣	٢	٤٩٢.٠
٢	٤٩٧	٤٩٧	صفر	٤٩٧.٠
٣	٤٩٨	٥٠١	٣	٤٩٩.٥
٤	٤٩٢	٤٨٥	٧	٤٨٨.٥
٥	٤٩٨	٤٩٣	٥	٤٩٥.٥
٦	٥١٠	٥٠٨	٢	٥٠٩.٠
٧	٥٠٦	٥١٢	٦	٥٠٩.٠
٨	٤٩٢	٤٨٧	٥	٤٨٩.٥
٩	٤٩١	٤٨٨	٣	٤٨٩.٥
١٠	٤٩٧	٥٠٣	٦	٥٠٠.٠
١١	٥٠٠	٤٩٤	٦	٤٩٧.٠
١٢	٥٠٦	٥١١	٥	٥٠٨.٥
١٣	٥٠٦	٥٠١	٥	٥٠٣.٥
١٤	٤٨٧	٤٩٧	١٠	٤٩٢.٠
١٥	٤٩١	٤٩١	صفر	٤٩١.٠
١٦	٥٠٠	٤٩٩	١	٤٩٩.٥
١٧	٤٩١	٥٠٧	١٦	٤٩٩.٠
١٨	٤٩٥	٤٩٨	٣	٤٩٦.٥
١٩	٥٠٢	٥٠٠	٢	٥٠١.٠
٢٠	٤٩٥	٤٩٢	٣	٤٩٣.٥
متوسط المدى			٤.٥	
متوسط				٤٩٧.٥

تقييم رسومات ضبط الجودة :

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق ضبط الجودة هى الحالات التى يكــون فيها :

- قيمة واحدة تقع خارج حدود الضبط .
- سبعة قيم متتابعة على جانب واحد من الخط المحوري .
- سبعة قيم متتابعة ومتزايدة .
- سبعة قيم متتابعة ومتناقصة .
- قيمتين من ثلاثة قيم متتابعة تقع خارج حدود التحذير .
- عشرة قيم من أحدى عشر قيمة متتابعة عن جانب واحد من الخط المحوري

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق الجودة هى الحالات التى يكون فيها :

- قيمة واحدة تقع فوق حد الضبط .
- قيمة واحدة تقع أدني حد الضبط .
- سبعة قراءات متتابعة متزايدة أو متناقصة .
- سبعة قراءات متتابعة تقع فوق متوسط المدى .
- وبالمثل فلو أن قيمة واحدة على الأقل وقعت خارج حد الضــبط العلــوي وجب إعادة حساب كل القيم

•يراعي أن الزيادة أو النقصان المنتظم للمدى يدل على خلل بنظام صيانة الأجهزة أو تقادم الكواشف المستخدمة .

•يجب عند تقييم رسومات الضبط ألا ينظر المرء فقط إلى حالات الضبط ولكن أيضاً عن أى تطور فى مواقع النقاط على الرسم ليتخذ التدابير الكافية قبل أن تظهر حالات الخروج عن حدود الضبط .

•الزيادة المضطردة ولو داخل حد الأمان وكذلك التذبذب الحاد بالزيادة والنقصان يمكن أن يؤديا إلى حالات خروج عن حدود الضبط

عينات الجودة الضابطة :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من العينات الضابطة والتى تستخدم قيم نتائجها على رسومات الضبط البيانية للجودة وهذه العينات هى :

- **النوع الأول (I) :**

عينة تخليقية أو مرجعية معلومة التركيز ويستفاد من استخدامها فى تحديد المدى والحيود القياسي والدقة والمتوسط وعند استخدامها لتحديد المدى (R) فإنها تدل على مدى الخطأ العشوائي . وعند استخدامها لتحديد المتوسط فإنها تدل على مدى الخطأ المنتظم وتستخدم فى إعداد رسم ضبط المتوسط (X-chart) ورسم ضبط المدى (R-chart) .

- **النوع الثاني (II) :**

عينة طبيعية غير معلومة ومتغيرة التركيز يمكن اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل للتحليل . وتستخدم فى إعداد رسوم ضبط المدى النسبي (r-chart) .

- **النوع الثالث (III) :**

عينات طبيعية يمكن اختيارها من بين العينات الواردة للمعمل للتحليل وتقاس قبل وبعد إضافة تركيز معلوم من مادة قياسية لنفس العنصر المراد قياسه وتستخدم فى رسم الضبط للاسترجاع الضبطي (D-chart).

•**النوع الرابع (IV) :**

عينات غفل (blank) تستخدم عندما يكون العنصر المراد قياسه غير ثابت ويتغير تركيزه مع الوقت ويستفاد من هذه العينات فى تحديد مدى التمييز (limit of detection) وتستخدم هذه العينات فى إعداد رسم الضبط للمدى (R-chart) للتجارب الغفل .

•**النوع الخامس (V) :**

•**عينات طبيعية غير ثابتة كيميائياً وغير معلومة التركيز ويمكن اختيارها من بين العينات الواردة إلى المعمل للتحليل وتستخدم فى إعداد رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .**

ويبين الجدول الآتي نوع العينات المستخدمة فى إعداد رسومات ضبط الجودة المختلفة

أنواع رسومات الضبط	نوع العينة الضابطة المستخدمة				
	I	II	III	IV	V
رسم الضبط المتوسط	√			√	
رسم الضبط للمدى (Rchart)	√			√	
رسم الضبط للاسترجاع (D-chart)			√		
رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart)		√			

وينشأ عن ذلك الحالات الاتية :

الحالة	خطأ عشوائى	خطأ منتظم
التكرارية منخفضة والحقيقة منخفضة	كبير	كبير
التكرارية مرتفعة والحقيقة منخفضة	صغير	كبير
التكرارية منخفضة والحقيقة عالية	كبير	صغير
التكرارية مرتفعة والحقيقة مرتفعة	صغير	صغير

أنواع ومصادر الاخطاء فى جمع العينات وتحليلها الكيميائية

ما من شك فى أن جميع التحاليل الكيميائية تتعرض لأخطاء تؤدى الـــى ظهور نتائج تبعد عن القيم الحقيقية وهذه الاخطاء هى :

- الخطأ العشوائى Random error
- الخطأ المنتظم Systematic error
- الخطأ الفادح Gross error
- خطأ التقريب Rounding error

الخطأ العشوائى :

فى هذا النوع لا يؤدى إعادة التحليل على عينات متماثلة ومتجانسة الى نتائج متطابقة بل يعطى نتائج متفرقة تنتشر حول قيمة محورية وبذلك فإنها ذات قيمة موجبة أو سالبة نسبة الى هذه القيمة المحورية ويتفاوت بعد هذه القيم عن القيمة المحورية . ويمكن تقييم الخطأ العشوائى باستخدام الحيود القياسى .

تابع الخطأ العشوائى :

ويعزى هذا الخطأ لاختلاف ظروف التحاليل مثل :

- اختلاف حجم العينة والكاشف المستخدم من تجربة الى أخرى
- تذبذب درجات الحرارة كإختلاف وقت ومكان التسخين
- تذبذب ظروف تشغيل الاجهزة كدرجة الحرارة وسرعة السريان وشدة التيار الكهربى وطول الموجة المستخدمة فى القياس.
- التفاوت من تشغيله الى أخرى

gtz Partner for the Future. Worldwide.

الخطأ المنتظم :

وهذا الخطأ يأخذ مسارا محددا وتكون كل القيم المقاسة إمـــا أصـــغر أو أكبر من القيمة الحقيقية وقد يكون هذا الفرق كبيرا أو صغيرا ويعـــزى هذا الخطأ الى:

- عدم ثبات العينة من وقت جمعها الى وقت تحليلها
- عدم القدرة على تحليل كل الأشكال الموجود عليها العامل المراد تحليله
- التداخلات
- انحراف قيم المعايرة زيادة أو نقصانا
- قيمة التجارب الغفل

gtz Partner for the Future. Worldwide.

الخطأ الفادح :

- هو الخطأ الذى ينشأ بصورة عامة من عدم اليقظة لمن جمع العينة أو قام بالتحليل أو أعداد التقرير ويعزى ذلك الى :

- اخطاء عند ترقيم العينات
- تحليل العينة الخاطئة
- استخدام طريقة غير مناسبة
- القراءة الخاطئة لمقياس أو أرقام الاجهزة
- استخدام وحدات للتعبير عن التركيز خاطئة
- النقل الخاطئ للنتائج من كراسة النتائج الاصلية
- نقل أرقام من مواقعها
- اجراء الحسابات بطريقة خاطئة

•خطأ التقريب :

عند تقريب قراءات أو أرقام فى المراحل الاولية للحسابات تنشأ اخطـــاء حيث أنه فى بعض الأحوال تضرب القيم فى معاملات قد تزيـــد أو تقـــل كثيرا عن القيمة اذا بقيت دون تقريب .

•تابع خطأ التقريب :

يجب عدم تقريب الارقام حتى المرحلة الاخيرة مـــن الحســـابات ويجـــب مراعاة ما يلى :

- •أن زيادة الخطأ العشوائى يؤدى الى انخفـــاض دقـــة التكراريـــة (Precision)
- •أن زيادة الخطأ المنتظم يؤدى الى انخفاض الحقيقة Trueness
- •أن انخفاض الخطأ العشوائى يؤى الى ارتفاع دقة التكرارية
- •أن انخفاض الخطأ المنتظم يؤدى الى ارتفاع الحقيقة

وينشأ عن ذلك الحالات الاتية :

الحالة	خطأ عشوائى	خطأ منتظم
التكرارية منخفضة والحقيقة منخفضة	كبير	كبير
التكرارية مرتفعة والحقيقة منخفضة	صغير	كبير
التكرارية منخفضة والحقيقة عالية	كبير	صغير
التكرارية مرتفعة والحقيقة مرتفعة	صغير	صغير

وبذلك فإن أفضل الحالات هى التى يكون فيها كل من التكرارية والحقيقة عاليتان وهذان ينشأن من انخفاض الخطأ العشوائى والخطأ المنتظم

وبذلك فإنه يمكن اجمالا تقسيم مصادر الخطأ العملية فى معامل التحاليل الى الأخطاء الاتية :

- أخطاء تعزى للعينة
- اخطاء تعزى للكواشف المستخدمة
- أخطاء تعزى للموا دالمرجعية
- أخطاء تعزى للطرق المستخدمة

- أخطاء تعزى للمعايره
- أخطاء تعزى للاجهزة المستخدمة
- أخطاء تعزى لتسجيل النتائج
- أخطاء تعزى للحسابات
- أخطاء تعزى للنقل
- أخطاء تعزى لإعداد التقارير

أنواع ومصادرالأخطاء فى التحاليل الكيميائية

أخطاء عند أخذ العينات :

- تلوث العينة من الوعاء أو الأنابيب .
- استخدام وعاء غير مناسب .
- استخدام عينة غير ممثلة (من منطقة غير مناسبة – عدم المزج – وقت غير ملائم) .

أخطاء من نقل وتخزين العينات :

- عدم غلق إناء العينة .
- تلوث العينة من مصادر خارجية كالأبخرة العضوية فى الهواء والأتربة من جو العمل .
- التخزين عند درجة حرارة غير مناسبة مما يؤدي إلى تكسير بعض المركبات العضوية .

أخطاء من نقل وتخزين العينات :

- تحلل بعض المركبات الحساسة للضوء (PAH) .
- عدم الأخذ فى الاعتبار ثبات العينات (فيزيائياً – كيميائياً – بيولوجياً)
- عدم استخدام مواد حافظة مناسبة .
- التخزين الطويل للعينة قبل التحليل .
- استخدام إناء غير مناسب (نظافة – نوع – سدادات مطاطية) .

أخطاء من التعرف على العينات :

- استبدال عينة بأخرى .
- وقت غير سليم أو غياب المعلومات .

أخطاء من تحضير العينات :

- قيم التجارب الغفل (أدوات طحن العينات) .
- عدم التجانس .
- الفقد بالتبخر لمواد متطايرة .
- ظروف هضم العينات وعدم تكراريتها بنفس الظروف كاختلاف وقت وحرارة الهضم .

أخطاء من الكواشف المستخدمة :

- استخدام كواشف غير نقية .
- استخدام مذيبات غير نقية .
- سوء تخزين الكواشف .
- استخدام كواشف انتهت صلاحيتها .
- استخدام حجوم غير صحيحة من المذيبات .
- عدم ذوبانية الكواشف كاملة .
- تبخر الكواشف .

أخطاء من المواد المرجعية والقياسية المستخدمة :

- مواد مرجعية غير نقية .
- أخطاء من تداخل مواد غريبة فى المواد المرجعية .
- اختلاف فيزيائي بين العينة والمادة المرجعية (مثل اللزوجة) .
- استخدام قيم مرجعية خاطئة .
- تغير المادة المرجعية نتيجة تخزين غير مناسب – تبخر – ادمصاص .
- استخدام مواد مرجعية انتهت فترة صلاحيتها .
- أخطاء فى تحضير المواد المرجعية .

أخطاء من طريقة القياس المستخدمة :

- الحيود عن الطريقة وعدم إتباع الطريقة تماماً .
- أخطاء عند التحضير أو الخلط أو الإضافة .
- استخدام عمليات تحليلية خاطئة .
- عدم الالتزام بالمدى الذي يصلح .
- إهمال المدى الخطي للتجربة .
- إهمال حد التمييز .
- إهمال قيم التجارب الغفل .
- عدم ملاحظة وقت التفاعل بدقة .
- عدم ضبط درجة الحرارة بدقة .
- اهمال تراكب الخطوط وتداخلها فى قياس طيف الانبعاث .

أخطاء من المعايرة :

- أخطاء فى قياس الحجوم .

أخطاء الوزن :

- عدم ضبط صفر الميزان .
- عدم معايرة الميزان .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

•أخطاء من استخدام الأجهزة :

•عدم نظافة الأجهزة المستخدمة .

•التلوث .

•عدم تجفيف الأجهزة .

•استخدام أجهزة غير مناسبة وإهمال ضبطها .

•عدم مراجعة نوعية النتائج .

•إهمال صيانة الأجهزة .

•تأثير الحرارة والكهرباء والمجال المغناطيسي على الأجهزة.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

•أخطاء استخدام الماصات الزجاجية :

•استبدال الماصات (ذات حجوم متفاوتة) .

•استخدام الماصة غير المناسبة .

•استخدام الماصات مبللة .

•استخدام ماصات غير معايرة أو يصعب معايرتها .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

•تابع أخطاء استخدام الماصات الزجاجية :

•طريقة الاستخدام غير الصحيحة مثل عدم الأخذ فى الاعتبار وقت التفريغ أو عدم استخدامها وهى فى وضع رأسي و عدم ملاحظة علامات البدء والنهاية بدقة ووجود فقاعات هواء .

•عدم نظافة الماصات يجعل فراغات بين سطحها الداخلي والمحلول

•عدم التنبه والدقة فى الاستخدام .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

•أخطاء من استخدام الماصات الأوتوماتيكية :

•استبدال الماصات ذات حجوم مختلفة .

•أخطاء فى الحجوم .

•عدم أحكام الطرف المتحرك .

•استخدام ماصة أطرافها تسرب المحاليل .

•التصاق المحاليل على السطح الخارجي .

•تفريغ الماصة بسرعة زائدة .

•سحب فقاعات هواء .

•أخطاء من أوعية تفريغ الجرعات :

- •انسداد إبرة سحب وتفريغ العينات .
- •استخدام أجهزة غير معايرة .
- •وجود أنابيب أو صمامات يتسرب منها المحاليل .
- •انسداد الأنابيب أو الصمامات .
- •عدم ضبط الحجوم المحقونة .
- •أخطاء من عدم دقة سرعة المضخات الناقلة للمحاليل .

•أخطاء من الخلية المستخدمة فى القياس :

- •عيوب بالخلية كاختلاف الشفافية أو استخدام خلايا مختلفة .
- •استخدام خلايا غير مناسبة كنوع الزجاج أو الحجوم .
- •وضع الخلية بطريقة غير صحيحة .
- •عدم ملء الخلية بحجم كاف .
- •استخدام خلايا مبللة من الخارج .
- •استخدام خلايا ذات سطوح مخدوشة أو خشنة .
- •وجود فقاعات هواء داخل المحاليل المقاسة .
- •استخدام خلايا غير نظيفة .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

•أخطاء جهاز الفوتوميتر :

•أخطاء من عدم ضبط طول الموجة الملائمة للقياس .

•عدم وجود كثافة ضوئية كافية مثل استخدام اللمبات القديمة .

•عدم نظافة النظام الضوئي مثل المرايا والعدسات ووجود أتربة أو أبخـــرة عليها .

•عدم استخدام الجهاز المناسب كاستخدام جهاز بمرشح بدلاً من آخر مزود بآليه إعطاء ضوءا وحيد طول الموجة .

•عدم ضبط الجهاز .

•إهمال أية حيود .

•عدم ضبط نقطة الصفر .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

•تابع أخطاء جهاز الفوتوميتر :

•دخول ضوء فى غرفة العينة .

•عدم ضبط فتحة نافذة الجهاز لدخول الضوء .

•استخدام مرشح خطأ .

•استخدام كاشف تكبير الضوء غير صالح أو غير مضبوط .

•مدى غير ملائم للقياس .

•مسجل يعطى ذبذبات عالية .

•قراءات غير ثابتة لتذبذب التيار .

•أخطاء أثناء نقل القراءات :

- •الخطأ فى تصنيف الأخطاء وخلطها .
- •الخطأ فى التهجئة .
- •أخطاء نقل (مشوهة – غير كاملة) .

:

•أخطاء عند تسجيل النتائج :

- •استبعاد أخطاء العينة .
- •عدم اتخاذ إجراءات ضبط وتأكيد الجودة .
- •استبعاد الحالات خارج مدى الضبط .

•أخطاء من الحسابات :

•أخطاء حسابية فى الوحدة المستخدمة – وحساب الكسور الجبرية .

•تقريب الأرقام .

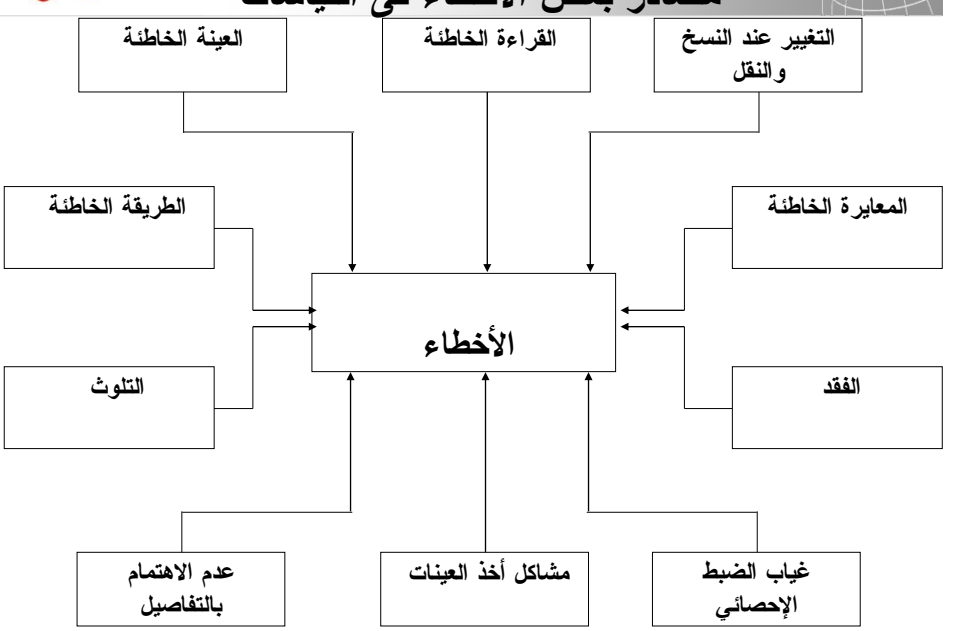
•عدم حساب قيم التجربة الغفل للعينة أو الكاشف المستخدم .

•عدم استخدام معامل امتصاص صحيح .

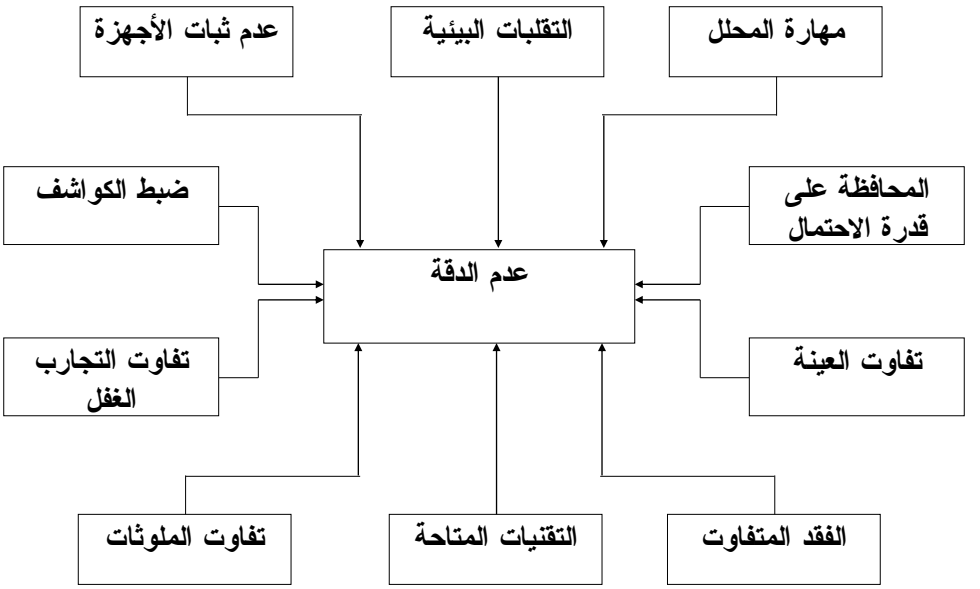
•إهمال أو استخدام معامل تخفيف غير صحيح .

•عدم ا لانتباه على الانتقال إلى مدى قياس آخر .

مصادر بعض الأخطاء فى القياسات

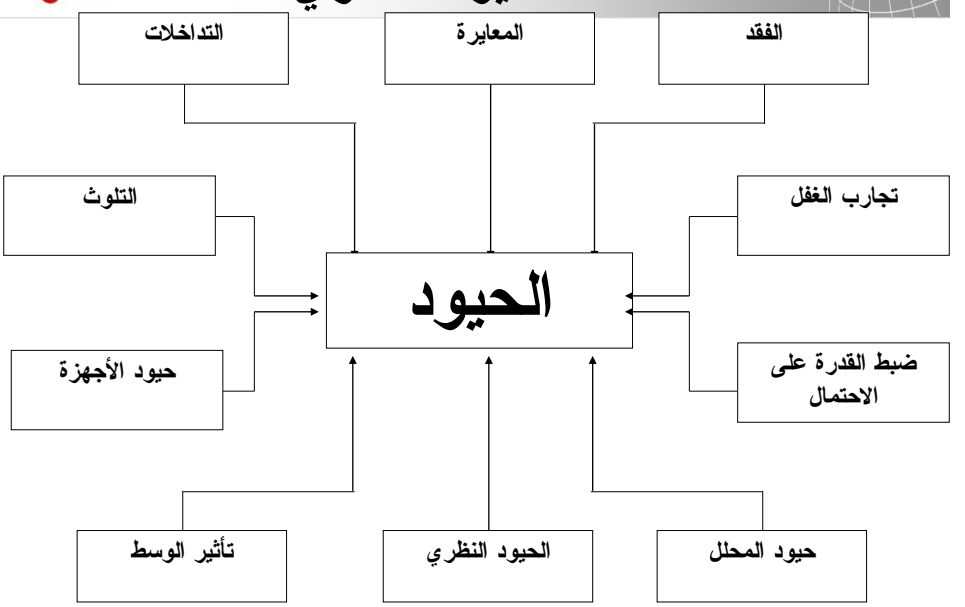


بعض مصادر

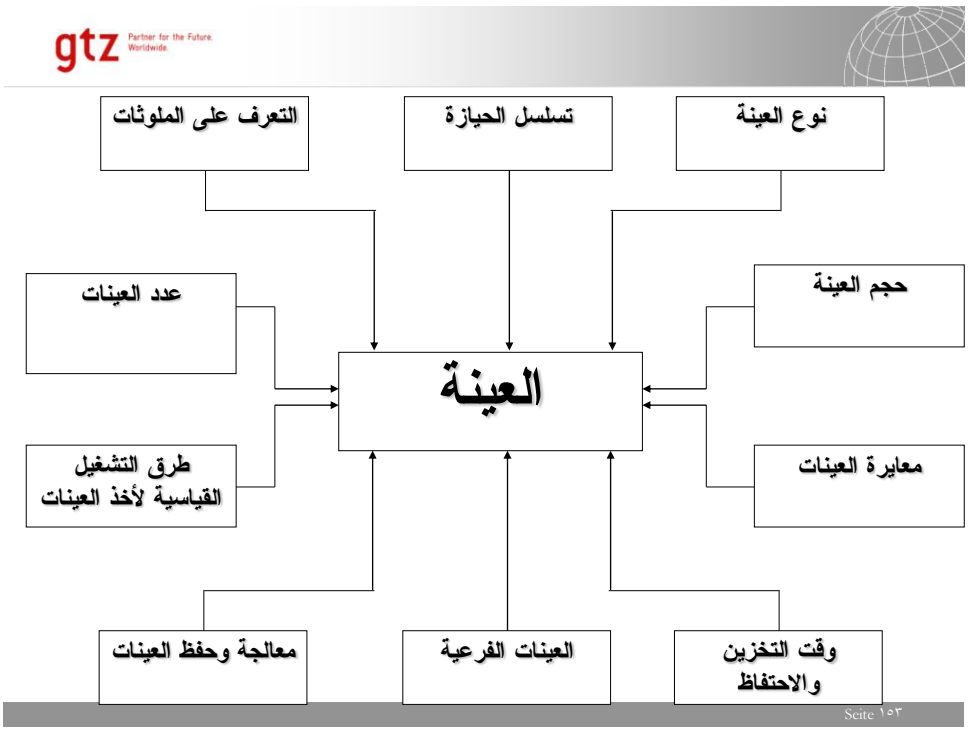


Seite ١٥١

الحيود النظري



Seite ١٥٢



الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الشرب والاحتياطات الواجب إتباعها

أنواع التحاليل التى تجرى على مياه الشرب :

هناك ثلاث أنواع من التحاليل التى تجرى على المياه هى :

التحاليل الفيزيائية والتحاليل الكيميائية والتحاليل البيولوجية .

التحاليل الفيزيائية :

- المواد الصلبة .
- الأس الايدروجيني .
- التوصيل الكهربي .
- درجة الحرارة .
- الرائحة – الطعم – اللون .
- العكارة .
- الإشعاعات .

التحاليل الكيميائية :

- المواد العضوية .
- مركبات الكبريت غير العضوية (كبريتيد – كبريتات) .
- مركبات النيتروجين غير العضوية (نتـــرات – نيتريـــت – أمونيـــا – سيانيد) .
- مركبات الفوسفور غير العضوية (فوسفات) .
- مركبات الهالوجين غير العضوية (كلـــور – كلوريـــد – فلوريـــد) .

التحاليل البيولوجية :

- القولونيات الكلية .
- القولونيات الغائطية .
- الفيروسات .
- الطفيليات الأولية .
- الطحالب والفطريات .

أنواع وطبيعة المواد التى يجرى تحليلها فى المياه :

يتم تحليل المواد العضوية والمواد غير العضوية الموجودة فى المياه ، وتشمل المواد غير العضوية ، والمواد غير العضوية الأنيونية ، والمواد غير العضوية الكاتيونية ، والمواد غير العضوية المولدة للغازات .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

المواد العضوية :

- الزيوت – الدهون – الشحوم .
- الفينول .
- المنظفات الصناعية .
- المبيدات الحشرية .
- المركبات العضوية المتطايرة .
- المركبات العضوية الحامضية أو القاعدية .

gtz Partner for the Future. Worldwide.

المواد غير العضوية الآنيونية :

- الفوسفات .
- الكبريتات .
- الكبريتيد .
- الكلوريد .
- الفلوريد .
- النترات .
- النيتريت .
- السيانيد .

المواد غير العضوية الكاتيونية :

- الصوديوم – البوتاسيوم .
- الكالسيوم – ماغنيسيوم – باريوم .
- العناصر الانتقالية (كروم – نحاس – حديد – منجنيز – زنك – نيكل – كوبلت) .
- العناصر الثقيلة والسامة (زئبق – فضة – رصاص – زرنيخ) .

المواد غير العضوية المولدة للغازات :

- الأمونيوم .
- الكربونات البيكربونات .
- الكبريتيد .
- السيانيد .
- النيتريت .

طرق تحليل المياه :

يتناول هذا البند أربعاً وعشرين طريقة لتحليل المياه :

- الأكسجين الحيوي الممتص (BOD) .
- الأكسجين المذاب (DO) .
- الأس الأيدروجيني (pH) .
- الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) .
- التوصيل الكهربي (Conductivity) .
- العكارة (Turbidity) .
- الفسفور (Phosphorus) .

- النيتريت (Nitrite) .
- النترات (Nitrate) .
- الأمونيا (Ammonia) .
- نيتروجين كلداهل الكلي (Total Kjedahl Nitrogen) .
- الزيوت والشحوم (Oil and Grease) .
- السيانيد (Cyanide) .
- الفينول (Phenol) .
- الكبريتيد (Sulfide) .
- الكبريتات (Sulfate) .

- الفلوريد (Fluoride) .
- الكلوريد (Chloride) .
- الكلور (Chlorine) .
- القلوية (Alkalinity) .
- الفلزات الثقيلة (Heavy Metals) .
- المنظفات الصناعية (Detergents) .
- المبيدات العضوية (Pesticides) .
- هيدروكربونات أروماتية عديدة (Polyaromatic Hydrocarbons) .

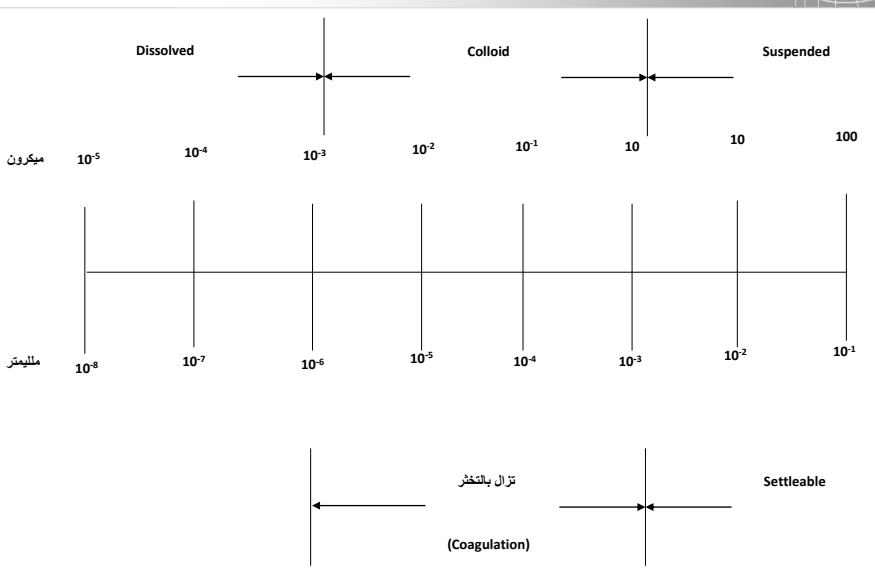
المواد الصلبة الكلية :

تختلف تركيزات كمية المواد الصلبة الكلية فى مياه الشرب . ومحتوى المياه من المواد الصلبة يقاس بتبخير لتر واحد من المياه عند ١٠٣م – ١٠٥م ، ثم وزن كتلة المواد الصلبة المتبقية . وتصنف المواد الصلبة إلى :

- مواد عالقة Suspended ، وهى المواد التى لا يقل نصف قطرها عن ١ ميكرون على الأقل .

•مواد قابلة للترسيب Settleable ، وهى التى تترسب فى قاع مخـــرو إمهـــوف (Imhoff Cone) فى فترة زمنية مقدارها ساعة ، وهى مقياس لما يمكن إزالتـــه بالترسيب .

•مواد ذائبة أو قابلة للترشيح Filterable or dissolved ، وهذه المواد إما أن تكون غروية (نصف قطر حبيباتها يتراوح بين ١ مللي ميكرون إلى ١ ميكـــرون) أو مواد ذائبة كلياً . وكلما زادت كمية الأملاح الذائبة ، كلما ساءت نوعية المياه سواء للاستخدام الآدمي . لذلك فإن تركيزاً قدره ٥٠٠ ملليجرام/لتر يعتبر مستوى معقـــولاً فى مياه الشرب . وتحسب هذه الكمية بتبخير لتر من الماء بعـــد ترشـــيحه ، ووزن الراسب المتكون .



الغرويات ، لا يمكن إزالتها بالترسيب ، ولكن تفصل بالأكسدة البيولوجية أو التخثر .

ويمكن تصنيف أنواع المواد الصلبة السابق ذكرها على أساس وزن ما يتطاير منها بالتسخين عند درجة حرارة ٦٠٠ °م ، حيث يتم أكسدة الجزء العضوي ، وتطايره مخلفاً الجزء غير العضوي ، ولا تتأثر معظم المواد غير العضوية بالتسخين عند درجة ٦٠٠°م سوى كربونات الماغنسيوم التى تتحول عند درجة ٣٥٠°م إلى أكسيد الماغنسيوم ، وثاني أكسيد الكربون .

وتستخدم اختبارات التطاير على المواد الصلبة فى مياه الصرف الصحي لقياس ثباتها البيولوجي .

القلوية :

تعزى قلوية المياه لوجود هيدروكسيدات – كربونات – بيكربونات بعض عناصر الأقلاء ، وارتفاع قلوية المياه يؤدي إلى تزايد التكاثر البيولوجي . وتحسب قلوية المياه بإضافة حمض الكبريتيك فى وجود دليلي الفينولفثالين والميثيل البرتقالي . وليست هناك أضرار من المياه المحتوية على قلوية حتى ٤٠٠ مجم/لتر . وعادة ما تكون مياه الصرف الصحي قلوية .

العسر الكلي:-

يعرف العسر الكلي على أنه مجموع تركيزي الكالسيوم والماغنسيوم ، معبراً عنه بتركيز كربونات كالسيوم (مجم/لتر) . ويُعزى العسر إلى وجود الكالسيوم ، والماغنسيوم فى صورة بيكربونات ، كلوريدات وكبريتات . ويمثل مجموعات العسر المؤقت (بيكربونات عناصر الأقلاء الأرضية) ، والعسر الدائم (كلوريدات وكبريتات عناصر الأقلاء الأرضية) العسر الكلي . ويسمح بتركيز مقداره ٠.٤ مجم مكافئ لكل كيلوجرام من العسر للاستخدام الصناعي فى الغلايات ، وأعلى مستوى يسمح به من العسر الكلي هو ١٠٠ مجم/لتر ، بحد أقصى ٥٠٠ مجم/لتر من كربونات الكالسيوم .

الملوحة :

تُعرف الملوحة على أنها المواد الصلبة الكلية فى الماء بعد تحويل كل محتواها من كربونات إلى الأكسيد ، وكل البروميد ، واليوديد إلى كلوريد ، وأكسدة المواد العضوية . وقيمة الملوحة أقل من الرواسب المتبقية بعد الترشيح ، ويعبر عنها (كجزء من الألف %) .

-وهناك بعض المصطلحات المصاحبة مثل الكلورة (Chlorinate) وهو يتضمن الكلوريد ، البروميد ، واليوديد حيث تحول كلها إلى قيم مكافئة من الكلوريد . وهناك علاقة بين الملوحة والكلورة (Chlorinity, Salinity) وعادة ما تستخدم المعادلة التالية التى تبين هذه العلاقة :

‰ Salinity = 0.03 + 1.805 (Chlorinity, %)

الكلوريدات :

يرجع وجود الكلوريدات فى مصادر المياه الطبيعية إلى ذوبانية بعض الصخور المحتوية على كلوريد الصوديوم عند مرور المياه عليها ، وكذلك من التربة القريبة من السواحل بالإضافة لما يصل المياه إلى ما من صرف صناعي ، وزراعي ، وصحي ويعتبر التركيز المعتاد من ٥-٢٠ مجم/لتر .

الكبريتات :

تعتبر كبريتات الكالسيوم المذابة من الطمي ، بالإضافة إلى الأكاسيد الكبريتية المتصاعدة من المناطق الصناعية ، مصدراً رئيسياً للكبريتات . ووجود كميات كبيرة من الكبريتات يعطى مذاقاً حامضياً للمياه ، ويسبب الإسهال . ويعتبر الحد الأقصى المسموح به ٤٠٠ مجم/لتر .

السيانيد :

يعتبر النشاط الصناعي مصدراً للسيانيد ، وتعتبر الأسماك فى مياه الأنهار مؤشراً حساساً للتلوث بالسيانيد . ومعظم السيانيد الحر يتواجد فى هيئة حمض هيدروسيانيك المتطاير HCN . ولا يسمح بتركيز أعلى من ٠.٠٥ مجم/لتر من السيانيد فى المياه .

الأمونيا :

هناك إتزاناً بين الأمونيا ، وأيون الأمونيوم .

$$NH_3 + H_2O \rightleftharpoons NH_4^+ + OH^-$$

فعند أس أيدروجيني أكبر من ٧ يكثر وجود غاز الأمونيا ، وأقل من ٧ يكثر أيون الأمونيوم ، وتقدر الأمونيا برفع الأس الأيدروجيني ، وتقطير الأمونيا أو جمعها ، وتقديرها بطرق القياس المختلفة . وارتفاع كمية الأمونيا بدرجة كبيرة يسبب تلوثاً ساماً لصغار الحيوان ، ويؤثر على النمو . ويبلغ مستوى الأمونيا فى الماء أقل من ١٠ ميكروجرام/لتر . ويقدر النيتروجين العضوى بطريقة كلداهل (Kjeldahl)، حيث تسخن العينة أولاً للتخلص من الأمونيا ، ثم تهضم العينة لتحويلها إلى الأمونيا التى تقدر . وعند تقدير نيتروجين كلداهل الكلي لا تجرى خطوة التخلص من الأمونيا حيث أن :

نيتروجين كلداهل الكلي = النيتروجين العضوى + الأمونيا

النيتريت والنترات :

النيتريت غير ثابت ، أو مستقر ، ويسهل أكسدته إلى صورة النترات ولكن وجوده يعتبر مؤشراً على تلوث سابق . وعادة لا يرتفع مستواه عن ٠.١ مجم/لتر فى المياه السطحية أو الجوفية . ويؤدي وجود النيتريتات فى مياه الشرب إلى تكوين نيتروزأمينات ، وهى مركبات مسرطنة . والنترات هى الناتج النهائي لأكسدة النيتروجين . وتقديرها من الأهمية بمكان ، حيث أن ارتفاع مستواها يؤدي إلى أمراض خطيرة .

ومياه الشرب لا يجب أن يزداد مستوى النترات فيها عن ٤٥ مجم/لتر .

وفى مياه الصرف يتراوح مستوى النترات من ١٥-٢٠ مجم/لتر .

وزيادة تركيز النترات يؤدي إلى تسمم دماء الأطفال

(Methomoglobinemia) .

١٦- المواد العضوية :

يجب أن تخلو مياه الشرب تماماً من البقايا العضوية وإذا وجدت فذلك بسبب الصرف الصناعي أو الزراعي أو الصحي الذي يصل إلى مصدر المياه .

يقاس المحتوى العضوى للمياه باستخدام :

(أ) (BOD) الأكسجين الحيوي الممتص .

(ب) (COD) الأكسجين الكيميائي المستهلك .

(جـ) (TOC) الكربون العضوي الكلي .

(د) (TOD) الأكسجين الكلي المستهلك .

(أ) الأكسجين الحيوي الممتص خلال ٥ أيام ، من أهم الاختبارات التى تجرى لقياس التلوث العضوى للمياه السطحية ويطلق عليه (BOD_5) .

ويتضمن الاختبار قياس الأكسجين المذاب الذي تستهلكه الكائنات الدقيقة خلال الأكسدة البيوكيميائية للمركبات العضوية بالمياه.

فى هذا الاختبار يقاس الأكسجين البيولوجي المستهلك (BOD) بحساب الفاقد فى الأكسجين المذاب نتيجة للتحلل ، ويقارن مستوى الأكسجين المذاب فى المياه بمستواه فى نفس المياه بعد فترة تخزين فى الظلام . والانخفاض فى الأكسجين المذاب واختبار BOD ، يدلان على نوعية المياه تحت ظروف معملية ، حيث يتم حساب الأكسجين المذاب قبل وبعد فترة حضانة مدتها خمسة أيام ، وتحسب قيم BOD بقياس الفرق بين القيمة الأولية والنهائية للأكسجين المذاب DO ، ويجب ألا تزيد قيم BOD فى مياه الشرب عن ١٠ مجم/لتر .

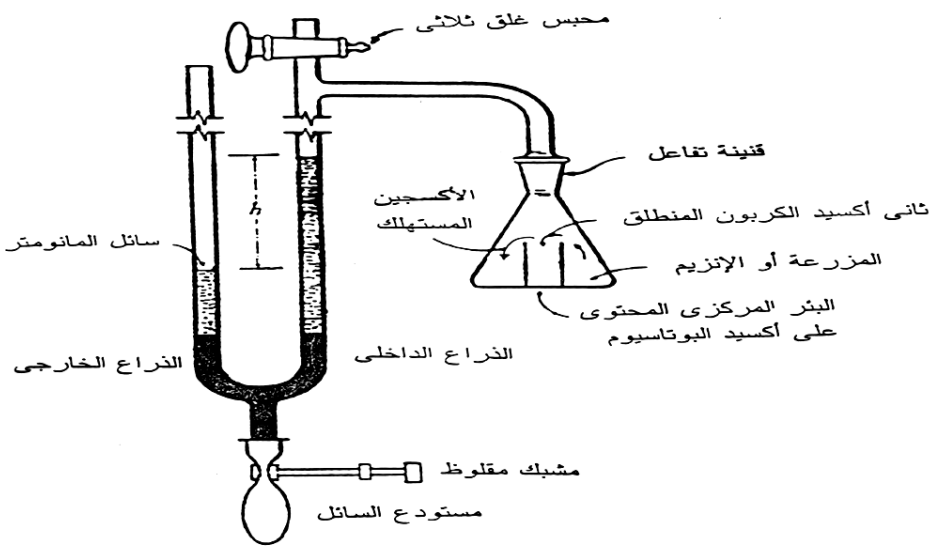
ويقاس BOD بالمعمل باستخدام :

- Warburg Resirometer .
- مجس الأكسجين Oxygen Probe .
- خلية تحلل كهربي Electrolysis .

ويبين الشكل جهاز فاربورج حيث يقاس الأكسجين المستهلك من خلال انخفاض الضغط فى قارورة التفاعل .

<u>ويتطلب الحصول على نتائج جيدة توافر الآتي :</u>

- وجود تركيز عال من البكتريا المناسبة .
- معالجة المياه المحتوية على مخلفات سامة .
- تقليل تأثير الكائنات المثبتة للنيتروجين .
- إتاحة الوقت الكافي للتفاعل (خمسة أيام) .

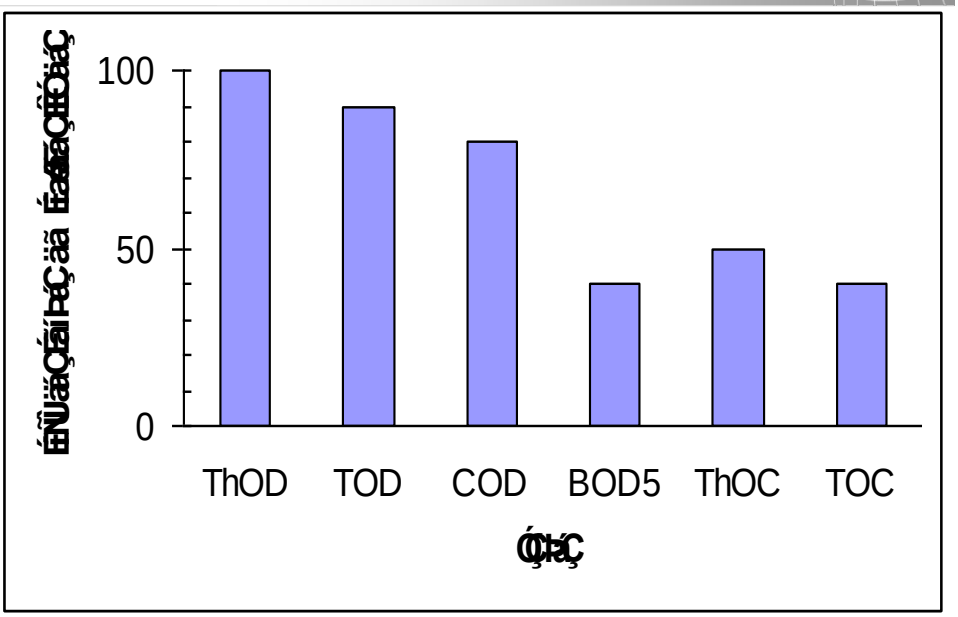


(ب) يعتبر اختبار الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) مؤشراً لمحتوى المياه الطبيعية ، من المواد العضوية ، وهو يقدر بحساب الأكسجين اللازم لأكسدة المركبات العضوية بمادة مؤكسدة قوية غير عضوية فى وسط حامضي . ويستخدم عادة ثاني كرومات البوتاسيوم لهذا الغرض . وتجرى عملية الأكسدة عند درجة حرارة عالية فى وجود عامل محفز هو كبريتات الفضة

تحتوى مياه الأنهار العذبة ، والبحيرات على مخلفات صناعية وآدمية وزراعية ، فى صورة بقايا عضوية ، وتحلل هذه المواد بالبكتريا والفطريات التى تستخدم الأكسجين فى تنفسها . ويقيس الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) الأكسجين المكافئ للمحتوى من المركبات العضوية القابلة للأكسدة بمواد كيميائية ، ويجب ألا يزيد COD عن ١٥ مجم/لتر فى مياه الشرب .

جـــ- ويستخدم اختبار الكربون العضوى الكلي (TOC) فى تقدير كمية قليلة من المواد العضوية ، ويجرى هذا الاختبار بحرق كمية من المادة فى فرن عند درجة حرارة مرتفعة فى وجود عامل محفز ، وقياس ثاني أكسيد الكربون الناتج باستخدام محلل لطيف الأشعة تحت الحمراء ، ويجب تحميض العينة ، وإمرار الهواء بها لإزالة أى مصدر كربوني غير عضوي (كربونات) .

د- يدل اختبار الأكسجين الكلي المستهلك (TOD) على كمية الأكسجين اللازمة لتحويل المادة العضوية إلى ناتج نهائي ثابت بالاحتراق فى وجود البلاتين كعامل محفز ، وتقدر كمية TOD بقياس محتوى الأكسجين الموجود فى غاز النيتروجين المستخدم للإزاحة . ويجب الإشارة إلى أن العلاقات المستخدمة للتعبير عن مستويات المواد العضوية ، يعتمد اعتماداً أساسياً على نوع المياه ومصدرها .



الكالسيوم :

يتواجد الكالسيوم فى المياه فى صورة بيكربونات (مسبباً عسراً مؤقتاً) ، وعلى هيئة كلوريد – كبريتات – نترات (مسبباً عسراً دائماً) ، وأيضاً على هيئة كربونات الكالسيوم غير المذابة فى الماء . ويتم التخلص من معظم هذه المواد بالترسيب . وبيكربونات الكالسيوم ، هى المسبب الرئيسي لعسر المياه . ويعتبر الطباشير ، والحجر الجيري مصدرين له . ولا يسبب وجوده بتركيزات عالية أية مشاكل صحية ، والحد الأقصى المسموح به ٢٠٠ مجم/لتر .

الماغنسيوم :

فى معظم المياه العسرة ، يشكل الماغنسيوم نسبة ضـــئيلة ، إذا ما قورنت بالكالسيوم ، والحد الأقصى المسموح به هـــو ١٥٠ مجم/لتر .

الصوديوم :

يوجد الصوديوم فى معظم المياه الطبيعية بمستويات تتراوح بين ١-٥٠٠ مجم/لتر ، وترتفع نسبة وجـــوده فـــى الميـــاه العسرة . وتعتبر النسبة بين تركيز الصوديوم إلى تركيز كـــل الكاتيونات مؤشراً لصلاحية المياه للرى .

العناصر الفلزية :

يتراوح تأثير العناصر الموجودة فى مياه الشرب بين مـــا هو غير ضار ، وما قد يؤدي إلى مشاكل ، وما هو ســـام وذو خطورة عالية وفيما يلي بيان بأمثلة من هذه العناصر وتأثيرها :

عنصر الكادميوم :

سام ويؤدي إلى أمراض خطيرة من ارتفاع لضغط الدم وأنيميا إلى الفشل الكلوي وسرطان البروستاتا . ولقد حـــددت منظمـــة الصحة العالمية تركيز ٠.٠٠٥ مجم/لتر كحد أقصى لوجوده فى المياه .

عنصر النحاس :

لا يسبب تسمماً بالتراكم ، والتسمم به يمكن تجنبه بالاعتمـــاد على التذوق ، حيث يمكن تمييزه عندما تصل تركيزاته إلى ١-٢ مجم/لتر ، ولا يحدث تسمم إلا بتركيزات أعلى من ذلك بكثير . ومصدر وجود النحاس بتركيزات عالية ناشئ عـــن التلـــوث الزراعي ، والصرف الصحي .

عنصر الحديد :

غير ضار ، ولكن وجوده بتركيز عال يجعل للمياه طعماً غير مستساغ ، كما أن المياه المحتويه عليه عندما تتعرض للأكسجين فإن الحديد يترسب ويؤدي إلى ظهور بقع فى الغسيل والأحواض .

عنصر المنجنيز :

وجود كميات ضئيلة منه يؤدي إلى مشاكل كثيرة ، والكميـــات الكبيرة منه سامة ، ومصدره غالباً التلوث الصناعي .

عنصر النيكل :
وهو ما بين العناصر المنتشرة نظراً لادمصاصه على أكاسيد العناصر الأخرى ، وحبيبات الطمى ، والمواد العضوية ، ومعظم أملاحه تذوب فى الماء ، ومصدره الرئيسي هو التلوث الصناعي .

عنصر الرصاص :
وهو عنصر سام بالتراكم ، وتتسبب المياه المحتوية عليه فى الإصابة بالإمساك – الإضطرابات المعوية – الانيميا – الشلل التدريجي للعضلات .

عنصر الخارصين :
وهو عنصر يؤدي وجوده إلى خلل فى الفحص البكتريولوجي للعينات لأن وجود الخارصين يعمل على القضاء على البكتريا ، ويسبب تسمماً للكائنات الدقيقة ، وليس له ضرر كبير على صحة الإنسان .

الميكروبيولوجي :

يسبب وجود بعض أنواع البكتريا ، وتسمى البكتريا المرضية (Pathogenic bacteria) أمراضاً عديدة للإنسان ، كذلك فإن وجود بعض الكائنات الأخرى مثل الفيروسات ، والديدان ، والطفيليات فى المياه يؤدي إلى ظهور بعض الأمراض .

هاماً لتحديد الكائنات E.Coli ويعتبر اختبار الكشف عن القولونيات التى تسبب أمراضاً ، وكذلك يستخدم فى تحديد معامل نوعية المياه Water Quality index (WQI) وتوجد Escherichia Coli فى البراز الذي يحتوى على نسبة عالية من كل أنواع البكتريا ، ويشير E.Coli وجود فى المياه إلى حدوث تلوث من الصرف الصحي ، والبقايا الآدمية ، والحيوانية . ووجود الأنواع الأخرى من البكتريا ، E.Coli وغياب يُعزى إلى حدوث تلوث من التربة والمزروعات . ويجب ألا يحتوى ١٠٠ ملليلتر من المياه على أكثر من أثنين من الخلايا البكتيرية E.Coli .

أسس التحكم فى المعالجات الكيميائية لمياه الشرب باستخدام نتائج التحاليل الكيميائية

أولاً : الترويق باستخدام الشبة :

من المعروف أن المياه العكرة الموجودة بالأنهار تحتوى علـــى كمية من الطمى والعوالق والمواد العضوية تختلـــف بـــاختلاف مواسم العام . ويتم التخلص من هذه المواد باستخدام المروقات ، وفيها تتم عملية الترسيب عن طريق ما يسمى بالنـــدف (Flocs) وهى ناتج تفاعل الشبة (كبريتات الألومنيـــوم $Al_2(OH)_3$) مـــع قلوية المياه المتمثلة فى أملاح الكربونات والبيكروبونات الذائبـــة فى المياه .
وتترسب هذه الندف إلى أسفل طبقاً لسرعة السريان فى الحوض وكذلك مدة المكث (Retention time) التى تعتمد علـــى أبعـــاد الحوض من حيث المساحة السطحية والعمق .

وتوجد عدة أنظمة عالمية مختلفة للترويق ، إلا أنـــه بصـــفة عامة يمكن تقسيم العملية إلى :

- عملية الترويب (Floculation) .
- عملية الترسيب (Sedimentation) .

عملية الترويب :

وفيها يتم خلط الشبة بالماء خلطاً جيداً بطريقة منتظمة لبناء الندف المطلوب ترسيبها . وتتراوح مدة المكث من ١٥ إلى ٤٠ دقيقة طبقاً لتصميم ونوع الحوض .

عملية الترسيب :

وفيه يتم ترسيب الجزء الأكبر من الطمي بنظام ميكانيكي أو نظام طبيعي عن طريق ميول مختلفة وتسمى نظام الجاذبية "Gravity System" . كما أن هناك أنظمة أخرى للتخلص من الروبة "sludge" مثل نظام النبضات "Pulse" حيث يعمل على تجميع وتكوين الطمي ، ونظام إعادة جزء من الندف عن طريق فرق المناسيب الهيدروكيلية ذاتيا دون أي طاقة لرفع كفاءة الحوض "floatation" ويستخدم في المحطات التي تكون فيها العكارة منخفضة علي مدار العام بالنسبة للمياه ، وفيها يتم رفع الطمي إلي أعلي عن طريق حملها على وسادة هوائية من المحيط الدائري الخارجي إلى ما قبل المنتصف وتجميع المياه المروقة عن طريق قوة الطرد المركزي إلى أسفل .

وتوجد بعض الأنظمة الصناعية التى تساعد على زيادة المساحة السطحية للحوض تسمى "Tube settler" وهى مجموعة أنابيب متراصة وموضوعة بطريقة مائلة وذلك لزيادة تصرف المروقات بواسطة زيادة المساحة السطحية للحوض .

العوامل التى تؤثر على عملية الترسيب :

- حجم وشكل الجسيمات العالقة بالمياه وطريقة توزيعها : فكلما كانت دقيقة احتاج الأمر لكميات من المادة المروبة أكبر .
- كثافة الجسيمات العالقة بالمياه : فكلما زادت كثافتها كلما سهل ترسيبها.
- درجة قلوية المياه وحموضتها : فهناك مروبات تعطى نتائج جيدة عند استعمالها إذا كانت المياه تميل إلى القلوية ومروبات أخرى تعطى نتائج جيدة إذا كانت المياه تميل إلى الحموضة .

- التركيب المعدني وكمية الأملاح الموجودة بالماء .
- الرقم الهيدروجيني : يؤثر على سرعة ظهور الندف فى المياه .
- درجة الحرارة : تزداد سرعة الأنابيب بارتفاع درجة حرارة المياه ، بينما يصعب تكون الندف عندما تزيد درجة الحرارة مما يضطرنا إلى زيادة كميات الكيماويات المروبة فى الصيف عنها فى الشتاء .

الخواص الهيدروليكية لحوض الترسيب :

يلاحظ صعوبة ترويب المياه النقية نوعاً وذلك لعدم وجود ذرات رفيعة "Nucleii" فى المياه تعمل كنواة تتجمع عليها الندف . ولذلك نلجأ فى معظم الأحوال إلى إضافة طمى دقيق يسمى بنتونيت "Pentonite" بنسب مختلفة هذا الطمى يعمل كنواة تتجمع حولها الندف .

ويوجد نوعان من المروقات (أحواض الترسيب) :

١- أحواض مستطيلة :
ويكون اتجاه سريان المياه فيها واحد بطول الحوض .

٢- أحواض دائرية :
ويكون اتجاه سريان المياه قطرياً من المركز إلى الخارج .

•الشب الأسود :

وهو مسحوق الشب العادي مضافاً إليه نسبة حوالي ٥٠% من مسحوق الكربون المنشط (Activated carbon) مما يساعد على إزالة الروائح والطعم من المياه كما يسبب توفيراً فى كمية الشبة المستعملة .

•كبريتات الألومنيوم (الشبة) :

تعتبر كبريتات الألومنيوم ($Al_2(SO_4)_3.18H_2O$) هى الشائعة الاستخدام فى محطات تنقية المياه وتكون صلبة أو على هيئة مسحوق أو تكون سائلة بتركيزات مختلفة وهى أكثر البدائل مناسبة من الناحية العملية ، حيث أنها قليلة الآثار الجانبية ورخيصة الثمن وهى مادة طبيعية ١٠٠% تستخرج من المناجم ، ويمكن تصنيعها كيميائياً بسهولة ويمكن استيرادها.

$$Al_2(SO_4)_3 + 3\ Ca(HCO\text{-}_3)_2 \rightarrow 2Al(OH_3)\downarrow + 3\ CaSO_4 + 6\ CO_2$$

وتوجد بعض المواد المساعدة فى عملية الترويب وهى :

١.السيليكا المنشطة "Activated silica" (سيليكا مع كلور أو حمض كبريتيك أو ثاني أكسيد الكربون) .
٢.المواد العضوية الصناعية المعروفة باسم البولي الكتروليت (Polyelectrolyte) .
٣.الطمى (Clay) ، الكاولين (Kaolin) .
٤.المواد المنتجة للقلوية (Producing alkalinity agent) مثل أكسيد الكالسيوم (الجير أو الجير الحي) "CaO" ، هيدروكسيد الكالسيوم (الجير المطفأ) "$Ca(OH)_2$" ، كربونات الصوديوم (رماد الصودا) (Na_2CO_3).

الاختبارات التى يتم إجراؤها على المياه العكرة للوقوف على نوعية المياه :

يتم إجراء عدة اختبارات على المياه العكرة للوقوف على معرفة نوعية المياه ومعرفة العوامل المختلفة التى تؤثر على كمية المواد المروبة الواجب إضافتها ، ومن هذه الاختبارات :

- درجة الحرارة .
- الرقم الهيدروجيني (pH) .
- اختبار الشفافية (Clearity) .

- اختبار قياس العكارة (Turbidity) .
- نسبة المواد الصلبة الكلية الذائبة فى الماء (T.D.S.) .
- المواد العالقة (S.S.) .
- التوصيل الكهربي (Conductivity) .
- اختبار القلوية (مقدرة ككربونات كالسيوم) "Alkalinity" .

وتدون هذه النتائج قبل إجراء اختبار قياس الجرعة (Jar test) .

اختبار قياس الجرعة (اختبار الكأس) :

وهو يعد نموذج مصغر لعمل المروقات وهو جهاز يتكون من عدد من الكؤوس سعة لتر أو لترين . ويكون كل كأس مربع أو دائري الشكل ويزود الجهاز بقلابات مصنوعة من الاستانلس ستيل ذات سرعات تبدأ من (صفر – ٣٠٠ لفة/دقيقة) قابلة للتحكم ، ومزود بعداد سرعة للقلابات وموقف زمني من (صفر – ٦٠ دقيقة) . وتبدأ عملية المزج السريع لتقليب الشبة بجرعاتها المختلفة وذلك بضبط عداد السرعة على (٦٠–٨٠ لفة/دقيقة) لمدة دقيقة ثم تبدأ عملية الترويب بخفض السرعة إلى ٣٠٠ لفة/دقيقة لمدة ١٥ دقيقة ، أو ٢٠ لفة/دقيقة لمدة عشرون دقيقة

وتسجل نتائج التجربة فى كل كأس وذلك بحساب الآتي :
درجة العكارة – الرقم الهيدروجيني – اللون (للطبقة العليا) – خواص الرواسب طبقاً للجدول .

أحواض المزج :

يتم فيها مزج المياه العكرة مع المادة المروبة مزجاً تاماً وتسمى أحواض التخفيف . وقد صصمت الطلمبات وأجهزة تدفق الشبة (Flowmeter) على أن يكون تركيز المحلول ١٠% .
وتختلف أحواض المزج وحجمها حسب التصميمات المختلفة .

نموذج تسجيل نتائج اختبار جرعة

العينة : ..... الرقم الهيدروجيني : ..... اللون : .....
العكارة : ..... القلوية % : .....
الكيماويات المستعملة :
.....
.....
التقليب السريع : ..... لفة/دقيقة : ..... ثانية التقليب البطئ .....
لفة/دقيقة ..... دقيقة درجة الحرارة .....
ملاحظـــــات :
.....
.....

رقم العينة	الكيماويات	ملج/لتر	الكيماويات	ملجم/لتر	الكيماويات	مجم/لتر	تحليل الطبقة العليا		
							الرقم الهيدروجيني	اللون	العكارة
١									
٢									
٣									
٤									

خواص الرواسب (الحجم – النوع)

الزمن بالدقيقة	العينة			
	١	٢	٣	٤
٥				
١٠				
١٥				

خواص الترسيب

الزمن بالدقيقة	العينة			
	١	٢	٣	٤
٥				
١٥				
٢٠				

نسبة المواد الفعالة (أكسيد الأمونيوم) فى الشبة :

- الشبة ذات التركيب الكيميائي ($Al_2(SO_4)_3.21H_2O$) يكون تركيز أكسيد الألومنيوم فيها ١٤% وهى المادة الفعالة .
- أما الشبة ذات التركيب الكيميائي ($Al_2(SO_4).17\ H_2O$) يكون التركيز ١٦% .
- أما الشبة ذات التركيب الكيميائي ($Al_2(SO_4)_3.14H_2O$) يكون التركيز ١٧% .
- الشبة السائلة ذات التركيز ٥٠% يكون التركيز من ٨-٨.٥% .

كيفية إضافة محلول الشبة بعد حساب الجرعة المطلوبة :

تتم عملية الحقن فى بيارة التوزيع ويتم إضافتها مع الكلور المبدئي وتتم من خلال حوض التخفيف (١٠%) بطلمبات إلى المياه العكرة فى البيارة . ويتم أخذ عينات للتحليل من خروج المروقات كل ساعتين للوقوف على كفاءة المروق والتأكد من أن جرعات الشبة تصل بالكمية المطلوبة .

وتشمل هذه التحاليل :

•الرقم الهيدروجيني "pH" يجب أن تعطى قراءة أقل من المياه العكرة .
•الشفافية (water clearity) .
•القلوية (مقدرة ككربونات كالسيوم) : يجب أن تقل عن المياه العكرة .
•درجة العكارة : يجب أن تقل بنسبة تختلف باختلاف تصميم المروق . فبعض المروقات مصممة على تقليل العكارة بنسبة ٧٥% ، أى إذا كانت عكارة الترعة (المياه العكرة) مثلاً ١٦ (بوحدات N.T.U.) تظهر نتائج خروج المروق بالنسبة للعكارة ٤ وحدات ، كحد أقصى مع انتظام معدل تدفق الشبة .

التطهير باستخدام الكلور :

يمكن إضافة الكلور إلى الماء فى أكثر من موقع في محطة التنقية تبعاً لحالة كل محطة وكذلك تبعاً لصفات الماء المعالج فى كل حالة وتبعا لتجارب وخبرات المشرفين على التشغيل .

١- الحقن قبل أحواض الترسيب أو المرشحات :

أى حقن الكلور قبل أحواض الترسيب أو قبل المرشحات (Prechlorination)

وتتميز هذه الطريقة بالآتي :

- خفض تعداد البكتريا فى المياه قبل وصولها إلى المرشح مما يخفف الحمل البكتيري (Bacterial load) للمرشح .
- تطهير الرمل فى المرشح نظراً لمرور المياه بما فيها من كلور فى مسام الرمل أثناء عملية الترشيح .
- كفاءة عالية فى إزالة اللون فى الماء .
- نقص فى كمية الكمياويات المروبة إذا أضيف الكلور قبل أحواض الترويب .
- كفاءة عالية فى إزالة الطعم والرائحة من الماء .
- الحد من نمو الكائنات الحية الدقيقة فى داخل المرشح .

الحقن فى مدخل خزان المياه النقية :

يتم الحقن فى مدخل خزان المياه النقية (Post chlorination) بإضافة الكلور بعد المرشحات أو بعد الترسيب أى فى مدخل حوض المياه النقية . وهذه الطريقة هى أكثر الطرق إتباعاً نظراً لبساطتها وسهولة تشغيلها وكفاءة فاعلية الكلور على البكتريا بسبب خلو الماء من أى عكارة . وفى معظم المحطات يتم العمل بالطريقتين معاً لضمان كفاءة المياه بعد خروجها من المحطات وبعد توزيعها فى الشبكات .

إضافة الكلور فى أكثر من موقع :

وهذه الطريقة تُتبع إذا كانت المياه رائقة والتلوث البكتيري عالي نسبياً ، إذ يستحسن فى هذه الحالة إضافة الكلور فى أكثر من نقطة على مسار الماء فى محطة التنقية لضمان كفاءة عملية الكلورة . كما تستعمل هذه الطريقة إذا خزنت المياه المرشحة فى خزانات مكشوفة ، ففى مثل هذه الحالة يجب إضافة الكلور فى مخارج المياه من الخزانات المكشوفة بالرغم من سابق إضافة الكلور فى محطة التنقية .

إضافة الكلور بجرعات عالية ثم إزالة الكلور الزائد :

المقصود بإضافة الكلور بجرعات عالية ثم إزالة الكلور الزائد (Super chlorination followed by dechlorination) إضافة الكلور بجرعات زائدة عن المقرر قد تصل إلى اثنين أو ثلاثة جزء فى المليون (زائدة عن المقرر) ، وبهذا يمكن الحصول على كفاءة وفاعلية عالية لعملية الكلورة بالإضافة إلى إبادة كميات كبيرة من المواد العضوية والطحالب التى قد تتواجد فى الماء مسببة بعض الطعم والرائحة .

وهذه الطريقة تتميز بالمميزات الآتية :

- كفاءة وفاعلية عالية لتأثير الكلور على البكتريا .
- أكسدة الكلور للمواد العضوية التى قد تتواجد فى الماء .
- الحد من الرائحة والطعم التى قد توجد فى الماء .
- إبادة الكائنات الحية الدقيقة التى تقاوم الجرعات العادية للكلور على أن يلزم إزالة الكلور الزائد بعد التأكد من تمام قتل الكلور للبكتريا ، وذلك للحد من طعم ورائحة الكلور النفاذة فى المياه .

المصطلحات الفنية الخاصة بالكلور

جرعة الكلور :

تعرف جرعة الكلور بأنها كمية الكلور المضاف للماء .

الجرعة = الكلور المستهلك + الكلور المتبقى

الكلور المستهلك :

يعرف الكلور المستهلك بأنه الفرق بين كمية الكلور المضاف للماء وكمية الكلور الحر أو المتحد المتبقى فى الماء فى نهاية فترة تلامس محدودة .

الكلور المستهلك = الجرعة – الكلور المتبقى

ومن الضرورة إضافة جرعات كافية من الكلور لتعويض الكميات التى تستهلك منه بواسطة المواد العضوية الأخرى ، الحديد ، الهيدروجين ، الكبريتيد ، المنجنيز ، النترات ، والأمونيا .
إذ أنه لابد من تلبية كل الاحتياجات المطلوبة للاستهلاك من الكلور قبل الحصول على كلور حر متبقى .

الكلور المتبقي :

هناك نوعان من الكلور المتبقي :

١- الكلور المتبقي المتحد :

وينتج عن إضافة قدر الكلور الذي يكفى فقط للاتحاد مع الأمونيا . وبرغم أن تلك البقايا المتحدة تحمل قدرات أكسدة تفوق قدرة الكلور الحر إلا أن فعاليتها كمادة مطهرة تقل عن فاعلية الكلور الحر .

وللحصول على الكلور المبتقي المتحد لا يضاف إلى الماء إلا قدر الكلور الذي يكفي للاتحاد بالأمونيا الموجودة فى الماء . فإذا كان الماء يحتوى على قدر ضئيل من الأمونيا لا يكفي للاتحاد مع الكلور تتم إضافة الأمونيا أيضاً فى الماء . ولكن معظم المياه العكرة تحتوى على الأمونيا نتيجة التلوث وتحلل النباتات فيها .

٢- الكلور المتبقي الحر :

وينتج عن إضافة الكلور إلى الماء بالقدر الذي يكفي لاستهلك الأمونيا وللحصول على كلور حر متبقي يتم إضافة الكلور للماء بالقدر الذي يكفي للقضاء على الأمونيا الموجودة فى الماء .
وصورة (Cl_2, HOCl & OCl^-) .

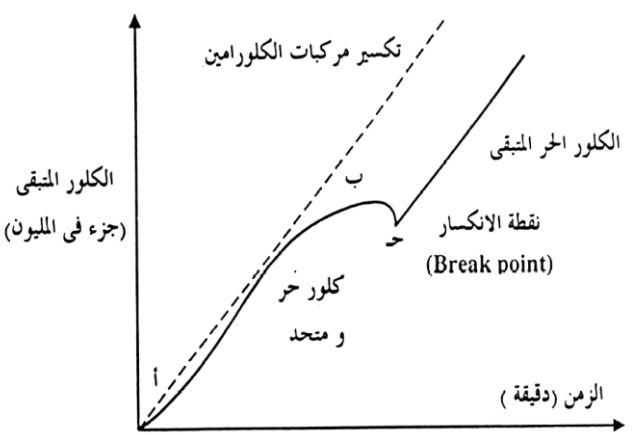
إضافة الكلور مع تجاوز نقطة التكسير :

عندما توجد المواد العضوية فى الماء على هيئة مركبات الأمونيا فإن الكلورٍ المتبقي يتواجد على هيئة كلور حر أو كلور متحد مع الأمونيا مكونا "الكلورأمين" .

فإذا رسمنا المنحنى البياني الموضح فى الشكل رقم (٦) للعلاقة بين جرعة الكلور والكلور المتبقي نجد أن الكلور المتبقي يأخذ فى الازدياد مع زيادة جرعة الكلور ابتداء من النقطة (أ) حتى النقطة (ب) على المنحنى ، ثم يأخذ فى الهبوط حتى النقطة (جـــ) ، ثم يأخذ ثانيا فى الارتفاع .

وتفسر هذه الظاهرة بأنه فيما بين النقطة (أ) ، النقطة (ب) يوجد الكلور المتبقي على شكل كلور حر وكلور متحد فى نفس الوقت . فإذا زادت جرعة الكلور عن النقطة (ب) تكسرت مركبات الكلورأمين ، ومن ثم لا تظهر عند تعيين كمية الكلور المتبقي . ويستمر ذلك حتى النقطة (جـــ) التى يتم عندها تكسير جميع مركبات الكلورأمين ولا يبقى متواجداً فى الماء إلا الكلور المتبقي الحر .

ولذلك تسمى نقطة التكسير ثم يأخذ الكلور المتبقي فى الازدياد .
وابتداءاً من هذه النقطة يكون الكلور المتبقي حراً وليس متحداً .
وطريقة إضافة الكلور إلى الماء بجرعات تكفي الوصول إلى ما بعد النقطة (جـ) على المنحنى . أى إضافة الكلور حتى ما بعد النقطة التى تتكسر فيها جميع الكلورأمينات ، كما أنها تسمى أحياناً (Free residual chlorine) . وتتميز هذه الطريقة بأنها تعطى نتائج عالية فى القضاء على البكتريا والحد من الطعم والرائحة فى المياه .



إلا أن تطبيقها ليس سهلاً أو متشابهاً فى جميـــع الحـــالات نظـــراً لاختلاف تركيز المواد العضوية فى المياه من المصادر المختلفـــة ، وحتى فى مياه المصدر الواحد يتغير تركيز المواد العضـــوية فـــى المياه من يوم لآخر على مدار السنة . لهذا يجب عمل تجارب لتقدير جرعة الكلور فى كل حالة على حدة ، بل من وقت لآخر لمياه تؤخذ من مصدر واحد .

تتوقف فاعلية الكلور فى قتل البكتريا على العوامل الآتية :

- الرقم الهيدروجيني : فالماء ذو الرقم الهيدروجيني المنخفض يلزمه جرعات كلور أصغر من الماء ذو الرقم الهيدروجيني المرتفع للحصول على نفس كفاءة التطهير .

- درجة الحرارة : تقل جرعة الكلور بارتفاع درجة الحرارة للحصول على نفس كفاءة التطهير .

•مدة التفاعل بين الكلور والمياه (Time of contact) : إذ تزيد فاعلية الكلور كلما طال هذا الزمن . ونظراً لاختلاف مقاومة البكتريا المختلفة لتأثير الكلور عليها ، فقد وجد أنه يجب أن تمر ثلاثون دقيقة بعد إضافة الكلور قبل استعمال المياه .

•قلوية وحامضية المياه (Alkalinity & acidity) : وتقل فاعلية الكلور بزيادة قلوية المياه ولذلك يلزم جرعات كلور عالية كلما ارتفعت قلوية المياه .

• وجود المركبات الآزوتية فى المياه (Nitrogeneous compounds) : خاصة الأمونيا حيث يسبب تواجد هذه المركبات فى الماء إضعافاً لفاعلية الكلور فى قتل البكتريا . ولذا يلزم إضافة جرعات أكبر أو إطالة وقت التفاعل بين الكلور والماء .

•وجود مركبات الحديد والمنجنيز : وهذه المواد تحد من فاعلية الكلور فى قتل البكتريا .

•نوع وعدد البكتريا المراد القضاء عليها : إذا أن لكل ميكروب مقاومة معينة لفعل الكلور ، ولذا يلزم اختبار الماء لمعرفة أنواع الميكروبات التى يراد قتلها بالكلور . كما أن العدد البكترى فى الماء له تأثير على جرعة الكلور الواجب إضافتها ، فكلما زاد العدد زادت الجرعة .

- عكارة المياه : كلما العكارة زادت جرعة الكلور اللازمة ، إذ أن الميكروبات قد تحتمى بالمواد المسببة للعكارة من تأثير الكلور .

- طريقة إضافة الكلور : فالكلور يمكن إضافته على هيئة غاز أو مسحوق لأحد مركباته . ولقد وجد أن إضافته كغاز أكثر فاعلية من إضافته كمحلول ، وإضافته كمحلول أكثر فاعلية من إضافته كمسحوق .

- جرعة الكلور (Chlorine dose) : وبديهي أن فاعلية الكلور فى القضاء على البكتريا تزيد بازدياد جرعة الكلور المضاف إلى الماء .

اختبارات جرعات الكلور :

لتنفيذ اختبارات جرعات الكلور يلزم أولاً معرفة قوة تركيز محلول الكلور (Estimation of strength of chlorine dosing solution).

١- الأجهزة :

سحاحة ٥٠ مللى لتر بالماسك – مخبار مدرج ١٠٠ مللى لتر – ماصة مدرجة سعة ١ مللى لتر – كأس أزلنمير سعة ٢٥ مللى لتر .

٢- المحاليل :

محلول النشا ١% – ماء مقطر – ثيوكبريتات الصوديم N/40 – حمض كبريتيك مركز – يوديد بوتاسيوم (بللورات أو مسحوق) .

الطريقة :

- تملأ السحاحة حتى العلامة بمحلول ثيوكبريتات الصوديوم N/40
- نضع فى الدورق ١ جم يوديد البوتاسيوم ويضاف إليها بواسطة المخبار المدرج ١٠-١١ مللى لتر من الماء المقطر ويقلب حتى الذوبان .
- ثم يضاف ٢ مللى لتر حمض الكبريتيك بحذر .
- يضاف ٢٥ مللى لتر من محلول الكلور المخفف المراد تعيين قوة تركيزه بعد رجه .

- يتكون اللون البني المحمر ويتم عمل معايرة باستخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم نقطة بنقطة مع التقليب المستمر حتى يظهر اللون الأصفر الباهت ، ثم يضاف ٢ مللى لتر من محلول النشا ككاشف ويعطى لوناً أزرق .
- تستمر المعايرة حتى اختفاء اللون وتسجل قراءة السحاحة .
- نسحب قوة المحلول (مجم/لتر) = القراءة الناتجة × ٠.٠٣٥٤٥ .

ملحوظة هامة :

لابد أن تكون قوة تركيز المحلول ما بين ٠.٩ – إلى ١.١ مللجم/ مللي لتر حتى تكون مقبولة ، أى لابد أن تعطى قراءة ســحاحة الثيوكبريتات ما بين (٢٥.٥ إلى ٣١ مللى لتر) .

قياس جرعة الكلور الواجب إضافتها إلى المياه

الأجهزة :

نفس الأجهزة فى التجربة السابقة مع زيادة الدوارق إلى ستة وبرطمان بغطاء مسنفر بني اللون .

المحاليل :

حمض خليك ثلجي ، محلول قياسي مع ثيوكبريتات الصوديوم ٠.١ ع ، بللورات يوديد البوتاسيوم ، محلول نشا ١% ، محلول قياسي من الكلور .

الغرض من الاختبار :

هو إضافة الكلور إلى مصدر المياه للتأكد من مطابقتها من الناحية البكتريولوجية أو لتحسين الخواص الطبيعية والكيميائية للمياه . تعتبر هذه الطريقة مناسبة لتعيين كمية الكلور المطلوبة لإنتاج كلور متبقي فى مصدر المياه للحصول على غير ملوثة إلى حد ما .

يمكن تحضير محلول الكلور من محلول الغسيل كلوراكس ٥% (٥٠.٠٠٠ مللجم/لتر) وذلك بإضافة ٢٠ مللى لتر من هذا المحلول ويكمل بالماء المقطر إلى ١٠٠ مللي لتر . وتحفظ فى زجاجة بنية بغطاء فى الثلاجة ويمكن استعمالها لمدة شهر . وتمثل كل نقطة من الماصة (٠.١ مللى لتر) حوالي ١ مللجم/لتر من الكلور عندما تضاف إلى ٥٠٠ مللي لتر من عينة المياه .

• باستخدام مخبار مدرج نضيف ٥٠٠ مللى لتر من العينة فى زجاجات أو دوارق يتراوح عددها من ٦ إلى ١٠ ونجعل درجة الحرارة مساوية لدرجة حرارة العينات وقت أخذها من مكانها الأصلي .
• نضيف الكميات الموضحة فى الجدول رقم (١٢) من محلول الكلور القياسي لكل دورق على حدة .

جدول رقم (١٢)
جرعات محلول الكلور القياس التى تضاف لكل دورق فى التجربة

الجرعة القياسية للكلور (عدد النقط) (Drops of dilute dosing solution)	٤	٨	١٦	٢٠	٢٤	٣٠	٣٤	٤٠
جرعة الكلور (ملليجم/لتر)	٠.٤	٠.٨	١.٦	٢	٢.٤	٣	٣.٤	٤

نقلب كل دورق على حدة ويترك عند نفس درجة الحرارة لمدة نصف ساعة أو ساعة أو ساعتين (وقت التلامس) فى الظلام .

• بعد انتهاء فترة التلامس التى يتم اختيارها نقلب كل دورق ونعين الكلور المتبقي الكلي المتاح (Total available residual chlorine) بإحدى الطريقتين الآتيتين :

أ- استخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم (N/4) :

• يضاف للدورق ١ جم من بللورات يوديد البوتاسيوم ويعاير اليود المنطلق باستخدام محلول ثيوكبريتات الصوديوم N/4 حتى ظهور اللون الأصفر الباهت ثم يضاف كاشف محلول النشا وتتم المعايرة حتى نقطة النهاية E.P. وهى أول نقطة تجعل المحلول عديم اللون (Colorless) .
• تتم هذه العملية لكل دورق على حدة وتسجل نتائج القراءات كما هو موضح فى الجدول رقم (١٣) .

قراءة السحاحة (مل)	كمية الكلور الفعلية (ملليجم/لتر)	عدد نقاط محلول الكلور القياسي	زمن التلامس

جدول رقم (١٣)
تسجيل نتائج القراءات

باستخدام المعادلة الآتية يتم حساب الكلور المتبقي :

$$\frac{\text{قراءة السحاحة (عدد ملليلترات من ثيوكبرتيات الصوديوم)} \times \text{تركيز قوة المحلول}}{\text{عدد ملليلترات من العينة}}$$

ثم ترسم علامة بين الجرعة المضافة والكلور المتبقي ومن خلالها يتم تحديد الجرعة المطلوبة .

مثال :

باستخدام محلول تركيزه (٠.٩ مللجم/مللي لتر) من الكلور القياسي أمكن الحصول على النتائج الموضحة فى الجدول رقم (١٤) ، والمطلوب حساب كمية الكلور الواجب إضافتها للمياه لتعطي نتائج بكتريولوجية مرضية .

جدول رقم (١٤)

النتائج التى تم الحصول عليها باستخدام محلول تركيزه ٠.٩ مللجم/مللي لتر

رقم الدورق	كمية محلول الكلور تركيز ٠.٩ مللجم/مللى لتر	جرعة الكلور المكافئة (مللجم)	زمن التلامس	قراءة الثيوكبريتات N/4	كمية العينة	الكلور المتبقي
١	١.١ مللى لتر	١ مللى لتر	٢٠ دقيقة	٠.١ مللى لتر	٢٥٠ مللى لتر	
٢	٢.٢ مللى لتر	٢ مللى لتر	٢٠ دقيقة	٠.٢ مللى لتر	٢٥٠ مللى لتر	
٣	٣.٣ مللى لتر	٣ مللى لتر	٢٠ دقيقة	٠.٤ مللى لتر	٢٥٠ مللى لتر	
٤	٤.٤ مللى لتر	٤ مللى لتر	٢٠ دقيقة	٠.٥ مللى لتر	٢٥٠ مللى لتر	
٥	٥ مللى لتر	٥ مللى لتر	٢٠ دقيقة	٠.٨ مللى لتر	٢٥٠ مللى لتر	
٦	٦ مللى لتر	٦ مللى لتر	٢٠ دقيقة	١.١ مللى لتر	٢٥٠ مللى لتر	

يتم حساب الكلور المتبقي لكل دورق كالآتي :

$$\frac{١٠٠٠ \times ٠.٩ \times ٠.١}{٢٥٠} \qquad \frac{١٠٠٠ \times ٠.٩ \times ٠.٢}{٢٥٠}$$

كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم ١ = ٠.٣٦ مللجم/لتر

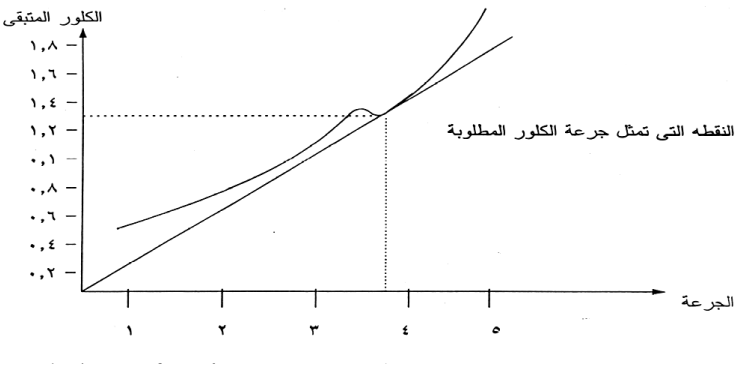
كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم ٢ = ٠.٧٢ مللجم/لتر

وبنفس الطريقة :

كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم ٣ = ١.٤٤ مللجم/لتر
كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم ٤ = ١.٨ مللجم/لتر
كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم ٥ = ٢.٨٨ مللجم/لتر
كمية الكلور المتبقي فى الدورق رقم ٦ = ٣.٩٦ مللجم/لتر

الجرعة	١.١	٢.٢	٣.٣	٤.٤	٥.٥	٦.٦
الكلور المتبقي	٠.٣٦	٠.٧٢	١.٤٤	١.٨	٢.٨٨	٣.٩٦

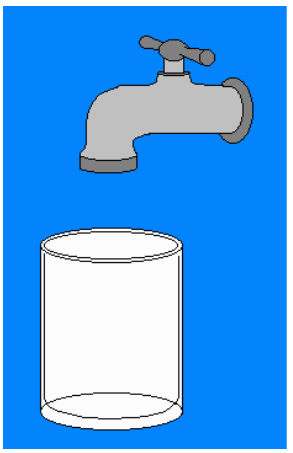
يوضح الشكل رقم (٨) العلاقة بين جرعة الكلور المضافة وكمية الكلور المتبقي:



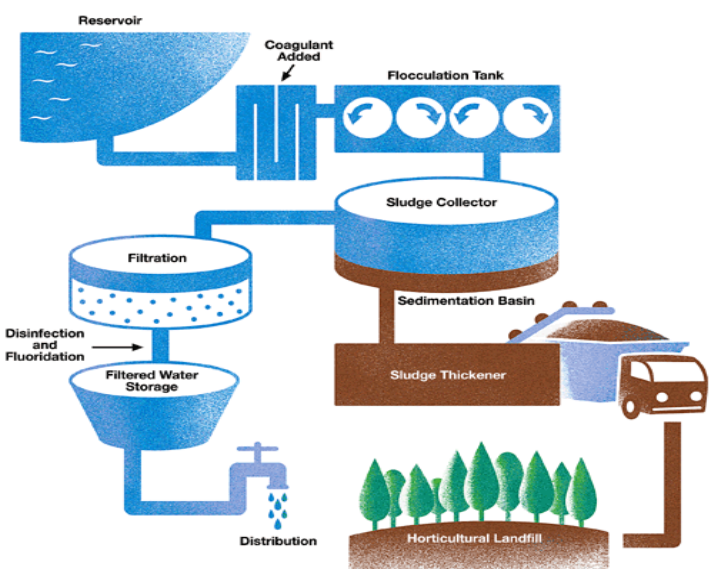
شكل رقم (٨)
العلاقة بين جرعة الكلور المضافة وكمية الكلور المتبقي

طرق معالجة مياه الشرب ومراقبة أداء محطات المعالجة

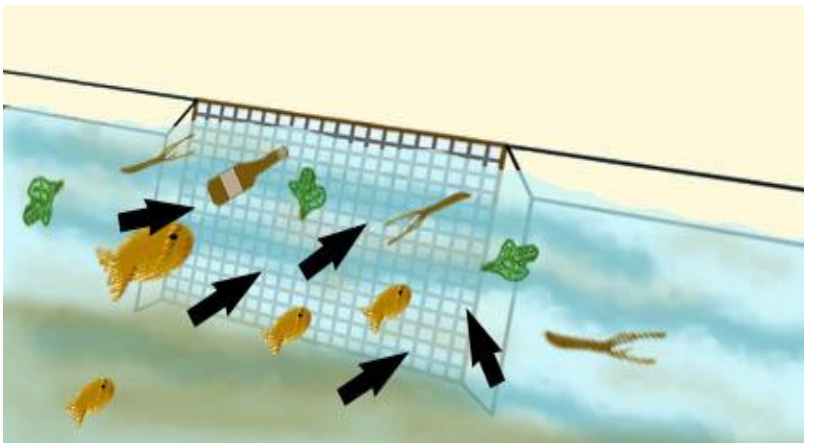
تنقية مياه الشرب



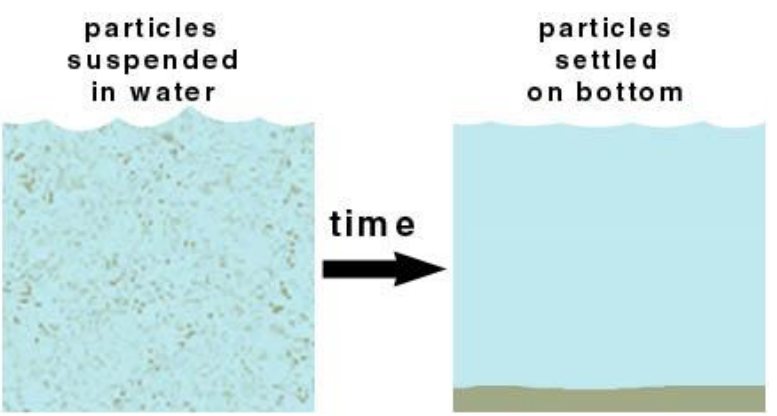
- ترويق المياه (المروقات)Clarifiers
- ترشيح المياه (المرشحات)Filters
- تعقيم المياه (استخدام الكلور)Disinfection



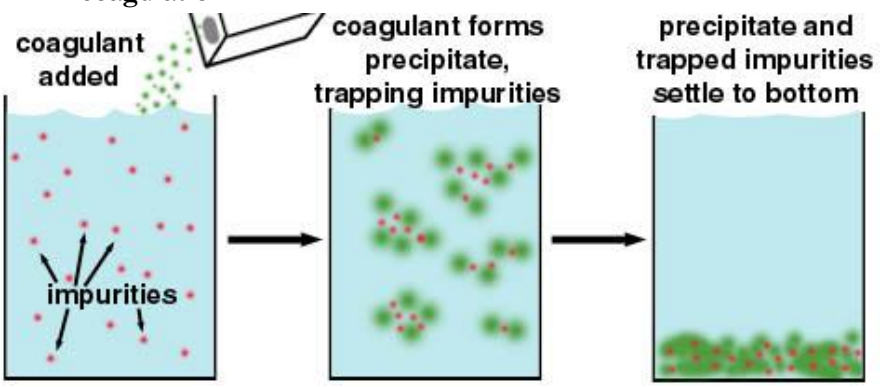
Screening



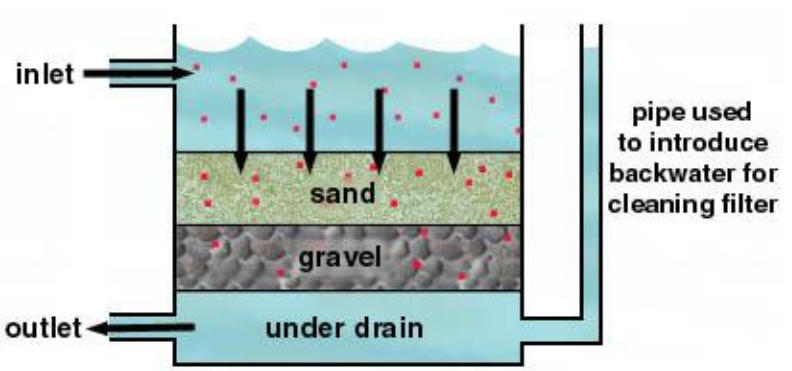
Sedimentation



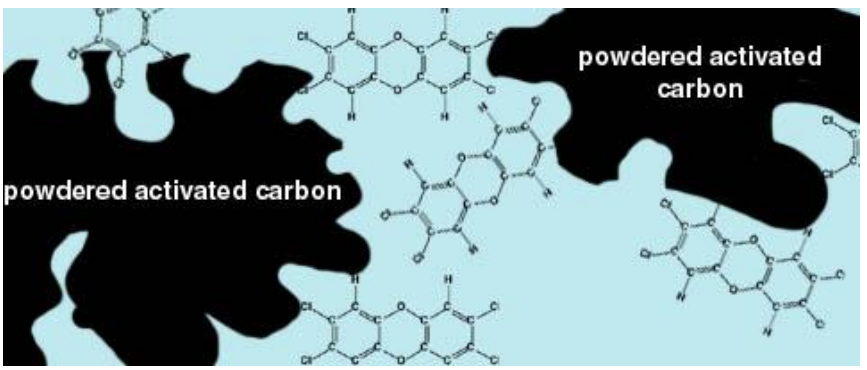
coagulation



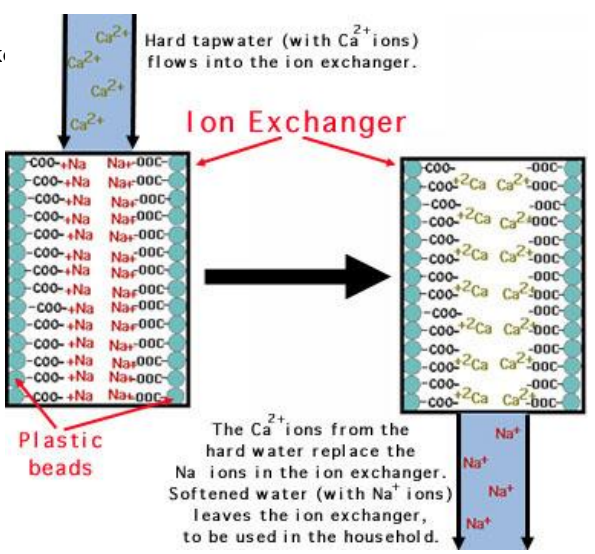
Filtration

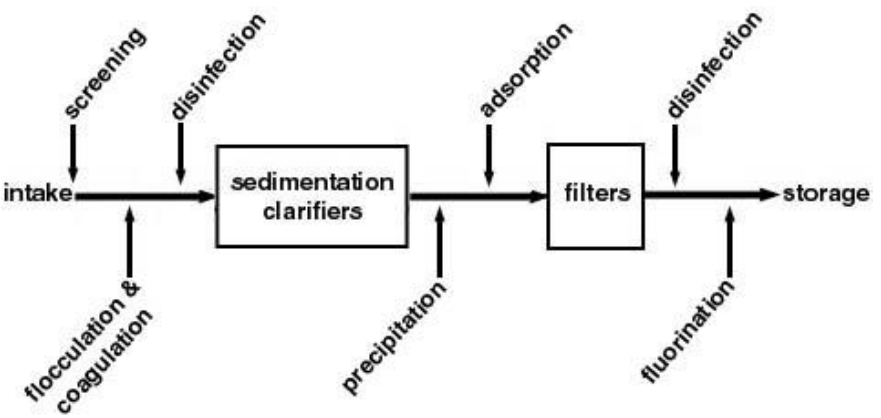


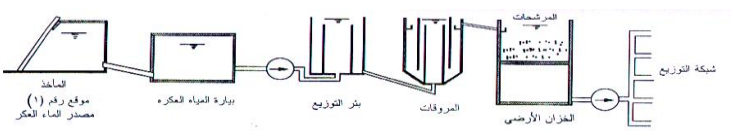
Adsorption

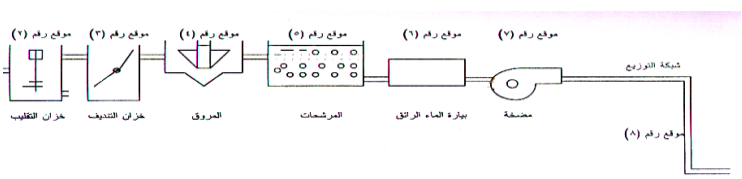


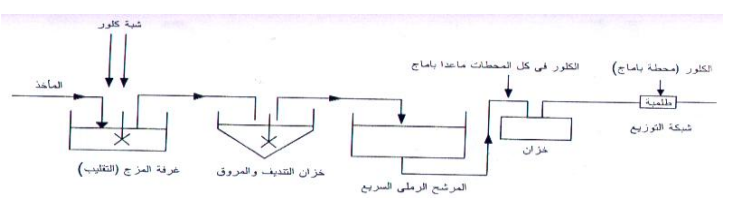
Ion ex




screening
disinfection
adsorption
disinfection
intake
sedimentation clarifiers
filters
storage
flocculation & coagulation
precipitation
fluorination


الماخذ
موقع رقم (١)
مصدر الماء المكرر
بيارة المياه المكررة
بئر التوزيع
المروقات
المرشحات
الخزان الأرضي
شبكة التوزيع


موقع رقم (٢)
موقع رقم (٣)
موقع رقم (٤)
موقع رقم (٥)
موقع رقم (٦)
موقع رقم (٧)
خزان التقليب
خزان التنديف
المروق
المرشحات
بيارة الماء الرائق
مضخة
شبكة التوزيع
موقع رقم (٨)


شبة كلور
الماخذ
الكلور في كل المحطات ماعدا باماج
الكلور (محطة باماج)
طلمبة
شبكة التوزيع
خزان
غرفة المزج (التقليب)
خزان التنديف والمروق
المرشح الرملي السريع

gtz Partner for the Future. Worldwide.

التقييم المبدئى لاداء محطات تنقية مياه الشرب

- **المأخذ :**

ملاحظة صلاحية ونظافة شبك الدخول

- **المروقات :**
  - مقارنة الشفافية والعكارة لمياه المأخذ ومياه الخروج .
  - ملاحظة وجود ندف كبيرة Flocks لتدل على كفاءة عالية للمحطة
  - ملاحظة دفع الطلمبة وتركيز الشبة ١٠% وحقن الشبة (جرعة الشبة المضاف (٢٥ – ٣٠ جرام/م^{٣})
  - ملاحظة جرعة الكلور المبدئية (٣-٥ كيلو/١٠٠٠م^{٣}) صيفا و (٢-٣ كيلو/١٠٠٠م^{٣}) شتاءا

gtz Partner for the Future. Worldwide.

- **المرشحات :**

- رؤية رمل الترشيح بوضوح (شفافية المياه)
- ملاحظة الطفو الزائد over flow
- ملاحظة نظافة الحوض
- ملاحظة ندرة كور الطمى mud ball
- ملاحظة عدم ارتفاع الضغط بمراقبة عوامة المرشح (لا يزيد الضغط عن ٢)
- ملاحظة قلة الندف حيث ان ٩٠% منها يجب أن يكون بالمروقات .
- انتظام الغسيل العكسى للمرشح

■مياه الخروج

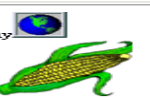
- ■ملاحظة عدم زيادة جرعة الكلور عن ٠.٥-١.٥ جرام / لتر فى النهائى.
- ■ملاحظة الفرق أن يكون الكلور المتبقى فى أول الشبكة وأبعد نقطة فى الشبكة فى حدود ٠.٥ ملليجرام / لتر.

المعمل :

الاطلاع على نتائج العد البكتيرى والفحص البيولوجى والكيميائى للمياه الخارجة.

الاطلاع على التقارير اليومية – الشهرية – السنوية .

الاطلاع على نتائج اختبار الكأس Jar test ومقارنة النتائج بالجرعات المستخدمة فى المحطة .

Algae	Name	Type	Odor
	Anabaena laxa	Blue-green	earthy grassy
	Astericnella	Diatoms	fishy
	Chlamydomonas peterfii	Blue-green	fruity floral
	Oscillatoria tenuis	Blue-green	earthy  corn
	Synura Petersenii	Golden or yellow-brown	cucumber

Types of Samples

Grab Sample. This represents the quality of the sampled effluent at the moment of sampling. This type of sampling should be collected to test the compliance with the of treated industrial, domestic, or any generated liquid waste to the executive regulations at any time.

Composite Samples

Samples will be composited directly into the sample bottles and collected sequentially. Between composite aliquots, bottles will be kept in a cooler with ice, to reach and maintain a sample temperature of 4 °C ±2 °C.

The time of the initial portion of the composite, composite intervals, and the final compositing time will be noted in the field logbook or data sheets. The sample time listed on the Chain-of- Custody or Transmission Form and the sample bottle will be the time of the final sample composite portion. Four types of composite samples are listed below:

1. **Time Composite (TC)** - a sample comprised of a varying number of discrete samples (aliquots) collected at equal time intervals during the compositing period. The TC sample is typically used to sample wastewater or streams.

2. Flow Proportioned Composite (FPC) - a sample collected proportional to the flow during the compositing period by either a time-varying/constant volume (TVCV) or time constant/varying volume (TCVV) method. The TVCV method is typically used with automatic samplers that are paced by a flow meter. The TCVV method is a manual method that individually proportions a series of discretely collected aliquots. The FPC is typically used when sampling wastewater.

3. Areal Composite - sample composited from individual, equal aliquots collected on an areal or horizontal cross-sectional basis. Each aliquot is collected in an identical manner. An example is a sediment sample composited from quarter-points of a stream.

gtz Partner for the Future. Worldwide.

4. Vertical Composite - a sample composited from individual, equal aliquots collected from a vertical cross section. Each aliquot is collected in an identical manner. Examples include vertical profiles in lakes and estuaries.

Methods of Sampling

Sampling regardless of its type can be conducted by either one of the following ways :

Manual Sampling. Which evolves minimal cost and equipment. But it should be carried with extra care in order not to contaminate one sample by another specially if the first sample is contaminated with excessive amounts of oil as it could linger in the sampling container and contaminate the following samples. The same rule applies for samples collected for bacterial analysis where it is not possible to collect the wastewater sample from a sterilized faucet.

Automatic Sampling. Automatic samplers can be useful in case they are available and sources of energy to operate them are accessible at the site of sampling they are more superior than manual sampling, yet they need extra care in operating them, they are liable to plugging, specially in case of waste water effluent with high content of suspended solids. They also may need continuous supervision.

Sampling Containers :

These are either glass or plastic. But different grades of each type are preferred in special sample's determinants. Glass is recommended for samples collected for trace organic determinations, as plastics can leach out their additives which can interfere with the results in this case. While glass is not recommended at all for water samples collected for heavy metals determinations as they tend to replace the sodium in the glass matrices.

A variety of factors affect the choice of containers and cap material. These include resistance to breakage, size, weight, interference with constituents, cost and availability. There are also various procedures for cleaning and preparing bottles depending upon the analyses to be performed on the sample.

Container Material.

Two major types of container materials are commonly used, plastic and glass

Glass	Plastic
Kimax or Pyrex brand-borosilicate	Conventional polyethylene
Vycor- generally	Linear polyethylene
Ray-Sorbor law-Actinic- Generally lab ware	Polypropylene
Corex-generally lab. Ware	Polycarbonate
	Rigid polyvinyl chloride
	Teflon

All these materials have various advantages and disadvantages. Kimax or Pyrex brand borosilicate glass is inert to most materials and is recommended where glass containers are used. Conventional polyethylene is to be used when plastic is acceptable because of reasonable cost and less absorption of metal ions. The specific situation will determine the use of glass or plastic. However, use glass containers for pesticides, oil and grease, and other organics.

Comparison of advantages and disadvantages of glass and plastic containers

	Borosilicate glass	Conventional polyethylene
Interference with sample	Inert to all constituents except strong alkali	Good for most constituents except organic, oil and grease
Weight	Heavy	Light
Resistance to breakage	Very fragile	Durable
Cleaning	Easy to clean	Some difficulty in removing absorbed components
Sterilizable	Yes	In some instances
Space	Takes up considerable space	Cubitainers- substantial space savings during extended field studies

Container Caps. There are two major types of plastic used in container caps: polyethylene and backlite with liners. Polyethylene caps are recommended for ease of cleaning unless oil and grease analyses are to be performed. Caps with Teflon liners should be used for pesticides and oil and grease samples. Silicon rubber material should be avoided for trace metals because of zinc contaminations.

Liner type	Advantages	Disadvantages
Wax coated paper	Generally applicable to most samples, inexpensive	Must be inspected prior to each because of deterioration. Cannot be used with organics.
Neoprene	Same as wax coated paper	Same as wax coated paper
Teflon	Applicable for all analyses. Minimizes containers/sample interaction	High cost

Container Structure

Use a wide mouth container in most instances. This structure will permit easy filling and sample removal. It is also easily cleaned, quickly dried, and can be stored inverted. Use a narrow neck bottle when interaction with the cap liner or outside environment is to be minimized. Use a solvent cleaned glass container for pesticides sample collection

Disposable Containers

Use disposable containers when the cost of cleaning is high. These containers should be precleaned and sterile. The most commonly used disposable container of this type is the molded polyethylene cubitainer shipped nested and sterile to the buyer. However since their cubic shape and flexible sides make them almost impossible to clean thoroughly, use these containers only once.

Container Washing

Containers and caps for inorganic and general parameters :

- Wash containers and caps with a non-phosphate detergent and scrub strongly with a brush (if possible wash liners and caps separately).
- Rinse with tap water, then distilled water.

- Invert to drain and dry.
- Visually inspect for any contamination prior to storage.
- If the container requires additional cleaning, rinse with a chromic acid solution (35 ml saturated sodium dichromate solution in 1 liter of sulfuric acid - this solution can be reused. Then rinse with tab water an distilled water and dry as indicated above.

Container Preparation:

For certain parameters, a special cleaning procedure is needed to avoid adsorption or contamination due to interaction with container walls.

These procedures are outlined below :

- **Metals.** If metals are to be analyzed, rinse the container with a solution of one part nitric acid to four part water, then with distilled water. If phosphorus is to be analyzed, rinse the container with a solution of one part hydrochloric acid to one part water, followed by distilled water. Treat the caps similarly.

Organics. If oil and grease or pesticides are to be analyzed, rinse the sample container with methylene chloride followed by acetone. The container should have been previously cleaned with chromic acid solution. Treat the container caps similarly.

Sterilization.

For microbiological analysis, sterilize the container and its stopper/cap by autoclaving at 121°C for 15 minutes or by dry heat at 180°C for two hours. Heat-sensitive plastic bottles may be sterilized with ethylene oxide at low temperature. Wrap bottles in Kraft paper or cover with aluminum foil before sterilization to protect against contamination.

An acceptable for emergency or field use is sterilization of containers by boiling in water for 15 minutes.

Sample Holding Time

Holding time is the time interval between collection and analysis, in general, the shorter the time that elapses between collection of a sample and its analysis, the more reliable will be the analytical results. It is impossible to state exactly how mush time may be allowed to elapse between collection of the sample, particular analysis to be made, and the conditions of the storage.

Sample Volume

The volume of sample collected should be sufficient to perform all the required analyses plus an additional amount to provide for any quality control needs, split samples or repeat examination. Although the volume of sample required depends on the analyses to be performed,

The amount required for a fairly complete analyses is normally about 8 liters, (about 2 gallons.) The laboratory receiving the sample should be consulted for any specific volume requirements. Individual portions of a composite sample should be at least 100 milliliters in order to minimize sampler solids bias.

Sample Preservation :

Immediate analysis for the collected samples is the best way to keep the integrity and qualitative presentation of the sample constituents. In case the time lapsing between the sample collection and analysis is not less than 2-6 hours, preservation may be recommended.

Complete preservation of samples, either domestic sewage, industrial wastes, or natural water, is practical impossibility.

Regardless of the nature of the sample, complete stability for every constituent can never be achieved. At best, preservation techniques can only retard the chemical and biological changes which can take place in a sample after its collection from the parent source. To maintain the integrity of the sample, appropriate selection of containers, pre treatment of containers if necessary and the holding times, form the integral part of the sample preservation program.

Methods of preservation are relatively limited and are intended generally to:

- Retard biological activity.
- Retard hydrolysis of chemical compounds and complexes.
- Reduce volatility of constituents.

Preservation methods are generally limited to:

- chemical addition,
- pH control,
- refrigeration, and
- freezing.

Combinations of these methods are often used for sample preservation.

Chemical Addition.

The most convenient preservative is a chemical which can be added to a sample bottle prior to sampling. When the sample is added, the preservative disperses immediately, stabilizing the parameter (s) of concern for long periods of time.

When the preservative added interferes with other parameters being measured, additional samples for those parameters must be collected. For example, concentrated nitric acid added for the preservation of some of the metals would interfere with BOD, so an additional sample must be collected for BOD.

pH Control. pH control to preserve the sample is dependent upon chemical addition. As an example, to keep metal ions in a dissolved state, concentrated nitric acid is added to lower the pH to less than 2.

Freezing. Freezing has been the subject of many preservation studies. It is felt by some that freezing would be a method for increasing the holding time and allowing collection of a single sample for all analysis. However, the residue solids components (filterable and non filterable) of the sample change with freezing.

Therefore, Return to equilibrium and then high speed homogenization is necessary before any analysis can be run. This method may be acceptable for certain analysis but not as a general preservation method.

Refrigeration. Refrigeration or icing has also been studied with various results. This is a common method used in field work and has no detrimental effect on sample composition. Although it does not maintain integrity for all parameters, it does not interfere with any analytical methods.

Alternative Preservation Methods

Alternative preservation methods with different preservatives or storage conditions can be used if its effectiveness can be demonstrated by supporting data through preservation studies. Such preservation studies must specify :

•Type of water/waste water used as a sample in the experiment.
•Type of containers used.
•Pre treatment of the container and the glassware used.
•Preservation methods used.

•Specific temperatures or temperature range used.
•Duration of storage.
•Stored in light or darkness.
•Quality control samples-spikes, duplicates.
•Blanks-controls.
•Number of samples analyzed, and results.
•Statistical analysis, precision and accuracy.

Chain of Custody Procedures :

It is very important to insure the sample quality from the time of sampling through transportation, analysis and data reporting. For legal purposes the collected sample integrity should not be changed or tampered with during any of the above mentioned steps.

All collected samples must be sealed in a manner to secure its safe arrival without any interference to devalidate the results on grounds of sample unrepresentativness due to intended changes, or interference by other parties. The chain of custody should be clearly stated in a form attached to each sample.

Sample Labels.

Gummed paper or self adhesive tapes can be used to identify the following items:

- Sample number.
- Date of sampling, and time of collection.
- Name of collector.
- Site of sampling.
- Sample preservative, if used.

Sample Seal. Use self adhesive tape to secure the cover closure against any unauthorized tampering. The tape can be signed by the collector to insure the sample security. The seal must be attached in a way to reveal any opening or the cover.

Log Book. Prepare a bound log book to report all descriptive information about the site of the sample collection, purpose of sampling, nature of the source sampled (variable by time as in case of industrial effluent), and if the sample is grab or composite. Field contact person should be mentioned. In case of industrial and the point source waste water effluent, it will be highly valuable to indicate suspected non complying ingredients. It is important to secure the safety of log book.

Record.

Fill out a chain of custody record for each different sample or for a group of samples collected from the same source. The record should cover the following items :

- Sample number.
- Signature of the collector.
- Date : Time : Site :
- Type of sampling.
- Signature of person (s) involved .

Sample Analysis Request Sheet. Prepare a sheet comprising the field parameters as pH, temp., turbidity, as well as the lab analysis needed to be conducted on the sample.

Sample Delivery. Samples must be delivered to the analytical laboratory within hours of its collection. The maximum allowed lapse time is two (2) days under refrigeration and preserved for the different needed analytical parameters.

Sample Receiving. The receiving custodian of the sample in the assigned analytical laboratory, should record the state of the sample as received in the lab with respect to the integrity of the sealing and should keep it in a refrigerator until analyzed by an assigned analyst. As a quality control procedure for chemical analysis, part of the sample should be kept in a deep freezer in case it is felt there is a need to store it and conduct a new set of analysis as indicated in the analysis request sheet.

Sample Assignment. The samples should be assigned to an analyst for analysis and recording of the results. The analyst should record all pertinent data, instrument readings for samples and standards as well as basic calculations leading to a final result in a log data book, which should be under his personal control

Quality Control Requirements

Quality Control measures in the field include but are not limited to:

- Proper cleaning of sample containers and sampling equipment,
- Maintenance, cleaning and calibration of field equipment/ kits per the manufacturer's and/or laboratory's specifications,
- Use of chemical reagents and standard reference materials prior to expiration dates,

- Proper field sample collection and analysis techniques,
- Correct sample labeling and data entry,
- Proper sample handling and shipping or transport techniques,
- One field duplicate per set of 10 samples (minimum of 1).

Quality Control in laboratories includes the following:

- Laboratory instrumentation calibrated with the analytical procedure,
- Laboratory instrumentation maintained in accordance with the instrument manufacturer's specifications.
- Method Blanks, Matrix spike/matrix spike duplicates, sample duplicates, etc.
- Laboratory data verification and validation prior to sending data results.

A Water staff member shall perform the field data verification and validation, and reviews the laboratory reports. The Water staff reviews these data to ensure that the required QA/QC measurement criteria have been met. If a QA or QC concern is identified in the review process.

Instrument/Equipment Testing, Inspection and Maintenance Requirements

- Water staff in each lab will ensure that instruments and kits are in good working order.
- Prior to a sampling event, all sampling instruments and equipment will be tested and inspected in accordance with manufacturers' specifications.

- All standard reference materials and kit chemicals will be inspected to ensure that expiration dates have not been exceeded.

- For each sampling event, the water staff member will document on the Checklist that required testing, inspection and maintenance have been performed.

Instrument Calibration and Frequency

- Field instruments will be calibrated according to the manufacturer's instructions prior to using the instruments. For example, pH meters will be calibrated according to themanufacturer's specifications using pH buffers at 4.0, 10.0 and mid-range.
- If equipment and/or kits require calibration immediately prior to the sampling event, the calibration dates will be noted on the Checklist.

- When field instruments require only periodic calibration, the record of this calibration will be kept with the specific instrument. Water Program staff in each office will ensure that instruments are calibrated correctly.
- The laboratory will follow the calibration procedures found in the laboratory's Standard Operating Procedures (SOPs).

Quality control samples

Are collected during field studies for various purposes which includethe isolation of site effects (control samples), define background conditions (background sample), or evaluate field/laboratory variability (spikes and blanks, trip blanks, duplicate, split samples).

Control Sample:

a discrete grab sample collected to isolate a source of contamination. Isolation of a source may require the collection of both an upstream sample at a location where the medium being studied is unaffected by the site being studied, and a downstream control which could be affected by contaminants contributed from the site under study.

Background Sample:

A sample (usually a grab sample) collected from an area, water body, or site similar to the one being studied, but located in an area known or thought to be free from pollutants of concern.

Type	Description
Replicate samples	**Multiple samples are collected from the environment at the same time and place, using the same method.**
Split samples	**One sample collected from the environment is divided into two or more equivalent parts. May be done in field or at lab.**
Spiked samples	**Measured amounts of analytes are added to known volumes of sample. Analyses are compared to those of unspiked sample, identically treated.**

Type	Description
Surrogate-spiked samples	Measured amounts of surrogate compounds are added to known volume of sample.
Synthetic samples	A known concentration of analyte(s) is added to a matrix (commonly source water; occasionally a synthetic matrix such as seawater).
Reference samples	An actual environmental sample in which the "true" concentration of analytes is known, through multiple analyses by multiple laboratories, using multiple methods.

Type	Description
Source water blank	A portion of the water that is used as the source of all blanks, and as the matrix for all QC samples, is analyzed.
Field blank	Source water in taken to the sampling site and, as nearly as possible sampled, preserved, and bottled in the same way as the environmental samples.

Type	Description
Ambient atmosphere blank	A sample container of source water is exposed to the atmosphere at the sampling site for the same amount of time required to handle a sample.
Equipment blank	A source water sample is passed through the sampling, splitting, or filtration equipment, then bottled and preserved like a sample and sent to the lab.
Preservation blank	A source water sample that has been preserved exactly as the environmental samples, is analyzed.

Type	Description
Trip blank	A sample of source water, preserved and contained identically to the samples, is shipped with environmental samples.
Laboratory blank	A source of water sample is prepared at the laboratory, and analyzed along with the environmental samples.

Parameter	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Bacteria, (total fecal coliform)	1 FC/100 ml	1 FC/100 ml	NA	$Na_2S_2O_3$[a]	100 ml	Sterile plastic	6 Hours
Biological Oxygen Demand (BOD_5)	2 mg/L	2 mg/L	80-120	4°C	1L	Plastic	48 Hours
Chemical Oxygen Demand (COD)	Lab Control Chart	5 mg/L	85-115	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH < 2	125 ml	Plastic	28 days

Parameter	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Chlorine, Total residual	0.1 mg/L	0.1 mg/L	NA	N/A	NA	NA	Do in the field
Dissolved Oxygen	0.05 mg/L	0.05 mg/L	85-115	N/A	300 ml	Plastic	Do in the field
Total Nitrogen (ammonia, nitrate, nitrite, TKN)	0.06 mg/L	0.06 mg/L	70-130	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4°C	500 ml	Plastic or Glass	28 days

pH	0.1 standard units	0.1 standard units	0.1 pH units	N/A	NA	NA	Do in the field
Total Phosphate or o-Phosphate	0.01 mg/L	0.01 mg/L	70-130%	Analyze immediately or add H_2SO_4 to pH <2 Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 hours
Specific Conductance	0.07 uS/cm	0.07 uS/cm	85-115%	NA	N/A	Plastic, glass	Do in the field
Total Organic Carbon	1 mg/L	1 mg/L	85-115%	Cool to 4ºC, add HCl, H_2SO_4 or H_3PO_4 to <pH2	125 ml	Amber Glass	28 days
Turbidity	01. NTUs	01. NTUs	85-115%	Cool to 4ºC	100 ml	Plastic or Glass	48 h. or do in the field
Temperature ºC	0.1 ºC	0.1 ºC	90-110%	N/A	N/A	N/A	Analyze in field

pH	0.1 standard units	0.1 standard units	0.1 pH units	N/A	NA	NA	Do in the field

Total Suspended Solids	0.2 mg/L	4 mg/L	85-115%	Cool 4ºC	1 L	Plastic or glass	7 days
Total Settleable Solids	0.2 ml/L/hr	0.2 ml/L/hr	85-115%	Cool 4ºC	1 L	Imhoff cone	Analyze as soon as possible
Total Recoverable Metals	See specific metal	See specific metal	See specific metal	Add HNO_3 to < pH 2 except for Hg and Cr VI	100 ml	Plastic	28 days
Volatile Organic Compounds (VOCs)	See specific VOC	See specific VOC	See specific VOC	$Na_2S_2O_3$ to pH<2	40 ml	Special 40 ml glass vial	14 days

Deutsche Gesellschaft fur Technische Zusammenarbeit (GTZ) GmbH
Water & Wastewater Management Program
Holding Company for Water and Wastewater (HCWW),
Corniche El Nil, Water Treatment Plant-Road El Farag
Tel.: +2 02 245 98 405/411
Fax: +2 02 245 98 405/411
Website: www.gtz.de

الوكالة الألمانية للتعاون الفني
برنامج إدارة مياه الشرب و الصرف الصحي
الشركة القابضة لمياه الشرب و الصرف الصحي
كورنيش النيل محطة مياه روض الفرج
تليفون : ٤١١/٥٠٤ ٩٨ ٢٤٥ ٠٢ ٠٠
فاكس: ٤١١/٥٠٤ ٩٨ ٢٤٥ ٠٢ ٠٠
موقع إلكتروني: www.gtz.de