



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 الصرف الصحي

العينات والمعايير القياسية

**Sampling and Standard on
Wastewater**

July 2008

مياه الصرف الصحي العينات والمعايير القياسية Sampling and Standard on Wastewater

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعي - 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 الصرف الصحي العينات والمعايير القياسية

Sampling and Standard on Wastewater

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعي - 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

1	الباب الأول	نوعية ومواصفات مياه الصرف الصحي والتشريعات المصرية
7	الباب الثانى	طرق سحب وتجميع عينات المياه وحفظها
23	الباب الثالث	متطلبات الجودة فى معامل تحاليل مياه الصرف الصحي
29	الباب الرابع	السجلات والتقارير وتسجيل النتائج
39	الباب الخامس	نظام ضبط الجودة الداخلى
47	الباب السادس	ضبط ومراقبة جودة التحاليل الكيميائية
51	الباب السابع	نظام تقييم الجودة
69	الباب الثامن	أنواع ومصادر الاخطاء فى التحاليل الكيميائية
85	الباب التاسع	الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الصرف الصحي والاحتياطات الواجب إتباعها

الفصل الأول

نوعية ومواصفات مياه الصرف الصحي
والتشريعات المصرية

الباب الأول

نوعية ومواصفات مياه الصرف الصحي والتشريعات المصرية

• الخصائص العامة لمياه الصرف الصحي

يعرض الجدول رقم (1) أهم الملوثات المحتمل تواجدها في شبكات المجاري . والمعروف أن المخلفات العضوية التي تنتج عن فرد واحد في اليوم تكافئ ما مقداره 54 جم من الأكسجين الحيوي الممتص ويعرف بمكافئ التعداد (Population equivalent) .

وتحتوى مياه الصرف الصحي علي مركبات نتروجينية وفسفورية وبعض المعادن الثقيلة والعناصر غير العضوية وبقايا الكربوهيدرات والبروتينات والدهون . ويبين الجدول رقم (2) نتائج تحليل عينات من مياه الصرف الصحي .

جدول رقم (1)

أهم الملوثات المحتمل تواجدها بشبكات المجارى

الملوثات	سبب أهميتها
المواد الصلبة العالقة	تؤدي المواد الصلبة العالقة إلى تكون رواسب الحمأة وحالات انعدام الهواء عند تصريف مياه الصرف الصحي في المسطحات المائية المحيطة .
المواد العضوية الحيوية القابلة للتحلل	تتكون أساساً من البروتينات والكربوهيدرات والدهون . وتقاس المواد العضوية الحيوية القابلة للتحلل عادة بوحدة BOD (الأكسجين الكيميائي الممتص) . إذا تم تصريف مياه الصرف الصحي الغير معالجة في البيئة المحيطة فإن الاتزان الحيوي قد يؤدي إلى نضوب موارد الأكسجين الطبيعي وزيادة حالات التعفن .
الكائنات المسببة للأمراض	الأمراض المعدية يمكن أن تنتقل بواسطة الكائنات العضوية الناقلة للأمراض الموجودة في مياه الصرف الصحي .
المواد المغذية	إن اتحاد النيتروجين والفوسفور مع الكربون يكون موارد مغذية رئيسية لازمة للنمو . وعند تصريفها إلى المسطحات المائية المحيطة فإن هذه المواد المغذية تؤدي إلى نمو الكائنات المائية الغير مرغوب فيها . وعند تصريف كميات زائدة على الأرض فإنها أيضاً تؤدي إلى تلوث المياه الجوفية .
الملوثات الخطرة (ذات الأولوية)	المركبات العضوية والغير عضوية المختارة على أساس معرفة أو توقع مدى تسببها في الإصابة بالسرطان أو التشوهات أو الأورام أو درجة سُميتها الحادة العالية . والكثير من هذه المركبات موجود في مياه الصرف الصحي .
المواد العضوية المقاومة للتحلل	هذه المواد العضوية تعمل على مقاومة الطرق التقليدية لمعالجة مياه الصرف الصحي . والأمثلة النموذجية تشمل المواد الحافظة للتوتر السطحي والفينول والمبيدات الزراعية
المعادن الثقيلة	تضاف المعادن الثقيلة عادة لمياه الصرف الصحي عن طريق الأنشطة الصناعية والتجارية ، وقد يتطلب الأمر إزالتها إذا كانت مياه الصرف الصحي سيعاد استخدامها .
المواد غير العضوية المذابة	ترد المواد غير العضوية الأساسية مثل الكالسيوم والصوديوم والكبريتات إلى شبكة الصرف المنزلية كنتيجة لاستخدام المياه وقد يستلزم الأمر إزالتها إذا كانت مياه الصرف الصحي سيعاد استخدامها .

جدول رقم (2)

التحليل الكيميائي لعينات من مياه الصرف الصحي

التركيز (مجم/لتر)			الاختبار
ضعيف	متوسط	قوى	
350	700	1200	المواد الصلبة الكلية
250	500	850	المواد الصلبة الذائبة الكلية
145	300	525	المواد الصلبة الذائبة الثابتة
105	200	325	المواد الصلبة الذائبة المتطايرة
100	200	350	المواد العالقة الكلية
30	50	75	المواد العالقة الثابتة
70	150	275	المواد العالقة المتطايرة
5	10	20	المواد المترسبة (ملليمتر/لتر)
100	200	300	الأكسجين الحيوي الممتص
100	200	300	الكربون العضوي الكلي
250	500	1000	الأكسجين الكيميائي المستهلك
20	40	85	النيتروجين الكلي
8	15	35	النيتروجين العضوي
12	25	50	الأمونيا الحرة
صفر	صفر	صفر	النيتريت
صفر	صفر	صفر	النترات
6	10	20	الفوسفور الكلي
2	3	5	الفوسفور العضوي
4	7	15	الفوسفور غير العضوي
30	50	100	الكلوريد
50	100	200	القلوية (كربونات كالسيوم)
50	100	150	الشحوم

• المياه التي تصرف على شبكة الصرف الصحي :

صدر القانون 93 في عام 1962 ليوجب ضرورة معالجة المخلفات السائلة التي يتم صرفها من مختلف المنشآت الصناعية على شبكة الصرف الصحي بالمدن ثم صدر القرار الوزاري رقم 9 لعام 1989 بتعديل القرار رقم 649 لسنة 1962 ثم صدر قرار وزير الإسكان والمجتمعات العمرانية الجديدة رقم 44 لسنة 2000 بالمعايير والمواصفات الواجب توافرها في المخلفات الصناعية التي يسمح بصرفها على شبكة الصرف الصحي كما هو مبين في الجدول رقم (3) .

جدول رقم (3)

الموصفات والمعايير الواجب توافرها في المخلفات السائلة قبل صرفها على شبكة الصرف الصحي

(قرار وزير الإسكان والمجتمعات العمرانية رقم 44 لسنة 2000)

الاختيار	الحدود القصوى (ملليجرام/ لتر ما لم يذكر غير ذلك)
درجة الحرارة	43°م
الأس الأيدروجيني	6 - 9.5
المواد العالقة	800
الأكسجين الحيوي الممتص	600
الأكسجين الكيميائي المستهلك (دايكرومات)	1100
الكبريتيدات (كب)	10
السيانيد	0.2
فوسفور كلي	25
نيتروجين كلي	100
فينول	0.05
المواد القابلة للترسيب 10 دقيقة	8 سم ³
المواد القابلة للترسيب 30 دقيقة	15 سم ³
كروم سداسي	0.5
كادميوم	0.2
رصاص	1
زئبق	0.2
فضة	0.5
نحاس	1.5
نيكل	1.0
قصدير	2.0
زرنخ	2.0
بورون	1.0
زيوت وشحوم	100

- لا يتعدى مجموع العناصر الفلزية عن 5 ملليجرام/لتر .
- يجب خلو مياه الصرف من البقايا البترولية ، وكربيد الكالسيوم ، والمذيبات العضوية، والمواد السامة ، والمواد المشعة .

الفصل الثانى

طرق سحب وتجميع عينات المياه
وحفظها

الباب الثانى

طرق سحب وتجميع عينات المياه وحفظها

• العينات الممثلة واختيار موقع أخذ العينات

عند اجراء الفحص المعملى لمياه الصرف لا بد من الحصول على عينات صحيحة تمثل الوضع الحقيقى للمياه حيث أن طريقة جمع العينات ونوعها يؤثر تأثيرا بالغاً على نتائج التحاليل.

ويعتمد برنامج جمع العينات واختبارها فى محطات المعالجة على الغرض من التحاليل المطلوبة بهدف تتبع أنظمة التشغيل بالمحطة ومراقبة عمليات المعالجة و اتخاذ احتياطات وقائية بالمحطة ويبين جدول (4) تكرارية ونوعية الاختبارات التى تجرى على الصرف فى محطات المعالجة

جدول (4)

انواع ومعدل الاختبارات لمياه الصرف فى محطات المعالجة

الاختبارات	المعدل	المكان
الاكسجين المذاب (DO)	يومية	الداخل للمحطة – الخارج من المروق الابتدائى – الخارج من المرشح – الخارج من المحطة
المواد الصلبة القابلة للترسيب	يومية	الداخل – بعد فاصل الرمل – الخارج من المروق الابتدائى – الخارج من المحطة
الرقم الايدروجينى pH	يومية	الداخل – الخارج من المروق الابتدائى – الخارج من المحطة
درجة الحرارة	يومية	الداخل – الخارج من المروق الابتدائى
الاكسجين الحيوى المستهلك BOD	مره أسبوعيا	الداخل – بعد المروق الابتدائى – الخارج من المحطة
الاكسجين الكيمايى المستهلك COD	مرتين أسبوعيا	الداخل – بعد المروق الابتدائى – الخارج من المحطة
المواد الصلبة العالقة	ثلاث مرات أسبوعيا	الداخل – بعد المروق الابتدائى – الخارج من المحطة
الكلور المتبقى	يومية	الخارج من المحطة
بكتريا المجموعة القولونية	مرة أسبوعيا	خارج من المحطة

يعتبر 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- عند أخذ عينات صرف من مواقع غير متجانسة فإن مستويات الملوثات تتفاوت ولا تمثل الحقيقة فنفاوت الكثافات للمكونات يؤدي إلي طفو بعض المكونات (زيوت مثلا) ، وإلي ترسب المواد العالقة . كما أن التفاعلات الكيميائية والبيولوجية الناشئة عن وجود الطحالب علي سطح المياه تسبب تغيرا ملحوظا في مستوى الأس الايدروجيني في هذه العينة .

3- 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 :

أ - معايير عامة لضمان الجودة .

ب- منع تلوث العينات .

ج- إجراءات حقلية لضبط الجودة .

د- 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 .
5. استخدام الطرق السليمة لجمع العينات واستخدام أدوات نظيفة
6. التأكد من ان العينات قد أخذت من اماكن مختلفة وفي أوقات مناسبة
7. استخدام العبوات النظيفة والسدادات المناسبة للعنصر المراد تحليله
8. استخدام المواد الحافظة السليمة والملائمة لحفظ العينات
9. حفظ العينة بالتبريد أو تثبيت الرقم الايدروجيني وارسالها للمعمل في أقرب فرصة
10. تجنب تلوث العينات
11. تجنب سحب أى مواد طافية قدر الامكان عن طريق غمر فتحة اناء التجميع تحت مستوى الماء
12. يجمع حجم مناسب من العينة يكفي لاجراء كافة التحاليل المطلوبة
13. ضرورة اجراء بعض التحاليل الحقلية قبل ارسالها للمعمل لتجنب حدوث تغيرات كيميائية فمن الضروري اجراء قياسات درجة الحرارة – الرقم الايدروجيني – الاكسجين الذائب في موقع اخذ العينة حيث تتغير قيم هذه العوامل تغيرا كبيرا.
14. ويراعى عند جمع العينات أن هناك نوعين من العينات.

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 المرسله 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 الحلقية 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 .

ج - 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 مصدر أي 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 مغلقة 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 للكيمائيات 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 في تجميع عينات للفحص الميكروبيولوجي ، وذلك بحفظها في أوتوكلاف لمدة 24 ساعة .

• وفي بعض الأحوال تعالج العبوات معالجة خاصة مثل :

1- العبوات المستخدمة في تجميع عينات لتحليل محتواها من العناصر المعدنية ، يجب غسها 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 في 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 . ويراعى عند سحب العينة وضع فوهة الوعاء بعكس اتجاه 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 ، ول بعض الاختبارات تسحب عينات أكبر حجماً ، كما سيرد فيما بعد عند تناول اشتراطات عينات التحليل الكيميائي .

أنواع العينات :

1- العينة المفردة او البسيطة:

إذا كانت مياه المصدر ذات طبيعة متغيرة مثل مياه الصرف فتسحب أكثر من عينة مفردة على فترات مناسبة طبقاً لظروف تغير المصدر. ويتم جمعها في وقت محدد ومرة واحدة ومن مكان واحد ويتم جمع هذه العينات في الحالات الآتية :

- (1) عندما يكون مكان أخذ العينة غير متجدد بصفة مستمرة
- (2) عندما يكون المطلوب ملاحظة حالة غريبة في توقيت محدد
- (3) عندما يجرى الاختبار بصورة منتظمة وقصيرة المدى
- (4) عندما تكون مواصفات المياه ثابتة ومستقرة خلال فترات ممتدة
- (5) لتحديد تركيز وثبات السائل المخلوط أو الحمأة المنشطة الراجعة

2- العينة المركبة :

تسحب العينة المركبة لدراسة ظروف العينة في فترة تشغيل كاملة ، وهي عبارة عن تجميع لعينات مفردة او بسيطة يتم جمعها على فترات مناسبة (كل نصف ساعة أو ساعة) خلال فترة لا تتعدى 24 ساعة من المكان المحدد عند النقطة التي يكون معدل التدفق ممثلاً تماماً لها ، ثم تخلط في 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 مليلتر ومنه إلى وعاء تجميع العينة . ويجب مراعاة حفظ العينات الجزئية المجمعة ، وعند تمام تجميع العينات تخلط وتمزج جيداً حيث تمثل متوسط حالة المياه . ولا تصلح هذه العينات لاجراء اختبارات على الاكسجين الذائب – درجة الحرارة – الرقم الايدروجيني – السيانيد – كبريتيد الايدروجين – الكلور الحر – الكبريتيت نظراً لسرعة تغير هذه العوامل .

1- اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي

يستعمل وعاء من الزجاج المتعادل لا يقل حجمه عن 250 مليلتر له غطاء زجاجي مصنف مع حماية هذا الغطاء بتغطيته بورق سلوفان أو رقائق ألومنيوم ، وتوضع كمية من ثيوكبريتات الصوديوم $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ فى الوعاء قبل تعقيمه ، وذلك لمعادلة ما قد يحدث 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 مليلتر من محلول 3% من ثيوكبريتات الصوديوم المتبلور (أى ما يعادل 3 ملليجرام) فى زجاجة سعة 170 مليلتر 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 (5) 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 الضرورية أثناء أخذ العينة كما يلزم 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) .

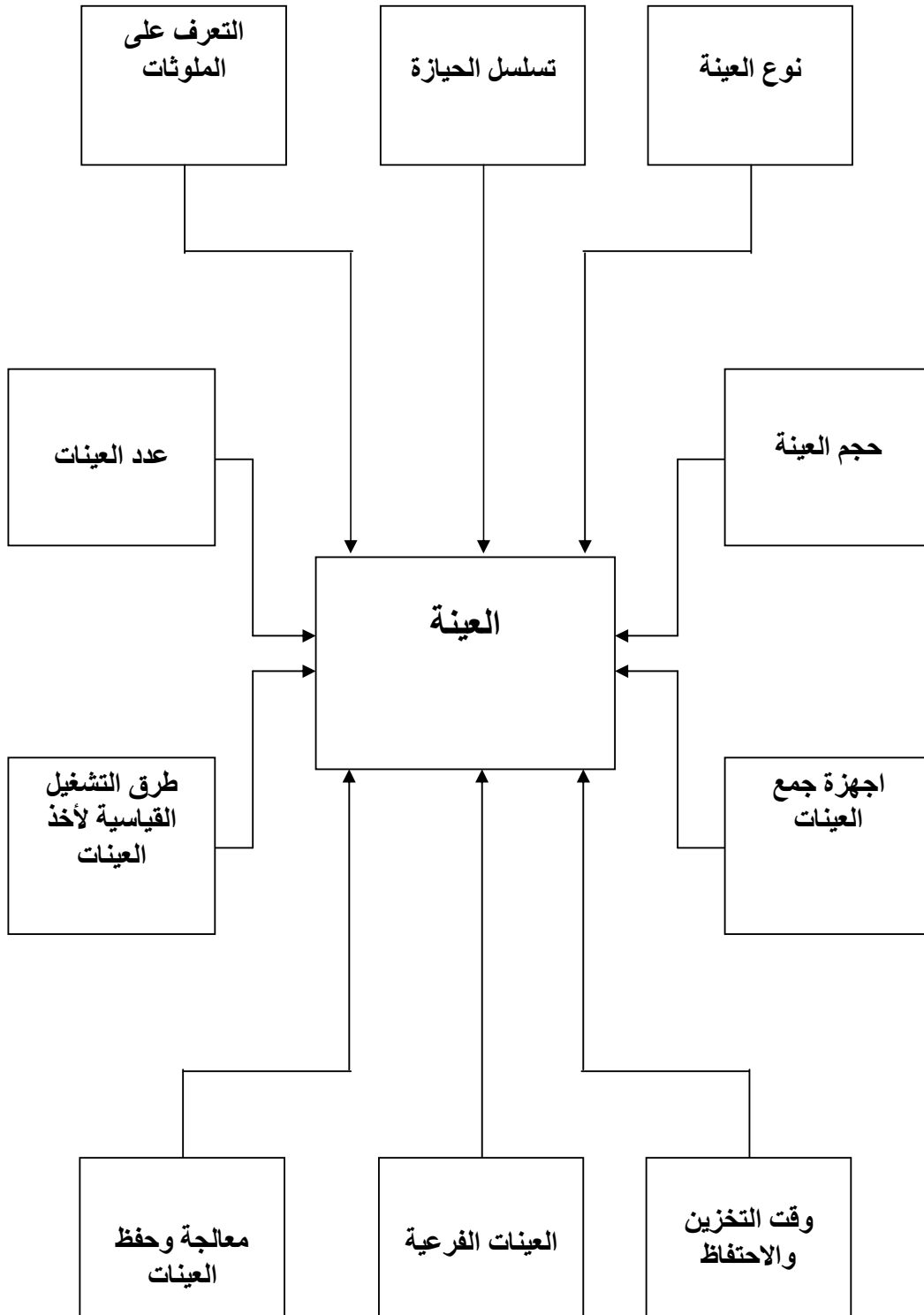
5- تاريخ سحب العينة .

6- وقت سحب العينة .

- 7- طبيعة العينة (مخلفات صرف صحي) .
- 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 الأيدروجيني .
- 17- اسم صاحب 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 .



المحاور المتعلقة بإعداد خطة أخذ العينات

جدول رقم (5)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة وحفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليلتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمان حفظ العينة
<u>الخواص الطبيعية :</u> الرقم الايدروجيني	50	(ب) أو (ز)	تقدر في الموقع	2 س
<u>المواد الصلبة :</u> 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
<u>المعادن :</u> 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
المعادن الكلي (ذائب وعالق)	100	(ب) أو (ز)	يضاف حمض نيتريك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى > 2	48 س
<u>المواد غير العضوية</u> القلوية	200	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م	24 س
البورن	100	(ب) أو (ز)	لا تحتاج	28 س
الكلور	500	(ب) أو (ز)	تقدر في الموقع	--
سيانيدات	500	(ب) أو (ز)	تحفظ في الظلام عند درجة حرارة 4°م بعد إضافة هيدروكسيد الصوديوم ليصل الرقم الهيدروجيني إلى < 12	24 س

تابع جدول رقم (5)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمن حفظ العينة
النيتروجين :				
الأمونيا	500	(ب) أو (ز)	تحلل في الحال أو يضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى $2 >$ وتحفظ عند درجة حرارة 4°C	24 س
النترات	100	(ب) أو (ز)	تحفظ عند درجة حرارة 4°C ويضاف لها حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى $2 >$	24 س
النيتريت	100	(ب) أو (ز)	تحلل فوراً أو تحفظ عند درجة حرارة 4°C ويضاف لها حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى $12 >$ أو تجمد إلى -20°C	24 س/ 28 يوم
النترات + النيتريت	200	(ب) أو (ز)	تحلل فوراً أو تحفظ عند درجة حرارة 4°C ويضاف لها حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى $2 >$ أو تجمد إلى -20°C	24 س/ 28 يوم
النيتروجين العضوي (كلداهل)	500	(ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°C 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 في الموقع	--
بطريقة ونكلر	300	(ز)	تثبت العينة في الموقع	4 س / 8 س
الأوزون	1000	(ز)	تقدر في الحال	نصف ساعة

تابع جدول رقم (5)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة حفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليلتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزمان حفظ العينة
الغازات الناتجة عن هضم الحمأة	---	زجاجة تقدير الغازات	---	---
الفوسفور : الأرثوفوسفات الذائبة الفوسفات المتحللة مائياً الفوسفات الكلي	100 50 100	(ز1) (ز2) (ز1)	ترشح في الحال وتحفظ عند درجة حرارة 4°م أو تجمد عند 10°م تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى 2 > تحفظ عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى 2 >	24س/48س 24 س 24 س
الكبريتيدات الكبريتيت	500 50	(ب) أو (ز) (ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م ويضاف 4 نقط من خلات الزنك (ع2) 100/مليلتر تقدر في الموقع	28 يوم --
المواد العضوية : الأكسجين الحيوي الممتص الأكسجين الكيميائي المستهلك بطريقة ثاني كرومات البوتاسيوم	1000 100	(ب) أو (ز) (ب) أو (ز)	عند درجة حرارة 4°م تحلل فوراً أو يضاف حمض كبريتيك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى 2 >	6 س 7 أيام

تابع جدول رقم (5)

الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

نوع الاختبار	الحجم المطلوب بالمليتر	نوع الوعاء	طريقة الحفظ	الحد الأقصى لزم من حفظ العينة
الزيوت والشحوم	1000	(ز)	عند درجة حرارة 4°م ويضاف حمض كبريتيك أو حمض هيدروكلوريك ليصل الرقم الهيدروجيني إلى > 2	24 س
المبيدات الحشرية	1000	(ز2) بغطاء تيفلون	عند درجة حرارة 4°م ويضاف 100 ملليجرام من ثيوكبريتات الصوديوم/لتر في حالة وجود الكلور تحفظ عند درجة حرارة 4°م	7 أيام
الفينول	500	(ب) أو (ز)	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

(ب1) ، (ز1) = أوعية تم شطفها بحمض نيتريك (1 ، 1)

(ز2) = أوعية زجاجية من البوروسيليكات

(ز3) = أوعية زجاجية تم شطفها بالمذيبات العضوية

(س) = ساعة

الفصل الثالث

متطلبات الجودة في معامل تحاليل
مياه الصرف الصحي

الباب الثالث

متطلبات الجوده فى معامل تحاليل

مياه الصرف الصحي

تتطلب إدارة معامل تحاليل مياه الصرف الصحي بنظام الجودة على نحو يفي بمتطلبات الجودة 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 والمعايير غير السليمة .
- الإجراءات التصحيحية .
- الإجراءات الوقائية .
- حفظ وإدارة 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 المهنية الخاصة بالعاملين .

■ متطلبات الإقامة والبيئة والأجهزة :

● على المعمل :

- (1) أن يوفر المكان والبيئة المناسبة التي لا تؤثر على نوعية النتائج .
- (2) أن يكون لديه الصيانة الجيدة .
- (3) أن يكون مزوداً بالأجهزة المطلوبة لأداء الاختبارات .
- (4) يحتفظ ويسجل الصيانة التي 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 والتحليل .
- (3) أن يتأكد من أن البيانات الخاصة بالكمبيوتر موثقة وكافية للاستخدام في 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 الداخلى .

(هـ) 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 استقلاليتة وتكامله .

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

(4) له مدير جودة مسؤولاً 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 التي أجرى لها تحاليل النتائج .

(هـ) التوقيعات اللازمة .

الفصل الرابع

السجلات والتقارير وتسجيل النتائج

الباب الرابع

السجلات والتقارير وتسجيل النتائج

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

- دفتر تدوين بيانات العينة في الموقع حيث يسجل به البيانات الآتية:

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 التي تمت .

(4) طريقة التشغيل .

• ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الآتية :

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 التي 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 (مليلتر) (أ)

وزن الكأس فارغا (ب)

وزن الكأس + الراسب (ج)

وزن الراسب (ج - ب)

التركيز = (ج - ب ÷ أ) × 1000 = ملليجرام /لتر

اسم المحلل :

توقيع المحلل :

اسم المراجع:

التاريخ:

• الطرق القياسية المستخدمة بالمعمل :

اسم الطريقة:

الاحتياطات اللازمة والتدخلات:

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 العملية في نماذج واضحة . والنماذج الجيدة هي التي تحتوى على تفاصيل النتائج التي يمكن الرجوع لها مستقبلاً . وهذه النماذج يجب أن تتضمن :

- 1- التعريف بالعينة ومصدرها ووقت جمعها .
 - 2- حجم العينة المستخدم في 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 في 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 .

ويمثل الجدول رقم (6) نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص في عينة مياه صرف ، والجدول رقم (7) نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم في عينة مياه ، والجدول رقم (8) نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي في عينة مياه .

جدول رقم (6)

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص في عينة مياه

تاريخ جمع العينة :

تاريخ وضع العينة في الحضانة :

تاريخ إخراج العينة :

رقم العينة			
رقم الزجاجاة			
التجربة الأولى	التجربة الثانية	التجربة الثالثة	حجم العينة
			نسبة التجفيف (300/حجم العينة سم ³)
			الأكسجين المذاب المقاس في بداية التجربة (مجم/لتر)
			الأكسجين المذاب المقاس في نهاية التجربة (مجم/لتر)
			الأكسجين الممتص (مجم/لتر)
			الأكسجين الحيوي الممتص الأكسجين الممتص x نسبة التجفيف (مجم/لتر)

اسم المحلل :

توقيع المحلل :

اسم المراجع :

توقيع المراجع :

التاريخ :

جدول رقم (7)

نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم في عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ وقت التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
التجربة الثالثة	التجربة الثانية	التجربة الأولى	حجم العينة سم ³
			وزن الكأس فارغاً (جم) (A)
			وزن الكأس + المستخلص بعد التجفيف (جم) (B)
			تركيز الزيوت والشحوم $\text{mg/L} = \frac{(B - A) \times 1000000}{\text{حجم العينة}}$

توقيع المحلل :

اسم المحلل :

توقيع المراجع :

اسم المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

جدول رقم (8)

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي في عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ ووقت إجراء التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
التجربة الأولى	التجربة الثانية	التجربة الثالثة	حجم العينة سم ³
			حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة في التجربة الغفل (A) سم ³
			حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة في التجربة (B) سم ³
			الفرق (A – B)
			عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستخدمة في المعايرة (N)
			$\text{COD}(\text{mg/L}) = \frac{(A - B) \times N \times 8000}{\text{m/sample}}$

توقيع المحلل :

اسم المحلل :

توقيع المراجع :

اسم المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

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 في 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 . وهي تحدد سياسة الكفاءة والأهداف والمسؤوليات . كما تقوم بالتأكد من تحقيق هذه النشاطات فيما بينها . وتعطى كفاءة الإدارة جودة معلومة ومتناغمة . وتأتي 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 التي 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 في نفسه وفي قدرته على التحليل .
- 4- تعمل على زيادة وتحسين سمعة المعمل .

• **العناصر التي يعتمد عليها في 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 عمل كل منهم .
- 3- لابد أن تقوم الإدارة بتوفير دورات تدريبية وعملية للعاملين غير ذوي الخبرة .
- 4- لابد للعاملين من غير ذوي الخبرة أن يقوموا بالعمل تحت إشراف زملاء لهم من ذوي 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 وكيمائيات ذات جودة معقولة .

• سياسة أخذ العينات :

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

- 1- نوعية العينات التي يمكن أخذها .
- 2- من أين تؤخذ هذه العينات .
- 3- متى 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 التشغيل (أو زمن التشغيل) . 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 لمدي القراءات (R-chart) .

• الرسم الضبطي للمتوسط الحسابي :

وهو عبارة رسم يمثل قيم المتوسطات الحسابية لعينات مرجعية أو عينات محاليل فراغية أمام رقم التشغيل 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 $\bar{X} = 496.8$.

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 الأحيوية (trueness) يعبر عنها بنسبة متوسط عدد كبير من القياسات إلى القيمة الحقيقية للعنصر .

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

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:

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

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

رقم التشغيلية	X_1	X_2	$\bar{X}$	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 $\bar{X} = 249$

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 :

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 التحاليل الكيميائية

الباب السادس

ضبط ومراقبة جودة التحاليل الكيميائية

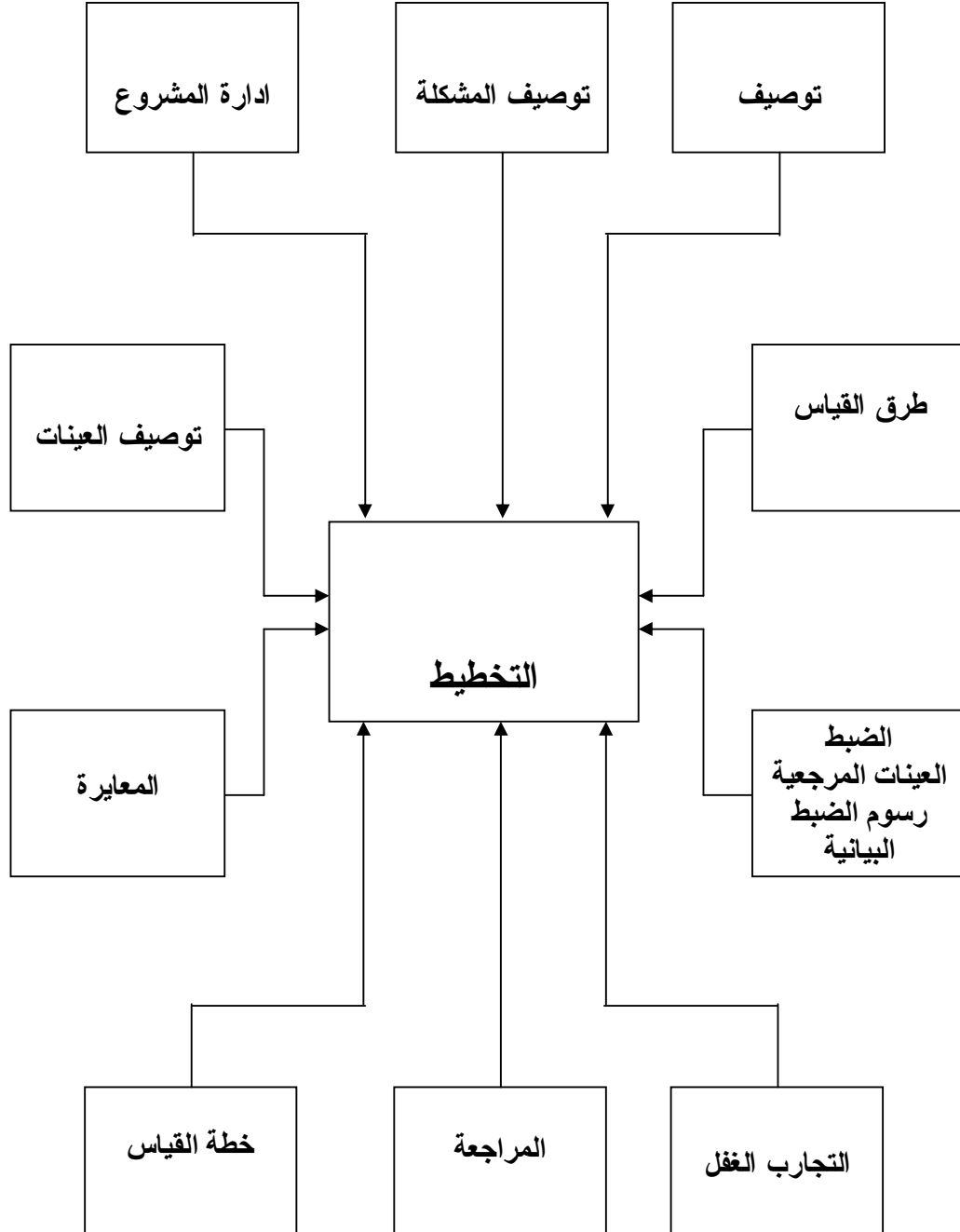
ضبط الجودة هي نشاطات وتقنيات تستخدم لضمان الجودة وتشتمل على:

- 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

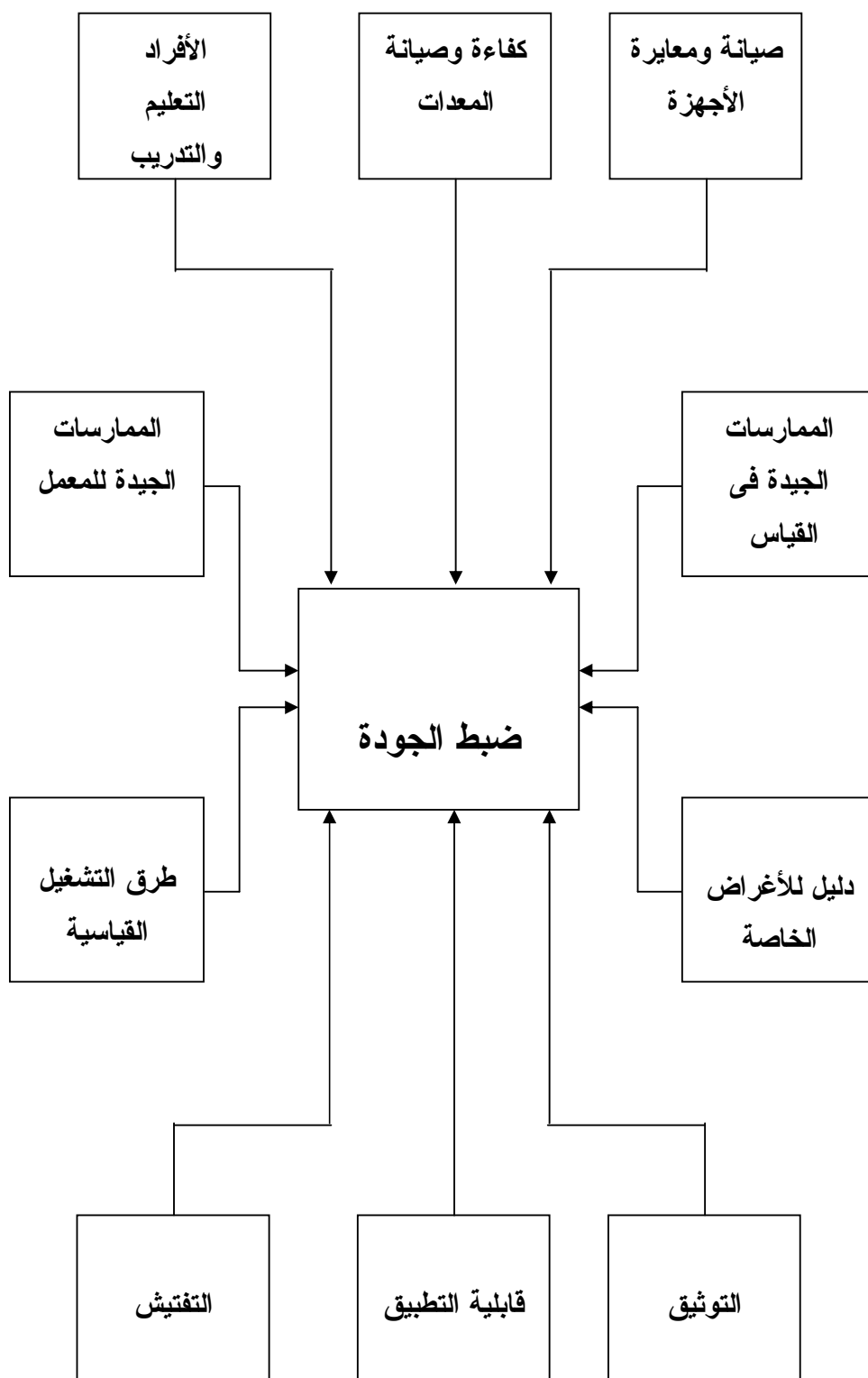
أما تأكيد الجودة فيشمل عدة نشاطات منها :

- 1- معايرة الاجهزة
 - 2- تدريب العاملين
 - 3- صيانة الاجهزة
 - 4- التفقيش والمراجعة
- وتشمل المخططات التالية اجراءات اتباع نظام الجودة

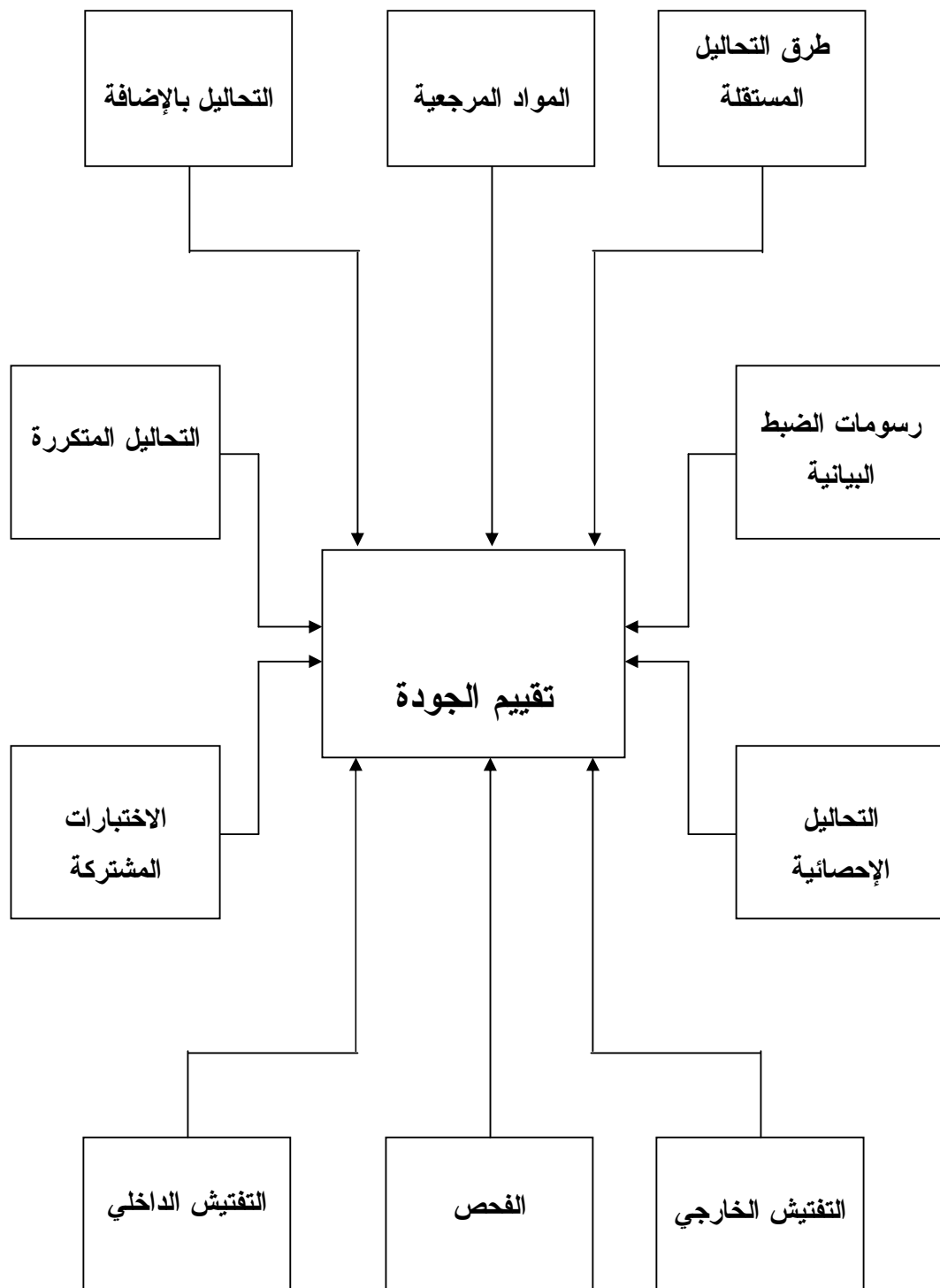
عناصر التخطيط فى برنامج القياسات



نظام تطبيق الجودة



نظام تقييم الجودة



الفصل السابع

نظام تقييم الجودة

الباب السابع

نظام تقييم الجودة

■ رسومات الضبط البيانية Control Charts :

تعتبر هذه الرسومات من أهم الوسائل للمتابعة والتأكد من جودة القياسات المعملية وهي 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 في 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 : هي قيم لتركيزات من مواد مرجعية توقع على رسومات الضبط البيانية .

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

خط الضبط Control Line : هي قيم للعينات الضابطة .

الحد التحذيري Warning Limit : وهذا الحد قد يكون علوياً (upper) أو سفلياً (lower) حيث يبين احتمال وجود 95% من القيم الضابطة داخله وهذه القيم تمثل $\pm$ ضعف الحيدود 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 $\pm$ ثلاثة أمثال الحيدود القياسي .

أنواع رسومات الضبط :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من رسوم الضبط وهي :

- 1- رسم ضبط للمتوسط ($\bar{X}$ - chart)
- 2- رسم الضبط للمدى (R-chart) .
- 3- رسم الضبط للاسترجاع (D-chart) .
- 4- رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .

رسم الضبط للمتوسط ($\bar{X}$ - chart) ويشمل :

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

(2) حد التحذير (WL) وهي $CL \pm 2 S_x$

(3) حد الضبط (AL) وهي $CL \pm 3 S_x$

(4) قيمة الاستجابة وهي 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) وهي الفرق بين أعلى وأقل نتيجة لعينة ضابطة أو مادة

مرجعية مقاسة في 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 وهي 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 :

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

(2) حد الضبط العلوي $D_4 * \bar{r}$

(3) حد الضبط السفلي $D_3 = 0$

(4) قيم الاستجابة وهي قيمة r لعينة طبيعية ضمن التشغيل

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

عدد التحاليل المتكررة في 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 1:

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 التشغيل	التكرارية		المدى (R)	المتوسط ($\bar{X}$)
	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 $\bar{R}$			4.5	
متوسط $\bar{X}$				497.5

الإجابة :

يحسب الحيود القياسي (S_x) من المعادلة :

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

$$S_x^2 = 43.4$$

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

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

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

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

$$510.7 \text{ ملليجرام/م}^3 = (6.59 \times 2) + 497.5$$

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

$$484.3 \text{ ملليجرام/م}^3 = (6.59 \times 2) - 497.5$$

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

$$517.3 \text{ ملليجرام/م}^3 = (6.59 \times 3) + 497.5$$

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

$$477.7 \text{ ملليجرام/م}^3 = (6.59 \times 3) - 497.5$$

(ب) رسم الضبط للمدى :

$$4.5 = \bar{R}$$

$$4.5 = \text{خط الضبط}$$

$$5.08 = 1.128 \times 4.5 = \bar{R} \times D_4 = \text{الحد الضابط العلوي}$$

$$0 = D_3 = \text{الحد الضابط السفلي}$$

مثال 2 :

عند قياس مستوى النترات في 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 الضبطي لهذا التحليل .

رقم التشغيل	القراءة المباشرة (X)	القراءة بعد إضافة التركيز المعلوم	قيمة الاسترجاع $\bar{D}$
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

$$\text{الخط الضابط } \bar{D} = 0.530$$

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

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

رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) :

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

رقم التشغيل	القراءة الأولى X_1	القراءة الثانية X_2	المدى R	المتوسط $\bar{X}$	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

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

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

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

$$23.85 = 7.3 \times 3.267 =$$

الحد التحذيري السفلي $D_3 =$ صفر

تقييم رسومات ضبط الجودة :

رسوم $\overline{X}$:

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق ضبط الجودة هي الحالات التي يكون فيها :

- (1) قيمة واحدة تقع خارج حدود الضبط .
- (2) سبعة قيم متتالية على جانب واحد من الخط المحوري .
- (3) سبعة قيم متتالية و متزايدة .
- (4) سبعة قيم متتالية و متناقصة .
- (5) قيمتين من ثلاثة قيم متتالية تقع خارج حدود التحذير .
- (6) عشرة قيم من إحدى عشر قيمة متتالية عن جانب واحد من الخط المحوري .

رسوم R :

تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق الجودة هي الحالات التي يكون فيها :

- (1) قيمة واحدة تقع فوق حد الضبط .
- (2) قيمة واحدة تقع أدنى حد الضبط .
- (3) سبعة قراءات متتالية متزايدة أو متناقصة .
- (4) سبعة قراءات متتالية تقع فوق متوسط المدى .

وبالمثل فلو أن قيمة واحدة على الأقل وقعت خارج حد الضبط العلوي وجب إعادة حساب كل القيم :
ویراعي 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 المضطربة ولو داخل حد الأمان وكذلك التذبذب الحاد بالزيادة والنقصان يمكن أن يؤدي إلى
حالات خروج عن حدود الضبط .

عينات الجودة الضابطة :

يمكن استخدام أنواع مختلفة من العينات الضابطة والتي تستخدم قيم نتائجها على رسومات الضبط البيانية للجودة وهذه العينات هي :

(1) النوع الأول (I) : عينة تخليقية أو مرجعية معلومة التركيز ويستفاد من استخدامها في 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 في 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 في 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 المراد قياسه وتستخدم في 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 في تحديد مدى التمييز (limit of detection) وتستخدم هذه العينات في 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 في إعداد رسم الضبط للمدى النسبي (r-chart) .

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

جدول (10): استخدام العينات الضابطة في إعداد رسومات الضبط البيانية :

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

جدول (11) : المواد الكيميائية المستخدمة كعينات الضبط :

نوع القياس	العنصر المقاس	المادة القياسية المستخدمة
النوعية العامة للمياه	الرقم الايدروجيني التوصيل الكهربى العكارة الجسيمات الصلبة العالقة الأكسجين المذاب	$\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ KCl فورمازين Formazine كاولين Kaolin هواء مضغوط
الملوثات غير العضوية	كل	مواد قياسية
الأملاح المذابة	كالسيوم ماغنسيوم صوديوم بوتاسيوم كلوريد فلوريد كبريتات القلوية	$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ NaCl KCl NaCl NaF Na_2SO_4 Na_2CO_3
المغذيات	أمونيا نترات نيتريت نيتروجين كداهل ونيتروجين كلي فوسفور سليكات	NH_4Cl KNO_3 NaNO_2 Glycine □-Glycerophosphate disodium $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
مواد عضوية غير محددة	مركبات عضوية غير متطايرة الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) الأكسجين الحيوي الممتص (BOD)	فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية فيثالات البوتاسيوم الهيدروجينية 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 التي تستخدم مع عينات الاختبار .

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

مدى الثقة Confidence interval :

مثال :

متوسط القراءات = 3.343

والحيود القياسي = 0.363

عدد القياسات (n) = 10

التكرارية في التشغيل = 2

يحسب مدى الثقة كما يلي :

$$\bar{X} \pm t_{\alpha/2} (df) \frac{S}{\sqrt{n}}$$

$$3.343 \pm 2.262 \frac{0.363}{\sqrt{10}} = 3.343 \pm 0.26$$

3.083 to 3.603

تدريب : أحسب مدى الثقة من النتائج الآتية :

5, 3, 8, 6, 2, 9, 2, 7, 8, 4

المتوسط = 5.4

الحيود القياسي = 2.6

df = 9

التكرارية = 2

عدد القياسات = 10

الإجابة :

$$5.4 \pm 2.262 \frac{4.07}{\sqrt{10}}$$

$$X \pm 2.91$$

مدى الثقة :

8.31 to 2.49

حساب حد التمييز Limit of detection

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

$$\text{Limit of detection (LOD)} = 2 \text{ CD}$$

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

f درجات الحرية (عدد القياسات - 1)

$S_{b1,w}$ الحيود القياس داخل التشغيل للتجربة الغفل

n عدد التجارب الغفل المتكررة المستخدمة في التحليل

مثال

عند تقدير مستوى النيتريت في عينة مياه تم الحصول على النتائج الآتية للتجربة الغفل:

0.088, 0.064, 0.073, 0.082, 0.079, 0.05

احسب حد التمييز :

الإجابة

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

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

$$= 0.06 \text{ mg/L}$$

حساب دقة النتائج Accuracy

يمكن قياس الدقة بحساب الاسترجاع لكل قياس منفرد

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

أو صحة النتيجة (Trueness) :

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

حيث X القيمة المقاسة

T القيمة الحقيقية

تحتسب دقة النتائج من قيم تركيزات العنصر

ويعبر عن مقدار الدقة بقيمة الاسترجاع الأدنى والأقصى

Minimum and maximum recovery

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

أعلى قراءة من القياسات $\times 100$

القيمة الحقيقية

= قيمة الاسترجاع القصوى

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

$$153.5 = \bar{X}$$

$$155 = \text{القيمة الحقيقية}$$

$$103.2 - 90.3 = \text{الاسترجاع}$$

$$99.0\% = \text{الصحة}$$

الحيود القياسي في التشغيل الواحدة (S_x) وبين التشغيلات المختلفة (S_b)

$$S_b = \sqrt{(S_x^2 - S_w^2 / n)}$$

رقم التشغيلة	القياس الأولي (X_1)	القياس الثاني (X_2)	المدى R	$\bar{X}$	
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 في المدى

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

الفصل الثامن

أنواع ومصادر الأخطاء في التحاليل
الكيميائية

الباب الثامن

أنواع ومصادر الاخطاء فى التحاليل الكيميائية

ما من شك فى أن جميع التحاليل الكيميائية تتعرض لأخطاء تؤدي 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 يؤدي 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 الحيدود القياسى

ويعزى هذا الخطأ لاختلاف ظروف التحاليل مثل :

- اختلاف حجم العينة والكاشف المستخدم من تجربة الى أخرى
- تذبذب درجات الحرارة كاختلاف وقت ومكان التسخين
- تذبذب ظروف تشغيل الاجهزة كدرجة الحرارة وسرعة السريان وشدة التيار الكهربى وطول الموجة المستخدمة فى القياس
- التفاوت من تشغيله الى أخرى

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

(2) 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

(3) 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 يلي :

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

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

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

(4) أن انخفاض الخطأ المنتظم يؤدي الى ارتفاع الحقيقة

وينشأ عن ذلك الحالات الاتية :

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

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

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

(1) أخطاء تعزى للعينة

(2) أخطاء تعزى للكواشف المستخدمة

(3) أخطاء تعزى للمواد المرجعية

(4) أخطاء تعزى للطرق المستخدمة

(5) أخطاء تعزى للمعايره

(6) أخطاء تعزى للأجهزة 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- تحليل 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 مذيبيات غير نقية .

3- سوء تخزين الكواشف .

4- استخدام كواشف انتهت صلاحيتها .

5- استخدام حجوم غير صحيحة من المذيبيات .

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 في 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 في 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 في قياس طيف الانبعاث .

(8) أخطاء من المعايرة :

- 1- أخطاء فى قياس الحجم .

(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 في الاعتبار وقت التفريغ أو عدم استخدامها وهي في وضع رأسي و عدم ملاحظة علامات البدء والنهاية بدقة ووجود فقاعات هواء .
- 6- عدم نظافة الماصات يجعل فراغات بين سطحها الداخلي والمحول .
- 7- عدم التنبيه والدقة في الاستخدام .

(12) أخطاء من استخدام الماصات الأوتوماتيكية :

- 1- استبدال الماصات ذات حجوم مختلفة .
- 2- أخطاء في 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 الحجم .
- 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 .

أخطاء جهاز الفوتوميتر :

- 9- أخطاء من عدم ضبط طول الموجة الملائمة للقياس .
- 10- عدم وجود كثافة ضوئية كافية مثل استخدام اللمبات القديمة .
- 11- عدم نظافة النظام الضوئي مثل المرايا والعدسات ووجود أتربة أو أبخرة عليها .
- 12- عدم استخدام الجهاز المناسب كاستخدام جهاز بمرشح بدلاً من آخر مزود بآليه إعطاء ضوءا وحيد طول الموجة .
- 13- عدم ضبط الجهاز .
- 14- إهمال أية حيود .
- 15- عدم ضبط نقطة الصفر .
- 16- دخول ضوء فى غرفة العينة .
- 17- عدم ضبط فتحة نافذة الجهاز لدخول الضوء .
- 18- استخدام مرشح خطأ .
- 19- استخدام كاشف تكبير الضوء غير صالح أو غير مضبوط .
- 20- مدى غير ملائم للقياس .
- 21- مسجل يعطى ذبذبات عالية .
- (15) 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 في 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 الانتباه على الانتقال إلى مدى قياس آخر .

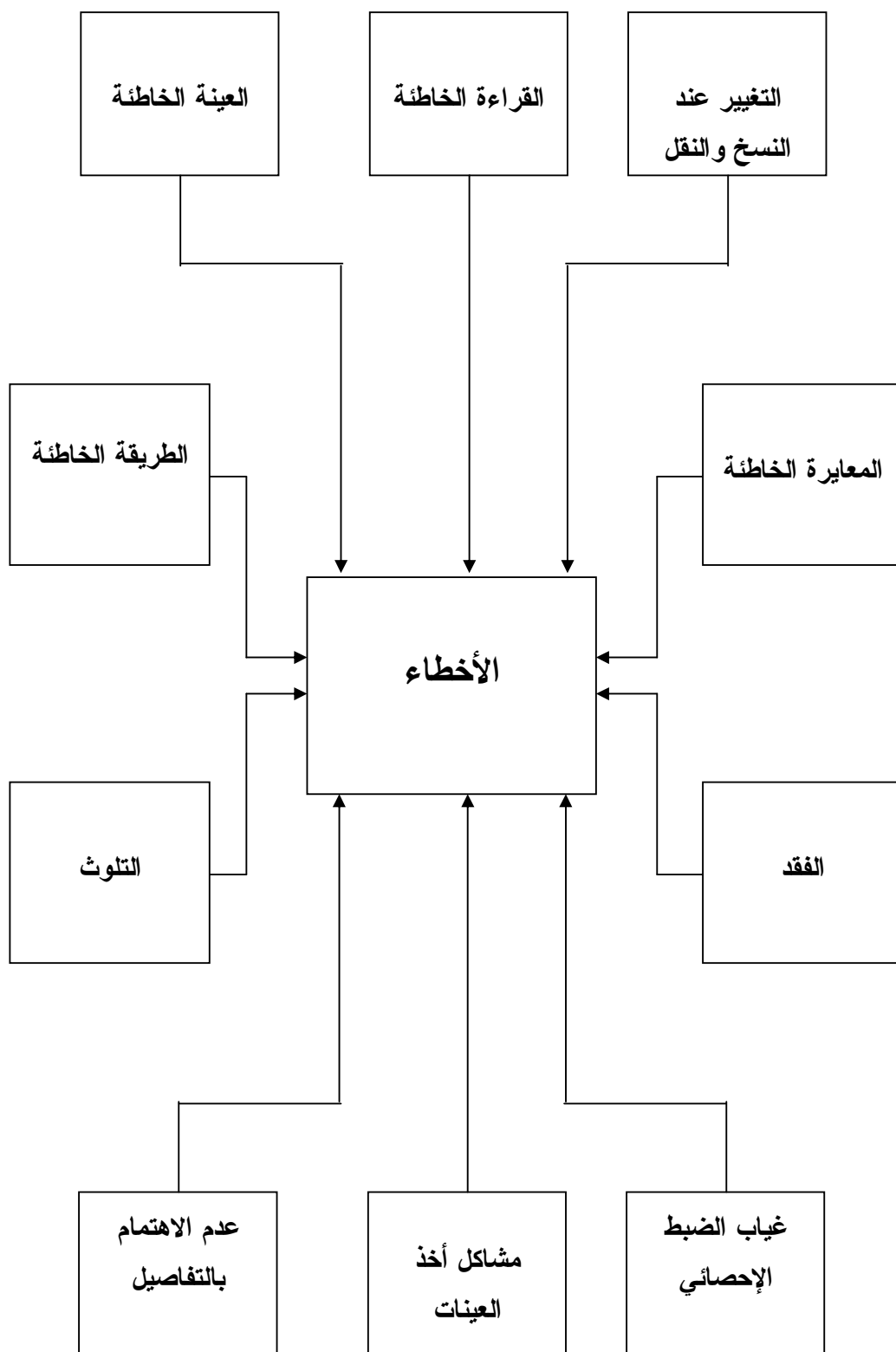
(18) أخطاء أثناء نقل القراءات :

- 1- الخطأ في تصنيف الأخطاء وخطئها .
- 2- الخطأ في التهجئة .
- 3- أخطاء نقل (مشوهة – غير كاملة) .

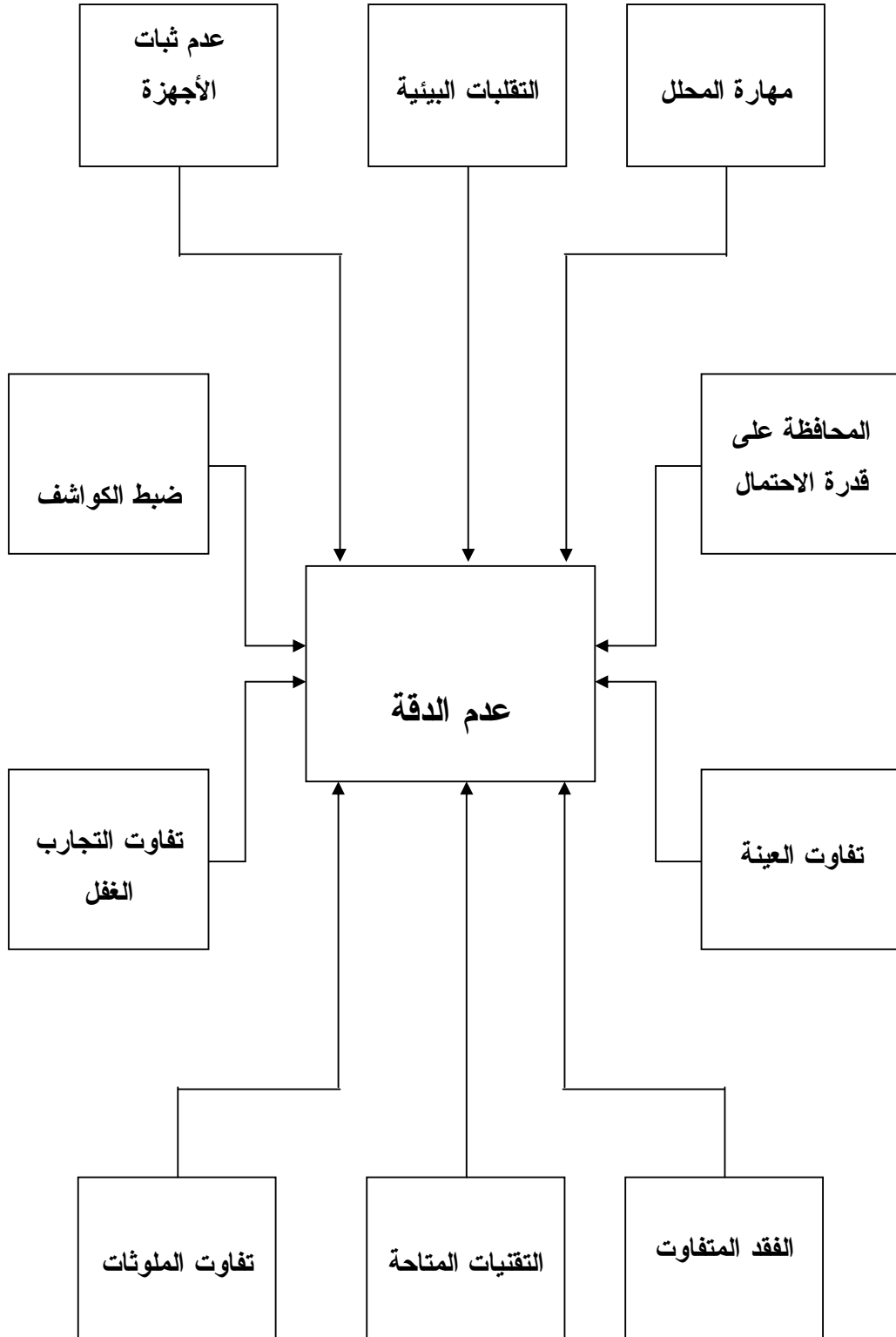
(19) أخطاء عند تسجيل النتائج :

- 1- استبعاد أخطاء العينة .
- 2- عدم اتخاذ إجراءات ضبط وتأكيد الجودة .
- 3- استبعاد الحالات خارج مدى الضبط .

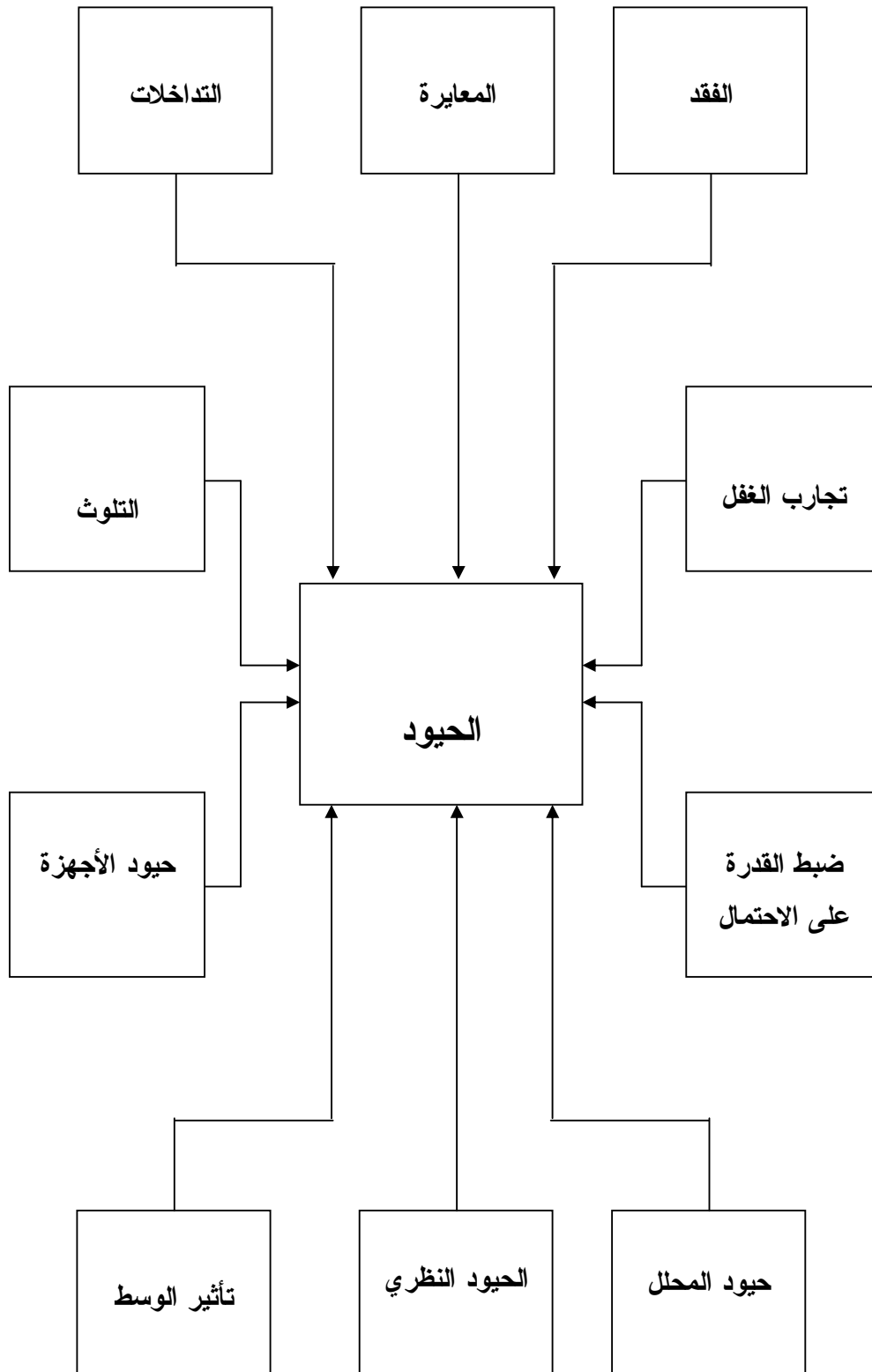
وتبين المخططات التالية بعض مصادر الخطأ في التحاليل الكيميائية



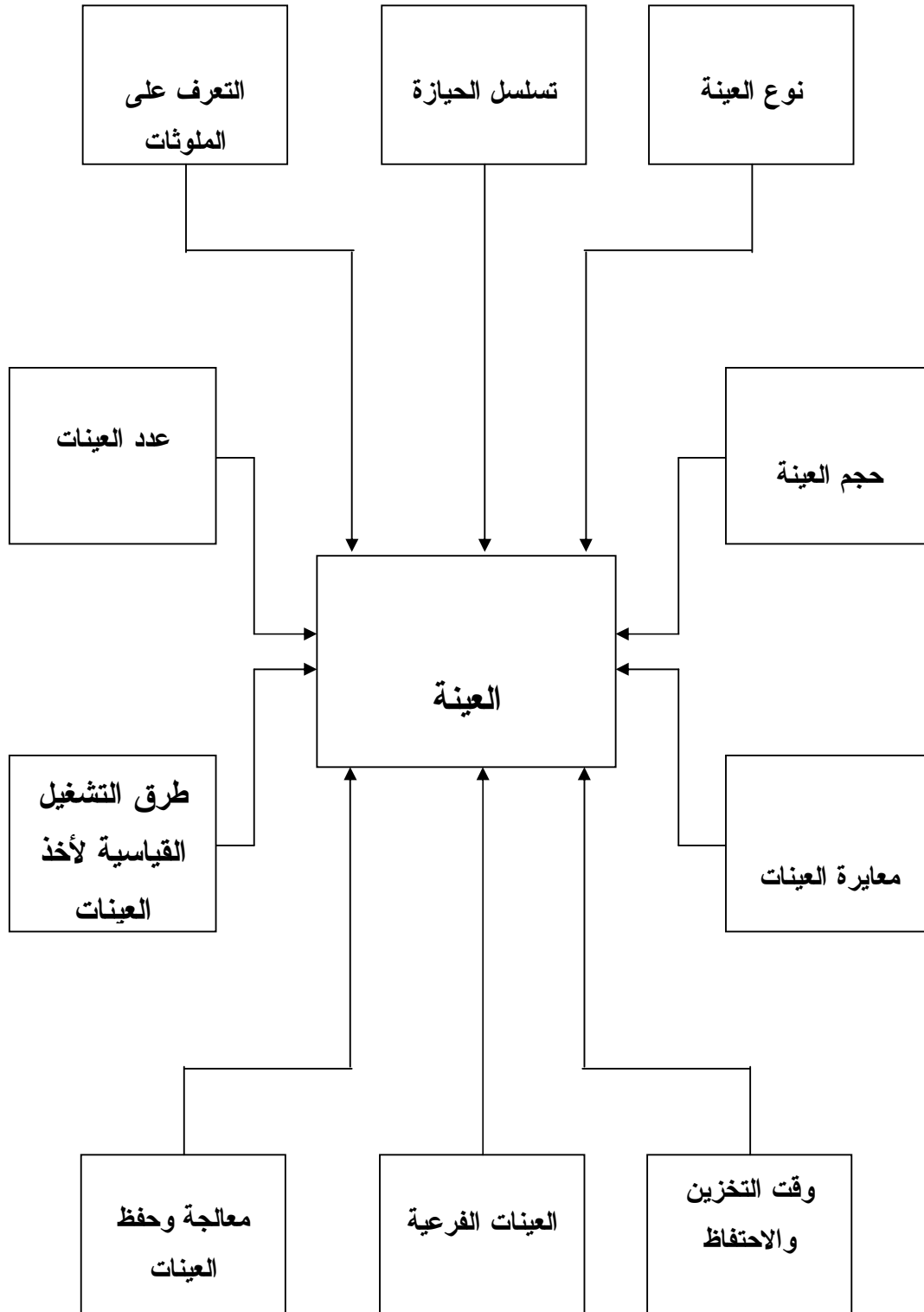
مصادر بعض الأخطاء في القياسات



بعض مصادر عدم دقة النتائج



مصادر القيود في القياسات لمياه اللازمة



الفصل التاسع

الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الصرف
الصحي ودلالاتها والاحتياجات الواجب
إتباعها

الباب التاسع

الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الصرف الصحي ودلالاتها والاحتياجات الواجب إتباعها

هناك ثلاث أنواع من التحاليل التى تجرى على مياه الصرف الصحي هى : التحاليل الفيزيائية والتحاليل الكيميائية والتحاليل البيولوجية . و تجرى فى محطات الصرف الصحي التحاليل والاختبارات الآتية بصفة أساسية :

التحاليل الفيزيائية والكيميائية :

- 1- المواد القابلة للترسيب .
- 2- المواد العالقة والمنتطايرة .
- 3- الرقم الايدروجيني .
- 4- الأكسجين المذاب .
- 5- الأكسجين الحيوي المستهلك .
- 6- الزيوت والشحوم .

التحاليل البيولوجية :

1. القولونيات الكلية .
2. القولونيات الغائطية .
3. الفيروسات .
4. الطفيليات الأولية .

أنواع وطبيعة المواد التي يجرى تحليلها فى المياه :

يتم تحليل المواد العضوية والمواد غير العضوية الموجودة فى مياه الصرف الصحي ، وتشمل المواد غير العضوية ، والمواد غير العضوية الأنيونية ، والمواد غير العضوية الكاتيونية ، والمواد غير العضوية المولدة للغازات .

(1) الأكسجين الحيوى الممتص

أساس الطريقة :

تحدد قيمة الاكسجين الحيوى المستهلك (BOD) تركيز المواد العضوية فى مياه الصرف الصحى وذلك بقياس كمية الاكسجين المذاب قبل وبعد مدة خمسة أيام داخل حضانة مضبوطة عند درجة 20°م حيث تقوم البكتريا فى وجود الاكسجين بأكسدة المواد العضوية الموجودة فى مياه الصرف ومن الضرورى توفير الوسط المناسب للبكتريا لى تعمل وهذا الوسط يتكون من :

(أ) محلول فوسفات : 8.5 جم فوسفات بوتاسيوم احدى القاعدية + 21.75 جم فوسفات بوتاسيوم ثنائى القاعدية + 33.4 جم فوسفات صوديوم + 1.7 جم كلوريد أمونيوم مذابا فى 1 لتر/ماء نقى وهذا المحلول رقمه الايدروجينى 7.2 ولا يحتاج لضبطه.

(ب) محلول كبريتات الماغنسيوم 22.5 جم فى لتر من الماء المقطر

(ج) محلول كلوريد الكالسيوم 27.5 جم فى لتر من الماء المقطر

(د) محلول كلوريد الحديدك 0.25 جم فى لتر من الماء المقطر

ويحضر ماء التخفيف بتشبيع لتر من الماء المقطر بالاكسجين لمدة لا تقل عن 1/4 ساعة واطافة 1 مليلتر من كل من محلول الفوسفات ومحلول كبريتات الماغنسيوم ومحلول كلوريد الحديدك ويحفظ المحلول فى درجة حرارة 20°م ويجب الا تقل نسبة الاكسجين المذاب فى هذه المياه قبل وبعد 5 أيام عن 0.2 ملليجرام/لتر.

ويراعى عند القياس أن يكون الرقم الايدروجينى للعينة المقاسة 6.5 – 7.5 وأن تكون خالية من الكلور وعادة تخفف العينات المراد قياسها طبقا للجدول الاتى:

جدول رقم (12)

الحجوم المناسبة لقياس الأكسجين الحيوى المستهلك :

كمية الأكسجين الحيوى المستهلك BOD المتوقعة (ملليجرام أكسجين /لتر)	حجم العينة (مليلتر) اللازم تخفيضها الى 300 مليلتر
560-210	3
280 – 105	6
187 – 70	9
140 – 53	12
112 – 42	15
94 – 35	18
80 – 30	21
70 – 26	24
62 – 24	27
56 -21	30
37 – 14	45
28 – 11	60
22 – 8	75

ويمكن حساب كمية BOD من عينة على النحو التالى :

مثال :

حجم زجاجة BOD المستخدمة 300 مليلتر

حجم العينة المستخدمة فى التجربة 3 مليلتر

تركيز الأكسجين عند بدء التجربة 9 ملليجرام/لتر

تركيز الأكسجين عند نهاية التجربة 3 ملليجرام/لتر

نسبة التخفيف = $3/300 = 100$ مرة

كمية BOD = $100 \times (9 - 3) = 600$ ملليجرام أكسجين / لتر

الاحتياطات :

- 1- تضاف المواد بالترتيب المذكورة فى الطريقة محلول الفوسفات المنظم – ثم كبريتات الماغنسيوم – ثم كلوريد الكالسيوم – ثم كلوريد الحديدك .
- 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 الزجاجاة 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 سم³ لكل لتر من ماء التخفيف .
- 10- يحضر لتر من ماء التخفيف المحتوى على الأكسجين يضاف إليه 1 سم³ من كل من محلول الفوسفات المنظم (أس أيدروجيني 7.2) – كبريتات ماغنسيوم – كلوريد كالسيوم – كلوريد حديدك 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 :

في حالة عينات لم تخفف فإن :

$$\text{BOD} = \text{mg O}_2/\text{L (DO) before incubation} - \text{mg O}_2/\text{L (DO) after incubation}$$

في حالة قياس عينات تم تخفيفها :

$$\text{BOD} = \frac{[(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2)] \times 100}{\% \text{ sample}} \text{ mg O}_2/\text{L}$$

حيث :

D_1 = تركيز الأكسجين المذاب DO في 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 O₂/L .

(2) الأكسجين المذاب

أساس الطريقة :

الأكسجين المذاب من العوامل الهامة جداً في 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 في الماء يعمل أيضاً على تنقية المياه ذاتياً .

ويستخدم لقياس كمية الأكسجين المذاب جهاز قياس الأكسجين المذاب المزود باليكتروود خاص بقياس الأكسجين. ويملأ زجاجة BOD سعة 300 مليلتر الى نصفها بالماء المراد قياس

الأكسجين المذاب به وتغطي وتقلب عدة مرات ويقرأ بعد ذلك كمية الأكسجين بواسطة الجهاز بعد معايرته. كما تستخدم طريقة معايرة تعتمد على إضافة المنجنيز الثنائي في وسط قلوي حيث يتحول بتأثير الأكسجين في العينة إلى منجنيز عالي التكافؤ ذي 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 في غسل زجاجات قياس الأكسجين المذاب . وتغسل الزجاجات الجديدة 5 عياري من حمض الكبريتيك .
- 2- قبل أخذ العينة تغسل الزجاجات بنفس محلول العينة .
- 3- تملأ الزجاجات كاملة ولا تترك أية فقاعات هوائية .
- 4- إجراء المعايرة بأسرع ما يمكن .

طريقة الحساب :

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

وتسجل النتائج إلى أقرب 0.1 ملليجرام/لتر

وبقياس الأكسجين المذاب إلى أقرب 0.05 ملليجرام/لتر.

وحدة القياس :

mg O₂/L

(3) الأس (الرقم) الأيدروجيني :

أساس الطريقة :

يتراوح الرقم الأيدروجيني لمياه الصرف الصحي غير الملوثة بمياه الصرف الصناعي بين 6.5 و 8.5 ويؤثر وجود مياه الصرف الصناعي على هذه القيمة بالزيادة والنقصان كما أن بعض مكونات الصرف الصناعي يمكن أن تؤدي إلى تسمم الكائنات الحية التي تقوم بعملية تنقية مياه الصرف الصحي. ويقاس الرقم الأيدروجيني باستخدام قطبي الزجاج مع قطب مرجع لقياس تركيز أيون الأيدروجين .

الاحتياطات :

1. غسل الأقطاب جيداً بالماء المقطر .
2. ضبط درجة الحرارة بالجهاز يدوياً أو أوتوماتيكياً .
3. التأكد من وجود محلول الملء في القطب المرجع في مستوى مناسب .
4. يحفظ القطب في ماء مقطر .
5. يسجل الأس الأيدروجيني في موقع أخذ العينة أو بمجرد استلامها .
6. يقاس الأس الأيدروجيني للمحاليل قبل إضافة مواد حافظة لها .
7. يعاير الجهاز قبل القياس باستخدام محاليل منظمة قياسية .

وحدة القياس :

pH

(4) الأكسجين الكيميائي المستهلك :

أساس الطريقة :

تحتوى مياه الصرف على مخلفات صناعية وأدمية وزراعية ، فى صورة بقايا عضوية ، وتحلل هذه المواد بالبكتريا والفطريات التى تستخدم الأكسجين فى تنفسها . ويقاس الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) الأكسجين المكافئ للمحتوى من المركبات العضوية القابلة للأكسدة بمواد كيميائية . يقاس الاكسجين المستهلك كيميائيا لتحديد كمية المواد العضوية الكلية الموجودة فى مياه الصرف الصحي حيث تؤكسد هذه المواد باستخدام عامل مؤكسد قوى مثل ثنائى كرومات البوتاسيوم فى وسط شديد الحموضة من حمض الكبريتيك (18 عيارى) وفى وجود عامل حفز مثل كبريتات الفضة وازضافة كبريتات الزئبق للتخلص من آثار الكلور إن وجد ويستغرق اجراء التجربة 3 ساعات تقريبا وعادة ما تكون قيمة COD ضعف قيمة BOD فى مياه الصرف الصحي حيث أن قيمة COD تمثل كل المواد العضوية التى تم اكسدتها كيميائيا فى حين تمثل قيمة BOD كمية المواد العضوية التى تم اكسدتها بيولوجيا.

وتجرى التجربة بتسخين حجم معلوم من المياه المراد اختبارها مع حجم معلوم من ثنائى كرومات البوتاسيوم معلومة العيارية وذلك بالغليان لمدة ساعتين فى وجود كبريتات الفضة وكبريتات الزئبق وبعد التبريد تعابر كمية ثنائى كرومات البوتاسيوم باستخدام كبريتات حديدوز نوشاردية باستخدام كاشف الفيريون .

ويمكن حساب كمية COD على النحو التالى :

حجم العينة المستخدمة فى التجربة 5 مليلتر

حجم ثنائى كرومات البوتاسيوم المضاف 10 مليلتر قوة 0.2 عيارى

حجم كبريتات الحديدوز النوشاردية المضافة 11 مليلتر قوة 0.19 عيارى

قراءة التجربة الغفل 10 مليلتر

قراءة العينة 8 مليلتر

$$\text{تركيز COD} = \frac{10 - 8}{5} \times 8000 \times 0.19 = 608 \text{ ملليجرام أكسجين / لتر}$$

ويجرى تحليل لعينة قياسية موازية للتأكد من صحة النتيجة حيث يستخدم محلول 0.425 جم فيثالات البوتاسيوم الحامضية في لتر من الماء المقطر.

الاحتياطات :

- 1- لا يزيد تركيز حمض الكبريتيك في محلول عينة التجربة النهائي عن 18 عياري.
- 2- ترتيب إضافة المواد هو : كبريتات الزنبيق ثم العينة ثم ثنائي كرومات البوتاسيوم ثم حمض الكبريتيك .
- 3- يجرى غليان العينة والتجربة الغفل في نفس الوقت .
- 4- بعد المعايرة ، يجرى تبريد العينة وغسل المكثف بالماء المقطر والتبريد ثم المعايرة .

طريقة الحساب :

$$\text{COD, mg O}_2/\text{L} = \frac{(a - b) \times N \times 800}{\text{ml of sample}}$$

حيث :

- a = حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلك في التجربة الغفل .
- b = حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلك في التجربة الفعلية .
- N = عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية .

وتسجل النتيجة إلى أقرب عدد صحيح .

وحدة القياس :mg O₂/L**(5) النيتريت****أساس الطريقة :**

النيتريت من المواد غير الهامة إذا وجد في مياه الصرف ، حيث أنه غير ثابت ، أو مستقر ، ويسهل أكسدته إلى صورة النترات ولكن وجوده يعتبر مؤشراً على تلوث سابق . وعادة لا يرتفع مستواه في مياه الصرف الصحي عن 1 مجم/لتر . وتعتمد طريقة تقديره علي تفاعل النيتريت في وسط حامضي قوى مع سلفيناميد ، 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 °م أو بإضافة 40 مجم من أيون الزئبقيك علي كل لتر من العينة وحفظها عند 4 °م .

طريقة الحساب :

$$\text{Nitrite - N} = \frac{1000 \times (\mu \text{ gNO}_2 - \text{N})}{\text{Vol. sample (ml)}}$$

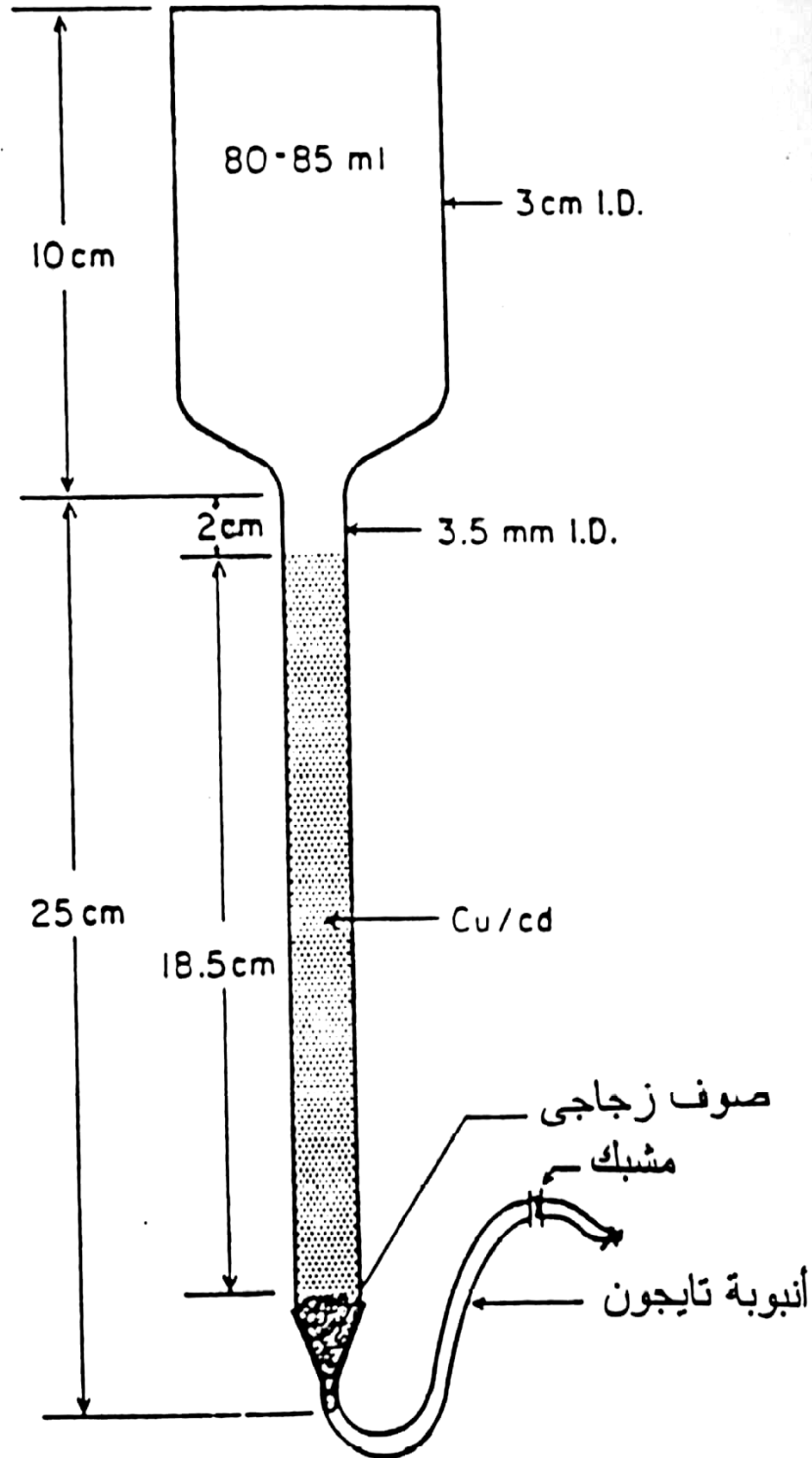
وحدة القياس :

(□g /L) أو (mg /L) .

(6) النترات**أساس الطريقة :**

النترات هي الناتج النهائي لأكسدة النيتروجين . ويتراوح مستوى النترات في مياه الصرف من 15-20 مجم/لتر و تعتمد طريقة تقدير النترات 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 يتفاعله مع النترات في وجود حمض كبريتيك يتكون مركب ذو لون أصفر يمكن قياس كثافته الضوئية .



عمود الاختزال

الاحتياطات :

- 1- ترشيح العينة من إبرة 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 سم³ 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 :

$$\text{NO}_3 - \text{N} = \frac{\mu \text{ gNO}_3 - \text{N}}{\text{Vol of sample (ml)}}$$

وحدة القياس :

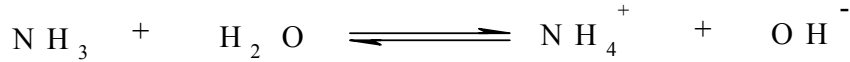
(mg /L)

(7) الأمونيا

أساس الطريقة :

يعتبر عنصراً النيتروجين والفوسفور عنصرين مهمين لنمو الكائنات النباتية والحيوانية . ومعرفة مستوى النيتروجين في مياه الصرف من الأهمية بمكان لتقييم عملية المعالجة خصوصاً البيولوجية ، فانخفاض النيتروجين يستوجب إضافة خارجية لمساعدة بكتريا المعالجة .

ويوجد النيتروجين في مياه المجاري الحديثة في صورة مواد بروتينية ويوريا ، ويتواجد في مياه المجاري القديمة في صورة أمونيا . ويمكن الاعتماد على كمية الأمونيا النسبية في تحديد نوعية مياه الصرف ، وبنشاط بعض أنواع البكتريا يتحول جزء من الأمونيا إلى نيتريت ثم نترات . ووجود النترات في مياه الصرف يعنى أن المياه قد استقرت بالنسبة للأكسجين الممتص . وتحتاج الطحالب ، وبعض النباتات المائية الأخرى إلى النترات لتكوين البروتين الذي تحتاجه الحيوانات لتكوين البروتين الحيواني . وموت وتحلل النباتات والحيوانات يؤدي إلى تكوين الأمونيا . لذلك وجب التقليل من مستوى النيتروجين لمنع أو خفض هذه السلسلة ، ويراعى أن هناك إتزاناً بين الأمونيا ، وأيون الأمونيوم .



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 في 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

وتقاس 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 :

• المعايرة الحجمية :

$$\text{NH}_3 - \text{N} = \frac{(A - B) \times N \times 14 \times 1000}{S}$$

حيث :

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

B = حجم حمض الكبريتيك المستخدم في معايرة التجربة الغفل .

N = عيارية حمض الكبريتيك المستخدم في المعايرة .

S = حجم العينة .

• قياس طيف الامتصاص :

$$\text{NH}_3 - \text{N} = \frac{A \times 1000}{D} \times \frac{B}{C}$$

حيث :

A = ميلالجرامات الأمونيا - نيتروجين المقروءة من منحنى 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 :

$$\text{NH}_3 - \text{N} = \frac{(A - B) \times 1000}{C}$$

حيث :

A = ميللجرامات الأمونيا - نيتروجين من منحنى القياس الجهدى .

B = ميللجرامات الامونيا - نيتروجين من التجربة الغفل .

C = حجم العينة المأخوذة .

وحدة القياس :

(mg/L) .

(8) نيتروجين كداهل 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 حجم من العينة يتناسب مع كمية النيتروجين العضوي حيث يؤخذ 500 سم³ من العينة المحتوية علي من صفر إلي 5 جم/ لتر نيتروجين ، ويؤخذ 25 سم³ 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 .

(9) الزيوت والشحوم

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة علي الاستخلاص من الأثير البترولي والتبخير وقياس الوزن . و تستخلص الزيوت والدهون ، والشحوم كاملة من مياه الصرف الصحي ، والصناعي باستخدام الهكسان الذي يستخلص أيضاً الزيوت المعدنية مثل الكيوسين ، وزيوت التشحيم . والمعروف أن الدهون من بين المركبات العضوية الثابتة ، والتي لا يسهل تحليلها بالبكتريا . ونواتج التحلل القلوي للزيوت ، والدهون (الصابون) مركبات ثابتة أيضاً . ووجود الزيوت والشحوم في مياه الصرف الصحي ، يؤدي إلى مشاكل كبيرة في محطات المعالجة حيث يؤثر على المعالجة البيولوجية .

الاحتياطات :

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

(2) تجفيف كبريتات الصوديوم اللامائية جيداً .

(3) إجراء عمليات الوزن عدة مرات حتى ثباتها .

(4) استخدام نفس الميزان في الوزن .

(5) التأكد من دقة ومعايرة الميزان .

طريقة الحساب :

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

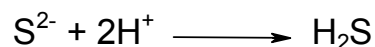
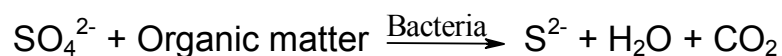
وحدة القياس :

.(mg/L)

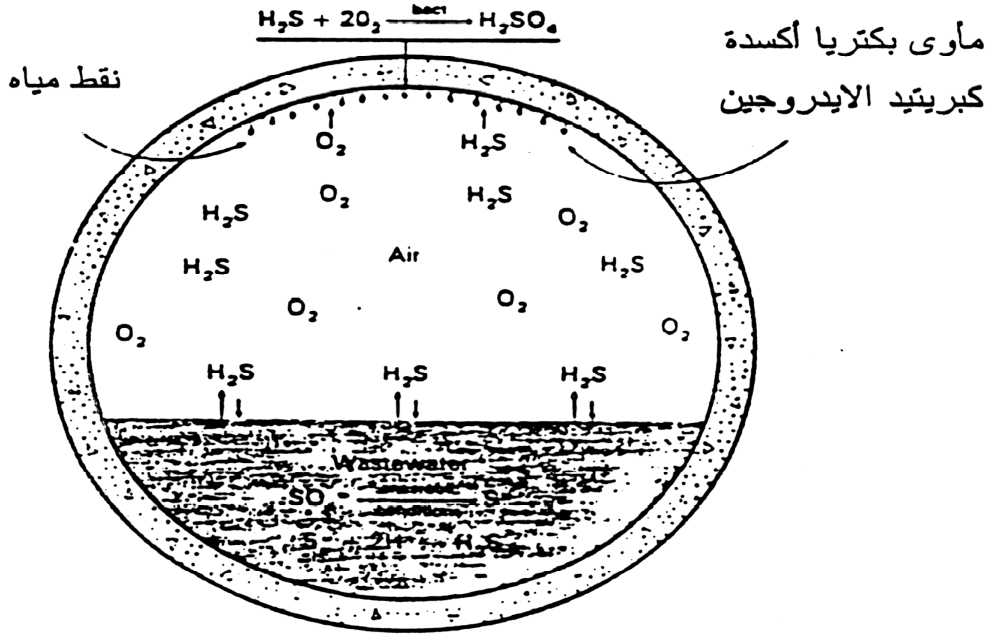
(10) الكبريتيد :

أساس الطريقة :

يوجد الكبريت في صورة كبريتات في مياه الصرف وتختزل الكبريتات إلى الكبريتيد بواسطة البكتريا .



وكذلك فإن تأكسد الكبريتيد بالبكتريا يؤدي إلى تكوين حمض الكبريتيك الذي يؤدي إلى تآكل المواسير الصلب وشبكات المجاري.



تآكل شبكات المجاري نتيجة أكسدة الكبريتيد الايدروجيني

تستخدم طريقتين لتقدير الكبريتيد أحدهما معايرة حجمية تعتمد على إضافة حجم معلوم من محلول قياسي من اليود في وسط حامضي لأكسدة الكبريتيد وتعابير الزيادة غير المتفاعلة مع ثيوكبريتات الصوديوم . والطريقة الثانية تعتمد على إضافة ثنائي ميثيل - بارا - فينيلين داي أمين في 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 :

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

حيث :

A = حجم اليود المضاف أو المستخدم في التجربة .

B = حجم ثيوكبريتات الصوديوم المكافئ لليود المتبقى .

وحدة القياس :

(mg/L) .

(11) الكلور :**أساس الطريقة :**

تعتمد الطريقة على تفاعل الكلور مع يوديد البوتاسيوم وفينيل أكسيد الزرنيخ وتقدير الزيادة باستخدام اليود عند أس أيروجيني 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) في حالة غياب العناصر السابقة ووجود كمية عالية من المركبات العضوية يضبط الأس الأيدروجيني إلى 1 قبل إضافة يوديد البوتاسيوم .
- (3) استخدام طريقة الإضافة القياسية إذا كان العينات عكرة أو ملونة .
- (4) لا يستخدم حمض الأيدروكلوريك في التحميض ويستخدم حمض الخليك أو الكبريتيك .

طريقة الحساب :

$$Q_2 = \frac{(A - 5B) \times 200}{C}$$

حيث :

A = حجم فينيل أكسيد الزرنيخ (عيارية 0.00564) .

B = حجم اليود (عيارية 0.0282) .

C = حجم العينة (سم³) .

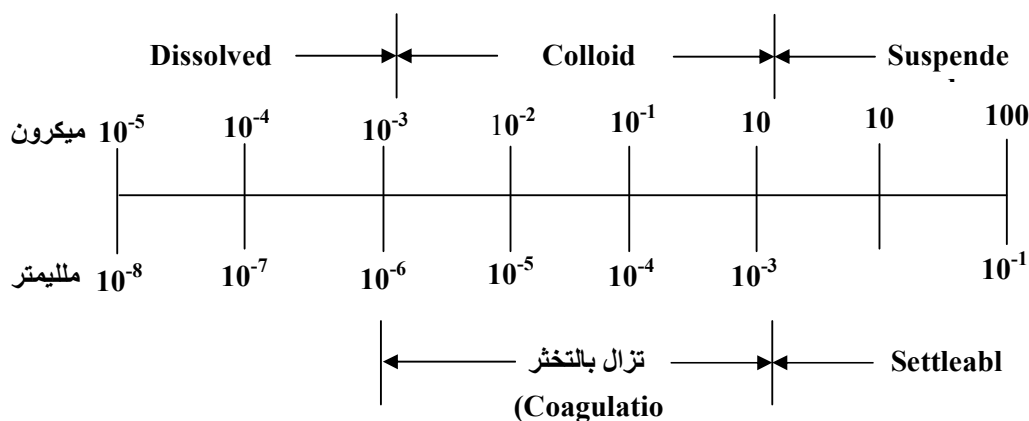
وحدة القياس : (mg/L) .

(12) المواد الصلبة الكلية :

يقاس محتوى مياه الصرف بتبخير لتر واحد من المياه عند 103 م – 105 م ، ثم وزن كتلة المواد الصلبة المتبقية . وتصنف المواد الصلبة إلى :

المواد العالقة والمتطايرة ، وهي المواد التي لا يقل نصف قطرها عن 1 ميكرون على الأقل و هذه المواد لا ترسب بدون معالجة ثانوية أو إضافية ويمكن معرفة كفاءة وحدات المعالجة بقياس هذه الكمية قبل وبعد المعالجة وتقاس بحساب المواد العالقة بعد تسخينها عند درجة 550°م لمدة ساعة.

المواد القابلة للترسيب Settleable ، وهي التي تترسب في قاع مخرو إمهوف (Imhoff Cone) في فترة زمنية مقدارها ساعة ، وهي مقياس لما يمكن إزالته بالترسيب و يدل حجم المواد الصلبة القابلة للترسيب في عينة مياه المجاري الداخلة إلى المحطة والخارجة فيها على كفاءة وحدة الترسيب في المراحل المختلفة وتجري الاختبارات بخلط العينة جيداً ثم ملء قمع إمهوف حتى علامة اللتر وترك العينة لمدة 45 دقيقة ثم تحريك العينة بواسطة قضيب زجاجي لتمكين المواد العالقة بالجدار من تمام الترسيب ثم ترك المحلول لمدة 15 دقيقة إضافية وقراءة حجم الراسب . ويتراوح تركيز المواد القابلة للترسيب بين 8-12 مليلتر/ لتر في مياه المجاري غير المعالجة وفي حدود 3 مليلتر / لتر في المياه المعالجة ابتدائية وأقل من 0.5 مليلتر/لتر في المياه المعالجة معالجة ثانوية.



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 . 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 التي تتحول عند درجة 350°م إلى أكسيد الماغنسيوم ، وثاني أكسيد الكربون . وتستخدم اختبارات التطاير على المواد الصلبة في مياه الصرف الصحي لقياس ثباتها البيولوجي .

(13) المواد العضوية :

تحتوى مياه الصرف الصحي (المتوسط) على 75% من المواد العالقة ، و40% من المواد الذائبة ذات طبيعة عضوية . والمجموعات الرئيسية العضوية التي تتواجد في مياه الصرف الصحي هي البروتينات (40-60%) ، والكربوهيدرات (25-50%) ، والزيوت والشحوم (10%) ، بالإضافة إلى اليوريا التي لا تتواجد سوى في مياه الصرف الحديثة .

كما تتواجد بعض المركبات العضوية الصناعية التي تتراوح بين البسيط والمعقد في التركيب .

يقاس المحتوى العضوي للمياه باستخدام :

- (أ) (BOD) الأكسجين الحيوي الممتص .
- (ب) (COD) الأكسجين الكيميائي المستهلك .
- (ج) (TOC) الكربون العضوي الكلي .
- (د) (TOD) الأكسجين الكلي المستهلك .

(أ) الأكسجين الحيوي الممتص خلال 5 أيام ، من أهم الاختبارات التي تجرى لقياس التلوث العضوي لمياه الصرف 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 (13) .

جدول رقم (13)

طرق تخفيف عينات المياه المستخدمة في اختبار الأكسجين الحيوي الممتص

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

ويضاف إلى مياه التخفيف بكتريا (Seeded) مناسبة للمساعدة على تحليل المواد العضوية . ولا يلزم إضافة هذه البكتريا لمياه الصرف الصحي لحتوائها على قدر كافى 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 :

$$\text{BOD (mg / L)} = \left[(\text{DO}_b - \text{DO}_i) \frac{100}{\%} \right] - (\text{DO}_b - \text{DO}_s)$$

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

$$\text{BOD (mg/L)} = \left[(\text{DO}_b - \text{DO}_i) \frac{\text{Vol. of bottle}}{\text{mL of Sample}} \right] - (\text{DO}_b - \text{DO}_s)$$

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 في العينة غير المخففة .

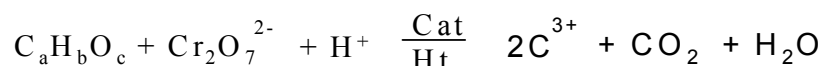
وعندما تقترب قيمة DO_s من قيمة DO_b ، أو عندما تكون قيمة BOD أكبر من 200 ملليجرام/لتر ، فإن الجزء الثاني من المعادلتين يمكن إهماله .

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

وتقاس BOD بالمعمل باستخدام :

1. Warburg Resirometer .
2. مجس الأكسجين Oxygen Probe .
3. خلية تحليل كهربائي Electrolysis .

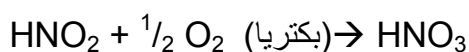
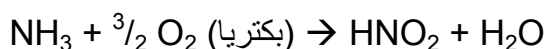
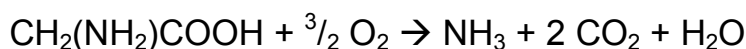
(ب) يعتبر اختبار الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) مؤشراً لمحتوى مياه الصرف ، من المواد العضوية ، وهو يقدر بحساب الأكسجين اللازم لأكسدة المركبات العضوية بمادة مؤكسدة قوية غير عضوية في وسط حامضي . ويستخدم عادة ثاني كرومات البوتاسيوم لهذا الغرض . وتجرى عملية الأكسدة عند درجة حرارة عالية في وجود عامل محفز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



ويستخدم هذا الاختبار في قياس المحتوى العضوي للصرف الصناعي والادمي . وفي العادة فإن قيم COD تكون أكبر من قيم BOD . ويمكن إيجاد علاقات بين قيمتي COD و BOD لأنواع مختلفة من مياه الصرف . وهذا له قيمة كبيرة ، حيث أن تجارب COD لا تستغرق سوى 3 ساعات تقريباً في حين تستغرق تجارب BOD خمسة أيام .

وحيث أن المركبات العضوية تحتوي على الكربون – الهيدروجين – الأكسجين – النيتروجين ، فإنه يمكن حساب القيم النظرية للأكسجين المستهلك إذا عرف المركب المستخدم . وتلك القيم تصلح عندما تستخدم هذه المواد كمواقياسية .

فعلى سبيل المثال يمكن حساب (ThOD) لمركب الجليسرين $CH_2(NH_2)COOH$ بحساب الأكسجين اللازم لتحويل هذا المركب إلى نواتج الأكسدة النهائية ، فيحسب أولاً ما يلزم الكربون من الأكسجين ليتحول إلى ثاني أكسيد الكربون ، ثم يحسب ما يلزم الناتج النيتروجيني من الأكسجين للتحويل إلى نترات .



وعليه ، فإن الأكسجين المستهلك النظري هو 3.5 مول لكل مول من الجليسرين أى :

$$112 = 32 \times 3.5 \text{ جم أكسجين / مول جليسرين}$$

ج- ويستخدم اختبار الكربون العضوي الكلي (TOC) في تقدير كمية قليلة من المواد العضوية ، ويجرى هذا الاختبار بحرق كمية من المادة في فرن عند درجة حرارة مرتفعة في وجود عامل

محفز ، وقياس ثاني أكسيد الكربون الناتج باستخدام محلل لطيف الأشعة تحت الحمراء ، ويجب تحميص 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 البلاطين 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 .

ويصعب مقارنة BOD بالعوامل الأخرى ، وذلك للصعوبات التى تصاحب هذا القياس . وفى مياه صرف صحي عادية فإن نسبة $\frac{BOD}{COD}$ تتراوح بين 0.4 إلى 0.8 .

(14) 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 مياه الصرف 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 . ووجود الأنواع الأخرى من البكتريا .

مياه الصرف الصحي العينات والمعايير القياسية Sampling and Standard On Wastewater

الملحقات Annex

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعي - كلية العلوم
جامعة عين شمس
July 2008

Annex 1

الملحق الأول

التجارب المعملية

ملحق (1)

التجارب المعملية

تجربة (1):

تجميع عينة من المياه الداخلة ومن أحواض المعالجة وتسجيل البيانات

تجربة (2):

تجميع عينة مفردة وأخرى مركبة

تجربة (3):

قياس الرقم الهيدروجيني لعينة من أحواض المعالجة

تجربة (4):

قياس درجة حرارة المياه في أحواض المعالجة

تجربة (5):

قياس التوصيل الكهربى في أحواض المعالجة

تجربة (6):

قياس الأكسجين المذاب في أحواض المعالجة

pH Value

(Electrometry)

Principle :

The pH of a water sample is determined by the measurement of a voltage produced between an electrode responsive to hydrogen ions (glass electrode) and a reference electrode (usually calomel electrode) when both are immersed in the sample . A difference of 1 pH unit produces a potential change of 58.16 mV at 25°C . The pH-meter is calibrated to read a pH-value directly .

Equipment:

- (1) pH-meter (accuracy 0.1 pH units).
- (2) Combined glass/calomel, or glass/silver- silver chloride electrode.
- (3) Magnetic stirrer.
- (4) Teflon-coated stirring bar.

Reagents:

- (1) Standard pH buffer solutions (pH 4, 7 and 9).
- (2) Bidistilled water.
- (3) Soft tissue paper.

Procedure:

- (1) Rinse the electrode(s) with bidistilled water and dry by gentle wiping with a soft tissue paper. This should be done each time before applying the electrode to a new buffer solution or sample.
- (2) If manual temperature compensation is provided, adjust it to the temperature of the buffer or sample to be measured.
- (3) Calibrate the instrument by immersing the rinsed electrode(s) in a buffer solution of pH 7 and set the meter to read 7.00 by adjusting the asymmetry control.
- (4) Rinse the electrode and repeat using a buffer solution of pH 4 or pH 9. Select the possibility which is coming closest to the pH of the sample to be measured.
- (5) Adjust the reading to the appropriate number by the slope control and discard the portions of the buffer used in the calibration.
- (6) Immerse the rinsed combination glass electrode and temperature corrected electrode in the unknown sample solution and take a reading after 30 seconds.
- (7) Express the results to the nearest 0.1 pH unit. The temperature of the sample at the time of pH measurement should be indicated.

Precautions:

- (1) Before making any measurement, rinse the electrodes with bidistilled water and dry with tissue paper.
- (2) Always adjust the instrument to the temperature of the sample.

- (3) Ensure an adequate level of filling solution in the reference electrode.
- (4) For storage, always keep the electrode(s) in bidistilled water, never allow them to dry out.
- (5) Preferable the pH of any sample should be established at the sampling site, or as soon as possible after taking the sample.
- (6) No chemical preservation of the sample is permissible.
- (7) In case salinity is high, a sodium ion error at pH 10 and above has to be compensated.

References:

- USEPA “Methods For Chemical Analysis of Water and Wastes”, Ohio, 1983 (Method 150.1).
- “Standard Methods for Examination of Water and Wastewater”, 19th Edition, American Public Health Association, Washington 1995 (Method 4500-H⁺).

Conductivity (Electrometry)

Principle:

Conductivity is the measure of the ability of a water sample to conduct an electric current . It is proportional to the ionic strength of the water . This mostly depends upon the nature of the various dissolved ionized substances , their actual and relative concentrations , and temperature . The standard unit of electrical conductivity is the Siemens per meter ($1 \text{ S/m} = 10 \text{ milli-mho/cm}$) . In order to avoid the expression of results in small decimal fractions , a smaller unit , the milli-Siemens per meter ($1 \text{ mS/m} = 10 \text{ } \mu\text{mhos/cm}$) is generally used .

Equipment :

(1) Conductometer.

(2) Conductivity cell . The cell constant is determined by using a standard solution (e.g. 0.01 N KCl : see table) , or by comparison with a cell of accurately known response.

(3) Thermometer : Capable of reading to the nearest of 0.1°C and covering the range 20 to 30°C .

Table: Conductance of potassium chloride solutions at 25°C

Concentration of KCl ,(Moles)	Conductivity (mS/m)	Equivalent Conductivity (mS/m/Mole)
1.0	11187	111.87
0.1	1290	128.96
0.01	141.3	141.27
0.001	14.7	146.95
0.0001	1.49	149.43

Reagents :

(1) Conductivity water : This water is used for the preparation of all the standard solutions . Double distilled water must be boiled for ten minutes and allowed to cool just before use. The conductivity of this water should be less than 0.1 mS/m.

(2) Standard potassium chloride solution (0.01 N) : Dissolve 745.6 mg of anhydrous KCl in conductivity water , and make up to 1000 ml at 25°C. This is the standard reference solution having a conductivity of 141.3 mS/m or 1413 μ mho/cm . Store this solution in a glass stoppered Pyrex bottle.

Procedure :

(1) Calibration :

Rinse the conductivity cell with at least 3 portions of 0.01 N HCl solution . Adjust the temperature of a 4th portion to $25.0 \pm 0.1^\circ\text{C}$. Measure the resistance of this portion , and note the exact temperature corrected conductivity of the calibration solution with the following equation :

Temperature corrected conductivity of 0.01 N KCl

$$(\text{mS/m}) = \frac{141.3 \text{ mS/m}}{1 + 0.0191 (t-25)}$$

or

Temperature corrected conductivity of 0.01 N KCl

$$(\mu\text{mho/cm}) = \frac{1413 \mu\text{mho/cm}}{1 + 0.0191 (t-25)}$$

After checking the units selector of the meter , adjust the cell constant control to produce a reading of the calculated conductivity.

(2) Conductivity measurement :

Rinse the cell with distilled water followed by a portion of the sample. If possible, sample should be at a temperature of 25 ± 0.1 °C. If the sample temperature is not 25°C, note the exact temperature. Make reading on the conductivity of the sample .

Calculations:

Recalculate the conductivity of the sample at precisely 25°C with the following formula :

Conductivity of sample at 25 °C =

Conductivity reading (mS/m or $\mu\text{mho/cm}$)

$$1 + 0.0191 (t - 25)$$

Express the results in milli-Siemens per meter (mS/m) at an exact temperature of 25°C.

Precautions:

- (1) When electrodes are not being used always keep them in water.
- (2) Always record the temperature and apply temperature correction.
- (3) The final conductivity results mainly depend on the cell calibration.
- (4) Always use conductivity water for preparing standards .
- (5) Conductivity measurements should be made on the spot or as soon as possible.
- (6) No chemical preservation of samples is permissible.
- (7) Cells with platinum electrodes should be replatinized whenever erratic readings are produced.

References:

- USEPA “Methods For Chemical Analysis of Water and Wastes”, Ohio, 1983 (Method 120.1).
- “Standard Methods for Examination of Water and Wastewater”, 19th Edition, American Public Health Association, Washington 1995 (Method 2510 B).

Temperature (Thermometry)

Principle:

Temperature measurements may be made with any good mercury-filled Celsius thermometer. As a minimum, the thermometer should have a scale marked for every 0.1°C, with markings etched on the capillary glass. The thermometer should have a minimal thermal capacity to permit rapid equilibration.

Equipment:

Mercury thermometer, or thermophone, or thermistore.

Procedure:

- (1) Make readings with the thermometer immersed in water long enough to permit complete equilibration.
- (2) Report results to the nearest 0.1°C or 1.0°C, depending on need.
- (3) Depth temperature required for limnological studies may be measured with a reversing thermometer.

Calculations:

Correct readings of reversing thermometers for changes due to differences between temperature at reversal and temperature at time of readings. Calculate as follows:

$$T = [(T^1 - t) (T^1 + V_o)] / K \times 1 + [(T^1 - 1) (T^1 + V_o)] / K + L$$

Where:

T = correction to be added algebraically to uncorrected reading.

T^1 = uncorrected reading at reversal.

t = temperature at which thermometer is read.

V_o = volume of small bulb end of capillary up to 0°C .

K = constant depending on relative thermal expansion of mercury and glass (usual value of $K= 6100$), and

L = calibration correction of thermometer depending on T^1 .

If series observations are made it is convenient to prepare graphs for a thermometer to obtain T from any values of T^1 and t .

Precautions:

(1) Periodical check of the thermometer against a precision thermometer certified by the National institute of Standards and Technology (NIST).

(2) Metals case is used to prevent breakage during field operation.

References:

- USEPA “Methods For Chemical Analysis of Water and Wastes”, Ohio, 1983 (Method 170.1).
- “Standard Methods for Examination of Water and Wastewater”, 19th Edition, American Public Health Association, Washington 1995 (Method 2550 B).

Dissolved Oxygen

(Visual Titrimetry)

Principle :

Iodometry (Winkler titration) , one of the analytical methods for DO , is a precise and reliable titrimetric procedure . The analysis is based on the addition of a divalent manganese solution to the sample in a BOD glass-stoppered bottle , followed by strong alkali . The DO present , rapidly oxidizes an equivalent amount of the dispersed divalent manganous hydroxide to a higher oxidation state (brownish/orange in color) . This brownish-orange color indicates the presence of oxygen . In the presence of iodide and on subsequent acidification , the higher manganese hydroxide revert to the divalent state , while liberating an amount of iodine equivalent to the original dissolved oxygen content of the sample . The iodine liberated is titrated with a standard solution of sodium thiosulfate using starch as an indicator .

Equipment :

- (1) 300 ml calibrated bottles equipped with a narrow neck and fitting ground-glass stoppers .
- (2) Pipettes , burettes , and conical flasks .

Reagents :

(1) Manganous sulfate solution : Dissolve 480 g $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 400 g $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, or 364 g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in distilled water . Filter and dilute to 1 liter . This manganous sulfate solution should not give a color with starch when added to an acidified solution of potassium iodide .

(2) Alkali-iodide-azide reagent : Dissolve 500 g NaOH (or 700 g KOH) , and 135 g NaI , (or 150 g KI) in distilled water and dilute to 1 liter . Add 10 g sodium azide (NaN_3 dissolved in 40 ml distilled water) . Potassium and sodium salts may be used interchangeably . This reagent should not give color with starch solution when diluted and acidified .

(3) Sulfuric acid : Concentrated H_2SO_4 . One milliliter is equivalent to about 3 ml of alkali-iodide-azide reagent.

(4) Starch indicator : Make a smooth paste of 5 g soluble starch in cold water and pour this into 1 liter boiling water with constant stirring . Boil for one minute and allow to cool before use . Use clear supernatant . Preserve with 1.25 g of salicylic acid or by adding a few drops of toluene .

(5) Sodium thiosulfate stock solution (0.25 N): Dissolve 63 g of sodium thiosulfate pentahydrate , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in 1 liter copper free boiled and cooled distilled water . Add 5 ml chloroform or 2 g NaOH as preservative .

(6) Potassium biiodate (0.0125 N) : Dissolve 0.8248 g of potassium biiodate $[\text{KH}(\text{IO}_3)_2]$, previously dried at about 120°C , in distilled water and dilute to 1 liter. The solution is stable for a long period if stored in glass-stoppered bottle .

(7) Standard sodium thiosulfate titrant (0.025 N) : Dilute the stock sodium thiosulfate solution to obtain 0.025 N (100 ml of stock 0.25 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ diluted to 1000 ml with distilled water) . Standardize this diluted solution daily . Pipette 20 ml of 0.0125 N potassium iodate into a conical flask containing about 100 ml of distilled water . Add 2 ml of concentrated H_2SO_4 followed by about 2 g of potassium iodide solid . Titrate immediately against sodium thiosulfate 0.025 N , using starch as indicator . Apply concentration correction in the calculation. When the solutions are of equal strength, 20 ml of 0.025 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ is consumed . If not, adjust the thiosulfate solution to 0.025 N.

Procedure:

(1) Fill the bottle without turbulently exposing the sample to the air , and put the appropriate stopper on .

(2) If the sample contains ferrous iron , add 0.7 ml of concentrated H_2SO_4 , followed by 1 ml of a 0.61% solution of potassium permanganate (KMnO_4) , and 1 ml of a 40% solution of potassium flouride (KF) to the sample bottle , stopper and mix by inversion . The amount of permanganate added should be just sufficient to obtain a violet tinge that persists for 5 minutes . Remove the excess permanganate by adding 0.5 to 1.0 ml of 2 % potassium oxalate solution ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) . Mix well and let stand in the dark for 10 minutes to facilitate the reaction . Excess oxalate causes low results , therefore add only an amount of oxalate that completely decolorizes the potassium permanganate in the above mentioned period .After applying this modification the usual method should be followed.

(3) As soon as possible , remove the stopper and add 2 ml manganese sulfate followed by 2 ml alkali-iodide-azide reagent, while dipping the separate pipettes a little below the surface.

- (4) Stopper carefully to exclude air bubbles and thoroughly mix the contents. To attain this invert the bottle at least 15 times.
- (5) Allow the precipitate to settle to the lower one-third of the bottle, repeat the mixing and allow the precipitate to settle completely leaving a clear supernatant liquid.
- (6) Add 2 ml of concentrated H_2SO_4 immediately after removing the stopper. Restopper, and mix by gentle inversion until all the precipitate dissolves, if it does not, allow to stand for a few minutes and repeat the mixing.
- (7) Pipette 203 ml of sample for titration (3 ml extra to account for 4 ml of the reagents, manganous sulfate and alkali-iodide-azide added to the 300 ml of sample) in a conical flask, and immediately titrate the liberated iodine with the standard 0.025 N thiosulfate solution to a pale yellow straw color. Add 2 ml starch solution (giving a blue color). Continue the titration till the first disappearance of the blue color. Disregard subsequent recoloration due to the catalytic effect of nitrite or ferric salts.

Calculations :

The results are calculated according to :

$DO, (mg/L) = \text{ml of } 0.025 \text{ N sodium thiosulfate consumed for titration of } 203 \text{ ml sample.}$

If the results are desired in milliliters of oxygen per liter at $0^\circ C$ and 760 mm pressure, multiply mg/L DO by 0.698.

Precautions :

(1) It must be remembered that iodine is volatile and therefore the titration must be carried out as fast as possible and with the minimum of exposure to the air .

(2) Don't use synthetic detergents for washing the DO bottles .
Normally , the bottles are kept clean by the acidic iodine solution of the winkler procedure and require no further treatment except thorough rinsing with tap water. New bottles should be cleaned with 5 N sulfuric or hydrochloric acid and then rinsed thoroughly with tap water .

(3) Before taking the sample , rinse the sample bottle with the sample.

(4) The bottle should be completely filled with the sample. Remove bubbles by tapping the neck of the bottle with the stopper.

(5) Fix the DO on the site by adding manganous sulfate and alkali-iodide-azide solution, after the permanganate pretreatment, if needed.

(6) The titration should be carried out as expeditiously as possible and with the minimum exposure to the air , so as to avoid any losses of iodine during titration.

(7) Avoid errors due to carelessness in collecting the sample, prolonging the completion of the test or due to any interference.

(8) Interference is caused by certain oxidizing agents which liberate iodine from iodides , such as ozone , chlorine , ferric compounds, manganese in tri or higher oxidation states , chromate, nitrate, persulfate, peroxides, etc., and by certain reducing agents which

reduce iodine to iodide (such as ferrous compounds, thiosulfate, readily oxidizable organic matter, nitrite, etc.). Some organic compounds hinder the settling of the precipitate , and some interfere in the color of the starch endpoint . An oxygen meter may be used in these cases.

References:

- USEPA “Methods For Chemical Analysis of Water and Wastes”, Ohio, 1983 (Method 360.2).
- “Standard Methods for Examination of Water and Wastewater”, 19th Edition, American Public Health Association, Washington 1995 (Method [4500-O(C)]).

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, specially 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 tap water and 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 technician 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 unrepresentativeness 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 freeze 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 O₂ 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,) that 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 contain a sterilized bottle or contain a preservative.
- (8) Obtain the required sample volume for field tests, 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 field 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 site, stakes, buoys or landmarks for location description.

Observation - Based Samples :

Field 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 series 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 varies 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, public 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 disturbed.

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 and downstream from a tributary. Downstream sites should be located far enough below entry of discharge or tributary to allow thorough 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 streams 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 down stream 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 shellfish - 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.

Public 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 Zooplankton.

(Plant) Phytoplankton : Microscopic algae and bacteria.

(Animal) Zooplankton : Protozoa.

General Consideration :

- (1) Locate sampling station as near as possible to those selected for chemical and bacteriological sampling to ensure maximum correction of findings.
- (2) Establish a sufficient number of station in as many location as necessary to define adequately the kinds and quantities plankton in the waters studied.
- (3) In stream and river work, locate stations upstream and down stream from suspected pollution sources.
- (4) If possible locate stations on both sides of the rivers because lateral mixing river water may not occur for great distance downstream.
- (5) 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.
- (6) 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.
- (7) Collection off-shore marine samples at intervals of 3m or more throughout the euphotic zone and to the bottom if zooplankton are to be included.
- (8) 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.

Annex (1)

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
Chlorine, residual	P,G,	500	g	Analyze immediately	0.5 h/stat
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 colorimetry	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 ₂ SO 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 ₂ SO 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 ₂ SO 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.
Phenols	P,G,	500	g,c	Refrigerate, add	28 d

				H ₂ SO ₄ to pH<2.	
Organics purgeables	G,TFE - lined cap	2x40	g	Refrigerate, add HCl to pH<2, add 1000 mg ascorbic acid/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 ₄ OH 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.	

مياه الصرف الصحي العينات والمعايير القياسية Sampling and Standard on Wastewater

الماده المقدمه
Presentation

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعي - 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 الصرف الصحي
العينات والمعايير القياسية
Sampling and Standard on
Wastewater

المادة المقدمة-خطه الدرس
Lesson plane-Presentation

أ.د. سعد السيد محمد حسن (D.Sc.)
مدير المعمل المرجعي - 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

أولاً: نظرة عامة على البرنامج التدريبى الطرق القياسية لجمع عينات مياه الصرف الصحى)

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

ثانياً: خطة التدريس بالدورة التدريبية الطرق القياسية لجمع عينات مياه الصرف الصحى

1. أهداف الدورة
2. موضوعات الدورة
3. مدة الدورة
4. البرنامج الزمنى للدورة

أولاً: نظرة عامة على البرنامج التدريبي الطرق القياسية لجمع عينات مياه الصرف الصحى

1. الهدف العام للدورة التدريبية

اختبارات مياه الصرف الصحى لمعرفة مكوناتها وطبيعتها قبل الدخول الى محطات المعالجة وكذلك بعد معالجتها هـى الوسيلة للتحقق من صلاحية عملية المعالجة. وتهدف الدورة الى رفع كفاءة العاملين بمحطات الصرف الصحى وتزويدهم بالجديد من المعلومات والخبرة والمهارات فى مجال جمع و تحاليل مياه الصرف وذلك بلبتباع الطرق القياسية فى جمع وتقدير مكونات مياه الصرف وسوف تهتم الدورة بالتركيز على توضيح الطرق والاحتياطات اللازم مراعاتها للحصول على عينات صحيحة ممثلة لنوعية المياه حتي يمكن الاطمئنان والحصول على النتائج الصحيحة. وسيتم استعراض الطرق المختلفة الممكن اتباعها وسنصل فى النهاية الى أنسب الطرق الممكن مراعاتها لتوحيد طرق اختبار المياه على مستوى المعامل المركزية والتي لها دور اساسى فى عمليات تقييم اداء محطات المعالجة.

2. المجموعة المستهدفة

العاملين بالمعامل المركزية لشركات المياه ال تابعة للشركة القابضة لمياه الصرف الصحى.

3. عدد المتدربين

يبلغ عدد المتدربين المقدر لحضور الدورة ما بين 20 – 22 متدرب من المعامل المركزية

4. منهجية التدريب

تعتمد منهجية التدريب بالدورة على عدة اسس يكون الهدف الرئيسى منها توصيل المعلومة بسهولة ويسر للمتدرب ولذلك ضمان المشاركة الفعالة من المتدربين أثناء جلسات التدريب والتأكد من الفهم الكامل لمحتويات وموضوعات الدورة والتدريب العملى والشخصى على الموضوعات التى سنتناولها الدورة.

هذا ويمكن تلخيص المنهجية المتبعة فيما يلى:

- **المحاضرات:** التى يلقىها المدرب ذا الخبرة بهدف توصيل أحدث المعلومات 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 الصرف الصحى.
- **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 هذه المناقشات الفرصة لتبادل الآراء وتوجيه الأسئلة و الحصول على معلومات جديدة كما إنه يتم من خلالها نقل المعارف والخبرة العملية والنظرية من المدرب إلى المتدربين ونصحيح المفاهيم غير الصحيحة 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:** 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 الصرف والمواصفات الحديثة الحاكمة والمعمول بها فى مصر وعلى المستوى الدولى فى مجال مياه الصرف.
- **فى نهاية الدورة يتم تقييم الحاضرين من خلال اختبار تحريرى فى مواد الدورة.**

5. مساعداات 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
والمدرّب لتسمح بسهولة حركة المدرّب وإمكانية وصوله 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 الصرف الصحى

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 صرف ممثلة للواقع الفعلى للتحليل .
- يجمعون عينات خطافية ومركبة ومستمرة.
- يختارون العبوات والمواد الحافظة المناسبة.
- يجمعون الحجوم المناسبة والكافية للتحاليل.
- يعرفون كيفية تنظيف العبوات بالطرق السليمة طبقا لكل نوع من التحاليل.
- يعرفون دورية تجميع العينات والاقوات المناسبة.
- يعرفون كيفية اعداد تقارير تسلسل الحيازة.
- يعرفون الطرق القياسية لقياس بعض المعايير مثل الرقم الايدروجينى والتوصيل الكهربى ودرجة الحرارة والأكسجين المذاب فى المحطات.
- يعدون خطط ضبط وتأكيد جودة جمع وتحليل عينات مياه الصرف.
- يعرفون كيفية معايرة أجهزة القياس والجمع.
- يعرفون المعايير المحلية والدولية لنوعية مياه الصرف الصحى.
- يعرفون القوانين المصرية المتعلقة بالصرف على أنواع المسطحات المائية وشبكات الصرف الصحى .
- يعرفون المعايير الفيزيائية والكيميائية والبيولوجية لتقييم مياه الصرف الصحى.
- يعرفون طرق اعداد التقارير المتكاملة عن جمع وتحليل مياه الصرف الصحى.

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 الصرف الصحى.
- طرق حفظ عينات مياه الصرف 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 وتأكد جودة جمع وتحليل عينات مياه الصرف الصحى.
- مصادر الأخطاء فى جمع وتحليل عينات مياه الصرف الصحى.

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
الأول	جلسة الافتتاح	9 – 9.30	إستقبال و تسجيل المشاركين فى الدورة	
	الجلسة الأولى	11.30-9.30	نوعية مياه الصرف والقوانين المصرية	- المعايير المحلية والدولية لنوعية مياه الصرف الصحى - الصرف على المسطحات المائية
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الثانية	2.30-12.00	طرق تجميع وحفظ مياه الصرف الصحى	- أهداف خطة جمع العينات - أنواع القياس
	الجلسة الثالثة	4.00-2.30	متطلبات الجودة لتجميع وقياس مياه الصرف	خطة الجمع – دورية القياس – حفظ العينات – الحجم العبوات
اليوم الثانى	الجلسة الرابعة	11.30-9.00	المستندات والسجلات والتقارير الخاصة بتجميع وتحليل مياه الصرف	سجلات تسلسل الحيازة وجمع العينات وطلب التحاليل ونتائج التحاليل والتقارير
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الخامسة	2.30-12.00	نظام الجودة الداخلى فى تجميع وتحليل مياه الصرف	- عناصر ضبط وتأكيد الجودة - اعداد خطة ضبط وتأكيد جودة تجميع وتحليل مياه الصرف
	الجلسة السادسة	4.00-2.30	تقييم نوعيه مياه الصرف	نوعية مياه الصرف ودلائل معالجتها

اليوم الثالث	الجلسة السابعة	11.30-9.00	تمارين على ضبط وتأكد جودة جمع وتحليل مياه الصرف	• تحضير عينات الغفل وعينات مياه الصرف للتحليل الكيميائي والفيزيائي والبيولوجية
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الثامنة	2.30-12.00	مصادر الخطأ فى تجميع وتحليل مياه الصرف	• تقييم جودة النتائج ومصادر الأخطاء فى الجمع والتحليل
	الجلسة التاسعة	4.00-2.30	الاطار العام للطرق المستخدمة فى تقييم مياه الصرف ودلالاتها	• المعايير المستخدمة فى تقييم مياه الصرف ودلالاتها وطرق الاستفادة منها فى محطات الصرف الصحى
اليوم الرابع	الجلسة العاشرة	11.30-9.00	تجارب عملية على تجميع مياه الصرف بالطرق القياسية	• استخدام الطرق اليدوية والاجهزة فى جمع مياه الصرف
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الحادية عشر	2.30-12.00	تجارب عملية على تقدير الأكسجين المذاب – درجة الحرارة – العكارة لمياه الصرف	• استخدام أجهزة القياس والطرق القياسية لقياس بعض المعايير لمياه الصرف
	الجلسة الثانية عشر	4.00-2.30	تجارب عملية على تقدير الرقم الهيدروجينى والتوصيل الكهربى لمياه الصرف	• استخدام أجهزة القياس والطرق القياسية لقياس بعض المعايير لمياه الصرف
اليوم الخامس	الجلسة الثالثة عشر	11.30-9.00	معايرة أجهزة جمع وقياس مياه الصرف	• الطرق القياسية فى معايرة أجهزة الجمع والقياس
		12.00-11.30	استراحة	
	الجلسة الرابعة عشر	2.00 – 11.00	مناقشة عامة وحلول لمشاكل تجميع وتحليل مياه الصرف	
	الجلسة الخامسة عشر	5.30 – 3.00	اختبار تحريرى	



نوعية ومواصفات مياه الصرف الصحي والتشريعات المصرية

Seite ١



الخصائص العامة لمياه الصرف الصحي

- يعرض الجدول رقم (١) أهم الملوثات المحتمل تواجدها فى شبكات المجاري .
والمعروف أن المخلفات العضوية التى تنتج عن فرد واحد فى اليوم تكافئ ما
مقدراه ٥٤ جم من الأكسجين الحيوي الممتص ويعرف بمكافئ التعداد
(Population equivalent) .
- وتحتوى مياه الصرف الصحي علي مركبات نيتروجينية وفسفورية وبعض المعادن
الثقيلة والعناصر غير العضوية وبقايا الكربوهيدرات والبروتينات والدهون . ويبين
الجدول رقم (٢) نتائج تحليل عينات من مياه الصرف الصحي .

Seite ٢



جدول رقم (١) أهم الملوثات المحتمل تواجدها بشبكات المجاري

سبب أهميتها	الملوثات
تؤدي المواد الصلبة العالقة إلى تكون رواسب الحمأة وحالات انعدام الهواء عند تصريف مياه الصرف الصحي في المسطحات المائية المحيطة .	المواد الصلبة العالقة
تتكون أساساً من البروتينات والكربوهيدرات والدهون . وتقاس المواد العضوية الحيوية القابلة للتحلل عادة بوحدة BOD (الأكسجين الكيميائي الممتص) . إذا تم تصريف مياه الصرف الصحي الغير معالجة في البيئة المحيطة فإن الاتزان الحيوي قد يؤدي إلى نضوب موارد الأكسجين الطبيعي وزيادة حالات التعفن .	المواد العضوية الحيوية القابلة للتحلل
الأمراض المعدية يمكن أن تنتقل بواسطة الكائنات العضوية الناقلة للأمراض الموجودة في مياه الصرف الصحي .	الكائنات المسببة للأمراض
إن اتحاد النيتروجين والفوسفور مع الكربون يكون موارد مغذية رئيسية لازمة للنمو . وعند تصريفها إلى المسطحات المائية المحيطة فإن هذه المواد المغذية تؤدي إلى نمو الكائنات المائية الغير مرغوب فيها . وعند تصريف كميات زائدة على الأرض فإنها أيضاً تؤدي إلى تلوث المياه الجوفية .	المواد المغذية

Seite ٣



جدول رقم (١) تابع أهم الملوثات المحتمل تواجدها بشبكات المجاري

سبب أهميتها	الملوثات
المركبات العضوية والغير عضوية المختارة على أساس معرفة أو توقع مدى تسببها في الإصابة بالسرطان أو التشوهات أو الأورام أو درجة سميتها الحادة العالية . والكثير من هذه المركبات موجود في مياه الصرف الصحي .	الملوثات الخطرة (ذات الأولوية)
هذه المواد العضوية تعمل على مقاومة الطرق التقليدية لمعالجة مياه الصرف الصحي . والأمثلة النموذجية تشمل المواد الحافظة للتوتر السطحي والفينول والمبيدات الزراعية .	المواد العضوية المقاومة للتحلل
تضاف المعادن الثقيلة عادة لمياه الصرف الصحي عن طريق الأنشطة الصناعية والتجارية ، وقد يتطلب الأمر إزالتها إذا كانت مياه الصرف الصحي سيعاد استخدامها .	المعادن الثقيلة
ترد المواد غير العضوية الأساسية مثل الكالسيوم والصوديوم والكبريتات إلى شبكة الصرف المنزلية كنتيجة لاستخدام المياه وقد يستلزم الأمر إزالتها إذا كانت مياه الصرف الصحي سيعاد استخدامها .	المواد غير العضوية المذابة

Seite ٤



جدول رقم (٢) التحليل الكيميائي لعينات من مياه الصرف الصحي

التركيز (مجم/لتر)			الاختبار
ضعيف	متوسط	قوى	
٣٥٠	٧٠٠	١٢٠٠	المواد الصلبة الكلية
٢٥٠	٥٠٠	٨٥٠	المواد الصلبة الذائبة الكلية
١٤٥	٣٠٠	٥٢٥	المواد الصلبة الذائبة الثابتة
١٠٥	٢٠٠	٣٢٥	المواد الصلبة الذائبة المتطايرة
١٠٠	٢٠٠	٣٥٠	المواد العالقة الكلية
٣٠	٥٠	٧٥	المواد العالقة الثابتة
٧٠	١٥٠	٢٧٥	المواد العالقة المتطايرة
٥	١٠	٢٠	المواد المترسبة (ملليمتر/لتر)
١٠٠	٢٠٠	٣٠٠	الأكسجين الحيوي الممتص
١٠٠	٢٠٠	٣٠٠	الكربون العضوي الكلي
٢٥٠	٥٠٠	١٠٠٠	الأكسجين الكيميائي المستهلك

Seite ٥



تابع جدول رقم (٢) التحليل الكيميائي لعينات من مياه الصرف الصحي

التركيز (مجم/لتر)			الاختبار
ضعيف	متوسط	قوى	
٢٠	٤٠	٨٥	النيتروجين الكلي
٨	١٥	٣٥	النيتروجين العضوي
١٢	٢٥	٥٠	الأمونيا الحرة
صفر	صفر	صفر	النيتريت
صفر	صفر	صفر	النترات
٦	١٠	٢٠	الفوسفور الكلي
٢	٣	٥	الفوسفور العضوي
٤	٧	١٥	الفوسفور غير العضوي
٣٠	٥٠	١٠٠	الكلوريد
٥٠	١٠٠	٢٠٠	القلوية (كربونات كالمسيوم)
٥٠	١٠٠	١٥٠	الشحوم

Seite ٦



الموصفات والمعايير الواجب توافرها في المخلفات السائلة
قبل صرفها علي شبكة الصرف الصحي
(قرار وزير الإسكان والمجتمعات العمرانية رقم ٤٤ لسنة ٢٠٠٠)

الاختبار	الحدود القصوى (ملليجرام/ لتر ما لم يذكر غير ذلك)
درجة الحرارة	٣٤°م
الأس الأيدروجيني	٦ - ٩.٥
المواد العالقة	٨٠٠
الأكسجين الحيوي الممتص	٦٠٠
الأكسجين الكيميائي المستهلك (دايكرومات)	١١٠٠
الكبريتيدات (كب)	١٠
السيانيد	٠.٢
فوسفور كلي	٢٥
نيتروجين كلي	١٠٠
فينول	٠.٠٥

Seite ٧



تابع الموصفات والمعايير الواجب توافرها في المخلفات السائلة
قبل صرفها علي شبكة الصرف الصحي
(قرار وزير الإسكان والمجتمعات العمرانية رقم ٤٤ لسنة ٢٠٠٠)

الاختبار	الحدود القصوى (ملليجرام/ لتر ما لم يذكر غير ذلك)
المواد القابلة للترسيب ١٠ دقيقة	٨ سم ^٣
المواد القابلة للترسيب ٣٠ دقيقة	١٥ سم ^٣
كروم سداسي	٠.٥
كادميوم	٠.٢
رصاص	١
زنبق	٠.٢
فضة	٠.٥
نحاس	١.٥
نيكل	١.٠
قصدير	٢.٠
زرنخ	٢.٠
بورون	١.٠
زيوت وشحوم	١٠٠

Seite ٨



طرق سحب وتجميع عينات المياه وحفظها

Seite 9



العينات الممثلة واختيار موقع أخذ العينات

- عند إجراء الفحص المعملى لمياه الصرف لا بد من الحصول على عينات صحيحة تمثل الوضع الحقيقى للمياه حيث أن طريقة جمع العينات ونوعها يؤثر تأثيرا بالغا على نتائج التحاليل.

- ويعتمد برنامج جمع العينات واختبارها فى محطات المعالجة على الغرض من التحاليل المطلوبة بهدف تتبع أنظمة التشغيل بالمحطة ومراقبة عمليات المعالجة و اتخاذ احتياطات وقائية بالمحطة ويبين جدول (٤) وجدول (٥) تكرارية ونوعية الاختبارات التى تجرى على الصرف فى محطات المعالجة .

Seite 10



جدول (٥) أنواع ومعدل الاختبارات لمياه الصرف في محطات المعالجة

الاختبارات	المعدل	المكان
الاكسجين المذاب (DO)	يوميًا	الداخل للمحطة - الخارج من المروق الابتدائي - الخارج من المرشح - الخارج من المحطة
المواد الصلبة القابلة للتسريب	يوميًا	الداخل - بعد فاصل الرمل - الخارج من المروق الابتدائي - الخارج من المحطة
الرقم الهيدروجيني pH	يوميًا	الداخل - الخارج من المروق الابتدائي - الخارج من المحطة
درجة الحرارة	يوميًا	الداخل - الخارج من المروق الابتدائي
الاكسجين الحيوي المستهلك BOD	مره أسبوعيا	الداخل - بعد المروق الابتدائي - الخارج من المحطة
الاكسجين الكيميائي المستهلك COD	مرتين أسبوعيا	الداخل - بعد المروق الابتدائي - الخارج من المحطة
المواد الصلبة العالقة	ثلاث مرات أسبوعيا	الداخل - بعد المروق الابتدائي - الخارج من المحطة
الكلور المتبقى	يوميًا	الخارج من المحطة
بكتيريا المجموعة القولونية	مرة أسبوعيا	لخارج من المحطة

Seite ١١



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

- تجانس العينة حيث تؤخذ من المواقع التي تختلط فيها المياه ، ثم تمزج بطريقة متجانسة.
- عند أخذ عينات صرف من مواقع غير متجانسة فإن مستويات الملوثات تتفاوت ولا تمثل الحقيقة فتفاوت الكثافات للمكونات يؤدي إلي طفو بعض المكونات (زيوت مثلا) ، وإلي ترسب المواد العالقة . كما أن التفاعلات الكيميائية والبيولوجية الناشئة عن وجود الطحالب علي سطح المياه تسبب تغيرا ملحوظا في مستوى الأس الهيدروجيني في هذه العينة.
- اختيار مواقع مناسبة من حيث إمكانية قياس سرعة تدفق المياه وسهولة الوصول إليها.

Seite ١٢



خطة مراقبة وتأكيد الجودة في جمع العينات

- أ - معايير عامة لضمان الجودة .
- ب- منع تلوث العينات .
- ج- إجراءات حقلية لضبط الجودة .
- د- تجهيز العبوات (الأوعية) .



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 .
- استخدام الطرق السليمة لجمع العينات واستخدام أدوات نظيفة
- التأكد من ان العينات قد أخذت من أماكن مختلفة وفي أوقات مناسبة
- استخدام العبوات النظيفة والسدادات المناسبة للعنصر المراد تحليله



أ- معايير عامة لضمان الجودة

- استخدام المواد الحافظة السليمة والملائمة لحفظ العينات
- حفظ العينة بالتبريد أو تثبيت الرقم الايدروجيني وارسالها للمعمل فى أقرب فرصة
- تجنب تلوث العينات
- تجنب سحب أى مواد طافية عن طريق غمر فتحة اناء التجميع تحت مستوى الماء
- يجمع حجم مناسب من العينة يكفى لاجراء كافة التحاليل المطلوبة
- ضرورة اجراء بعض التحاليل الحقلية قبل ارسالها للمعمل لتجنب حدوث تغيرات كيميائية فمن الضرورى اجراء قياسات درجة الحرارة - الرقم الايدروجيني - الاكسجين الذائب فى موقع اخذ العينة حيث تتغير قيم هذه العوامل تغيرا كبيرا.
- ويراعى عند جمع العينات أن هناك نوعين من العينات

Seite ١٥



ب- منع تلوث العينات

- 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 نقلها إلى مكان نقل العينات .
- يجب أن تكون كل المواد الحافظة المستخدمة علي درجة عالية من النقاوة .

Seite ١٦



ب- منع تلوث العينات

- 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
- أغطية العبوات المستخدمة لتجميع العينات المطلوب تحليل مواد عضوية بها تغلف برفائق ألومنيوم أو شرائط تيفلون .
- القياسات الحلقية مثل قياس الأس الأيدروجيني ، ودرجة الحرارة ، وتركيز الكبريتيد يجب إجراؤها علي جزء منفصل من العينة ، يتم التخلص منه بعد إجراء القياس مباشرة.
- عدم لمس السطوح الداخلية للعبوات وأعطيتها باليد بعد الغسيل .

Seite ١٧



ب- منع تلوث العينات

- حفظ العبوات في مكان نظيف خال من الأتربة ، والأبخرة والميكروبات والتأكد من النظافة التامة للسيارة المستخدمة في نقل العينات .
- تجنب أبخرة الجازولين ونواتج احتراقه ، وأدخنة السجائر عند تجميع ونقل العينات للتحليل .
- حفظ كل الأجهزة ، والمعدات المستخدمة في تجميع العينات نظيفة مغلقة برفائق 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 .

Seite ١٨



ج - 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 مغلقة استعدادا لنقلها .



ج - إجراءات حقلية لضبط الجودة

- 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 مصنفة ، 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 .

• غسل العبوات ، وأغطيتها بمنظف صناعي لا يحتوى على فوسفات وباستخدام فرشاة نظيفة .

• غسل العبوات الزجاجية بحمض الكروميك .

• غسل العبوات بالماء العادي ، ثم المقطر ، ثم إمرار البخار بها .

• قلب العبوات لتصفية الماء وتجفيفها .

• تعقيم العبوات المستخدمة في تجميع عينات للفحص الميكروبيولوجي ، وذلك بحفظها في أوتوكلاف لمدة ٢٤ ساعة .



طريقة سحب العينات :

- تسحب العينة من موقع مناسب بحيث تكون ممثلة لطبيعة المياه على قدر المستطاع ، ومن مكان مناسب (مثلاً في 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 . ويراعى عند سحب العينة وضع فوهة الوعاء بعكس اتجاه تيار الماء . ولا تسحب العينة من السطح ولا من القاع . وبعد الإنتهاء من ملء الوعاء ، يجب إحكام غلقه بالسدادة ، ثم تغليف الفوهة بالشاش .

Seite ٢٣



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 في صندوق ثلاجة عند نفس الدرجة لمدة لا تزيد عن ٢٤ ساعة ، أو بوضعها في 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 .

Seite ٢٤



أنواع العينات :

١ - العينة المفردة او البسيطة:

- إذا كانت مياه المصدر ذات طبيعة متغيرة مثل مياه الصرف فتسحب أكثر من عينة مفردة على فترات مناسبة طبقاً لظروف تغير المصدر. ويتم جمعها في وقت محدد ومرة واحدة ومن مكان واحد ويتم جمع هذه العينات في الحالات الاتية :
- عندما يكون مكان أخذ العينة غير متجدد بصفة مستمرة
- عندما يكون المطلوب ملاحظة حالة غريبة في توقيت محدد
- عندما يجري الاختبار بصورة منتظمة وقصيرة المدى
- عندما تكون مواصفات المياه ثابتة ومستقرة خلال فترات ممتدة
- لتحديد تركيز وثبات السائل المخلوط أو الحمأة المنشطة الراجعة

Seite ٢٥



٢ - العينة المركبة :

- تسحب العينة المركبة لدراسة ظروف العينة في فترة تشغيل كاملة ، وهي عبارة عن تجميع لعينات مفردة او بسيطة يتم جمعها على فترات مناسبة (كل نصف ساعة أو ساعة) خلال فترة لا تتعدى ٢٤ ساعة من المكان المحدد عند النقطة التي يكون معدل التدفق ممثلاً تماماً لها ، ثم تخلط في 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 مليلتر ومنه إلى وعاء تجميع العينة .

Seite ٢٦



ويجب مراعاة حفظ العينات الجزيئية المجمعة ، وعند تمام تجميع العينات تخطط وتمزج جيداً حيث تمثل متوسط حالة المياه .

ولا تصلح هذه العينات لأجراء اختبارات على الاكسجين الذائب – درجة الحرارة – الرقم الايدروجيني – السيانيد – كبريتيد الايدروجين – الكلور الحر – الكبريتيت نظراً لسرعة تغير هذه العوامل .



بيانات العينة :

يجب تعريف كل عينة وذلك باستخدام لاصق مقاوم للرطوبة ولا يسهل إزالته تكتب عليه البيانات اللازمة الضرورية أثناء أخذ العينة كما يلزم 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 (مخلفات صرف صحي) .



بيانات العينة :

- درجة حرارة العينة وقت سحبها .
- درجة حرارة الجو وقت سحب العينة .
- نوع العينة (مفردة – مركبة) .
- الفترة بين العينات الجزئية في حالة العينة المركبة .
- المواد الحافظة التي أضيفت .
- طرق المعالجة أو التعقيم إذا كانت مستعملة ونسبة المواد المستخدمة في المعالجة أو التعقيم
- الفحص الظاهري للعينة (لون – رائحة – عكارة – رواسب) .
- الاختبارات المطلوب إجراؤها .
- الأساليب الإلزامية .
- اسم صاحب العينة وتوقيعه .



متطلبات الجودة في معامل تحاليل مياه الصرف الصحي



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 .

Seite ٣١



متطلبات إدارية :

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

Seite ٣٢



متطلبات الأفراد :

على المعمل :

- أن يكون لديه العدد الكافي من العاملين ذوى الخبرة والدراية الفنية الملانمة 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 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 .

Seite ٣٥



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 .

Seite ٣٦



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:

- ١) اسم وعنوان المعمل .
- ٢) اسم وعنوان العميل .
- ٣) تعريف بالطريقة المستخدمة .
- ٤) ترقيم محدد ووحيد للعينة التي أجرى لها تحاليل النتائج .
- ٥) التوقيعات اللازمة .



السجلات والتقارير وتسجيل النتائج



دفتر تدوين بيانات العينة في 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:



ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الآتية :

- 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 التي تمت:
- تاريخ المعايرة:

Seite ٤١



تقارير نتائج تحليل العينات

- رقم العينة:
- مصدر العينة:
- تاريخ تحليل العينة:
- التحليل:
- الطريقة المستخدمة:
- وحدة القياس :
- النتيجة :
- اسم المحلل :
- التوقيع:
- مراجعة :
- التوقيع:
- التاريخ:

Seite ٤٢



النتائج التفصيلية لتحليل العينات :

• رقم العينة:
• نوع العينة:
• تاريخ ووقت التحليل :
• حجم العينة المستخدمة (مليلتر) (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:
- الاحتياجات اللازمة والتدخلات:
- 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 في نماذج واضحة . والنماذج الجيدة هي التي تحتوى على تفاصيل النتائج التي يمكن الرجوع لها مستقبلاً . وهذه النماذج يجب أن تتضمن :
 - (١) التعريف بالعينة ومصدرها ووقت جمعها .
 - (٢) حجم العينة المستخدم في كل تجربة .
 - (٣) نوع الاختبار .
 - (٤) النتائج المرحلية لكل خطوة من خطوات التجربة .
 - (٥) اسم وتوقيع من قام بإجراء التحليل .
 - (٦) مرجع الطريقة المستخدمة .
 - (٧) طريقة حساب النتيجة .



تابع تسجيل النتائج :

- (٨) وبعد مراجعة النتائج تحفظ النماذج بترتيبها الزمني في ملفات خاصة يحتفظ بها لمدة ٥ سنوات على الأقل .
- (٩) 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 .
- ويمثل الجدول رقم (٨) نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص في عينة مياه صرف ، والجدول رقم (٩) نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم في عينة مياه ، والجدول رقم (١٠) نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي في عينة مياه .



جدول رقم (٦) نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص في عينة مياه

- تاريخ جمع العينة :
- تاريخ وضع العينة في الحضانة :
- تاريخ إخراج العينة :

رقم العينة			
رقم الزجاجاة			
التجربة الأولى	التجربة الثانية	التجربة الثالثة	حجم العينة
			نسبة التجفيف (٣٠٠/حجم العينة سم ^٣)
			الأكسجين المذاب المقاس في بداية التجربة (مجم/لتر)
			الأكسجين المذاب المقاس في نهاية التجربة (مجم/لتر)
			الأكسجين الممتص (مجم/لتر)
			الأكسجين الحيوي الممتص
			الأكسجين الممتص × نسبة التجفيف (مجم/لتر)

توقيع المحلل :
توقيع المراجع :

اسم المحلل :
اسم المراجع :
التاريخ :
مصدر الطريقة المستخدمة :

Seite ٤٧



جدول رقم (٩) نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم في عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ وقت التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
التجربة الأولى	التجربة الثانية	التجربة الثالثة	حجم العينة سم ^٣
			وزن الكأس فارغاً (جم) (A)
			وزن الكأس + المستخلص بعد التجفيف (جم) (B)
			تركيز الزيوت والشحوم $mg / L = \frac{(B - A) \times 1000000}{L}$

توقيع المحلل :
توقيع المراجع :

اسم المحلل :
اسم المراجع :
التاريخ :
مصدر الطريقة المستخدمة :

Seite ٤٨



جدول رقم (١٠) نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي في عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ وقت إجراء التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
التجربة الثالثة	التجربة الثانية	التجربة الأولى	حجم العينة سم ^٣
			حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة في التجربة الغفل (A) سم ^٣
			حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة في التجربة (B) سم ^٣
			الفرق (A - B)
			عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستخدمة في المعايرة (N)
			$COD(mg / L) = \frac{(A - B) \times N \times 8000}{ml_{sample}}$

توقيع

اسم المحلل :

المحلل :

توقيع

اسم المراجع :

المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :



نظام ضبط الجودة الداخلي



مقدمة :

- يتم تطبيق نظام ضبط الكفاءة الداخلي من خلال قياسات مستمرة لعينات ضابطة وإدخال القيم الضابطة المتحصل عليها في 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 .
- وهي تحدد سياسة الكفاءة والأهداف والمسئوليات . كما تقوم بالتأكد من تحقيق هذه النشاطات فيما بينها .
- وتعطى كفاءة الإدارة جودة معلومة ومتناغمة . وتأتي معقولية الجودة من تحقيق نتائج متطلبات الجودة .



الفوائد التي يمكن الحصول عليها من تطبيق برنامج تأكيد الجودة :

- تعطى المحلل القدرة على اكتشاف أية مشكلة وإرجاعها إلى مصدرها بطريقة نظامية .
- تعطى معامل التحاليل القدرة على الوصول إلى نتائج مناسبة يمكن الاعتماد عليها
- تزيد من ثقة المحلل في نفسه وفي قدرته على التحليل .
- تعمل على زيادة وتحسين سمعة المعمل .



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 .



العناصر التي يعتمد عليها فى تطبيق برنامج تأكيد الجودة :

- (١) أعضاء الهيئة والمستخدمين .
- (٢) التسهيلات العملية والمكانية .
- (٣) المواد والأجهزة المستخدمة .
- (٤) سياسة أخذ العينات .
- (٥) العينات .
- (٦) طرق التحليل .
- (٧) اختبارات الكفاءة الخارجية .
- (٨) الاتفاقيات .



أعضاء الهيئة والعاملين :

- ضرورة وجود عمالة مهرة ومتحركة .
- لابد أن يكون مع العاملين تعليمات مكتوبة وواضحة تتعلق بنوعية وأهداف عمل كل منهم .
- لابد أن تقوم الإدارة بتوفير دورات تدريبية وعملية للعاملين غير ذوى الخبرة .
- لابد للعاملين من غير ذوى الخبرة أن يقوموا بالعمل تحت إشراف زملاء لهم من ذوى الخبرة .



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 وكيمائيات ذات جودة معقولة .



سياسة أخذ العينات :

- لابد من وجود برنامج لأخذ العينات مصمم جيداً على أن يحتوي بالتفصيل على كل من :
 - (١) نوعية العينات التي يمكن أخذها .
 - (٢) من أين تؤخذ هذه العينات .
 - (٣) متى يتم أخذ العينات .
 - (٤) كم عدد العينات التي لابد من أخذها .
 - (٥) 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 المطلوب 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 مرجعية 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 .

Seite ٥٩



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 .

Seite ٦٠



تعريف رسوم الضبط البيانية :

- رسومات الضبط عبارة عن تمثيل بياني للنتائج حيث يتم رسم القيم الضابطة أمام رقم التشغيل (أو زمن التشغيل) . 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 .

Seite ٦١



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 %) .

Seite ٦٢



أنواع رسومات :

يوجد نوعين 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 المتوسطات الحسابية لعينات مرجعية أو عينات محاليل فراعجية أمام رقم التشغيل أو زمن التشغيلية .



مثال : نتائج لرسم المتوسط الحسابي :

رقم التشغيلية	X_1	X_2	$\bar{X}$
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

الخط المركزي $\bar{X} = 496.8$

- الحد التحذيري يبعد عن الخط المركزي بمسافة قدرها $\pm 2S$ (أى ضعف الحيود القياس).
- الحد الضابط يبعد عن الخط المركزي بمسافة $\pm 3S$ (أى ثلاثة أضعاف الحيود القياسي).

Seite ٦٥



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 الأحيائية (trueness) يعبر عنها بنسبة متوسط عدد كبير من القياسات إلى القيمة الحقيقية للعنصر .

$$100 \times \text{متوسط القياسات}$$

القيمة الحقيقية

Seite ٦٦



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

- ١) من قيمة الاسترداد المحسوبة لتركيز معلوم مضاف إلى عينة طبيعية .
- ٢) من مواد مرجعية معلومة التركيز .
- ٣) مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة محدودة الدقة .
- ٤) مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة أخرى موثقة .
- ٥) من خلال دراسات بين المعامل المختلفة .



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

$$(١) \text{ قيمة الاسترداد الأدنى} = \frac{\text{أقل قراءة في القياسات} \times ١٠٠}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

$$(٢) \text{ قيمة الاسترداد الأعلى} = \frac{\text{أعلى قراءة في القياسات} \times ١٠٠}{\text{القيمة الحقيقية}}$$



رقم التشغيلية	X_1	X_2	$\overline{\overline{X}}$	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

$$\overline{\overline{X}} = 249 \quad \text{القيمة الحقيقية} = ٢٥٠$$

مقدار الدقة من 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 .



تابع استخدام وتفسير رسومات الضبط البيانية :

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 في النتائج .
- وكذلك اكتشاف عما إذا كان هناك ميل أو تغيير في 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 التحاليل الكيميائية



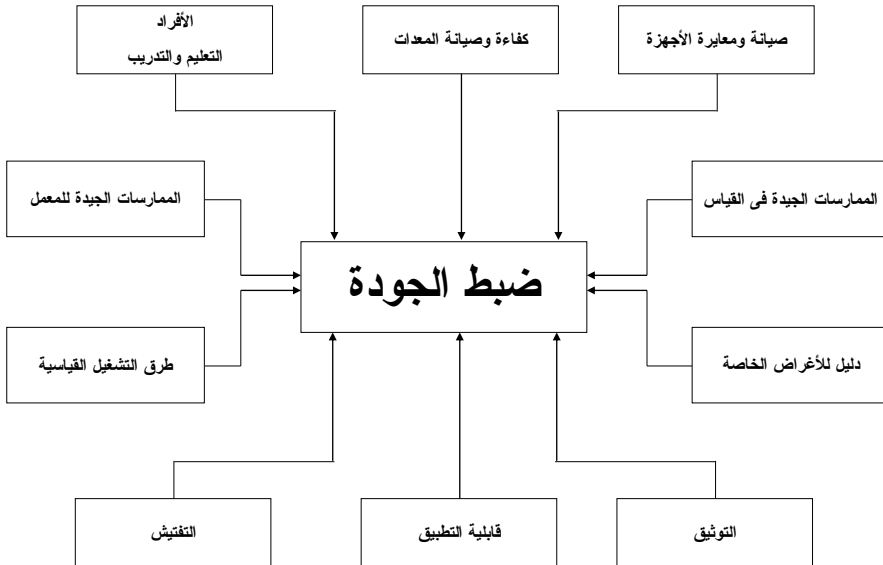
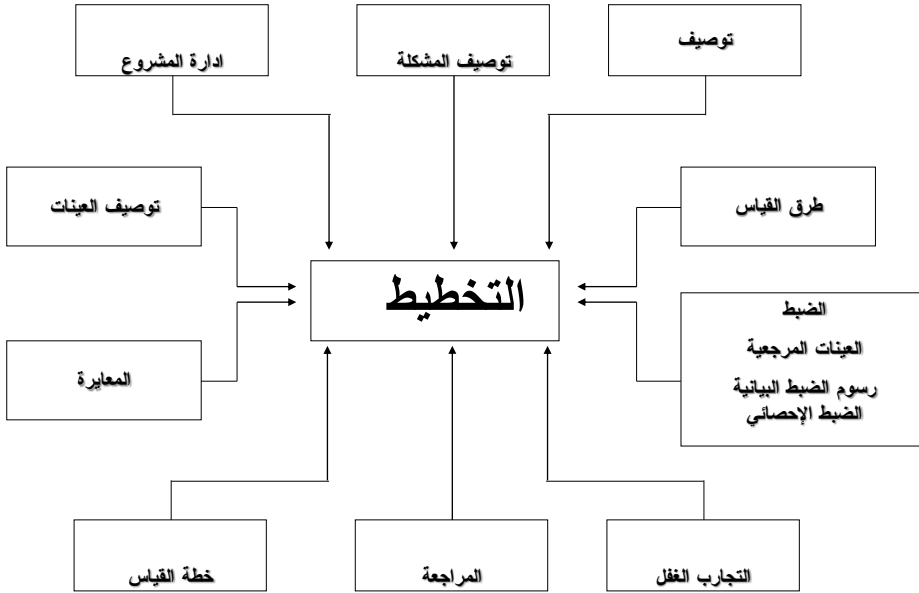
ضبط الجودة هي نشاطات وتقنيات تستخدم لضمان الجودة وتشتمل على:

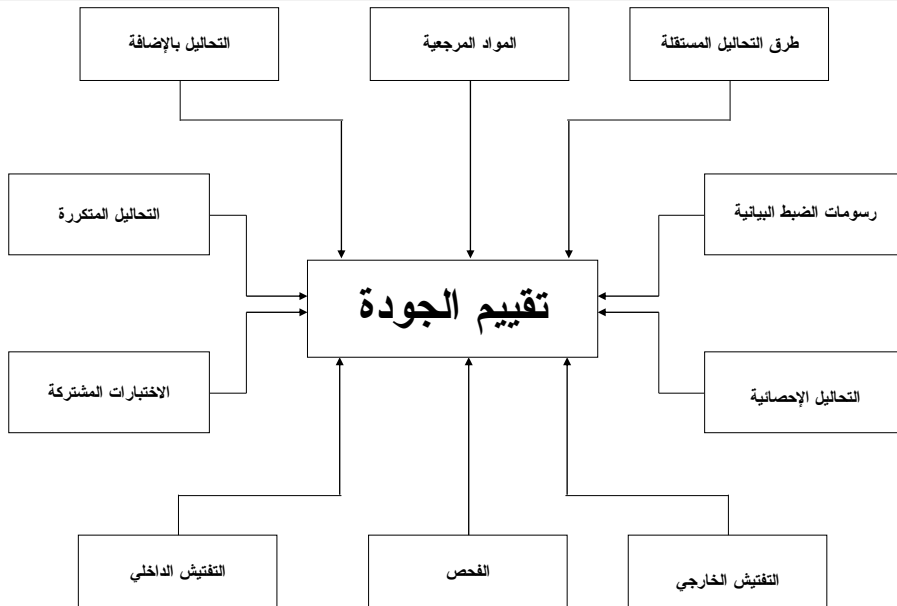
- اجراء تجارب غفل (Blank)
- قياس مكرر (Duplicate)
- تحليل عينة عمياء (Blind)
- تحليل عينات مضاف اليها تركيزات معلومة spike
- اصدار رسوم الضبط البيانية بنوعية التحاليل
- استخدام عينات مرجعية



أما تأكيد الجودة فيشمل عدة نشاطات منها :

- معايرة الاجهزة
- تدريب العاملين
- صيانة الاجهزة
- التفقيش والمراجعة
- وتشمل المخططات التالية اجراءات اتباع نظام الجودة





نظام تقييم الجودة

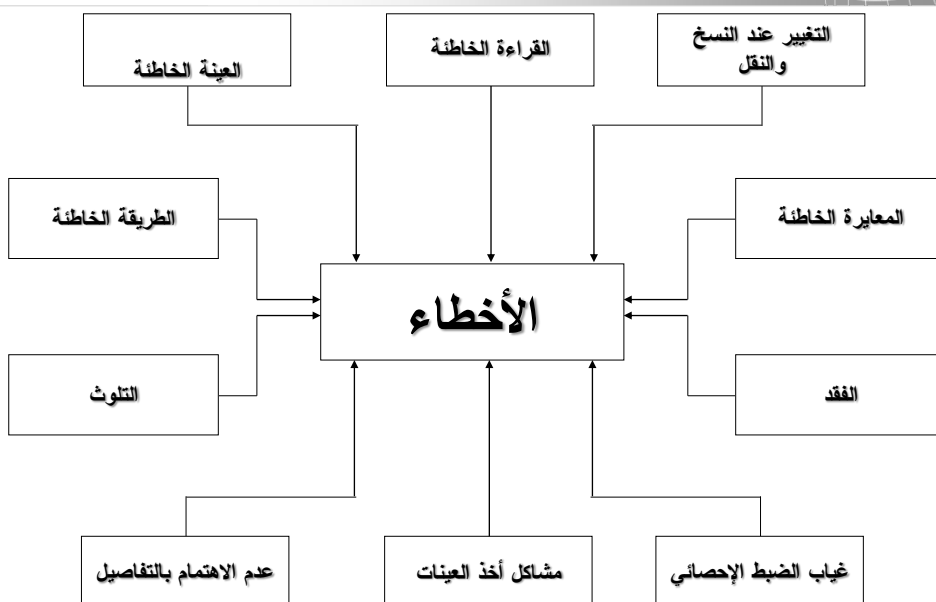


أنواع ومصادر الاخطاء فى التحاليل الكيميائية

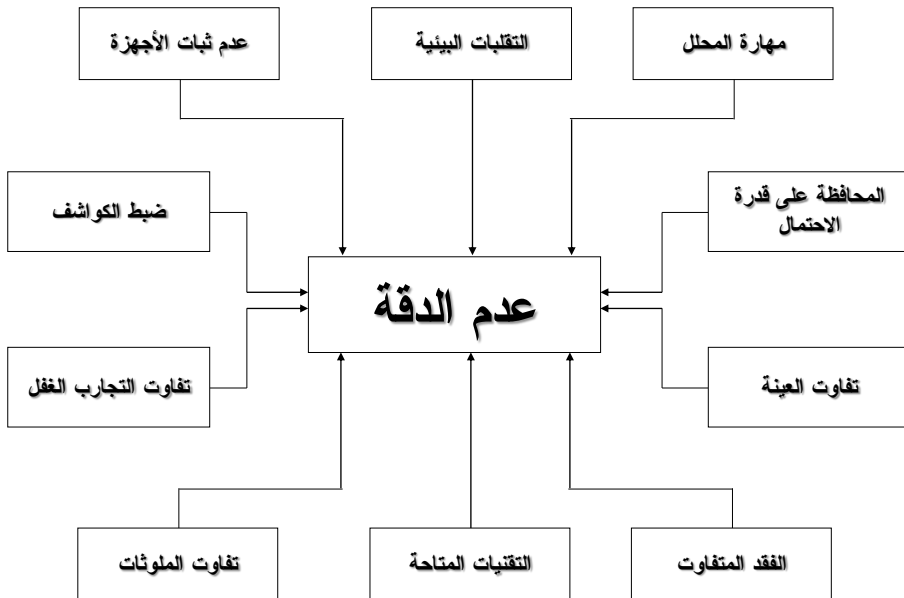
ما من شك فى أن جميع التحاليل الكيميائية تتعرض لأخطاء تؤدي الى ظهور نتائج تبعد عن القيم الحقيقية وهذه الاخطاء هى :

- الخطأ العشوائى Random error
- الخطأ المنتظم Systematic error
- الخطأ الفادح Gross error
- خطأ التقريب Rounding error

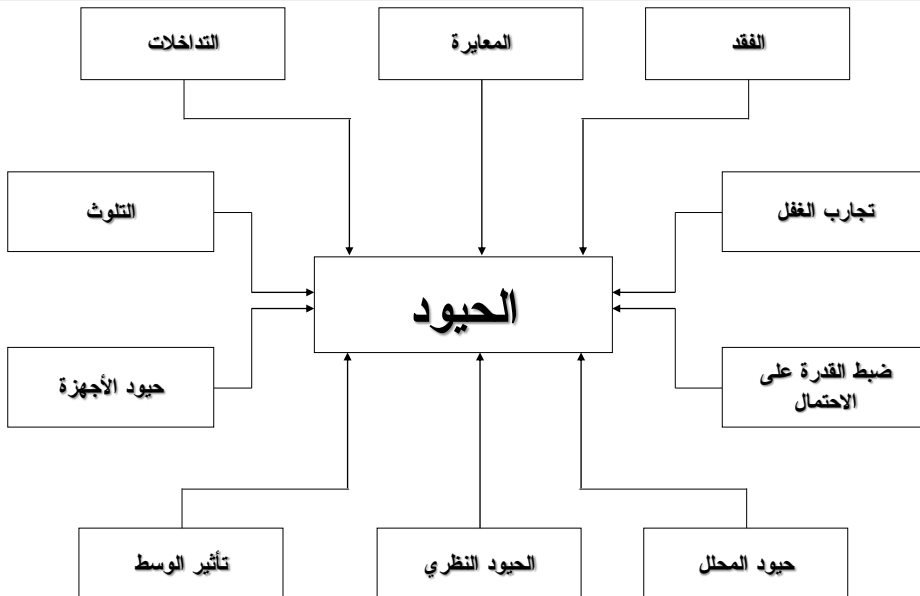
Seite ٧٩



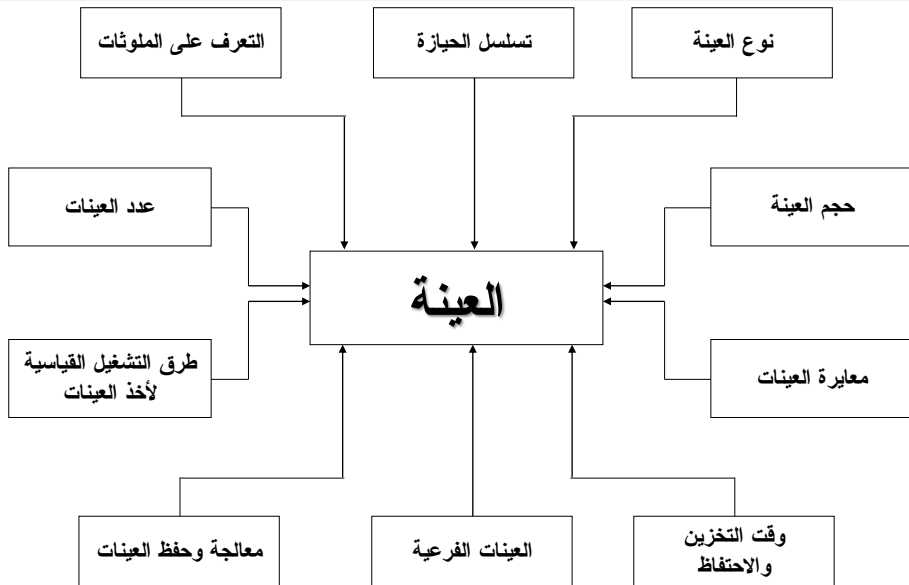
Seite ٨٠



Seite ٨١



Seite ٨٢



الطرق المستخدمة في تحليل مياه الصرف الصحي والاحتياطات الواجب إتباعها



التحليل الفيزيائية والكيميائية :

- المواد القابلة للترسيب .
- المواد العالقة والمنتطايرة .
- الرقم الايدروجيني .
- الأكسجين المذاب .
- الأكسجين الحيوي المستهلك .
- الزيوت والشحوم .



التحليل البيولوجية :

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



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 $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. The time of the initial



Composite Samples

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.

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

Seite 90



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.

Seite 91



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

Seite 39



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.

Seite 38



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 tap water and 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.



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:

- 1) chemical addition,
- 2) pH control,
- 3) refrigeration, and
- 4) 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 unrepresentativeness 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.



1. 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.



2. 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.

Seite 123



- 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).

Seite 124



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 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 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 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).



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.
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 is taken to the sampling site and, as nearly as possible sampled, preserved, and bottled in the same way as the environmental samples.
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.

Seite 110



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 ₂ S ₂ O ₃ a	100 ml	Sterile plastic	6 Hours
Biological Oxygen Demand (BOD5)	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 ₂ SO ₄ to pH < 2	125 ml	Plastic	28 days

Seite 111



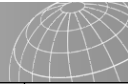
Parameter	Method Detection Limit	Minimum Reporting Limit (mg/L)	Accuracy (% Rec.)	Preservation	Volume	Container	Holding Time
Chlorine, Total residual	0.1 mg/L	0.1 mg/L	NA	N/A	NA	NA	Do in the field
Dissolved Oxygen	0.05 mg/L	0.05 mg/L	85-115	N/A	300 ml	Plastic	Do in the field
Total Nitrogen (ammonia, nitrate, nitrite, TKN)	0.06 mg/L	0.06 mg/L	70-130	Analyze immediately or add H ₂ SO ₄ to pH <2 Cool to 4°C	500 ml	Plastic or Glass	28 days

Seite 137



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 ₂ SO ₄ to pH <2 Cool to 4°C	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 4°C, add HCl, H ₂ SO ₄ or H ₃ PO ₄ to <pH2	125 ml	Amber Glass	28 days
Turbidity	01. NTUs	01. NTUs	85-115%	Cool to 4°C	100 ml	Plastic or Glass	48 h. or do in the field
Temperature °C	0.1 °C	0.1 °C	90-110%	N/A	N/A	N/A	Analyze in field

Seite 138



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 4°C	1 L	Plastic or glass	7 days
Total Settleable Solids	0.2 ml/L/hr	0.2 ml/L/hr	85-115 %	Cool 4°C	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 ₂ S ₂ O ₃ to pH<2	40 ml	Special 40 ml glass vial	14 days

Seite ١٣٩



دلالات الاختبارات الرئيسية

لمياه الصرف الصحي

أ.د. سعد السيد محمد حسن

كلية العلوم . جامعة عين شمس

Seite ١٤٠



١- الأس الايدروجيني :

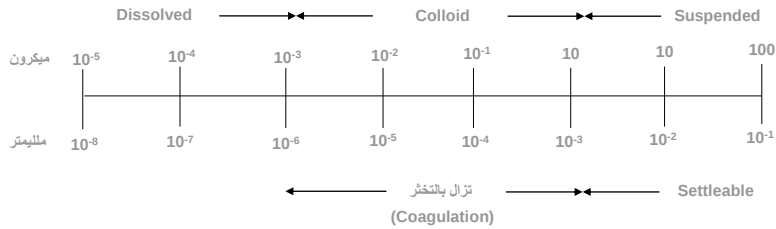
- التحقق من نوعية المياه .
- حسابات القلوية ، وثاني أكسيد الكربون .
- حسابات التوازنات الحامضية والقاعدية .
- ما يمكن أن يحدث لشبكة الصرف .
- كفاءة المعالجات البيولوجية .

Seite ١٤١



٢- المواد الصلبة الكلية :

- مواد عالقة Suspended .
- مواد غروية Colloids
- مواد ذائبة أو قابلة للترشيح Filterable or dissolved .



- الغرويات ، لا يمكن إزالتها بالترسيب ، ولكن تفصل بالأكسدة البيولوجية أو التخثر .
- وتستخدم اختبارات التطاير على المواد الصلبة في مياه الصرف الصحي لقياس ثباتها البيولوجي .

Seite ١٤٢



٣- الزيوت والدهون والشحوم :

- مركبات عضوية ثابتة لا يسهل تحليلها بالبكتريا .
- نواتج التحلل القلوي للزيوت ، والدهون (الصابون) مركبات ثابتة أيضاً .
- وجود الزيوت والشحوم فى مياه الصرف الصحي ، يؤدي إلى مشاكل كبيرة فى محطات المعالجة حيث يؤثر على المعالجة البيولوجية .



٤- القلوية :

- تعزى قلوية المياه لوجود هيدروكسيدات - كربونات - بيكربونات بعض عناصر الأتقاء.
- ارتفاع قلوية المياه يؤدي إلى تزايد التكاثف البيولوجي.
- عادة تكون مياه الصرف الصحي قلوية .



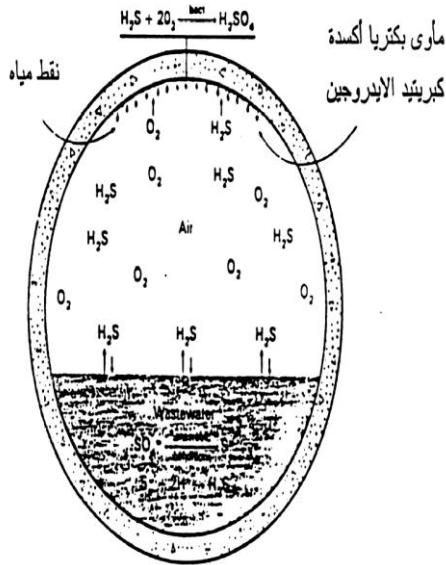
٥- الكلوريدات :

- كميات الكلوريدات التي يفرزها فرد آدمي واحد في اليوم تصل إلى ٦ جم/فرد.
- لا يتم معالجة الكلوريد أو التخلص منه في أي مرحلة من مراحل المعالجة .

Seite ١٤٥



٦- الكبريتيدات :



- يوجد الكبريت في صورة كبريتات في مياه الصرف.
- تختزل الكبريتات إلى الكبريتيد بواسطة البكتريا .
- تأكسد الكبريتيد بالبكتريا يؤدي إلى تكوين حمض الكبريتيك الذي يؤدي إلى تآكل المواسير وشبكات المجاري.

Seite ١٤٦



٧- الفوسفات :

• يعتبر الصرف الصحي بما يحتويه من منظفات صناعية مصدراً رئيسياً للفوسفات.

• يوجد الفوسفات في الصورة الذائبة ، وفي صورة مركبات عضوية فوسفورية .



٨- الأمونيا :

- يعتبر عنصراً النيتروجين مهم لنمو الكائنات الحية .
- معرفة مستوى النيتروجين في مياه الصرف هام لتقييم عملية المعالجة خصوصاً البيولوجية .
- انخفاض النيتروجين يستوجب إضافة خارجية لمساعدة بكتريا المعالجة .
- يوجد النيتروجين في مياه المجاري الحديثة في صورة مواد بروتينية ويوريا ، ويتواجد في مياه المجاري القديمة في صورة أمونيا . ويمكن الاعتماد على كمية الأمونيا النسبية في تحديد نوعية مياه الصرف.
- يتحول جزء من الأمونيا بنشاط بعض أنواع البكتريا إلى نيتريت ثم نترات . ووجود النترات في مياه الصرف يعنى أن المياه قد استقرت بالنسبة للأكسجين الممتص.



٩- النيتريت والنترات :

- يسهل أكسدة النيتريت إلى النترات.
- عادة لا يرتفع مستوى النيتريت في مياه الصرف الصحي عن ١ مجم/لتر .
- النترات هي الناتج النهائي لأكسدة النيتروجين . ويتراوح مستوى النترات في مياه الصرف من ١٥-٢٠ مجم/لتر .

Seite ١٤٩



١٠- المواد العضوية :

- تحتوى مياه الصرف الصحي (المتوسط) على ٧٥% من المواد العالقة ، و ٤٠% من المواد العضوية الذائبة.
- تتواجد في مياه الصرف الصحي بروتينات (٤٠-٦٠%) ، وكربوهيدرات (٢٥-٥٠%) ، وزيوت وشحوم (١٠%) ، بالإضافة إلى اليوريا التي لا تتواجد سوى في مياه الصرف الحديثة .
- تتواجد بعض المركبات العضوية الصناعية البسيطة والمعقدة.
- يقاس المحتوى العضوى للمياه بدلالة: (BOD) الأكسجين الحيوي الممتص و(COD) الأكسجين الكيميائي المستهلك و(TOC) الكربون العضوي الكلي و(TOD) الأكسجين الكلي المستهلك .

Seite ١٥٠



١١- الأكسجين المذاب :

- الأكسجين المذاب من العوامل الهامة جداً فى الأنظمة المائية ، ومصدره الرئيسي هو الهواء المحيط وعمليات التمثيل الضوئي للنباتات الخضراء.
- يمكن اعتبار الأكسجين المذاب معياراً لتحديد نوعية المياه . فالمياه الملوثة بمواد عضوية يقل فيها الأكسجين المذاب.
- وجود كمية مناسبة من الأكسجين فى الماء تعمل على تنقية المياه ذاتياً .



١٢- الأكسجين الكيميائي المستهلك :

- يقيس الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD) الأكسجين المكافئ للمحتوى من المركبات العضوية القابلة للأكسدة بمواد كيميائية .



١٣- الأكسجين البيولوجي المستهلك :

فى هذا الاختبار يقاس الأكسجين البيولوجي المستهلك (BOD) بحساب الفاقد فى الأكسجين المذاب نتيجة للتحلل بعد فترة حضانة مدتها خمسة أيام ، وتحسب قيم BOD بقياس الفرق بين القيمة الأولية والنهائية للأكسجين المذاب DO .

يمكن إيجاد علاقات بين قيمتي COD و BOD لأنواع مختلفة من مياه الصرف ، حيث أن تجارب COD لا تستغرق سوى ٣ ساعات تقريباً فى حين تستغرق تجارب BOD خمسة أيام.

فى مياه الصرف الصحي العادية فإن نسبة $\frac{BOD}{COD}$ تتراوح بين ٠.٤ إلى ٠.٨.

Seite ١٥٣



١٤- العناصر الفلزية :

يتراوح تأثير العناصر الموجودة فى مياه الصرف الصحي بين ما هو غير ضار ، وما قد يؤدي إلى مشاكل ، وما هو سام وذو خطورة عالية:

• عنصر الكاديوم :

سام ويؤدي إلى أمراض خطيرة من ارتفاع لضغط الدم وأنيميا إلى الفشل الكلوي وسرطان البروستاتا . والحد الأقصى لوجوده فى المياه الصرف الصحي ٠.٢ ملليجرام/لتر .

• عنصر النحاس :

مصدر وجود النحاس بتركيزات عالية ناشئ عن التلوث الزراعي والصرف الصحي والحد الأقصى المسموح به فى مياه الصرف الصحي ١.٠ ملليجرام/لتر .

Seite ١٥٤



١٤- تابع العناصر الفلزية :

• عنصر النيكل :

من بين العناصر المنتشرة ويدمض علكبيبات الطمى والمواد العضوية ، ومصدره الرئيسي هو التلوث الصناعي والحد الأقصى المسموح به ١ ملليجرام/لتر .

• عنصر الرصاص :

وهو عنصر سام والحد الأقصى له ١ ملليجرام/لتر .

• عنصر الكروم:

الكروم السداسى مسرطن ووجود الكروم بتركيز اكبر من ٠.٠٥ ملليجرام/لتر يسبب تسمم للبكتيريا.



١٥- الفحص الميكروبيولوجي :

- يسبب وجود بعض أنواع البكتريا ، وتسمى البكتريا المرضية (Pathogenic bacteria) أمراضاً عديدة للإنسان .
- وجود بعض الكائنات الأخرى مثل الفيروسات ، والديدان ، والطفيليات فى مياه الصرف يؤدي إلى ظهور بعض الأمراض .
- يعتبر اختبار الكشف عن القولونيات E.Coli هاماً لتحديد الكائنات التى تسبب أمراضاً .
- توجد E.Coli فى البراز الذى يحتوى على نسبة عالية من كل أنواع البكتريا .



أسس التحكم فى المعالجات البيولوجية لمياه الصرف الصحي باستخدام نتائج التحاليل الكيميائية

أ.د. سعد السيد محمد حسن
كلية العلوم – جامعة عين شمس

Seite ١٥٧



الحماة المنشطة:

- بكتيريا.
- بروتوزوا.
- كائنات أخرى متجمعة فى كتل عالقة.
- مواد عضوية/ بقايا غذائية .

Seite ١٥٨



مقياس قوة الحماية:

(الأكسجين المستهلك)

$$ع = (أ - ب) \times ٦٠ \div \Delta ن$$

ع = سرعة استهلاك الأكسجين (ملليجرام/لتر).

أ = تركيز الأكسجين الذائب في البداية (ملليجرام/لتر).

ب = تركيز الأكسجين الذائب في النهاية (ملليجرام/لتر).

$\Delta ن$ = الوقت بين القياسين.



سرعة الأكسدة البيوكيميائية:

- تتناسب سرعة الأكسدة البيوكيميائية مع تركيز المواد القابلة للتأكسد
- إرتفاع درجة الحرارة ١ م يزيد سرعة التحلل ٤.٧ %.

يوم	% الأكسدة	يوم	% الأكسدة
١	٢١	٩	٨٧
٢	٣٧	١٠	٩٠
٣	٥٠	١١	٩٢
٤	٦٠	١٢	٩٤
٥	٦٨	١٤	٩٦
٦	٧٥	١٦	٩٧
٧	٨٠	١٨	٩٨
٨	٨٤	٢٠	٩٩



خصائص الحماية:

- سرعة استهلاك الأكسجين.
- حجم الحماية المترسبة.
- معامل حجم الحماية (SVI) .
- الوزن النوعي.
- نسبة الغذاء الى الكائنات (F/M).
- الفحص الميكروسكوبى.

Seite ١٦١



سرعة إستهلاك الأكسجين:

- يقاس الأكسجين الذائب مع الوقت وميل الخط هو سرعة استهلاك الأكسجين.

• سرعة استهلاك الأكسجين (ميلليجرام/جرام) ساعة

=

(ميلليجرام اكسجين/لتر)/ دقيقة x ٦٠ دقيقة ÷ المواد الصلبة (VSS) المتطايرة عند ٥٥٠ م جرام/لتر

Seite ١٦٢



حجم الحمأة المترسبة (عمر الحمأة):

• حجم الحمأة المترسبة بعد ٣٠ دقيقة (SV30).

• كلما كبر حجم الحمأة المترسبة يدل على نشاط البكتيريا.



معامل حجم الحمأة (SVI) :

• الحجم الذي يشغله ١ جم من معلق الحمأة بعد ٣٠ دقيقة من الترسيب.

• $SVI = \text{حجم الحمأة المترسب مليلتر/لتر} \times 1000 \div \text{وزن الحمأة الصلبة العالقة ملليجرام/لتر}$

• الحمأة النشطة الطازجة SVI اكبر من ١٢٠ .

• الحمأة العجوزة SVI اقل من ٨٠ .



الوزن النوعي:

- النسبة بين كتلتى حجمين متساويين من الحمأة و الماء المقطر عند درجة حرارة ٤ م.

- الوزن النوعي = وزن حجم من العينة ÷ وزن نفس الحجم من الماء



نسبة الغذاء الى الكائنات الدقيقة (F/M):

$$F/M = \text{تركيز المواد العضوية} \div \text{تركيز الكائنات الدقيقة}$$

$$= \text{الأكسجين البيولوجي الممتص}$$

$$\text{ملليجرام / لتر} \div \text{المواد الصلبة العالقة}$$

$$(VSS) \text{ المتطايرة ملليجرام / لتر}$$

$$= ٠.٣ - ٠.٦$$



الفحص المجهرى للكائنات الحية فى الحمأة :

- التعرف على أنواع الكائنات الدقيقة المختلفة التى توجد بالحمأة المنشطة ومعرفة تأثير كل منها على العملية البيولوجية .
- من أهم الكائنات الدقيقة التى تتكون منها الحمأة المنشطة ما يلى :

(١)البكتريا .

(٢)البروتوزوا .

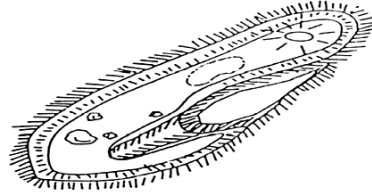
(٣)الروتيفرز (الكائنات الدوارة) .

(٤)الكائنات الخيطية (بكتريا أو فطر) .

Seite ١٦٧



بروتوزوا ذات أهداب
(تكثر عندما تكون الحمأة جديدة)



بروتوزوا ذات عنق
(وجودها يكون دليلا على جودة
المعالجة فى نظام الحمأة المنشطة
النشطة)



روتيفرز (وجودها يكون دليلا على جودة المعالجة
خاصة فى التهوية الممتدة)



الكائنات الخيطية (وجودها يكون دليلا على تعثر
المعالجة البيولوجية)

Seite ١٦٨



- لا تتغذى البرتوزوا على المواد العضوية المتوفرة في مياه الصرف الصحي ولكنها تتغذى على البكتيريا وبالتالي تساهم في التخلص من البكتيريا العائمة وتساعد على ترويق المياه.
- وجود الروتيفرز في الحمأة المنشطة النمطية يشير إلى انخفاض نسبة الغذاء إلى الكائنات الدقيقة أو طول عمر الحمأة .
- الكائنات الخيطية هي أنواع من البكتيريا أو الفطريات بطيئة الترسيب ، وتواجدها بكثرة يعنى ظروف غير ملائمة في المعالجة البيولوجية مثل انخفاض الرقم الهيدروجيني وإنخفاض تركيز الأكسجين المذاب وارتفاع تركيز المواد العضوية التي تصلح كغذاء للبكتيريا . وهذا يؤدي إلى فشل عملية الترسيب وزيادة نسبة المواد الصلبة في المياه الناتجة من المروق الثانوي .



نتائج الفحص المجهرى:

- إنخفاض أعداد البروتوزوا الهدبية العائمة بالنسبة للبرتوزوا الهدبية ذات العنق يشير إلى انخفاض نسبة الغذاء إلى الكائنات الحية (F/M) ، أو زيادة متوسط عمر الحمأة .
- وعند التأكد من هذا الوضع اعتماداً على بعض الاختبارات الأخرى مثل اختبار معدل القابلية للترسيب وقياس F/M ، ومتوسط عمر الحمأة فإن هذا يتطلب خفض تركيز المواد الصلبة العالقة .



تابع نتائج الفحص المجهرى:

- عندما تزيد كميات البروتوزوا الهدبية العائمة فإن هذا يشير إلى ارتفاع نسبة الغذاء إلى الكائنات الحية (F/M) ، (وإنخفاض متوسط عمر الحمأة) وبالتالي يحتاج الأمر إلى رفع مستوى المواد الصلبة العالقة .
- تقوم البكتريا بتثبيت المواد العضوية ، كما أن وجود البروتوزوا العائمة ذات الأعناق هو مؤشر جيد عن استقرار عملية المعالجة .

Seite ١٧١



التحكم فى كفاءة العملية البيولوجية

يجب مراعاة الأسس الآتية :

- كمية الأكسجين المذاب وكفاءة عملية تقليب السائل المخلوط .
- نسبة المواد العضوية (F) إلى كمية الكائنات الحية (M)
- عمر الحمأة .
- معدل الترسيب .

Seite ١٧٢



كمية الأكسجين المذاب وكفاءة عملية تقليب السائل المخلوط :

- تعتمد عملية المعالجة بالحماة المنشطة على البكتريا والكائنات الحية الهوائية التي يلزم لحياتها توفر الأكسجين المذاب .
- ولكي تضمن استمرار العملية بكفاءة يحتفظ بمقدار ٣ ملليجرام/لتر أكسجين مذاب في محتويات حوض التهوية وحوالي ثلث ملليجرامات/لتر في الحماة المعادة من المرووق الثانوي إلى أحواض التهوية .
- وللاعتناء علي نتيجة الأكسجين ومقارنتها بالقراءة السابقة يجب قياسها من نفس المكان في حوض التهوية.



تابع كمية الأكسجين المذاب وكفاءة عملية تقليب السائل المخلوط :

- ضرورة مراعاة أن التهوية تعمل على التقليب الكامل لمحتويات أحواض التهوية فانسداد ناشرات الهواء في بعض الأماكن أو تعطل المحركات الميكانيكية تقلل من عملية الخلط وبذلك تنخفض قدرة الحماة المنشطة على استهلاك المواد العضوية والتجمع مع بعضها .



نسبة المواد العضوية إلى كمية الكائنات الحية :

- تتغذى الكائنات الحية على المواد العضوية فإذا توفرت كمية المواد العضوية يزداد تكاثر ونمو وحركة الكائنات الحية . وبالتالي تزداد الحاجة إلى الأكسجين اللازم لحياتها . و إذا انخفضت كمية المواد العضوية تموت كثير من الكائنات الحية .
- معدل نمو البكتيريا الحية يتوقف على كمية المواد العضوية المتوفرة فلذلك يلزم الاحتفاظ بكمية من المواد العضوية متناسبة مع كمية الكائنات الحية اللازمة لاستهلاكها .

- يتم حساب هذه النسبة من المعادلة التالية :

$$\frac{\text{وزن المواد العضوية بالكيلوجرام}}{\text{وزن الكائنات الحية بالكيلوجرام}} = \frac{\text{المواد العضوية (F)}}{\text{الكائنات الحية (M)}}$$



مثال : إحصاء نسبة F/M من المعلومات التالية :

- كمية التصرف إلى أحواض التهوية ١٥٠٠٠ متر مكعب في اليوم.
- تركيز الأكسجين الحيوي المستهلك (B.O.D)، وهو يعبر عن المواد العضوية الداخلة لأحواض التهوية ١٥٠ ملليجرام/لتر .
- تركيز المواد العالقة المتطايرة في السائل المخلوط (MLVSS) ٢٤٠ ملليجرام/لتر.
- حجم حوض التهوية ٢١٠٠ م^٣ .



• كمية المواد العضوية فى (B.O.D) اليوم =

$$2250 \text{ كجم/يوم} = \frac{1000 \times 150 \times 15000}{1000 \times 1000}$$

• (نضرب $\times 1000$ لكي يكون فى م³ ، ونقسم على 1000000 للتحويل من ملليجرام إلى كجم) .

• وزن الكائنات الحية فى حوض التهوية (MLVSS) =

$$5040 \text{ كجم} = \frac{2100 \times 1000 \times 2400}{1000 \times 1000}$$

$$0.44 \text{ كجم/يوم/كجم حمأة} = \frac{2250}{5040} = \frac{F}{M}$$



هذه النسبة يجب حفظها فى الحدود التى تضمن كفاءة التشغيل وهى حوالي 0.3 .

إلى 0.6 فى المحطات التى تعمل بطريقة الحمأة المنشطة الراجعة التقليدية وليس

بطريقة الحمأة المنشطة الراجعة ذات التهوية الممتدة حيث تكون الحدود فيها 0.05 .

إلى 0.1 .



عمر الحماة :

- الكائنات الحية حديثة التكوين يصعب ترسيبها. أما إذا كانت الكائنات الحية الباقية لمدة طويلة في أحواض التهوية فتصبح في حالة الكهولة ويقل استهلاكها للغذاء وتقل حركتها وترسب بسرعة زائدة عن المطلوب .



عمر الحماة :

- لاستمرار كفاءة عملية التنقية يحتفظ بأكبر عدد من الكائنات الحية في طور الشباب (عمر من ٣ إلى ٥ أيام) في محطات الحماة المنشطة الراجعة . أما في حالة استخدام طريقة التهوية الممتدة فيكون عمر الكائنات الحية من ٢٠ إلى ٣٠ يوم ، حيث تتوافر في هذا العمر شروط الاستهلاك الجيد للمواد العضوية كتغذية والحركة البسيطة عند الترسيب في المرووق الثانوي .
- فعندما تكون درجة الرسوب إلى القاع بطيئة يمكن لهذه المجموعات أن تلتقط معها ما يتبقى من المواد العالقة وهذا ما يجعل كفاءة التنقية تصل إلى أكثر من ٩٠ % .



حساب عمر الحماة :

$$\text{عمر الحماة} = \frac{\text{وزن المواد العالقة في حوض التهوية (كجم)}}{\text{وزن المواد العالقة الخارجة من المروقات الابتدائية (كجم ، يوم)}}$$

$$= \frac{\text{حجم حوض التهوية} \times \text{تركيز المواد العالقة في حوض التهوية} \div \text{التصرف} \times \text{تركيز العالقة الخارجة من المروقات الابتدائية}}$$

مثال :

- أحسب عمر الحماة من المعلومات الآتية :
- حجم حوض التهوية ٢١٠٠ متر مكعب .
- كمية التصرف الداخلة ١٥٠٠٠ متر مكعب/اليوم .
- تركيز المواد العالقة في المياه الخارجة من المروق الابتدائي ٧٠ ملليجرام/لتر .
- تركيز المواد العالقة في حوض التهوية ٢٤٠٠ ملليجرام/لتر .

Seite ١٨١



الحل :

$$\begin{aligned} & \bullet \text{ وزن المواد العالقة في حوض التهوية} = \\ & \frac{2400 \text{ ملليجرام/لتر} \times 1000 \times 2100 \text{ متر مكعب}}{1000 \times 1000} = 5040 \text{ كيلوجرام} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \bullet \text{ وزن المواد العالقة الخارجة من المروق الابتدائي في اليوم} = \\ & \frac{70 \text{ ملليجرام/لتر} \times 1000 \times 15000 \text{ متر مكعب/يوم}}{1000 \times 1000} = 1050 \text{ كجم/يوم} \end{aligned}$$

$$\bullet \text{ عمر الحماة} = \frac{5040 \text{ كيلوجرام}}{1050 \text{ كيلوجرام/اليوم}} = 4.8 \text{ يوم}$$

Seite ١٨٢



معدل الترسيب :

- معدل الترسيب للسائل المخلوط من أحواض التهوية فى مدة ٣٠ دقيقة يختلف باختلاف تكوين الحمأة .
- معدل الترسيب البطئ بعد ٣٠ دقيقة يدل على أن الحمأة خيفة الوزن حديثة التكوين (صغيرة السن) والثقيلة التى ترسب بسرعة تكون كبيرة السن .
- لكى نتمكن من التحكم فى معدل الترسيب يجب أن نحسب معدل حجم الحمأة.

Seite ١٨٣



معدل حجم الحمأة (CVI):

• معدل حجم الحمأة (SVI) = $\frac{\text{حجم الحمأة المترسبة بعد ٣٠ دقيقة بالمللى لتر}}{\text{تركيز المواد العالقة فى نفس العينة (مجم/لتر)}}$

مثال :

- أحسب معدل حجم الحمأة فى حالة الحصول على حمأة حجمها ٢٥٠ مللى لتر بعد ٣٠ دقيقة ، ودرجة التركيز للمواد العالقة بها ٢٠٠٠ ملليجرام/لتر .

الحل :

$$\text{معدل حجم الحمأة (SVI)} = \frac{٢٥٠ \text{ مللى لتر}}{٢٠٠٠ \text{ ملليجرام/لتر}} = ١٢٥$$

- وقد لوحظ أنه إذا كانت النتيجة بين ٨٠-١٢٠ ، فيكون معدل الترسيب جيد وإذا زادت النتيجة عن ١٢٠ تكون الحمأة خفيفة (صغيرة السن) . وإذا نقصت النتيجة عن ٨٠ تكون الحمأة ثقيلة (كبيرة السن) .

Seite ١٨٤



الخلاصة :

- من القوانين السابقة وتطبيقاتها العملية يمكن التحكم فى عمليات التشغيل فى محطات تنقية مياه الصرف الصحي التى تعمل بطريقة الحمأة المنشطة الراجعة ذات الطريقة التقليدية أو ذات التهوية الممتدة . وتشمل هذه القوانين نتائج التجارب التى تتم فى المعمل مثل (B.O.D.) ، (MLSS) ، (MLVSS) ، (SV30) وغيرها من التجارب التى تؤثر فى تحديد طريقة تشغيل المحطة .



المعادلة	الاستخدام	القياس
$\frac{\text{وزن المواد العالقة فى حوض التهوية (كجم)}}{\text{وزن المواد العالقة الخارجة من المروقات الابتدائية (كجم ، يوم)}}$	تقدير عمر الحمأة حجم الحمأة الزائدة	SS
$\frac{\text{حجم أحواض التهوية} \times (\text{التركيز الجديد للمواد العالقة} - \text{التركيز الثابت})}{1000}$	تعيين الحمل العضوى على الوحدة تعيين كفاءة المروق الابتدائى والمرشح	MLVSS
$\frac{\text{حجم الحمأة المترسبة بعد ٣٠ دقيقة (ملليمتر)}}{\text{تركيز المواد العالقة ملليجرام / لتر}}$	تقدير معدل حجم الحمأة SVI	SV30
$\frac{\text{(BOD)}}{\text{MLVSS}} = \frac{\text{وزن المواد العضوية (كجم)}}{\text{وزن الكائنات الحية (كجم)}}$	تعيين نسبة F/M	BOD



معدل صرف الحمأة الزائدة :

- المروقات الثانوية قد تمتلئ بالحمأة في حالة عدم صرف الحمأة الزائدة .
فالحمأة هي المنتج النهائي لعمليات المعالجة ويجب سحبها باستمرار أثناء العملية . وعملية صرف الحمأة الزائدة أداة تحكم أساسية في عملية المعالجة .
- هناك ثلاثة طرق تستخدم لتحديد معدل صرف الحمأة الزائدة وهي:
(١) الاحتفاظ بمستوى ثابت لتركيز المواد الصلبة العالقة القابلة للتطاير في السائل الممزوج (MLSVSS) .
(٢) الاحتفاظ بمستوى ثابت لنسبة الغذاء إلى الكائنات الحية الدقيقة (F/M) .
(٣) الاحتفاظ بمستوى ثابت لمتوسط عمر الحمأة (SA) .

Seite ١٨٧



الطريقة الأولى :

- تحديد التركيز الأمثل للمواد الصلبة العالقة القابلة للتطاير.
- في حالة زيادة تركيز المواد الصلبة العالقة القابلة للتطاير عن القيمة المثلى في أحواض التهوية يتم صرف المزيد من الحمأة الزائدة . أما في حالة انخفاضها عن تلك القيمة فيتم خفض معدل صرف الحمأة الزائدة .
- هذه الطريقة سهلة وبسيطة كما أن النتائج تكون جيدة في حالة ثبات خصائص المياه الواردة للمحطة .

Seite ١٨٨



مثال :

• إذا كان تركيز المواد الصلبة العالقة في السائل الممزوج والتي تعمل المحطة عليها دائماً هو ٣٠٠٠ ملليجرام/لتر وعند قياسها في أحد الأيام كانت ٤٠٠٠ ملليجرام/لتر

• أحسب حجم الحمأة الزائدة التي يجب التخلص منها إذا علم أن:

(١) تركيز المواد الصلبة العالقة في الحمأة الزائدة هو ٨٠٠٠ ملليجرام/لتر .

(٢) حجم أحواض التهوية ٦٧٢ م^٣ .

(٣) تصرف الطلمبة ٤٠ م^٣/ساعة



الحل

• وزن الحمأة الزائدة =

حجم أحواض التهوية × (التركيز الجديد للمواد العالقة – التركيز الثابت) ÷ ١٠٠٠

$$= ٦٧٢ \times (١٠٠٠ \div ١٠٠٠) = ٦٧٢ \text{ جم}$$

• حجم الحمأة الزائدة = الوزن × (٤٠٠٠ - ٣٠٠٠) ÷ التركيز

$$= (٦٧٢ \times ١٠٠٠) \div ٨٠٠٠ = ٨٤ \text{ م}^٣$$

مدة تشغيل الطلمبة = الحجم ÷ التصريف = ٨٤ ÷ ٤٠ = ٢.١ ساعة / يوم



• فى هذه الطريقة أهمل الاحتفاظ بنسبة ثابتة من الغذاء إلى الكائنات الدقيقة (F/M) وهذا يؤدي إلى حدوث مشاكل فى التشغيل .

• إذا حدثت زيادة كبيرة فى تركيز الأكسجين الحيوي المستهلك (B.O.D.) على مدار عدة أيام و اعتمد التحكم على مراقبة تغير تركيز المواد الصلبة القابلة للتطاير فى السائل الممزوج فقط ، فقد يقوم مشغل المحطة بصرف المزيد من الحمأة بالرغم من زيادة الحمل العضوي وهذا بدوره يؤدي إلى زيادة نسبة (F/M) عن القيمة التى يجب أن تكون عليها ، مما يؤدي إلى تخفيض كفاءة المعالجة .



الطريقة الثانية :

- وهى الاحتفاظ بنسبة ثابتة من (F/M) وذلك بزيادة أو خفض تركيز المواد الصلبة العالقة القابلة للتطاير فى السائل الممزوج تبعاً لزيادة أو نقص تركيز الأكسجين الكيميائي المستهلك (C.O.D) وليس الأكسجين الحيوي المستهلك (B.O.D) .
- يتم تحديد النسبة المثلى التى تؤدي إلى الحصول على أفضل نتائج للمحطة . ويحتفظ بهذه النسبة الثابتة مع معرفة خصائص المياه الواردة إلى المحطة وخاصة الأكسجين الكيميائي المستهلك .
- عندما نعلم مثلاً أن مياه الصرف الصحي ستصل للمحطة وبها أعلى مستوى للأكسجين الكيميائي المستهلك (C.O.D) فى يوم معين يتم خفض معدل صرف الحمأة الزائدة ليلاً للاحتفاظ بمستوى ثابت لنسبة M/F على مدار يوم الاستقبال (يوم الحمل المرتفع) .



الطريقة الثالثة :

- يتم تحديد معدل صرف الحمأة الزائدة مع الاحتفاظ بقيمة ثابتة لمتوسط عمر الحمأة .
وهناك بعض المعلومات الهامة لحساب معدل صرف الحمأة الزائدة على أساس الاحتفاظ بمتوسط عمر الحمأة ثابتاً وهي :
- حجم حوض التهوية (V) .
- تركيز المواد الصلبة العالقة القابلة للتطاير في السائل الممزوج (MLVSS) .
- متوسط عمر الحمأة (SA) .
- تركيز المواد الصلبة العالقة في الحمأة الزائدة (MLVSS) .
- معدل تصريف المحطة (Q) .

Seite ١٩٣



يمكن كتابة المعادلة المستخدمة كما يلي :
معدل صرف الحمأة الزائدة =

$$\frac{\text{تركيز المواد الصلبة العالقة القابلة للتطاير في المياه الخارجة} \times \text{معدل تصريف المحطة}}{\text{تركيز المواد الصلبة العالقة القابلة للتطاير في الحمأة الزائدة}} - \frac{\text{حجم حوض التهوية} \times \text{تركيز المواد الصلبة القابلة للتطاير في السائل الممزوج}}{\text{تركيز المواد العضوية العالقة في الحمأة الزائدة} \times \text{متوسط عمر الحمأة}}$$

أو

$$\frac{Q \times VSS}{MLVSS \text{ in WAS}} - \frac{MLVSS \times V}{SA \times MLVSS \text{ in WAS}} = \text{معدل صرف الحمأة}$$

Seite ١٩٤



مثال:

- إذا كانت لدينا المعطيات التالية ، أحسب معدل صرف الحمأة الزائدة:
- حجم حوض التهوية = ٦٠٠٠ م^٣ .
- MLVSS = ٢١٠٠ ملليجرام/لتر .
- SA_{٢١} = ٢١ يوم .
- MLVSS in WAS = ٦٩٠٠ ملليجرام/لتر .
- VSS = 20 ملليجرام/لتر .
- Q = ١٦٠٠٠ م^٣ .



الاستفادة من التجارب العملية في المرشحات الزلطية :

- يمكن الاستفادة من التجارب العملية في المرشحات الزلطية في:

- حساب الحمل الهيدروليكي على الوحدة
- حساب الحمل العضوي على الوحدة .



الحل :

■ معدل صرف الحمأة الزائدة =

$\frac{Q \times VSS}{MLVSS \text{ in WAS}}$	—	$\frac{MLVSS \times V}{SA \times MLVSS \text{ in WAS}}$	
$\frac{20 \times 16000}{6900}$	—	$\frac{6000 \times 2100}{6900 \times 21}$	=
$\frac{320000}{6900}$	—	$\frac{12600000}{6900 \times 21}$	=

$$= 86.9 - 46.4 = 40.6 \text{ م}^3/\text{يوم}$$



حساب الحمل الهيدروليكي على الوحدة :

مثال :

أحسب الحمل الهيدروليكي لمرشح قطره ٣٠.٥ متر وتدفع المياه إليه بواسطة ظلمبة سعتها ٠.١٣٢ متر مكعب في الثانية .

طريقة الحساب :

$$\frac{\text{كمية التصريف بالمتر المكعب في اليوم}}{\text{مساحة السطح بالمتر المربع}} = \text{الحمل الهيدروليكي (متر مكعب / يوم / متر مربع)}$$

$$\text{كمية التصريف في اليوم (متر مكعب/اليوم)}$$

$$= 0.132 \text{ متر مكعب} \times 60 \text{ ثانية} \times 60 \text{ دقيقة} \times 24 \text{ ساعة}$$

$$= 1140.5 \text{ متر مكعب في اليوم}$$



تابع حساب الحمل الهيدروليكي على الوحدة :

$$\text{مساحة السطح بالمتري المربع} = 3.14 \times \frac{30.5 \times 30.5}{4} = 730.3 \text{ متر مربع}$$

$$\text{حيث مساحة الدائرة} = \frac{3.14}{4} \times (\text{القطر})^2$$

الحمل الهيدروليكي (متر مكعب/اليوم / متر مربع)

$$= \frac{114.5 \text{ متر مكعب/اليوم}}{15.7 \text{ متر مكعب/اليوم/ متر مربع}} = 730.3 \text{ متر مربع}$$



حساب الحمل العضوي على الوحدة :

مثال :

أحسب الحمل العضوي على المرشح من المعلومات التالية:

مساحة السطح = 730.6 متر مربع .

عمق الوسط = 0.90 متر .

كمية التصريف = 11447 متر مكعب /اليوم .

تركيز المواد العضوية في المياه الداخلة 100 (BOD) ملليجرام/لتر .



طريقة الحساب :

• حجم الوسط (متر مكعب) = المساحة (متر مربع) × العمق (متر)

$$= 730.6 \text{ متر مربع} \times 0.90 \text{ متر} = 657.5 \text{ متر مكعب}$$

$$\frac{100 \text{ ملليجرام/لتر} \times 11447 \text{ متر مكعب/اليوم}}{1000} = \text{الحمل العضوي (كجم/اليوم)}$$

$$= 1144.7 \text{ كجم/لتر}$$



طريقة الحساب :

• الحمل العضوي على المرشح (كجم BOD/اليوم / متر مكعب)

$$= \frac{1144.7 \text{ كجم BOD/اليوم}}{657.5 \text{ متر مكعب}} = 1.7 \text{ كجم BOD/اليوم/متر مربع}$$

• ومن هذه الطريقة يتم تحديد هل الحمل العضوي زاد على المرشح أم قل وتربط هذه العلاقة بالتشغيل ككل .



معدلات التحميل النموذجي :

• مرشح المعدل النمطي :

- وسط الترشيح : العمق من ٢ - ٢.٥ متر .
- الحمل الهيدروليكي : من ١ إلى ٤ م^٣/يوم/م^٢ .
- الحمل العضوي : من ٨٠-٤٠٠ جم BOD/يوم/م^٣ .

• مرشح المعدل المرتفع :

- وسط الترشيح : العمق من ١.٥ متر .
- الحمل الهيدروليكي : من ٤ إلى ٤٠ م^٣/يوم/م^٢ .
- الحمل العضوي : من ٢٤٠٠-٤٠٠ جم BOD/يوم/م^٣ .



حساب كفاءة المرشحات :

- تحسب الكفاءة للمروقات الابتدائية والمرشحات والمحطة كلها وذلك للحمل العضوي BOD ، COD ، SS ... الخ .

مثال :

- إذا كان تركيز الأكسجين الحيوي المستهلك (BOD) لتيار الماء الداخل إلى أحد المروقات الابتدائية هو ٢٠٠ ملليجرام/لتر وكان تركيز الأكسجين الحيوي المستهلك لتيار المياه الخارج هو ١٤٠ ملليجرام/لتر ، أحسب كفاءة المروق الأولي في إزالة التركيز المعادل للأكسجين الحيوي المستهلك .



الحل :

$$\text{الكفاءة \%} = \frac{\text{الدخول - الخروج}}{\text{الدخول}} \times 100\%$$

$$= \frac{200 \text{ ملليجرام/لتر} - 140 \text{ ملليجرام/لتر}}{200 \text{ ملليجرام/لتر}} \times 100\%$$

$$= \frac{60 \text{ ملليجرام/لتر}}{200 \text{ ملليجرام/لتر}} \times 100\%$$

$$= 0.3 \times 100\%$$

$$= 30\%$$

Deutsche Gesellschaft für Technische Zusammenarbeit (GTZ) GmbH
Water & Wastewater Management Program
Holding Company for Water and Wastewater (HCWW),
Comiche 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 الخافضة لمياه الشرب و الصرف الصحي
كورنيش النيل محطة مياه ورسن الخرج
تليفون : ٠٠٢ - ٢ ٢٤٥ ٩٨ ٤٠٥/٤١١
فاكس : ٠٠٢ - ٢ ٢٤٥ ٩٨ ٤٠٥/٤١١
موقع إلكتروني: www.gtz.de