الشركة القابضة
لمياه الشرب والصرف الصحي

برنامج المسار الوظيفي للعاملين بقطاع مياه الشرب والصرف الصحي

دليل المتدرب

البرنامج التدريبي كيميائي مياه

جمع العينات – الدرجة الثالثة

تم اعداد المادة بواسطة الشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي
قطاع تنمية الموارد البشرية ـ الادارة العامة لتخطيط المسار الوظيفي V1 1-7-2015

الفـهـرس

جمع العينات ٢
تعريف عملية جمع العينات ٣
أنواع العينات ٣
تجهيز عبوات جمع العينات ٤
٤. ملصق التعريف بالعينة ٦
طرق حفظ العينات ٧
مواد حفظ العينات ٩
جمع عينات المياه ١٠
الترشيح أو الطرد المركزي للعينات ١٢
حفظ عينات الفحص البيولوجي و التعامل معها ١٢
وحفظ العينات المستخدمة للتحاليل الكيميائية و التعامل معها ١٣
حفظ و التعامل مع العينات المستخدمة لتحاليل الكيمياء الإشعاعية ١٥
نقل العينات ١٥
١١. استقبال العينات ١٥
١٢. الاحتياطات العامة ١٦
التوصيات ١٨
اعتبارات السلامة ١٩

أهداف البرنامج التدريبى

<u>فى نهاية البرنامج التدريبى يكون المتدرب قادر على :-</u>

١ -القدرة على تجميع عينات مماثله

٢ -تجهيز كل ما يزم لعملية جمع العينات

٣ -الالمام بالطرق القياسيه لجمع العينات

٤ -الالمام بالطرق القياسيه لحفظ وتداول العينات

٥ -الالمام باعتبارات السلامه المطلوبه

جمع العينات

إن جمع وحفظ العينات بشكل صحيح يُعتبر من أهم المراحل لكى يتم قياس العينات بشكل دقيق.

تعريف عملية جمع العينات

إن الغرض من جمع العينات هو جمع حجم ممثل من العينة المطلوب قياسها لكى يتم نقلها وتداولها والتعامل معها بشكل ملائم في المعمل وهذا الغرض مفهومه كالتالي:

١ –أنه سيتم التعامل مع العينة بطريقة لا تُحدث بالعينة تغييرات كبيرة تؤثر في تكوينها قبل إجراء الاختبارات عليها.

٢ –تقدم العينات إلى المعمل لأجراء تحاليل معينة عليها مع الأخذ في الاعتبار مسؤولية جامعى العينات عن صلاحيتهم من الجمع حتى وصولهم للمعمل.

٣ –إن معامل مياه الشرب والصرف الصحي تُعد برامج جمع العينات والذى يتم إعداده بالتشاور مع الكيميائيين المستخدمين لنتائج الاختبارات.

أنواع العينات

العينة المفردة (الخطافية)Grab sample: هي العينة التي تم جمعها في وقت ومكان محدد وهي تمثّل فقط التركيزات في هذا الوقت والمكان المحدد.

- تستخدم هذه العينة عندما يكون مصدر جمع العينات مستقر ومن أمثلتها: المياه المعالجة – المياه الجوفية – مجارى المياه السطحية – ونادراً بعض مجارى مياه الصرف الصحي.
- عندما يُعرف أن المصدر يتغير مع مرور الوقت فإن العينات المفردة يتم جمعها على فترات مناسبة وتحليلها بشكل منفصل ويتم اختيار فترات جمع العينات وفقاً لبرامج جمع العينات أو وفقاً لأسس تكرار التغيرات المتوقعة.

العينة المركبة Composite sample : يشير هذا المصطلح إلى خليط من العينات تم جمعها من نفس النقطة وفي أوقات مختلفة.

- تستخدم كبديل لعدد من العينات المفردة عند جمعها من نفس النقطة وذلك لتوفير الوقت والجهد وتجمع على مدار ٢٤ ساعة متواصلة.

العينات المتكاملة Integrated samples : يشير هذا المصطلح إلى مجموعة من العينات المفردة التي تم جمعها من نقاط مختلفة.

- تستخدم للحصول على مزيد من المعلومات والتي تحتاج الى عينات مفردة يتم جمعها من نقاط مختلفة.

تجهيز عبوات جمع العينات

- ينبغي التحقق من صحة جميع اجراءات تجهيز العبوات وذلك لضمان عدم حدوث أي تداخلات وللتحقق على أقل تقدير ينبغي أن تتم التحاليل الاتية:

أ) Blank (عينة خالية من المواد المراد قياسها).

ب) عينات تحتوي على تركيزات معروفة من العناصر المراد قياسها.

- إذا لم يكن متاح عبوات للاستخدام مرة واحدة فمن الأفضل اختيار مجموعة عبوات محددة لعنصر محدد وبالتالي تقليل مخاطر انتقال التلوث من عينة لأخرى. كما أنه ينبغي أخذ الحذر عند قياس عنصر محدد بتركيز عالي لعدم نقل تلوثه في نفس العبوة لنفس العنصر عند القياس مرة أخرى.

- قد يكون من الضروري غسل العبوات الجديدة بماء يحتوي على منظفات وذلك لإزالة الاتربة وبقايا أثار التعبئة والتغليف تليها عملية شطف بماء ذو جودة مناسبة. استخدام مذيبات ومواد للتطهير قد تسبب تداخلات (على سبيل المثال ملوثات متبقية عن طريق المنظفات التي تحتوي على الفوسفات وذلك عند تحليل المواد الغذائية). عند الاستخدام ينبغي أن تكون جميع مواد التنظيف والمذيبات ذات جودة مناسبة. لتعيين السيليكون والبورون والتوتر السطحي فإنه لا ينبغي أن تستخدم المنظفات للتنظيف.

أ- العبوات البلاستيك أو الزجاج المغسولة بمنظفات

ينبغي أن تكون خطوات الغسيل كما يلي:

أ) غسل العبوات وأغطيتها بالمنظفات المخففة بالماء.

ب) نشطف جيدا بماء الصنبور.

ج) نشطف تِباعا مرتين بماء مقطر ذو جودة مناسبة.

د) تجفف جيدا وتغطى.

يمكن استخدام غسالة الأطباق الاتوماتيكية للغسيل.

ب- العبوات الزجاجية المغسولة بمذيبات

تحذير: قد تكون المذيبات العضوية خطرة لذا يجب توفير أدوات مناسبة للتعامل معها بعناية.

ينبغي أن تكون خطوات الغسيل كما يلي:

أ) غسل العبوات وأغطيتها بالمنظفات المخففة بالماء.

ب) نشطف جيدا بماء الصنبور.

ج) نشطف تِباعا مرتين بماء ذو جودة مناسبة.

د) نشطف جيداً بأسيتون ذو جودة مناسبة وتجفف.

هـ) نشطف بمذيب مناسب ذو جودة مناسبة وتغطى.

وينبغي أن يكون المذيب مناسب مع المواد المراد تحليلها وطرق التحليل المستخدمة.

جـ- العبوات البلاستيك أو الزجاج المغسولة بحمض

ينبغي أن تكون خطوات الغسيل كما يلي:

أ) غسل الأوعية وأغطيتها بالمنظفات المخففة بالماء.

ب) نشطف جيدا بماء الصنبور.

ج) تشطف بحمض نيتريك تركيزه ١٠ ٪.

د) تجفف وتملأ بالكامل بحمض نيتريك تركيزه ١٠ ٪.

هـ) تغطى وتخزن لمدة ٢٤ ساعة على الأقل.

و) أفرغ العبوات وأشطفها بماء ذو جودة مناسبة وغطيها على الفور.

بعض المصانع تورد مع العبوات شهادة نقاوة. مثل هذه العبوات قد لا تحتاج إلى مزيد من التنظيف أو الشطف كما توفر هذه المصانع العبوات بأغطيتها. ويمكن استخدام الغسالات الأتوماتيكية بالمنظفات الحمضية لخطوات الغسيل السابقة.

د- ملء العبوات

للعينات التي تتطلب تعيين مواد فيزيائية وكيميائية نملأ العبوة تماما ونغلقها بحيث لا نسمح بوجود هواء أعلى العينة بالعبوة وهذا يقلل من تفاعل العينة مع الغاز الموجود أعلى العبوة، ويقلل من رج العينة أثناء النقل.

٤. ملصق التعريف بالعينة

- يجب أن يكون الملصق على عبوات العينات (زجاجة أو قنينة) موضوعاً بطريقة واضحة لا لبس فيها وثابت بقدر المستطاع، بالإضافة إلى ذلك قد يكون من الضروري أن نلاحظ (في وقت جمع العينات) تفاصيل تمكّن من التفسير الصحيح للمعلومات المقدمة (على سبيل المثال تاريخ وساعة جمع العينات واسم جامع العينات وطبيعة وكمية المواد الحافظة المضافة). ويفضل استخدام ملصقات ونماذج مطبوعة مسبقاً لتسهل من خطوات جمع العينات.

- إن العينات الخاصة التي تحتوى على شوائب يجب وضع علامة عليها بشكل واضح ويرافقها وصف للشوائب الملحوظة. ومن الضروري تعريف العينات التي تحتوي على مواد خطرة أو محتملة الخطورة(مثل الأحماض) بشكل واضح ودقيق وذلك على النحو التالي:

١- رقم العينة. ٢- تاريخ جمع العينة

٣- موقع العينة ٤- درجة الحرارة

٥- الاس الهيدروجيني ٦- الكلور المتبقي

٧- اسم جامع العينة ٨- توقيع جامع العينة

كل هذه البيانات تساعد في منع أي خطأ خلال استقبال أو توزيع العينات بين إدارات المعمل المختلفة.

طرق حفظ العينات

أ - تبريد أو تجميد العينات

١ - تبريد أو تجميد العينات لا يكون فعالاً إلا إذا تم تطبيقه مباشرة بعد جمع العينات وهذا يتطلب استخدام صناديق تبريد أو تثليج في موقع جمع العينات. أينما تكون - درجة الحرارة يجب أن تبرد، والمقصود من درجة الحرارة بيئة العينة (لا درجة حرارة العينة نفسها).

٢ - التبريد البسيط للعينة (في الثلج الذائب أو في الثلاجة عند درجة حرارة بين ١ درجة مئوية و٥ درجة مئوية) وتخزين العينة في الظلام في معظم الحالات يكون كافياً للحفاظ على العينة أثناء النقل إلى المعمل. لا يمكن اعتبار التبريد وسيلة للتخزين على المدى الطويل ولاسيما في حالة عينات مياه الصرف الصحي (انظر الجدول ١). يجب أن تحفظ العينة وتخزن في درجة حرارة أقل من تلك التي لوحظت خلال عملية الجمع أو ملء العبوة.

٣ - أن حجم صغير من الثلج ليس له تأثير كبير من البرودة على حجم كبير من ماء دافئ. حيث تحتوي العينة على عناصر غالباً ما تتأثر بالنشاط البكتريولوجي وعندما يكون الحفظ في الموقع مطلوباً فإن درجة حرارة العينة يجب قياسها عند العودة للمعمل مباشرة. هذا مهم خصوصا عندما يتطلب نقل العينات عدة ساعات. فالعينات يجب أن تحلل أو تبرد على الفور عند الوصول للمعمل. أثناء النقل ينبغي مراقبة درجة حرارة نظام تبريد العينات.

٤ - بشكل عام، تخزين العينات في درجة حرارة أقل من ٢٠ درجة مئوية يسمح بأن يتم تخزينها لفترات أطول من الوقت. إذا تجمدت العينات ينبغى أن تكون العبوة من البلاستيك ولا تملأ تماما، هذا يقلل من خطر كسر الوعاء. بالنسبة لبعض التحاليل مثل المواد الغذائية.

و تجميد العينة هو الأسلوب الافضل للحفظ وفي مثل هذه الحالات فإن التجميد السريع بالثلج الجاف هو الإجراء المقبول. عند تحليل المواد الطياره أو إذا كانت العينات تحتوي على خلايا أو بكتيريا أو طحالب دقيقة حيث يمكن أن تتكسر وتفقد مكونات الخلايا خلال عملية التجميد فإن تجميد العينات ليس الإجراء المناسب. مع ذلك من الضروري السيطرة على تقنية التجميد والذوبان من أجل الحفاظ على العينة في حالتها بعد الذوبان. في هذه الحالة يوصى بشدة استخدام الأوعية البلاستيكية (على سبيل المثال البولي فينيل كلوريد أو البولى اثيلين).

ب – إضافة المواد الحافظة

– بعض المكونات الفيزيائية والكيميائية للعينة يمكن أن تصل لحالة استقرار بإضافة مركبات كيميائية (مواد حافظة) محددة إما مباشرة بعد جمع العينة أو قبلها.

– هناك كواشف خاصة ضرورية لحفظ بعض العناصر (مثل تعيين الأكسجين، السيانيد الكلى والكبريتيدات) حيث تتطلب أن تحفظ العينة بالموقع.

– من الضروري أن لا تحدث المواد الحافظة المستخدمة أى تداخل عند التحليل ويتم اجراء اختبارات على المواد الحافظة للتحقق من مدى توافقها في حالة الشك. وينبغي عند تخفيف العينة بمادة حافظة أن تؤخذ في الاعتبار خلال التحليل وحساب النتائج. ومن الأفضل عند إضافة المواد الحافظة لعينات ما يتم باستخدام محاليل مركزة بحيث يتم استخدام كميات صغيرة فقط منها. وفي معظم الحالات هذا سيتيح لنا تجاهل التخفيف.

استخدام المواد الحافظة الصلبة على سبيل المثال هيدروكسيد الصوديوم ينبغي تجنبها لأنه قد يحدث تدفئة بسيطة مما يؤثر سلبا على العينة (نظراً لأنها مادة طارده للحرارة).

– إن حقيقة إمكانية أن تقوم المواد الحافظة بتعديل أو تغيير طبيعة المكونات الكيميائية أو الفيزيائية للعينة يعني أن هذه التغييرات تتعارض مع الغرض من استخدام المواد الحافظة لقياس العينات في وقت لاحق. و على سبيل المثال التحمض يمكنه إذابة المكونات الغروية أو المواد الصلبة، وبالتالي ينبغي أن تستخدم بحذر إذا كان الهدف من التحليل هو تحديد المكونات الذائبة.

– ترشيح العينة قبل إضافة المواد الحافظة أمر ضروري لقياس الأيونات الذائبة. وبالمثل ينبغي أن تستخدم المواد الحافظة بحذر إذا كان الهدف من التحليل هو تحديد سمية عينات الحيوانات المائية مثلها مثل المعادن الثقيلة (هي أكثر سمية في شكلها الأيوني) ولذا ينبغي تحليل العينات في أقرب وقت ممكن.

– و من الضروري إجراء الاختبار على عينة خالية من المواد المراد قياسها وعلى وجه الخصوص عند تعيين العناصر النادرة على أن تُأخذ في الاعتبار إمكانية إدخال إضافة جزء من المادة المراد قياسها (على سبيل المثال الأحماض يمكنها إدخال كمية كبيرة من الزرنيخ والرصاص والزئبق) من المواد الحافظة. في مثل هذه الحالات ينبغي الإبقاء على عينات من المواد الحافظة المستخدمة لإضافتها على البلانكات.

مواد حفظ العينات

تحذير:

– بعض المواد الحافظة (مثل الأحماض والقلويات والفورمالدهايد) يجب أن يتم استخدامها بحذر.

– إن القائمين على جمع العينات يجب أن يحذروا من المخاطر المحتملة وتعليمات الأمان الواجب اتباعها

– تستخدم الكواشف من أجل حفظ العينات ويتم إعدادها بشكل فردى وفقا لمتطلبات جمع العينات. وما لم ينص على خلاف ذلك ينبغي لجميع الكواشف المستخدمة أن تكون ذات درجة نقاوة مناسبة والماء ينبغي أن يكون ذو درجة نقاوة.

– جميع الكواشف يجب أن يوضع عليها ملصق يوضح " فترة الصلاحية" والتي لا ينبغي تجاوزها. "فترة الصلاحية" تمثل الفترة التي تناسب استخدام الكاشف إذا تم تخزينها بشكل صحيح. أي إن الكاشف الذى لا يستخدم خلال فترة صلاحيته يتم التخلص منه.

– يتم التحقق من مجزئ الكواشف بشكل دوري والتخلص من الكواشف عندما تظهر ان المجزئات غير مناسبة.

– أثناء جمع العينات فإن الكواشف يجب أن تحفظ في صندوق نظيف وآمن لمنع تلوثها ومن الضروري أن يتم حفظ جميع العينات التي تتطلب نفس المواد الحافظة لنفس التحليل معا.

– كل عينة يجب ان يوضع عليها ملصق وذلك بعد إضافة المواد الحافظة لتميزها عن العبوات التي لا يوجد بها مواد حافظة.

١) المواد الصلبة

أ. ثيوكبريتات الصوديوم ٥ جزئ ماء، $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$.

ب. حمض الاسكوربيك، C_6HSO_6.

ج. هيدروكسيد الصوديوم، $NaOH$.

د. ثاني كرومات البوتاسيوم، $K_2Cr_2O_7$.

هـ. كبريتات النحاس، $CuSO_4$.

و. هيكساميثلين تترامين (هكساأمين – يورتروبين) $C_6H_{12}N_4$.

٢) المحاليل

أ. محلول خلات الزنك (ع = ٠,١ جم / مل)، $C_4H_6O_4Zn$.

ب. حمض الفوسفوريك (ع = ١,٧ جم / مل)، H_3PO_4.

ج. حمض الهيدروكلوريك (ع = ١،١٦ جم / مل)، HCl.

د. حمض النيتريك (ع = ١،٤٢ جم / مل)، HNO_3.

هـ. حامض الكبريتيك (٨ مول)، H_2SO_4.

و. محلول هيدروكسيد الصوديوم (ع = ٠,٤ جم / مل).

ز. محلول فورمالدهايد (جزء من حجم ٣٧ ٪) (الفورمالين)، CH_2O.

تحذير – احذر من أبخرة الفورمالدهايد ولا تخزن أعداد كبيرة من العينات في مكان صغير.

ح. محلول مائي من الملح الصوديومى للإديتا (ع = ٠,٠٢٥ جم / مل)،

$C_{10}H_{1'4}N_2Na_2O_8\ 2H_20$

ط. الإيثانول (تركيز ٩٦ ٪).

ي. محلول اللوجل القلوى مع خلات الصوديوم.

ك. محلول اللوجل القلوى مع حمض الخليك.

جمع عينات المياه

استخدم عبوة نظيفة مغسولة عدة مرات بالماء المراد جمع العينة منه قبل الجمع ما لم تكن بالعبوة مادة حافظة للعينة. يتم توثيق العينة وكذلك الخطوات المستخدمة لكل عينة يتم جمعها على سبيل المثال:

– **من الصنبور** يتم جمع العينات من أقرب موقع لمصدر العينة وهذا يقلل من تأثير الشبكة على العينة ثم نترك المياه ينساب لفترة كافية لتغيير المياه بالشبكة ولضمان تمثيلها للموقع. ثم يتم ملء العبوة ببطء مع تدفق ثابت (٥٠٠ مل / دقيقة) لتجنب الاضطرابات وفقاعات الهواء وعند جمع عينة من مياه الآبار أترك طلمبة السحب تعمل لفترة طويلة بما يكفي لتغيير المياه في شبكة البئر ويتم جمع العينة من صنبور بالقرب من البئر.

– **من المياه السطحية** (مجرى مائي) يتم جمع العينة من أقرب مكان عملياً لمنتصف المجرى المائي أو على الأقل على بعد عدة أقدام من الشاطئ أو من حافة الخزان ويتم جمع العينة من تحت سطح الماء وإذا كنت تستخدم عبوة لها غطاء نغمر العينة قبل إزالة الغطاء.

– **اقتسام العينة:** غالبا ما يتم تقسيم العينات أو اقتسامها إلى عبوات منفصلة للاستخدام داخل أو بين المعامل في الدراسات أو التقنيات البديلة أو التحاليل أو الحفاظ عليها كعينة مرجعية إضافية أو لحين الانتهاء من الدراسات ومن المهم جدا أن يتم اقتسام العينات بشكل صحيح وذلك طبقاً للخطوات التالية:

- يتم جمع كمية كبيرة من العينة في عبوة واحد ثم تقسم في عبوات صغيره ولا تملأ العبوات الصغيرة بشكل منفصل من المصدر.
- يتم مزج العينة التي تحتوي على جسيمات أو مواد صلبة قبل تقسيمها حتى تكون جميع العبوات الصغيرة متجانسة.
- إذا كانت العينة تحتاج للترشيح قبل التحليل أو التخزين يتم فلترتها بالكامل قبل تقسيمها.
- يتم استخدام نفس النوع من العبوات لجميع العبوات (قبل وبعد التقسيم).
- يتم إجراء التحاليل البيولوجية (للعينات المقسمة) في نفس اليوم أو في أقرب وقت ممكن من يوم الجمع
- تحفظ جميع العينات المقسمة بنفس الطريقة وإذا لم يتم ذلك، توثق طريقة الحفظ بشكل كامل تبعاً للطرق المستخدمة في الحفظ.
- عند اختبار الملوثات المتطايرة يتم ملء عبوات العينات لتفيض ما لم يكن بها مواد حافظة وتغلق بعناية ولا نترك أي فراغ أو هواء في العبوات عند الغلق.
- اختيار المكان المناسب للعينة (لا تجمع عينات من خزانات منزلية ومضخات مياه منزلية – خاصة بيوت الحيوانات وحمامات البشر).
- اختيار الصنابير المناسبة (لا يتم الجمع من صنبور من البلاستيك – أو فى حالة وجود تسريب – أو الصنبور ليس مصنوع من النحاس).
- اترك الماء ينساب من ٢ الى ٣ دقائق لتفريغ شبكة التوزيع المنزلية (للتأكد من ان المياه من المصدر الرئيسي وليست مخزنة بالشبكة).
- تحليل الكلور المتبقي بواسطة طريقة الـ DPD.
- إغلاق صنبور المياه.
- نحرق الصنبور لإزالة أي تلوثات عرضية من البيئة المحيطة (للصنبور البلاستيك استخدام كحول٧٠٪ كمطهر لإزالة تلوثات عرضية أو عبر استخدام الهيبوكلوريت).
- إعادة تشغيل صنبور الماء مرة أخرى (بسرعة ٥٠٠ ملل / دقيقة) ننتظر لمدة ٣٠ ثانية لزوال مخلفات الحرق.

- نفتح عبوة جمع عينة البكتريولوجي بعناية بالقرب من الصنبور.
- نملئ الزجاجة (مع ترك حوالي ٢,٥ سم بأعلى).
- أغلق العبوة مباشرة وقم بتسجيل جميع البيانات (بشكل مناسب) على الملصق.
- نحفظ العبوات في صندوق جمع العينات.
- نشطف عبوات جمع العينات الكيميائية ٣ مرات بمياه الصنبور لضمان عدم وجود تلوث من العينات السابقة.
- املأ عبوات جمع العينات ببطء مع تدفق لطيف (بسرعة ٥٠٠ مل / دقيقة) لتجنب الاضطرابات وفقاعات الهواء.
- أغلق العبوة مباشرة وقم بتسجيل جميع البيانات (بشكل مناسب) على الملصق.

الترشيح أو الطرد المركزي للعينات

- قد تتم إزالة المواد العالقة والرواسب والطحالب وغيرها من الكائنات الدقيقة سواء في وقت جمع العينة أو بعدها مباشرة من خلال ترشيح العينات بغشاء الترشيح (مثل ورق الترشيح – بولي تترافلوروإيثيلين – الزجاج) أو عن طريق الطرد المركزي. و لا نقوم بترشيح العينات إذا كان غشاء الترشيح سيحجز واحد أو أكثر من المكونات المراد تحليلها. فمن الضروري أن لا يسبب غشاء الترشيح تلوث للعينة ويُغسل جيدا قبل الاستخدام ولكن بطريقة تتفق مع طريقة التحليل.
- صب العينة لا يوصى به كبديل للترشيح.
- فلاتر الترشيح ينبغي ان تستخدم بحذر عند قياس مركبات العناصر الثقيلة والمواد العضوية لأنها يمكن ان تلتصق على سطح غشاء الترشيح وكذلك المركبات القابلة للذوبان (مثل المنظفات) يمكن أن تحجز على غشاء الترشيح.

حفظ عينات الفحص البيولوجي و التعامل معها

- التعامل مع عينات الفحص البيولوجي يختلف عن التعامل مع العينات التي تتطلب التحليل الكيميائي
- إضافة المواد الكيميائية لعينة الفحص البيولوجي يمكن أن تستخدم إما للتثبيت أو لحفظ العينة. يستخدم مصطلح "التثبيت " ليصف حماية الشكل الخارجي (المورفولوجى) بينما يستخدم مصطلح " الحفظ " لحماية المواد العضوية من التحلل البيوكيميائي أو الكيميائي. المواد الحافظة

تعرف كمواد سامة وإضافة مواد حافظة قد تؤدي إلى موت الكائنات الحية. وقبل الوفاة قد يسبب للكائنات التي لم يكن لديها جدران قوية لخلاياها تهيجاً وتزداد حساسيتها وبالتالي تنهار قبل اكتمال التثبيت. وللحد من هذا التأثير من المهم دخول مواد التثبيت الى الخلية بسرعة.

بعض المواد الحافظة على سبيل المثال محلول حمض اللوجل قد يؤدي إلى فقدان بعض المجموعات التصنيفية للكائنات الحية والتي يمكن أن تكون مشكلة أثناء فترات معينة من السنة في بعض المناطق. وهذه يمكن معالجتها بإستخدام مواد حافظة إضافية مثل المحاليل قلوي اللوجل على سبيل المثال خلال فترة الصيف عندما يلاحظ شكل سوطيات السيليكون في كثير من الأحيان.

- **لحفظ عينات الفحص البيولوجي للفحص يجب أن تفي بالمعايير التالية:**

أ. ينبغي أن يكون معروفا تأثير المواد الحافظة على فقدان الكائن قبل الحفظ.

ب. إن الحفظ يجب ان يمنع بفاعلية التحلل البيولوجي للمواد العضوية وذلك على الأقل خلال فترة تخزين العينات.

جـ. إن الحفظ يساعد على تمكين المحلل من تصنيف مجموعات الكائنات الحية والتي يتعين دراستها بشكل كاف خلال فترة تخزين العينات.

وحفظ العينات المستخدمة للتحاليل الكيميائية و التعامل معها

– المياه السطحية والمياه الجوفية ومياه الصرف الصحي يكونون عرضة للتغيرات نتيجة للتفاعلات الفيزيائية والكيميائية والبيولوجية التي قد تحدث بين وقت جمع العينات وبدء التحاليل. و طبيعة ومعدل هذه التفاعلات غالبا ما تكون (إذا لم يتم اتخاذ الاحتياطات أثناء جمع العينات ونقلها وتخزينها) لعناصر معينة حيث تكون التركيزات المقاسة مختلفة عن تلك الموجودة في وقت جمع العينات.

– مدى هذه التغيرات تعتمد على طبيعة المواد الكيميائية والبيولوجية للعينة ودرجة حرارتها وتعرضها للضوء وطبيعة العبوة التي تم جمع العينة فيها والوقت بين جمع العينات وتحليلها والظروف المعرضة لها أثناء النقل على سبيل المثال الرج. وهناك اسباب أخرى تسبب تغير للعينات وهي على النحو التالي:

أ – وجود بكتريا وطحالب وكائنات أخرى يمكن أن تستهلك بعض مكونات العينة. هذه الكائنات تستطيع أن تغير من طبيعة المكونات لتكّون مكونات جديدة ومن العناصر التي تتأثر بالأنشطة البيولوجية على سبيل المثال تركيز الأكسجين الذائب وثاني أكسيد الكربون ومركبات النيتروجين والفوسفور وفي بعض الأوقات السيليكون

ب – بعض المركبات يمكن أكسدتها بالأكسجين الذائب الموجود بالعينة أو بالأكسجين الهواء الجوي (مركبات عضوية – الحديد الثنائي – كبريتدات).

جـ– بعض المركبات يمكن ترسيبها في العينة (على سبيل المثال كربونات الكالسيوم – هيدروكسيد الالومنيوم) أو تفقد في صورة غاز (علي سبيل المثال الأكسجين أو السيانيد أو الزئبق).

د– الأس الهيدروجيني والتوصيل الكهربي يمكن أن يتغير وثاني أكسيد الكربون الذائب يمكن أن يتغير بواسطة إمتصاص الهواء الجوي له.

هـ – العناصر الذائبة أو العناصر الغروية مثل بعض المركبات العضوية يمكن أن تمتص على سطح العبوات أو على المواد العالقة بالعينات.

و– منتجات البوليمر يمكن أن تتفكك والعكس بالعكس بمعنى أن هناك مركبات بسيطة يمكن أن تتبلمر.

– التغيرات التي تحدث لمكونات معينة تتنوع في مقدارها ودرجتها وتختلف بإختلاف فصول السنة ويجب التأكيد على أن هذه التغيرات تحدث بسرعة وتعدِل من مكونات العينة في وقت قصير. في جميع الحالات من الضروري يجب أخذ الاحتياطات اللازمة لتقليل هذه التفاعلات وتحليل العينة في أقرب وقت ممكن.

– لذلك يجب حفظ عينات المياه للأسباب سالفة الذكر لمنع حدوث التغيرات فيها ولذلك من الضروري أن نختار أنسب طرق للحفظ حتى لا يحدث تلوث للعينات.

– الماء الصالح للشرب ومياه الخزانات يمكن حفظها بنجاح. في حالة الماء الصالح للشرب يتم حفظ العينات بالتبريد لأن هذا الماء أقل عرضه للتفاعلات البيولوجية والكيميائية. واذا تم تحليل العينات خلال ٢٤ ساعة من الجمع فإن الحفظ بالتبريد في درجة حرارة أقل من ٦ درجة مئوية يكون كافياً أما عينات مياه الصرف الصحي أو الصرف الصناعي يجب أن تحفظ بعد جمع العينات مباشرة بسبب النشاط البكتريولوجي العالي.

حفظ و التعامل مع العينات المستخدمة لتحاليل الكيمياء الإشعاعية

تحذير – احتياطات السلامة والحماية تعتمد على نشاط العينة. هناك فارق صغير بين التعامل مع عينات للتحليل الكيمياء الإشعاعية والتعامل مع عينات للتحاليل الفيزيائية والكيميائية. احتياطات السلامة تعتمد على طبيعة النشاط الإشعاعي للعينة. و تقنيات حفظ هذه العينات تعتمد على نوعية المادة المشعة وفترة نصف عمر النواه المشعة المراد قياسها.

نقل العينات

صناديق جمع العينات التي بها العينات يجب أن تكون محمية ومختومة بطريقة تمنع تدهور العينات ولا تفقد أي من مكونات العينة أثناء عملية النقل. و مواد التعبئة والتغليف ينبغي أن تحمي الحاويات من الملوثات الخارجية المحتملة والكسر لا سيما قرب فتحة الصناديق وينبغي أن لا تكون مصدرا للتلوث. خلال عملية النقل و يجب أن يتم تخزين العينات وفقا للإرشادات الواردة في الجداول ١-٤. في الحالات التي يتجاوز فيها التخزين والنقل وقت الحد الأقصى الموصي به قبل بدء التحليل يجب التحقق من العميل ومعرفة ما إذا كان ينبغي تحليل العينات أم لا وإذا ما تقرر المضي قدما في التحليل والوقت بين جمع العينات وتحليلها وكل هذا يجب أن يذكر بتقرير العينات.

١١. استقبال العينات

ينبغي للعاملين بالمعمل وضع نظام لحفظ العينات بالتبريد أثناء النقل وإذا كان ذلك ممكنا يتم الحفاظ على درجة حرارة البيئية المحيطة بالعينات بين ١ درجة مئوية إلى ٥ درجات مئوية وفي جميع الحالات ينبغي التحقق من عدد العبوات الواردة الى المعمل من عدد العبوات المنصوص عليها لكل عينة وذلك عند البدء بتنفيذ "تسلسل الحيازة".

١٢. الاحتياطات العامة

١. يتم الحصول على العينات التي تلبي متطلبات برامج جمع العينات.

٢. التعامل معها بطريقة ما بحيث لا تفسد أو تتلوث قبل الوصول إلى المعمل.

٣. شطف العينة من ٢ الى ٣ مرات بالمياه التي يتم جمعها ما لم تحتوي على مادة حافظة أو مادة نازعة للكلور.

٤. أملأ العبوة بالكامل للتحاليل الكيميائية وأترك مساحة في حالة التحاليل المكروبيولوجية.

٥. للعينات التي سيتم نقلها يفضل ترك فراغ جوي حوالي ١٪ من حجم العبوة ما لم تذكر احتياطات خاصة.

٦. احتياطات خاصة ضرورية للعينات التي تحتوي على المركبات العضوية والمعادن الثقيلة.

٧. العينات المحفوظة لبعض المصادر يمكن الحصول عليها فقط بالعينات المركبة المجموعة على فترات من الزمن أو العديد من نقاط الجمع المختلفة.

٨. أصنع سجل لكل عينة يتم جمعها وعرف كل عبوة ويفضل لصق ملصق أو كتابة ارقام مسجلة بطريقة مناسبة.

٩. يتم تسجيل معلومات كافية توضح العينة بشكل كافي ويمكن الاستفادة منها في وقت لاحق متضمنة اسم جامع العينة والتاريخ والساعة والمكان المحدد ودرجة حرارة المياه وأية بيانات أخرى قد تكون هناك حاجة إليها مثل الظروف الجوية ومستوى المياه وسرعة التيار، وكيفية التعامل مع العينات لاحقاً.... الخ

١٠. أترك مساحة على الملصق ليكتب بالأحرف الأولى اسم جامع العينة ووقت وتاريخ النقل.

١١. نختار نقاط ثابتة لجمع العينات منها موصوفة وصفاً كاملا من الخرائط أو محددة المعالم بطريقة من شأنها أن تسمح لأى جامع للعينات أن يتعرف عليها دون توجيه.

١٢. عند الحاجه باستخدام خطوات " تسلسل الحيازة " يمكن تتبع تاريخ العينة من الجمع إلى استخراج التقارير النهائية.

١٣. قبل جمع العينات من الشبكات أترك الماء ينساب فترة كافية لكى نضمن أن تكون العينة ممثلة لمياه المصدر مع الأخذ في الأعتبار قطر وطول الأنابيب التي ينساب منها المياه وسرعة تدفقه.

١٤. جمع عينات من الآبار لا يكون إلا بعد أن يتم ضخ مياه البئر فترة كفاية لضمان أن العينة تمثل مصدر المياه الجوفية.

١٥. عند جمع العينات من المجاري المائية (ترع أو الأنهار) تؤخذ عينة كاملة من منتصف المجرى أو من جانب إلى آخر في عمق متوسط.

١٦. إذا كان يمكن فقط جمع عينة مفردة يتم جمعها من منتصف المجرى وعلى عمق متوسط.

١٧. تجنب جمع العينات في أماكن الاضطرابات الشديدة.

١٨. تجنب جمع العينات من السدود لأن مثل هذه المواقع تحتوى على كميات كبيرة من المركبات غير الممتزجة في الماء.

١٩. في الجداول من ١الى ٤ تم ذكر تفاصيل عن نوع العبوة المستخدمة لجمع وتخزين عناصر مختلفة. كما ينبغي أخذ نفس الاحتياطات لغطاء العبوة والتعليمات الموجودة في هذه الجداول تساعد في اختيار العبوات المختلفة للاختبارات.

٢٠. ينبغي اختيار العبوات المستخدمة في جمع وتخزين العينات بعد الأخذ في الاعتبار المعايير التالية (خصوصا عندما تكون العناصر المراد قياسها موجودة بكميات ضئيلة جدا):

أ. التقليل من تلوث العينة من مادة صنع العبوة أو غطائها على سبيل المثال ذوبان المكونات غير العضوية من الزجاج (وخاصة من صودا الزجاج) والمركبات العضوية والمعادن من البلاستيك حيث أن بعض الأغطية الملونة قد تحتوي على مستويات عالية من المعادن الثقيلة.

ب. القدرة على تنظيف ومعالجة جدران العبوات للحد من تلوث السطح الداخلي للعبوة بواسطة عناصر بسيطة جداً مثل المعادن الثقيلة أو الأنويه المشعة.

جـ. تصنع العبوات واغطيتها من مواد خاملة كيميائياً وبيولوجياً وذلك للحد من أو تقليل التفاعل بين مكونات العينة والعبوات.

د. العبوات قد تسبب أيضا حدوث تغييرات في تركيزات العناصر المراد قياسها عن طريق الامتزاز أو الامتصاص والمعادن الثقيلة عرضة بشكل خاص لهذه التغيرات ولكن معادن أخرى (على سبيل المثال المنظفات والمبيدات الحشرية والفوسفات) قد تتأثر أيضا. وينبغي أن يقوم العاملين بالمعمل بأخذ الحيطة اللازمة عند شراء عبوات جديدة ومعدات الجمع.

هـ- كما ينبغي الأخذ في الاعتبار عوامل أخرى عند الشراء مثل مقاومة العبوات لدرجات الحرارة القصوى ومقاومة الكسر وسهولة الغلق وإعادة الفتح والحجم والشكل والكتلة وتوافرها وسعرها. احتمالية التنظيف وإعادة الاستخدام. وينبغي دائما أن تؤخذ عينات بلانك محفوظة عند جمع العينات وتحلل مع العينات التي تم جمعها للتأكيد على مدى ملائمة العبوات وطرق الحفظ.

٢١. لا ينبغي أن يسمح للموظفين بالتدخين بالقرب من العينات وكذلك أن توضع العينات بالقرب من أي مصدر من مصادر عوادم المحركات.

٢٢. ينبغي ألا توضع العينات المفتوحة (على سبيل المثال أثناء ترشيح العينات أو حفظها) بالقرب من مروحة أو مكيف ولا بالقرب من المواد الغذائية والمشروبات.

٢٣. التطهير والتنظيف المناسب إذا كان سيتم إعادة استخدام المعدات (مثل مجارف العينات) أثناء الاستخدامات المختلفة.

٢٤. لا ينبغي أن تُلمس الأسطح الداخلية للعبوات وأغطيتها بالأصابع أو بأي أشياء أخرى.

٢٥. من الضروري أن يتم نقل وتخزين العبوات الفارغة مغلقة بإحكام.

٢٦. يجب تحفظ عبوات جمع العينات بعيده عن مصادر التلوث. وإذا كان يتم قياس درجة الحرارة أو الآس الهيدروجيني فانه يجب أن يستخدم عبوات محدده لهذا الغرض والعينة المستخدمة في القياس يتم التخلص منها. وتحت أي ظرف من الظروف يجب التخلص من الجزء المقاس من العينة ولا تعاد للعبوة مرة أخرى ويعاد باقي العينة للمعمل لآستكمال الاختبارات.

٢٧. ينبغي التدقيق في العينات عند وجود شوائب كبيرة مثل الأوراق أو المخلفات وإذا تلاحظ وجود هذه الجزيئات يتم التخلص من العينة وجمع عينة جديدة.

٢٨. ينبغي فحص كواشف الحفظ كملوثات في حالة تغير لون العينات ويجب التخلص من الكواشف في حالة توقع تلوثها.

التوصيات

- بعض العينات التي تطلب تحليل الملوثات العضوية لها فإنه من المفضل مبدئياً الاستخلاص في الموقع. وهناك إجراءات أخرى مثل الإمتزاز في الموقع أو ملئ العبوة للنهاية في الموقع كلما كان هذا ممكناً.

- من المستحيل أن تعطي ارشادات لعدد مرات التخزين أو طبيعة عبوات العينات لكل تقنيات الحفظ. كفاءة عمليات الحفظ لا تعتمد فقط على العناصر المطلوب تحليلها وتركيزاتها ولكن أيضا على طبيعة العينة. في جميع الحالات من الضروري أن تكون طريقة التخزين متوافقة مع تقنية التحليل المستخدمة. والجداول من ١ إلى ٤ تُوصف تقنيات الحفظ الأكثر شيوعا.

– مزيد من الارشادات في الجدول رقم ٢ توضح تقنيات الحفظ المناسب استخدامها جنبا إلى جنب مع العديد من العناصر المراد تحليلها. ومع ذلك، فإنه ليس من المعقول أو المنطقي أن نجمع بين العناصر المراد قياسها عضوياً وغير عضوياً وذلك بسبب طريقة القياس وكيفية التعامل معها داخل المعمل.

– التحاليل البيولوجية عموما عديدة وتتنوع من جنس لآخر. ولهذا السبب فإنه من المستحيل وضع قائمة شاملة بجميع الاحتياطات التي ينبغي اتخاذها للحفاظ على عينات التحليل البيولوجي وبالتالي فإن المعلومات الواردة في الجدول رقم ٣ خاصة ببعض التحاليل التي تم دراستها عموماً لمختلف المجموعات الحيوانية أو النباتية وتجدر الإشارة إلى أنه قبل القيام بأي دراسة مفصلة فمن الضروري أن تختار العنصر المراد قياسه وإجراء الدراسة عليه.

– جدول رقم ٤ مذكور به تقنيات عامه مناسبة لحفظ العينات المشعة.

– يجب أن لا يكون هناك فروق بين نتائج العينات (التي تم تحليلها فور جمعها واخرى تم تحليلها بعد حفظها) إحصائياً. وينبغي التحقق من النتائج بعد الأخذ في الاعتبار طريقة التحليل.

– أحجام العينة المدرجة في الجدول رقم ١ تمثل أحجام نموذجية مطلوبة لتنفيذ تحليل واحد على العينة وعندما يكون هناك أكثر من طريقة للقياس فان حجم العينة يتعلق بالطريقة المستخدمة للقياس. في بعض الحالات قد يكون من الممكن أن تأخذ حجم أصغر من العينة ولكن هذا يجب أن يتم فقط بعد التشاور مع العاملين بالمعمل.

– للعينة التي تتطلب قياس أكثر من عنصر فإنه من الضروري أن نأخذ أكثر من عينة صغيرة لتوفي متطلبات حفظ العينة ومن الضروري أن نقوم بالعناية القصوى لتجنب حدوث تلوث متبادل بين العينات الصغيرة. على سبيل المثال، حمض النيتريك يستخدم لحفظ العناصر الثقيلة في عبوات صغيرة وسوف يلوث العينات الصغيرة الاخرى المستخدمة لتحليل النترات.

اعتبارات السلامة

- لأن بعض العينات قد تكون سامة يجب اتخاذ الاحتياطات الكافية أثناء جمع العينات والتعامل معها.
- استخدام القفازات وكذلك الأفرول أو المآزر أو أي ملابس واقية أخرى.
- عند الضروري ارتدى واقي لحماية العين.

- عند تواجد أبخرة سامة يتم جمع العينة في منطقة جيدة التهوية جدا أو استخدام جهاز تنفس صناعي وعندما تكون في المعمل أفتح العينة في دولاب سحب الغازات.
- لا تترك الطعام أبداً بالقرب من العينات أو مكان جمع العينات وأغسل اليدين جيدا قبل التعامل مع الأطعمة.

Table 1 — Techniques generally suitable for the preservation of samples — Physico-chemical and chemical analysis

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Acidity and alkalinity	P or G	500 Fill container completely to exclude air.	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	14 days[c] Samples should preferably be analysed on-site (particularly for samples high in dissolved gases). Reduction and oxidation during storage can change the sample
Acidic herbicides	G with PTFE cap liner or septum	1 000 Do not pre-rinse the empty container with sample; analytes adhere to the wall of the bottle. Do not completely fill sample container.	Acidify to between pH 1 to 2 with HCl and cool to between 1 °C and 5 °C.	2 weeks	Extract sample container as part of the sample extraction procedure. If the sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample, add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to collection.
Adsorbable organic halides (AOX)	P or G	1 000 Fill container completely to exclude air.	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3, cool to between 1 °C and 5 °C, keep samples stored in the dark.	5 days	
	P	1 000	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Aluminium	P acid-washed G or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	
Ammonia, free and ionized	P or G	500	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4, cool to between 1 °C and 5 °C.	21 days	Filter on-site before preservation
	P	500	Freeze to – 20 °C.	1 month	

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Anions (Br, F, Cl, NO_2, NO_3, SO_4 and PO_4)	P or G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	Filter on-site before preservation. See also ISO 10304-1.
	P	500	Freeze to – 20 °C	1 month	
Antimony	P acid-washed G acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HCl or HNO_3.	1 month	HCl should be used if the hydride technique is used for analysis.
Arsenic	P acid-washed G acid-washed	500	Acidify to pH 1 to 2 with HCl or HNO_3.	1 month	HCl should be used if the hydride technique is used for analysis.
Barium	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	1 month	Do not use H_2SO_4
Beryllium	P acid-washed or G acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	1 month	
Biochemical oxygen demand (BOD)	P or G	1 000 Fill container completely to exclude air.	Cool to between 1 °C and 5 °C	24 h	Keep samples stored in the dark. In case of freezing to – 20 °C: 6 months (1 month if < 50 mg/l)[c]
	P	1 000	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Boron	P	100 Fill container completely to exclude air.	None required	1 month	6 months[c]
Bromate	P or G	100	Cool to between 1 °C and 5 °C	1 month	
Bromide and bromine compounds	P or G	100	Cool to between 1 °C and 5 °C	1 month	
Bromine residual	P or G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C	24 h	Keep samples stored in the dark. The analysis should be carried out on-site, within 5 min of sample collection.
Cadmium	P acid-washed or BG acid-washed.	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	6 months[c]

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Calcium	P or G	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	
Carbamate pesticides	G solvent-washed	1 000	Cool to between 1 °C and 5 °C.	14 days	If the sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to analysis.
	P	1 000	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Carbon dioxide	P or G	500 Fill container completely to exclude air.	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	Determination preferably carried out on-site.
Carbon, total organic (TOC)	P or G	100	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4, cool to between 1 °C and 5 °C.	7 days	Acidification to pH 1 to 2 with H_3PO_4 is suitable. If volatile organic compounds are suspected, acidification is not suitable. Analyse within 8 h.
	P	100	Freeze to – 20 °C	1 month	
Chemical oxygen demand (COD)	P or G	100	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4	1 month	6 months[c]
	P	100	Freeze to – 20 °C	1 month	6 months[c]
Chloramine	P or G	500		5 min	Keep samples stored in the dark. The analysis should be carried out on-site, within 5 min of sample collection.
Chlorate	P or G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	7 days	
Chloride	P or G	100		1 month	

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Cobalt	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	6 months[c]
Colour	P or G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C	5 days	Keep samples stored in the dark. In case of groundwater, rich with iron(II), analysis should be carried out on-site, within 5 min of sample collection
Conductivity	P or BG	100 Fill container completely to exclude air.	Cool to between 1 °C and 5 °C	24 h	Analysis preferably be carried out on-site
Copper	P acid-washed or G acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	6 months[c]
Cyanide by diffusion at pH 6	P	500	Add NaOH to pH > 12. Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	
Cyanide easily liberated	P	500	Add NaOH to pH > 12. Cool to between 1 °C and 5 °C.	7 days 24 h if sulphide is present.	Keep samples stored in the dark.
Cyanide, total	P	500	Add NaOH to pH > 12. Cool to between 1 °C and 5 °C.	7 days 24 h if sulphide is present.	14 days[c] Keep samples stored in the dark.
Cyanochloride	P	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	
Detergents	See "Surfactants"				
Dissolved solids (dry residue)	See "Total solids (Total residues)"				
Fluorides	P but not PTFE	200		1 month	
Heavy metal compounds (except mercury)	P or BG	500	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	1 month	6 months[c]
Hydrazine	G	500	Acidify with HCl to 1 mol/l	24 h	Keep samples stored in the dark.

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Hydrocarbons	G solvent (e.g. pentane) used for extraction	1 000 Do not pre-rinse container with sample; analytes adhere to the wall of the bottle. Do not completely fill sample container.	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4 or with HCl	1 month	Extract on-site where practical.
Hydrogen-carbonates	See "Acidity and alkalinity"				
Iodide	G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 month	
Iodine	G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	Keep samples stored in the dark.
Iron(II)	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HCl and exclusion of atmospheric oxygen.	7 days	
Iron, total	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	1 month	
Kjeldahl nitrogen	P or BG	250	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4	1 month	Keep samples stored in the dark. 6 months for both techniques[c]
	P	250	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Lead	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	1 month	6 months[c]
Lithium	P	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	
Magnesium	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	
Manganese	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Mercury	BG acid-washed	500	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3 and addition of $K_2Cr_2O_7$ [0,05 % by mass final concentration].	1 month	Particular care is needed to ensure that the sample is free from contamination.
Monocyclic aromatic hydrocarbons	G, vials with PTFE-lined septum	500 Fill container completely to exclude air.	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4	7 days	If the sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to container prior to sample collection.
Nickel	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	6 months[c]
Nitrate	P or G	250	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	
	P or G	250	Acidify to between pH 1 to 2 with HCl	7 days	
	P	250	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Nitrite	P or G	200	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	Analysis should preferably be carried out on-site. 2 days[c]
Nitrogen total	P or G	500	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4[d].	1 month	
	P	500	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Odour	G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	6 h	The test can be carried out on site (qualitative analysis).
Oil and grease	G solvent-washed	1 000	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4 or HCl	1 month	
Organic chlorine	See "Adsorbable organic halides (AOX)"				
Organotin compounds	G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	7 days	Extraction of the sample should be carried out on-site.

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Orthophosphates, dissolved	See "Phosphorus, dissolved"				
Orthophosphates, total	See "Phosphorus, total"				
Oxygen	P or G	300 Container should be filled completely		4 days	Fix the oxygen on-site and keep samples stored in the dark. The electrochemical method may be used as well and can be carried out on-site.
Permanganate index	G or P	500	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4, 8 mol/l	2 days	Analyse as soon as possible.
	G or P	500	Cool to between 1 °C and 5 °C and keep samples stored in the dark.	2 days	
	P	500	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Pesticides, organochlorine, organo-phosphorus and organo-nitrogen containing	G solvent washed with PTFE cap liner For glyfosate use P	1 000 to 3 000 Do not pre-rinse container with sample; analytes adhere to the wall of the bottle. Do not completely fill the container	Cool to between 1 °C and 5 °C.	Preservation time of the extract is 5 days	If sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to sample collection. Extraction should be carried out within 24 h after sampling.
Petroleum and derivatives	See "Hydrocarbons"				
pH	P or G Fill container completely to exclude air.	100	Cool to between 1 °C and 5 °C.	6 h	The test should be carried out as soon as possible and preferably immediately on-site after sampling.
Phenol index	G	1 000	Inhibit biochemical oxidation by addition of $CuSO_4$ and acidify to pH < 4 with H_3PO_4	21 days	

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Phenols	BG, amber, solvent-washed with PTFE cap liner	1 000 Do not pre-rinse container with sample; analytes adhere to the wall of the bottle. Do not completely fill sample container.	Acidify to between pH < 4 with H_3PO_4 or H_2SO_4	3 weeks	If sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample, add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to sample collection. For chlorophenols the extraction period is 2 days
Phosphorus, dissolved	G or BG or P	250	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 month	The sample should be filtered on-site at the time of sampling. Before analysis, oxidizing agents may be removed by addition of iron(II) sulfate or sodium arsenite.
	P	250	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Phosphorus, total	G or BG or P	250	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4 [d]	1 month	See "Phosphorus, dissolved" 6 months for both techniques.[c]
	P	250	Freeze to – 20 °C.	1 month	
Polychlorinated biphenyls (PCBs)	G, solvent-washed with PTFE cap liner	1 000 Do not pre-rinse container with sample; analytes adhere to the wall of the bottle. Do not completely fill sample container.	Cool to between 1 °C and 5 °C.	7 days	Extract on-site where practical. If sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to sample collection
Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs)	G, solvent-washed with PTFE cap liner	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	7 days	Extract on-site where practicable. If sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to sample collection.
Potassium	P	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	1 month	

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Purgeables by purge and trap	G, with PTFE cap liner	100	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4	7 days	14 days[c] If sample is chlorinated, for each 1 000 ml of sample, add 80 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to sample collection.
Selenium	P acid-washed or G acid-washed	500	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	1 month	
Silicates, dissolved	P	200	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 month	The sample should be filtered on-site at the time of sampling.
Silicates, total	P	100	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 month	
Silver	P acid-washed or G acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	
Sodium	P or G	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	
Solids, suspended	P or G	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 days	
Sulfate	P or G	200	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 month	
Sulfide (easily liberated)	P	500 Fill container completely to exclude air.	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 week	Fix samples immediately on-site by adding 2 ml of 10 % (mass concentration) of zinc acetate solution. If the sample is chlorinated, for each 100 ml of sample add 80 mg of ascorbic acid to the container prior to analysis
Sulfite	P or G	500 Fill container completely to exclude air.		2 days	Fixing on-site by addition of 1 ml of a 2,5 % (by mass) solution of EDTA per 100 ml of sample.

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Surfactants, anionic	G, rinse with methanol.	500	Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4 Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 days	Glassware should not be detergent-washed. Can be combined with non-ionic.
Surfactants, cationic	G, rinse with methanol.	500	Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 days	Glassware should not be detergent-washed.
Surfactants, non-ionic	G	500 Ensure container is filled completely.	Add 37 % (by volume) formaldehyde (see WARNING at end of table) solution to give 1 % (by volume) solution; cool to between 1 °C and 5 °C	1 month	Glassware should not be detergent-washed.
Tin	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HCl	1 month	
Total hardness	See "Calcium"				
Total solids (total residues, dry extract)	P or G	100	Cool to between 1 °C and 5 °C.	24 h	
Trihalomethanes	G, vials with PTFE-faced septum	100 Fill container completely to exclude air.	Cool to between 1 °C and 5 °C	14 days	If sample is chlorinated, for each 100 ml of sample, add 8 mg of $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ to the container prior to sample collection.
Turbidity	P or G	100	Cool to between 1 °C and 5 °C. Keep samples stored in the dark.	24 h	Preferably carried out in the field.
Uranium	P acid-washed or BG acid-washed	200	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	
Vanadium	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	

Table 1 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container[a]	Typical volume (ml) and filling technique[b]	Preservation technique	Maximum recommended preservation time before analysis after preservation	Comments
Zinc	P acid-washed or BG acid-washed	100	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	1 month	6 months[c]

WARNING — Beware of formaldehyde vapours. Do not store large numbers of samples in small work areas.

a P = Plastics [e.g. polyethylene, PTFE (polytetrafluoroethylene), PVC (polyvinyl chloride), PET (polyethylene terephthalate)]
G = Glass
BG = Borosilicate glass

b The volume is indicative for a single test.

c Validated prolonged preservation times.

d Not recommended for simultaneous persulfate oxidation/digestion procedures.

Table 2 — Preservation techniques for use with multiple determinands

Preservation technique	Suitable for	Not suitable for
Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3	Alkaline metals (potassium, sodium) Alkaline earth metals (calcium, magnesium) Heavy metals (except mercury) Mercury (with $K_2Cr_2O_7$) Absorbable organic halides (AOX) Aluminium, antimony, arsenic, barium, beryllium, calcium, cadmium, chromium, cobalt, copper, iron (total), lead, lithium, magnesium, manganese, nickel, selenium, silver, uranium, vanadium, zinc Total hardness	Cyanide Sulfide Carbonate, bicarbonate, carbon dioxide Nitrite Soaps and esters Hexamethylenetetramine Thiosulfate
Acidify to between pH 1 to 2 with HCl	Acidic herbicides Antimony Arsenic Chlorinated solvents Hydrocarbons Hydrazine to 1 mol/l Iron(II) Nitrate Oil and grease Petroleum and derivates Tin	Cyanide Silver Thallium Lead Bismuth Mercury(II)

Table 2 (*continued*)

Preservation technique	Suitable for	Not suitable for
Acidify to between pH < 4 with H_3PO_4	Phenols	Cyanide
Acidify to between pH 1 to 2 with H_2SO_4	Adsorbable organic halides (AOX) Ammonia, free and ionized Carbon, total organic (TOC) Chemical oxygen demand (COD) Hydrocarbons Kjeldahl nitrogen Monocyclic aromatic hydrocarbons Nitrogen, total Oil and grease Orthophosphates, total Permanganate index (8 mol/l) Petroleum and derivatives Phenols Phosphorus, total Purgeables by purge and trap Surfactants, anionic	Cyanide Barium Calcium Strontium Radium Lead
Alkali addition to pH > 12 with NaOH	Cyanide total and easily liberated	Most organic compounds Heavy metals, especially in lower valence states Some metals form soluble anions at higher valence states Ammonia/ammonium Amines and amides Hydrazine Hydroxylamine
Freeze (– 20 °C)	Anions Ammonia, free and ionized Nitrate Biological oxygen demand (BOD) Carbamate pesticides Chlorophyll (temperature of – 80 °C required) Chemical oxygen demand (COD) Kjeldahl nitrogen Nitrogen, total Carbon, total organic (TOC) Orthophosphate (total and dissolved) Permanganate index Phosphorus (total and dissolved) Bioassays, toxicity tests	Precipitation (and polymerization) can occur making resolution difficult. Conversely some pesticides depolarize. Suitability should be evaluated before routine use.

Table 3 — Techniques generally suitable for the preservation of samples — Biological analysis

Determinand to be studied	Type of container [a]	Preservation technique	Typical volume ml	Maximum recommended preservation time before analysis [b]	Comments
Counting and identification					
Benthic macro-invertebrates, large samples	P or G	Add ethanol to the sample to give concentration of at least 70 % (volume fraction).	1 000	1 year	Water in samples should first be decanted to maximize the preservative concentration.
	P or G	Add 37 % formaldehyde (see WARNING at end of table) neutralized with sodium tetraborate or hexamethylene-tetramine (100 g/l formalin solution) to give a final solution of 3,7 % formaldehyde (corresponding to a 1 to 10 dilution of formalin solution).	1 000	1 year (3 months minimum preservation time before analysis)	
Benthic macro-invertebrates, small samples (for example reference collections)	G	Transfer to a preservative solution consisting of at least 70 % by volume ethanol, 37 % by volume formaldehyde (see WARNING at end of table) and glycerol (in the proportions 100:2:1 respectively).	100	Indefinitely	Special methods are required for invertebrate groups that are distorted by normal preservative treatment (for example platyhelminthes[6]).

Table 3 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container [a]	Preservation technique	Typical volume ml	Maximum recommended preservation time before analysis [b]	Comments
Algae	G or P with tight fitting lid	Addition of 0,5 part to 1 part by volume of (acid or alkaline) Lugol's solution to 200 parts by volume of sample. Cool to 1 °C to 5 °C	200	6 months	Keep samples stored in the dark. Alkaline Lugol is generally applicable in fresh water and acid Lugol in marine water with delicate flagellates. For specific determination see specific standard. Addition of more Lugol's solution may be necessary if decolourization occurs.
Phytoplankton	G	See "Algae"	200	6 months	Keep samples stored in the dark.
Zooplankton	P or G	Addition of 37 % by volume formaldehyde (see WARNING at end of table) neutralized with sodium borate to give a final solution of 3,7 % formaldehyde or addition of Lugol's solution as for algae	200	1 year	Addition of more Lugol's solution may be necessary if decolourisation occurs.

Table 3 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container [a]	Preservation technique	Typical volume ml	Maximum recommended preservation time before analysis [b]	Comments
Fresh and dry mass					
Benthic macro-invertebrates Macrophytes Algae Phytoplankton Zooplankton Fish	P or G	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 000	24 h	Do not freeze to – 20 °C. The analysis should be carried out as soon as possible and not later than 24 h.
	P or G	Add 37 % formaldehyde (see WARNING at end of table) neutralized with sodium tetraborate or hexamethylene-tetramine (100 g/l formalin solution to give a final solution of 3,7 % formaldehyde (corresponding to a 1 to 10 dilution of formalin solution).	1 000	3 months minimum preservation time before analysis	Note that fresh and dry (bio)mass determinations of periphyton and phytoplankton are usually based on the cell volume measurements made during counting and identification procedure from the preserved sample.
Mass of ash					
Benthic macro-invertebrates Macrophytes Algae Phytoplankton	P or G	Add 37 % formaldehyde (see WARNING at end of table) neutralized with sodium tetraborate or hexamethylene-tetramine (100 g/l formalin solution) to give a final solution of 3,7 % formaldehyde (corresponding to a 1 to 10 dilution of formalin solution).	1 000	3 months minimum preservation time before analysis	Note that fresh and dry (bio)mass determinations of periphyton and phytoplankton are usually based on the cell volume measurements made during counting and identification procedure from the preserved sample.

Table 3 (*continued*)

Determinand to be studied	Type of container [a]	Preservation technique	Typical volume ml	Maximum recommended preservation time before analysis [b]	Comments
Dry mass and mass of ash					
Zooplankton		Freeze to – 20 °C	200	6 months	Sample is filtered through pre-weighed glass-fibre membrane filters and then frozen at – 20 °C.
Toxicity tests					
	P or G	Cool to between 1 °C and 5 °C	1 000	24 h	The preservation period will vary according to the method of analysis to be used. See also ISO 5667-16.
	P	Freeze to – 20 °C	1 000	2 weeks	

WARNING — Beware of formaldehyde vapours. Do not store large numbers of samples in small work areas.

[a] P = Plastics [e.g. polyethylene, PTFE (polytetrafluoroethylene), PVC (polyvinyl chloride), PET (polyethylene terephthalate)]
G = Glass
BG = Borosilicate glass

[b] If a preservation period is not specified, it is generally unimportant. The indication "1 month" represents preservations without particular difficulty.

Table 4 — Techniques generally suitable for the preservation of samples — Radiochemical determinands

Determinand to be studied	Type of container[a]	Preservation technique	Typical volume ml	Maximum recommended preservation time before analysis	Comments
Alpha activity	P	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	2 000	1 month	Do not acidify if the sample is evaporated before analysis. Keep samples stored in the dark.
		Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 000	1 month	
Beta activity (except radio-iodine)	P	Acidify to between pH 1 to 2 with HNO_3.	2 000	1 month	Do not acidify if the sample is evaporated before analysis. Keep samples stored in the dark.
		Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 000	1 month	
Gamma activity	P	Cool to between 1 °C and 5 °C.	5 000	2 days	
Radio-iodine	P	Cool to between 1 °C and 5 °C.	3 000	2 days	Add 2 ml to 4 ml of sodium hypochlorite solution (10 % by mass) per litre of sample, ensuring an excess of free chlorine.
Radon isotopes Radium by radon in growth	BG	Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 000	2 days	Minimum 4 weeks in growth of radium daughters.
Radium by other methods	P	Acidify to a pH < 1 with HNO_3.	2 000	2 months	Minimum 4 weeks in growth of radium daughters.
		Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 000	2 months	
Radio-strontium	P	Cool to between 1 °C and 5 °C.	1 000	1 month	Minimum 2 weeks in growth of yttrium-90.
Radio-caesium	P	Cool to between 1 °C and 5 °C.	5 000	2 days	
Tritiated water	P	Cool to between 1 °C and 5 °C.	250	2 months	Sample is distilled before analysis.
Uranium	P	Acidify to a pH < 1 with HNO_3	2 000	1 month	
		Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 000	1 month	
Plutonium	P	Acidify to a pH < 1 with HNO_3	2 000	1 month	
		Cool to between 1 °C and 5 °C.	2 000	1 month	

WARNING — Safety precautions and shielding depend on the activity of the sample.

Contamination of the sample should be avoided, especially if the sample activity is very low. Some sample sites can have measurable activity in the soil or air, or in waters other than those being sampled. Laboratories, as well as some items of domestic equipment, can contain radioactive material.

When sampling precipitation, any special requirements in this table are additional to those given in ISO 5667-8. As the collection of sufficient sample can require a period of days, both the starting and finishing times and dates should also be recorded. A record of precipitation collection for the sample station for the appropriate period should be appended. Stabilizer or carrier may be added, if appropriate for the determinands being measured.

NOTE Some plastics bottles slowly concentrate samples over a period of many months by being very slightly permeable to water. Also see the comments for radon.

[a] P = Plastics [e.g. polyethylene, PTFE (polytetrafluoroethylene), PVC (polyvinyl chloride), PET (polyethylene terephthalate)]
G = Glass
BG = Borosilicate glass

Microbiological sampling procedure

Van Dorn Sampler Intended for shallow or deep water

Microbiological sample bottles

Inorganic sample bottles

Organic sample bottles

Biological sample bottles

BOD sample bottle

المراجع

- **تم الإعداد بمشاركة المشروع الألماني GIZ**
- **و مشاركة السادة :-**

➢ د/ سناء أحمد الإله	شركة مياه الشرب والصرف الصحى بالفيوم
➢ د/ شعبان محمد على	شركة مياه الشرب والصرف الصحى بالفيوم
➢ د/ حمدى عطيه مشالى	شركة مياه الشرب والصرف الصحى بالغربية
➢ د/ سعيد أحمد عباس	شركة مياه الشرب والصرف الصحى بالغربية
➢ د/ عبدالحفيظ السحيمى	شركة مياه الشرب بالقاهرة الكبرى
➢ د/ مى صادق	شركة مياه الشرب بالقاهرة الكبرى