Annex 1:
Standard Operation Procedures (SOP) For Environmental Monitoring

1.2 Chemical and Biological Water Quality (1)

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Oil and Grease

إجراء التشغيل القياسي (SOP)

لتحديد الزيت والشحوم

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

DFEA Damascus

مديرية دمشق

1. **Scope and Application:** For water, wastewater

2. **Summary of Method:** Partition-Infrared method (Solvent extraction – non- dispersive infrared absorption)

3. **Measurement range:** 0 to 200 mg/L

4. **Necessary Equipment and Supplies:**

   1) Oil Content Analyzer (OCMA-310/HORIBA): 1 set

   2) Measurement syringe (for the extraction solvent, 10 ml): 1 pc

   3) Measurement syringe (for the test sample, 20 ml): 1 pc

   4) Microsyringe (25 µl): 1 pc

   5) Syringe (polyethylene-made, 2.5 ml): 1 pc

   6) B-heavy oil: 1 bottle

   7) Solvent (S-316)

5. **Principle of Determination**

   Use of the extraction solvent allows absorbance of the carbon-hydrogen bond in the infrared to be used to measure oil and grease. Elimination of the evaporation step permits infrared detection of many relatively volatile hydrocarbons. Thus, the lighter petroleum distillates, with the exception of gasoline, may be measured accurately.

1. المجال والتطبيق :

للمياه , مياه الصرف

2. ملخص الطريقة : طريقة التجزيئ بالأشعة تحت الحمراء(الاستخلاص بالمذيب, الأمتصاص بالأشعة تحت الحمراء الغير متشتتة)

3.مجال القياس : 0 to 200 mg/L

4. أجهزة ومواد ضرورية

1) محلل محتوى الزيت(**OCMA-310/HORIBA**) : 1قطعة

2) سرينغ (حقنة)مدرج(لمذيب الاستخلاص ,سعة 10 مل): 1قطعة

3) سرينغ مدرج(لعينة الأختبارسعة 20 مل):1قطعة

4) سرينغ ميكروي(25ميكرو ليتر):1قطعة

5) سرينغ(مصنوع من البولي ايتلين-25مل):1قطعة

6) زيت ثقيل نوع B

7) مذيب(S-316)

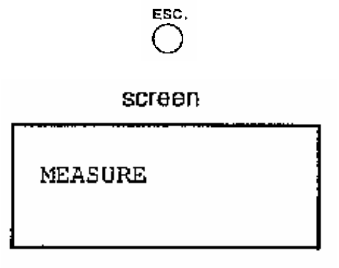
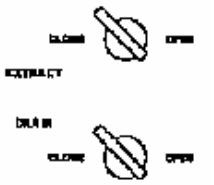
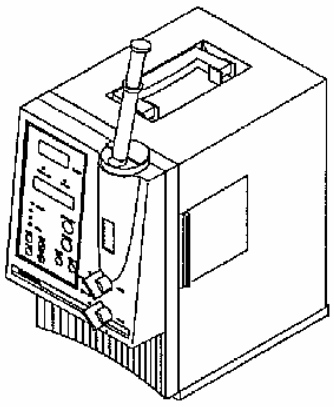
5. مبدأ تحديد الزيت والشحم:

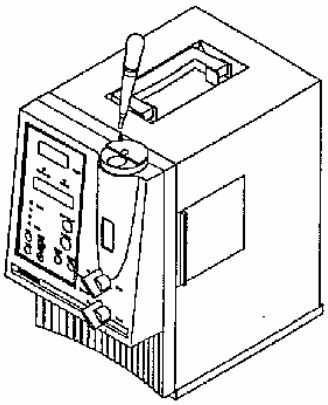
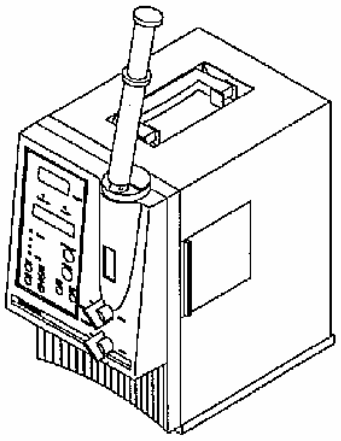
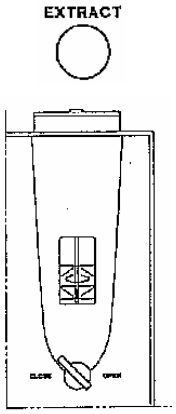
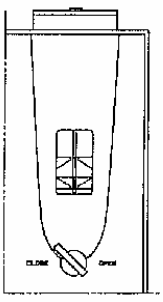
- إن استخدام مذيب الاستخلاص أتاح استخدام خاصية امتصاصية رابطة **C-H** للاشعة تحت الحمراء وذلك لقياس الزيوت و الشحوم .

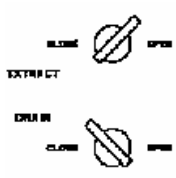
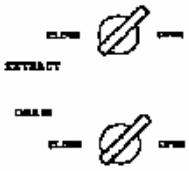
- إن الحد من التبخير سمح بالكشف عن العديد من المركبات الطيارة بالاشعة تحت الحمراء ، وبناءً على ذلك يمكن الكشف عن المشتقات البترولية الخفيفة، وقد يكون من بينها البنزين.

6. Sample Collection, Storage, and Preservation Collect a representative grab sample in a wide-mouth glass bottle that has been washed with soap, rinsed with water, and finally rinsed with solvent to remove any residues that might interfere with the analysis. Do not overfill the sample container and do not subdivide the sample in the laboratory. Typically, collect wastewater samples of approximately 1 L. If sample concentration is expected to be greater than 1,000 mg extractable material/L, collect proportionately smaller volumes. If analysis is to be delayed for more than 2 hr, acidify to pH 2 or lower with either 1:1 HCl or 1:1 H_2SO_4 and refrigerate.	**6. جمع العينات، التخزين، و الحفظ :** اجمع عينة نموذجية بنزعها بواسطة***قارورة زجاجية ذي فوهة واسعة بعد أن تم غسلها بالصابون ورشها بالماء وأخيراً رشها بالمذيب*** لازالة أية متبقيات قد تؤثر على التحليل. لا تملأ حاوية العينة بشكل كامل ولا تعمل على تقسيم العينة في المخبر. نظرياً ، قم بجمع عينات مياه عادمة بحدود لتر واحد، قم بجمع عينات ذات الحجوم الاصغر وبشكل متناسب اذا كان التركيز المتوقع للعينة اكثر من **1،000 mg** من المواد القابلة للاستخلاص في التر الواحد. **<u>في حال تم تأجيل تحليل العينة اكثر من ساعتين تعالج العينة للحفظ بـ 1:1 حمض كلور الماء أو 1:1 حمص الكبريت لضبط الـ pH الى 2 أو أقل ، ثم يوضع في البراد.</u>**

6.إجراءات قياس (الزيت والشحوم)

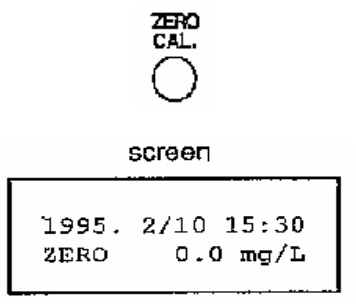
الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
✓Have you done a zero calibration? If not, perform the zero calibration. ✓Is the WARM UP lamp lit? If so, wait until the WARM UP lamp goes out. ✓Is the ALARM lamp lit? If so, check the contents of the error. ✓Is the drainage beaker set? If not, set it.			هل قمت بمعايرة الصفر؟إذا لم تقم بذلك, قم بإنجازها. هل ضوء التحمية مضاء؟إذا كان كذلك,انتظرحتى يختفي الضوء. هل ضوء الأنذار مضاء ؟إذا كان كذلك, قم بتفقد ماهية الخطأ. هل كأس التصريف مهيأ؟إذا لم يكن كذلك قم بتهيئته.
M-1	Press **[ESC.]** to lead the screen into the measuring mode. Check1: Is the test sample water appropriate for use in the OCMA-310 extraction device? Check2: Is the extraction time correct?		اضغط زر (ESC)حتى تنتقل الشاشة إلى وضع القياس. التحقق 1:هل ماء العينة مناسب لإستخدام في جهاز الإستخلاص **OCMA-310 (لا يحوي كمية كبيرة من الزيت و الشحوم أو كتل طافية أو عكارة كبيرة أو ترسبات واضحة حتى لا تخرب الفلتر ولانها غير مناسبة لعمل وحدة التحليل ضمن الجهاز)** التحقق 2:هل زمن الإستخلاص صحيح؟ ***(عادةً 40 ثانية)***
M-2	Confirm that the cock is closed.		تأكد من أن الذراع مغلقة
M-3	Using the measurement syringe (for solvent), insert 10 mL of pure solvent into the inlet. (Note)		باستخدم سرينغ مدرج خاص بالمذيب ضع 10 مل من المذيب النقي في المدخل. (مذيب خالي من الزيت و الشحوم و الماء المقطر أي بمنعنى آخر يفضل استخدام مذيب جديد)

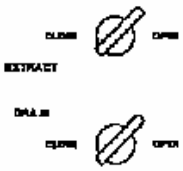
الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
M-4	Add one drop of hydrochloric acid.		أضف نقطة واحدة (أو اثنتين) من حمض كلور الماء.
M-5	Using the measurement syringe (for the test sample), insert 20 mL of the test sample water into the inlet.		باستخدم سرينغ مدرج(خاص بالعينة) ضع 20 مل من ماء العينة في المدخل.
M-6	Check that all the liquid has been entered, then press **[EXTRACT]** to begin the extraction.		تحقق من أن كل السائل قد دخل في الحجرة , ثم اضغط زرالاستخلاص **(EXTRA)** للبدء بالاستخلاص.
M-7	Layer separation Are the solvent and test sample water adequately separated?		فصل الطبقات: هل المذيب وماء العينة منفصلة بشكل ملائم. ***(انتظر هنا بضعة ثوان – حوالي 5 ثـوان – قبـل المباشـرة بـالخطوة اللاحقة)***

الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
M-8	Open the **[EXTRACT COCK]** to send a solvent to the cock.		افتح ذراع الاستخلاص(EXTRACT) للسماح للمذيب بالمرور إلى الذراع الثاني. ***(انتظر هنا بضعة ثوان – حوالي 5 ثوان – قبل المباشرة بالخطوة اللاحقة)***
M-9	The measuring value is displayed at the concentration readout.		ستظهر قيمة القياس على شكل تركيز مقروء
M-10	Press the **[MEAS.]** to start the stability judgment.		اضغط زر **(MEAS)** للبدء بالقياس المستقر وخذ القراءة فقط عندما يضئ الزر الاخضر أي Hold)
M-11	Open the **[DRAIN COCK]** to discharge the drain.		افتح ذراع التصريف لافراغ السائل
Note	The extraction cannot be performed by the OCMA-310 for the following types of test samples. The test sample must be extracted externally before being inserted into the OCMA-310. ① Test sample water that has an oil membrane or oil drops floating on the surface. (The special syringe cannot be used to take a sampling. The entire sample must be used for the extraction.) ② Test sample water containing large amounts of sediment (such as sand or organic materials) (May damage the syringe or clog the internal filter.)	لايمكن أن تتم عملية الاستخلاص بواسطة **OCMA-310** للأنواع التالية من العينات (حيث أن العينة في هذه الحالة يجب أن يتم استخلاصها بشكل منفصل قبل إدخالها في **OMCA-310**) : 1: إذا كان يوجد في ماء العينة طبقة زيت أو قطرات زيت طافية على السطح (السرينغ الخاص لايمكن أن يستخدم لأخذ العينات العينة الداخلية يجب أن تأخذ من أجل الفصل) 2: إذا كان يوجد في ماء العينة كمية كبيرة من المواد الرسوبية (مثل الرمل أو المواد العضوية يمكن أن يسد أو يخرب الفلتر الداخلي)	

6 -1 المعايرة

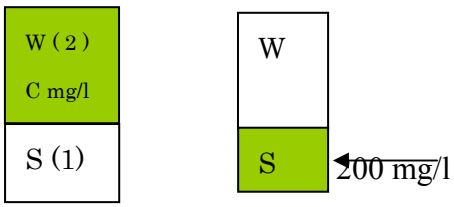
معايرة الصفر

الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
	✓Have you done a zero calibration? If not, perform the zero calibration. ✓Is the WARM UP lamp lit? If so, wait until the WARM UP lamp goes out. ✓Is the ALARM lamp lit? If so, check the contents of the error. ✓Is the drainage beaker set? If not, set it.		هل قمت بمعايرة الصفر؟إذا لم تقم بذلك, قم بإنجازها. هل ضوء التحمية مضاء؟إذا كان كذلك,انتظرحتى يختفي الضوء. هل ضوء الأنذار مضاء ؟إذا كان كذلك, قم بتفقد الخطأ الحاصل هل كأس التصريف مهيأ؟إذا لم يكن كذلك قم بتهيئته.
Z-1	**Perform measurement by zero solvent. (See M-1 – M-10)** **Procedure:** - take 10ml of solvent in a 10ml syringe after washing using the same solvent 3 times, and inject it to the measurement chamber - take 20ml of distilled or de-ionized water in a 20ml syringe after washing it 3 times with the same water, and inject it to the measurement chamber - add few drops of 1:1 hydrochloric acid (HCl) to accelerate the separation process - press **[EXTRACT]** on the panel, and wait until timer annulated (usually 40 Sec.), and then wait 10-15 Sec. - open the top valve to the right and wait 10-15 Sec. then press **[MEASURE]** button until the reading is stabilized, and when the green color is lit press **[HOLD]** then continue as following		***قم بالقياس بواسطة مذيب التصفير*** ***SeeM-1-M-10*** **إجراءات العمل :** - نأخذ 10 مل مذيب **أولاً** في سيرنغ الـ10مل بعد غسله بالمذيب ثلاثة مرات ونحقنها في مدخل القياس. - نأخذ على الأقل 20مل **ثانياً** في سيرنغ الـ20مل ماء مقطر أو منزوع الشوارد بعد غسله بالماء المقطر ثلاثة مرات ونحقنها في مدخل القياس. - نضيف بضع قطرات من حمض كلور الماء 1:1 لتسريع عملية الفصل. - قم بالاستخلاص بـ EXTRAC على لوحة الجهاز و الانتظار حتى نهاية التوقيت (عادةً 40 ثانية) وبعد الانتهاء ننتظر مدة 10-15 ثانية . - نفتح الصمام العلوي الى اليمين، وننتظر 10-15 ثانية . نضغط زر القياس MEASURE حتى ثبات القيمة عندما يضيئ اللون الاخضر على زر HOLD ثم نتابع الخطوة اللاحقة كما يلي :
Z-2	Press **[ZERO CAL.]** The calibration data will be displayed and the zero calibration will start.		اضغط زر **(ZERO CAL)** ستظهربيانات المعايرة وستبدأ معايرة الصفر نضغط بعدها ESC .

الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
Z-3	Open the **[DRAIN COCK]** to discharge the drains.		افتح ذراع التصريف لإفراغ السائل
Note:	1. You cannot obtain a correct calibration if the parts that come into contact with the liquid are contaminated with liquid remaining from a previous operation. Set the number of purges to 3 or 4 for calibrations. 2. The message of "CALB WARNING" will be flashing when the zero solvent value differs from the actually calibrated value more than 10mg/L. If the displayed number is less than 10 (the number which is displayed during the zero calibrations after pressing **[ZERO CAL]**, then no need to repeat the zero calibration, and just wash with solvent few times, and continue to work, at any rate, it is advisable to wash by solvent few times	screen CALIB WARNING	1- لايمكن الحصول على معايرة صحيحة إذا كانت أجزاء الجهاز التي هي على تلامس مع محلول المعايرة ملوثة ببقايا محلول سابق من جراء تشغيل سابق اجعل عدد مرات الغسيل 3 أو 4 قبل 2- تضيئ على الشاشة كلمة **(CALB WARNING** عندما تكون قيمة مذيب التصفير مختلفة عن القيمة الفعلية المعايرة مسبقاً بأكثر من mg/L10 اذا كان الرقم أقل من 10 (و الرقم المقصود هو ما يظهر أثناء القيام بالمعايرة الصفرية بعد كبس زر Zero Cal) فلا توجد حاجة لاجراء اعادة المعايرة الصفرية.بل اجراء الغسيل بالمذيب عدة مرات لمتابعة العمل وفي كلا الحالتين سواء ظهرت الرسالة أم لم تظهر يفضل الغسيل بالمذيب عدة مرات ..

6- 2 معايرة الأستدار(أو السرعة)

الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
	✓Have you done a zero calibration? If not, perform the zero calibration. ✓Is the WARM UP lamp lit? If so, wait until the WARM UP lamp goes out. ✓Is the ALARM lamp lit? If so, check the contents of the error. ✓Is the drainage beaker set? If not, set it.		هل قمت بمعايرة الصفر؟إذا لم تقم بذلك, قم بإنجازها. هل ضوء التحمية مضاء؟إذا كان كذلك,انتظرحتى يختفي الضوء. هل ضوء الأنذار مضاء ؟إذا كان كذلك, قم بتفقد الخطأ الحاصل . هل كأس التصريف مهيأ؟إذا لم يكن كذلك قم بتهيئته.
S-1	**Perform measurement by zero solvent.** **(See M-1 – M-10)** **1- Preparation of calibration** 200ml of 200 mg/L Calibration solution is required (knowing that the device range is 0.2-200 mg/L so we are taking the upper limit. Prepare the following glassware; 200ml flask, big beaker to collect the solvent use, and a small beaker for the solvent. 200 mg / L = 200 mg / 1000 ml We need 200ml only so the required amount equal to 200 mg/5 ∟1000ml/5 = 40mg/ 200ml So we need 40mg, and convert it to volume (since the substance is a thick liquid oil and we have only the micro syringe for measurement) 40 mg = 40 x 10^{-3} g ρ=m/V ➔ V = 40 x 10^{-3} g / 0.895 g . ml^{-} V = 0.0447 ml V = 0.0447 x 1000 = 44.7 µm **2- Measurement by calibration solvent** - fixing the span value to be 50% of solution concentration (200mg/L) since:		قم بالقياس بواسطة مذيب التصفير **SeeM-1-M-10** **أولاً : تحضير محلول المعايرة اللازم :** المطلوب محلول معايرة حجم 200 مل وتركيزه 200 ملغ / لتر (مع العلم أن التركيز الادنى لقياس الجهاز 0.2 وحتى 200 ملغ / لتر ، حيث نأخذ الحد الاعلى) . المواد المطلوبة : بالون معايرة 200 مل ، بيشر كبير لتجميع المذيب المستخدم والزيوت و العينة، بيشر صغير للمذيب. 200 mg / L = 200 mg / 1000 ml الحجم المطلوب 200 مل وليس 1000 مل وبالتالي : 200 mg/5 ∟ 1000ml/5 = 40mg/ 200ml وبالتالي الكمية المطلوبة هي 40 ملغ ، نقوم بتحويلها الى واحدة الحجم (حيث أن المادة الموجوة هي زيت ثقيل سائل القوام ولا يؤخذ إلا بالسيرنغ الميكروي) 40 mg = 40 x 10^{-3} g الكثافة النسبية = الكتلة / الحجم . الحجم = الكتلة / الكثافة النسبية. أي : V = 40 x 10^{-3} g / 0.895 g . ml^{-} V = 0.0447 ml V = 0.0447 x 1000 = 44.7 µm **ثانياً : القياس بواسطة مذيب المعايرة:** - تثبيت قيمة الاستدارة وتكون 50% من تركيز المحلول المحضر (تركيزه 200 ملغ/لتر) و السبب في ذلك : -



أي ان كمية العينة المستخدمة تمثل ضعف كمية المذيب المستخدم كما نعرف(حيث يكون تركيز الزيوت C في العينة) والتي تنتقل الى طور المذيب الذي يمثل نصف الكمية و بالتالي يتضاعف التركيز 2C (ويمثل هذا الرقم التركيز المعياري الذي قمنا بتحضيره) وعليه يكون التركيز المطلوب (قيمة الاستدارة) أثناء اجراء معايرة الاستدارة النصف أي 100 mg/l .

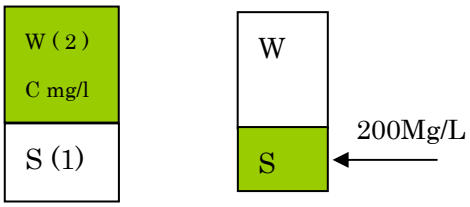
أي بمعنى آخر : عند تحضير محلول عياري تركيزه 200 تكون قيمة الاستدارة النصف دائماً أي 100 .

ثالثاً : الاجراء :

نعيد الخطوات الواردة في معايرة الصفر كما يلي :

- نحقن 10 مل محلول عياري بعد غسيل الحقنة بالمحلول ثلاثة مرات .
- نحقن 20 مل ماء منزوع الشوارد خالي من الزيوت بعد غسيل الحقنة ثلاثة مرات بالماء المنزوع الشوارد.
- نضيف بضع قطرات من حمض كلور الماء 1:1 لتسريع عملية الفصل.
- قم بالاستخلاص بـ EXTRAC على لوحة الجهاز و الانتظار حتى نهاية التوقيت (عادةً 40 ثانية) وبعد الانتهاء ننتظر مدة 10-15 ثانية .
- نفتح الصمام العلوي الى اليمين، وننتظر 10-15 ثانية .

نضغط زر القياس MEASURE حتى ثبات القيمة عندما يضيئ اللون الاخضر على زر HOLD ثم نتابع الخطوة اللاحقة كما يلي :



i.e. the quantity of the used sample equals two folds of the used solvent (where C is the oil concentration in the sample) which is transformed to the solvent phase and the concentration becomes 2C (which is corresponding to the standard solution we have prepared), and required concentration (span value) during span calibration is half; i.e 100 mg/L

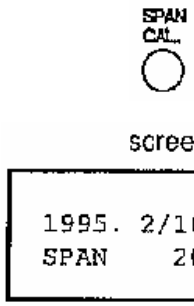
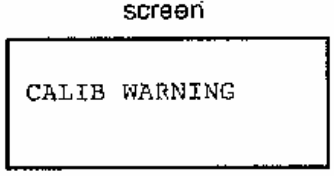
➔ when the standard solution concentration is 200 mg/L, the corresponding span should be 100

3- Procedures

Repeat stages of zero calibration as follows:

take 10ml of solvent in a 10ml syringe after washing using the same solvent 3 times, and inject it to the measurement chamber

- take 20ml of distilled or de-ionized water in a 20ml syringe after washing it 3 times with the same water, and inject it to the measurement chamber
- add few drops of 1:1 hydrochloric acid (HCl) to accelerate the separation process
- press **[EXTRACT]** on the panel, and wait until timer annulated (usually 40 Sec.), and then wait 10-15 Sec.
- open the top valve to the right and wait 10-15 Sec. then press **[MEASURE]** button until the reading is stabilized, and when the green color is lit press **[HOLD]** then continue as following:

S-2	Press **[SPAN CAL.]** The calibration data will be displayed and the span calibration will start.		اضغط زر **(SPAN CAL)** ستظهر بيانات المعايرة وستبدأ معايرة الاستدار . ***يجب أن تكون القيمة ما بين 95-105*** ***أي 100 ملغ / لتر ±5*** ***(وذلك على اعتبار أن قيمة الاستدارة هي 100 و بالتالي الخطأ يجب ألا يتجاوز 10 أو ±5 ملغ/لتر فقط)***
S-3	Open the **[DRAIN COCK]** to discharge the drains.		افتح ذراع التصريف لإفراغ السائل
Note:	3. You cannot obtain a correct calibration if the parts that come into contact with the liquid are contaminated with liquid remaining from a previous operation. Set the number of purges to 3 or 4 for calibrations. You will not obtain correct measurements if you perform the span calibration before the zero calibration. When performing the span calibration, be sure to perform a zero calibration first. 4. The message of "CALB WARNING" will be flashing when the span solvent value differs from the actually calibrated value more than 10%cv.		3. لايمكن الحصول على معايرة صحيحة إذا كانت أجزاء الجهاز التي هي على تلامس مع محلول المعايرة ملوثة ببقايا محلول سابق من جراء تشغيل سابق - لن يتم الحصول على قياس صحيح إذا قمت بمعايرة الأستدارقبل معايرة الصفر .عندما القيام بمعايرة الأستدار تأكد من أنك قمت بمعايرة الصفر أولاً . 4. سوف يضئ على الشاشة كلمة **(CALB WARNING)** عندما تكون قيمة مذيب الأستدار . ***يجب أن تكون القيمة ما بين 95-105*** ***أي 100 ملغ / لتر ±5***

The actual extraction time for a sample could be identified by repeating measurement of the same sample at different spans, however, practically, it has been noticed that readings at 30/40 seconds intervals may give wide differences, but readings at time intervals of 40/50/60 seconds give rather close readings. So 40 seconds is enough	**يمكن تحديد زمن الاستخلاص الفعلي لعينة ما، عند أخذ عدة قيم نتائج عند أزمنة مختلفة لعينة واحدة، وفي العموم فإنه عندما يكون زمن الاستخلاص عند 30 و 40 ثانية تكون قيمة النتائج متباعدة وغير دقيقة ولكن عند 60/50/40 تصبح متقاربة وأكثر دقة ، ولذلك تفضل عند الـ 40.**

طريقة الاستخلاص دون استخدام جهاز الاستخلاص (مثال نموذجي عن الاستخلاص الخارجي) :

(من المهم أن تنذكر بأن هذه الطريقة يتم من خلالها الاستخلاص خارج الجهاز و بالتالي عند إعادة العينة الى الجهاز فلا نستخدم ميزة الاستخلاص وإنما القياس مباشرةً. وتعتمد هذه الطريقة لفصل عينات يتواجد فيها كميات كبيرة من الزيوت و الشحوم الطافية و المعلقة الواضحة للعيان و كذلك بوجود عكارة كبيرة)

المواد المطلوبة :

- قمع فصل (قياس 500مل الى 300 مل)
- سلندر مدرج (قياس 200 مل ، 100 مل)
- حمض كلور الماء (محضر مسبقاً 1:1)
- مذيب استخلاص نوع (S-316)
- مقياس حموضة PH .
- مواد أخرى (مناديل ورقية، كبريتات الصوديوم اللامائية أو أي مادة أخرى مكافئة)

ضع 160 الى 200 مل من عينة الاختبار في سلندر مدرج (يتم غسل السلندر بماء العينة 3 مرات قبل الاستخدام) مع العلم أن هذه العينة قد تكون ممددة بنسبة 1:5 بالماء المقطر.

يمكن تحديد امكانية تمديد العينة من شكلها وقوامها وتمدد بـ 1:5

اسكب عينة الاختبار في قمع الفصل

خذ كمية من المذيب (1 مذيب : 2 عينة مختبرة)

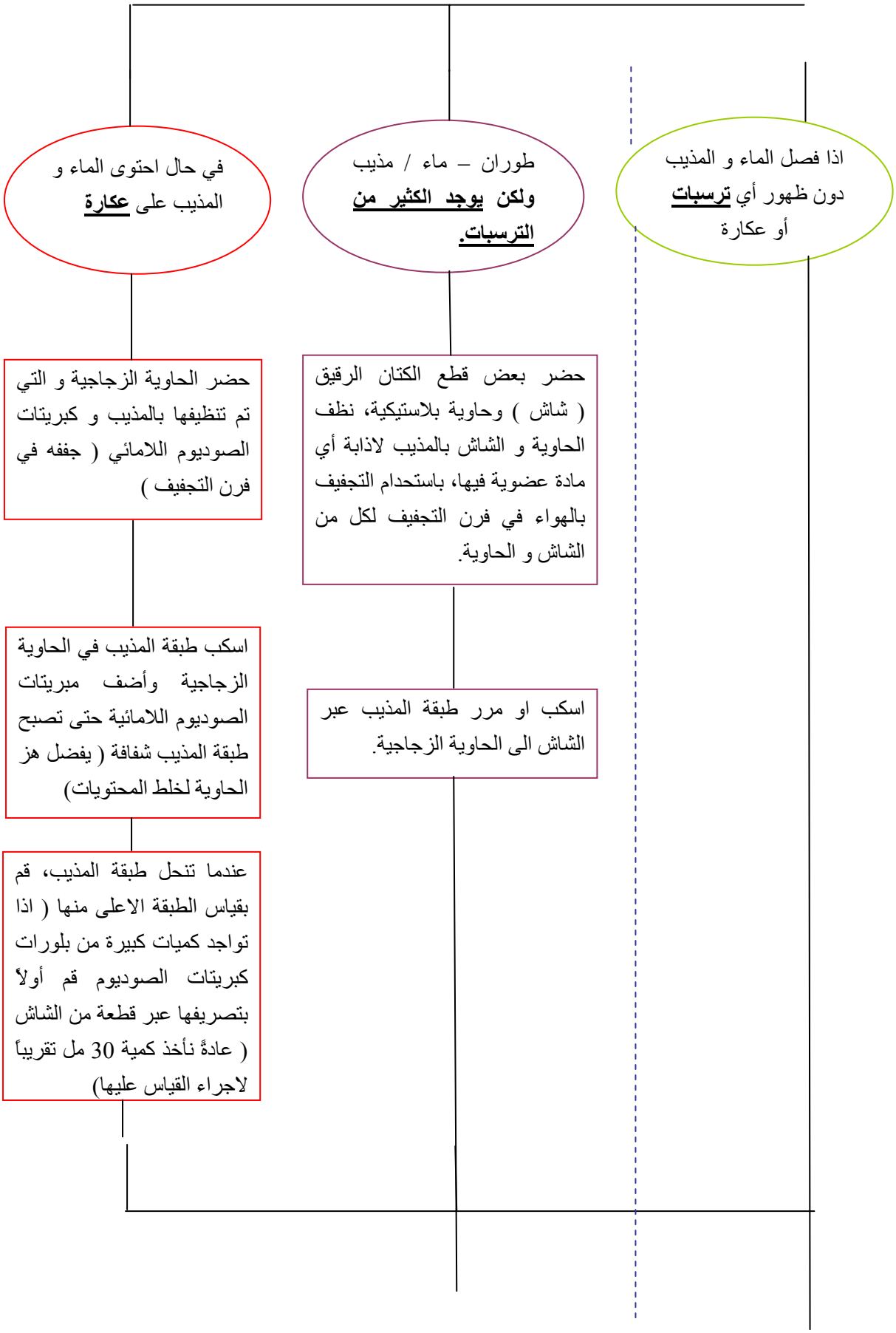
لتدقيق النقطة الصفرية ، ضع 200مل من الماء النقي و 100 مل من المذيب في قمع فصل آخر.(لمعرفة قيمة الحموضةPH وذلك لمعرفة قيمة الحموضة في وسط المذيب و الماء)

أضف 0.2 الى 0.5 (من 5 الى 10 نقاط) من محض كلور الماء المحضر 1:1 في قمع الفصل

وذلك لتدقيق قيمة الحموضة بحيث تكون بين 2-3

أغلق قمع الفصل وضعه على الجهاز الهزاز لمدة 5 دقائق تقريباً .

بعد خلطها بشدة، انتظر بضعة دقائق حتى ينفصل الماء عن المذيب.


اذا فصل الماء و المذيب دون ظهور أي **ترسبات** أو عكارة
طوران – ماء / مذيب **ولكن يوجد الكثير من الترسبات.**
في حال احتوى الماء و المذيب على **عكارة**
حضر بعض قطع الكتان الرقيق (شاش) وحاوية بلاستيكية، نظف الحاوية و الشاش بالمذيب لاذابة أي مادة عضوية فيها، باستحدام التجفيف بالهواء في فرن التجفيف لكل من الشاش و الحاوية.
اسكب او مرر طبقة المذيب عبر الشاش الى الحاوية الزجاجية.
حضر الحاوية الزجاجية و التي تم تنظيفها بالمذيب و كبريتات الصوديوم اللامائي (جففه في فرن التجفيف)
اسكب طبقة المذيب في الحاوية الزجاجية وأضف مبريتات الصوديوم اللامائية حتى تصبح طبقة المذيب شفافة (يفضل هز الحاوية لخلط المحتويات)
عندما تنحل طبقة المذيب، قم بقياس الطبقة الاعلى منها (اذا تواجد كميات كبيرة من بلورات كبريتات الصوديوم قم أولاً بتصريفها عبر قطعة من الشاش (عادةً نأخذ كمية 30 مل تقريباً لاجراء القياس عليها)

النتيجة = (مجموع القياسات /3) x عامل التمديد

ملاحظة : لا يمكن الحصول على معايرة صحيحة إذا حصل تلوث للسائل بجزء السائل المتبقي من العملية السابقة ، كرر العملية الواردة أعلاه ثلاث مرات .

يجب أن تتم عملية غسل لكل الحاويات المستخدمة و السلندر و البياشر و حقنة المذيب بالمذيب قبل الاستخدام .

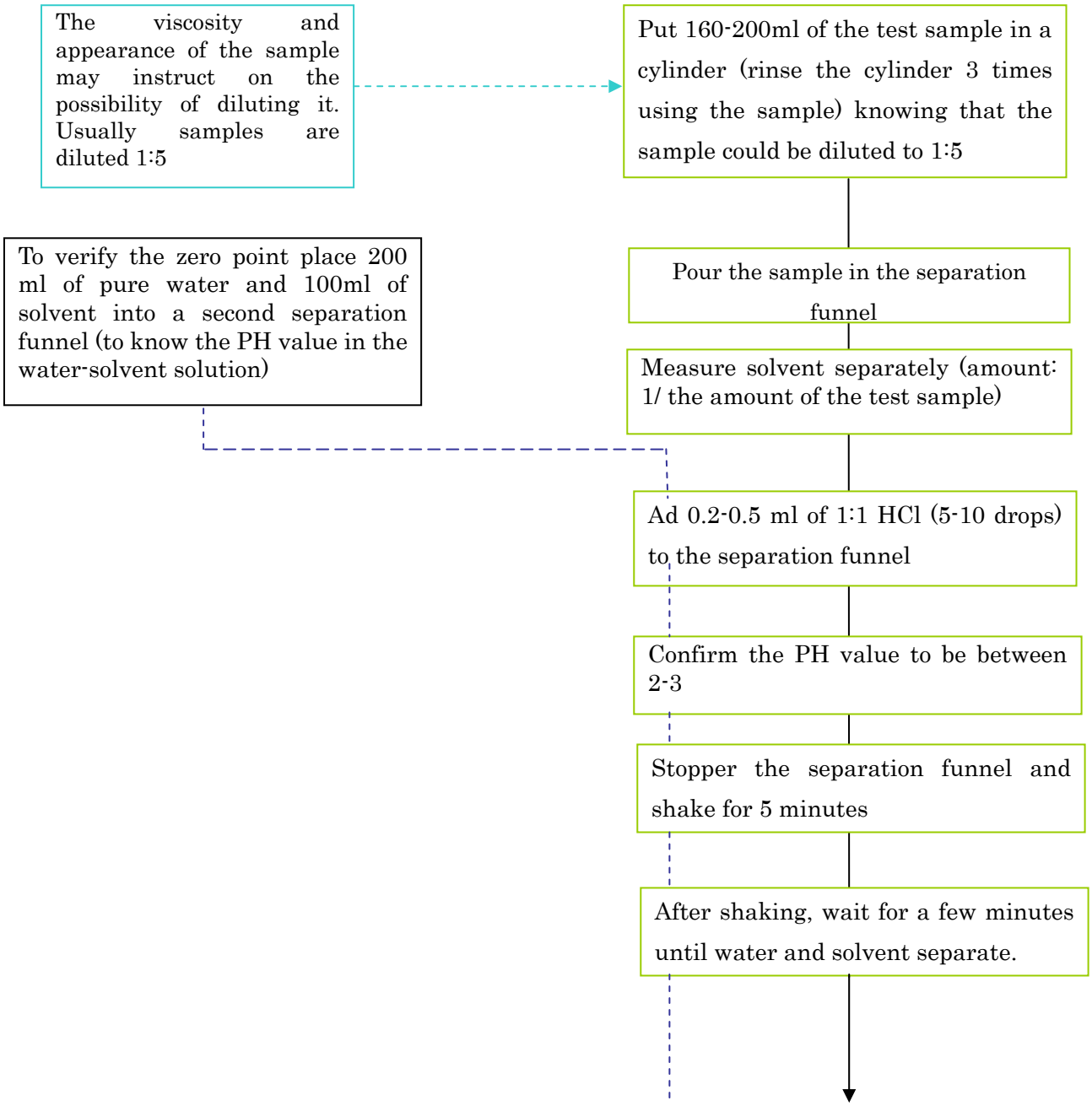
أمل حقنة الماء فتغسل بالماء المنزوع الشوارد.

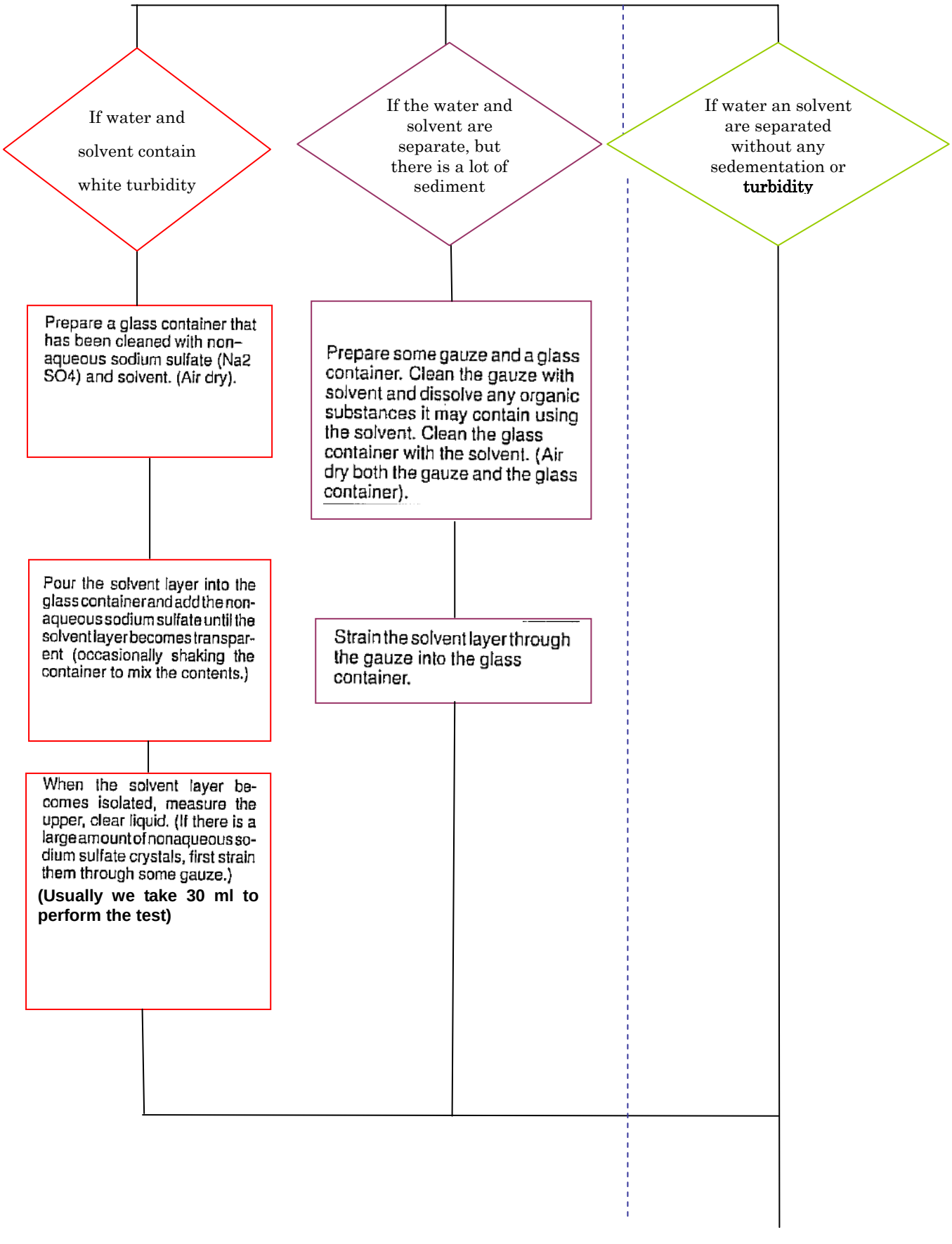
Taking Measurements without using the extraction units

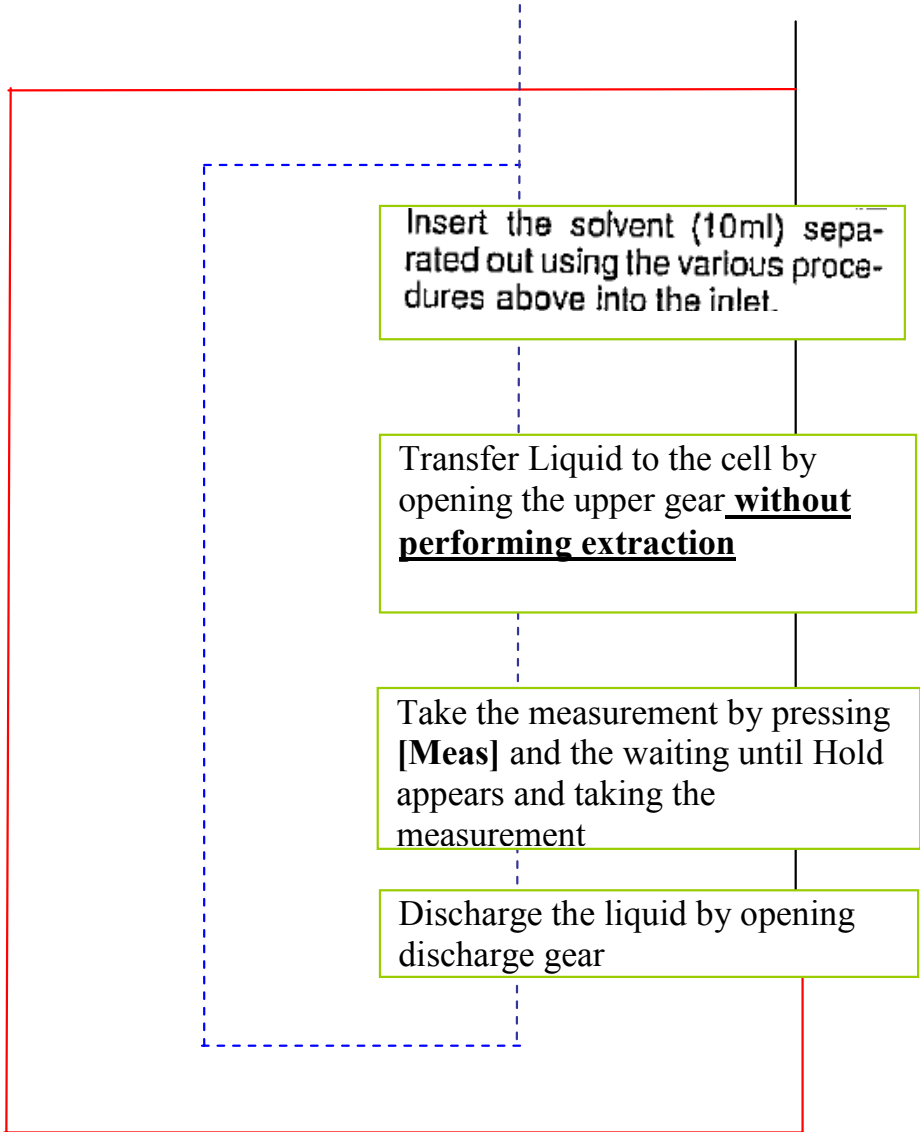
Notice: It is important to remember that solvent extraction is conducted outside of the device, therefore we don't use the extraction function of the device, instead, we conduct direct reading. This method is applied when the sample contains big amount of oil and floating grease which could be noticed by bare eye, and accompanied with a lot of turbidity.

Necessary tools and chemicals

- Separation funnel (300-500 ml)
- Cylinder (100 ml, 200 ml)
- 1:1 Hydrochloric acid (HCl)
- Solvent (S-316)
- PH meter
- Other materials (tissue paper, non-aqueous sodium-soleplate or equivalent as required)




If water and solvent contain white turbidity
If the water and solvent are separate, but there is a lot of sediment
If water an solvent are separated without any sedementation or turbidity
Prepare a glass container that has been cleaned with non–aqueous sodium sulfate (Na2 SO4) and solvent. (Air dry).
Prepare some gauze and a glass container. Clean the gauze with solvent and dissolve any organic substances it may contain using the solvent. Clean the glass container with the solvent. (Air dry both the gauze and the glass container).
Pour the solvent layer into the glass container and add the non-aqueous sodium sulfate until the solvent layer becomes transparent (occasionally shaking the container to mix the contents.)
Strain the solvent layer through the gauze into the glass container.
When the solvent layer becomes isolated, measure the upper, clear liquid. (If there is a large amount of nonaqueous sodium sulfate crystals, first strain them through some gauze.)
(Usually we take 30 ml to perform the test)



Repeat this operation more than 3 times, as obviously, these steps are an iteration of the basic measurement procedures.

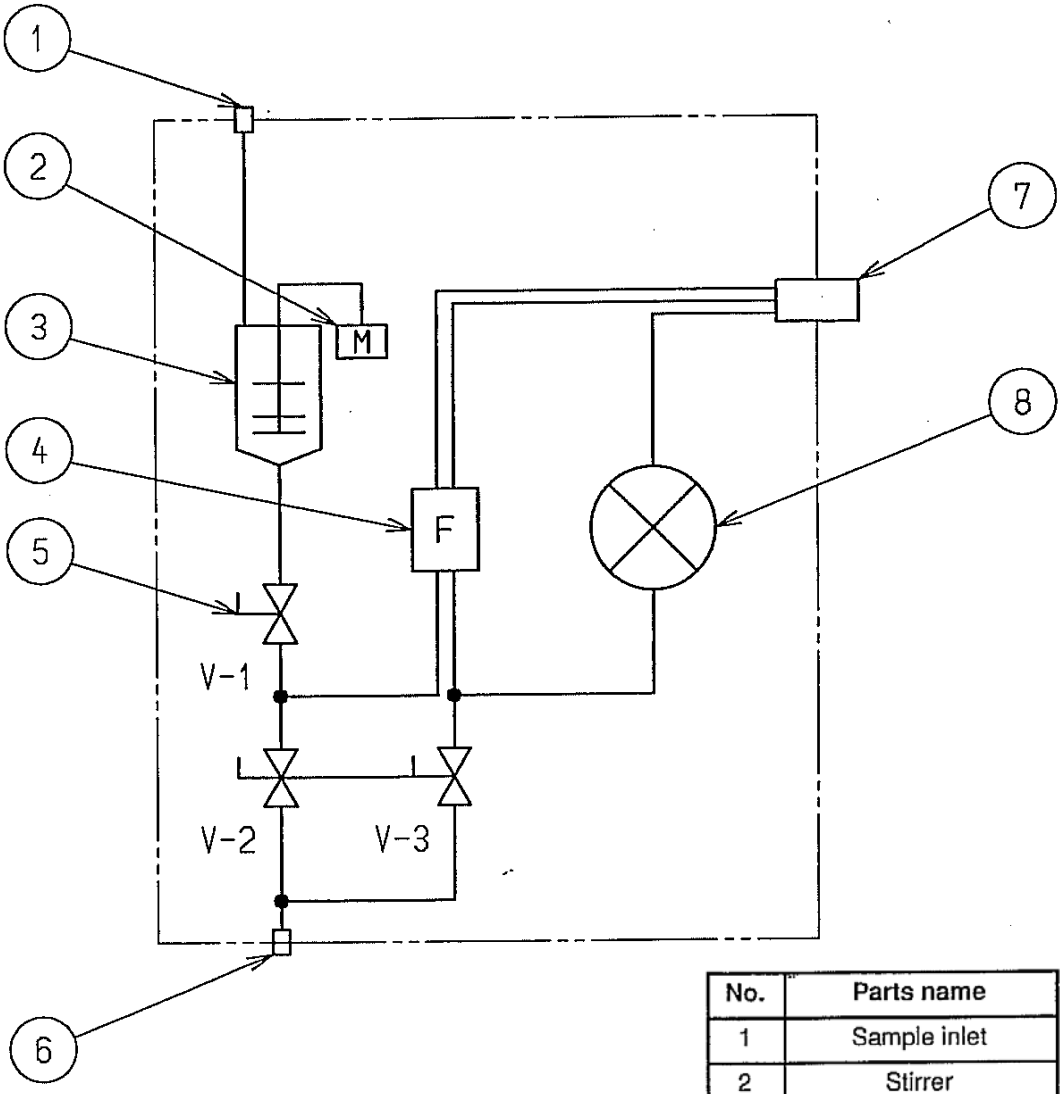
Result = Average of Measurements X Dilution factor

Note You cannot obtain a correct calibration if the parts that come into contact with the liquid are contaminated with liquid remaining from a previous operation. Repeat the liquid transfer → drainage (purge) cycle at least 3 times, before executing the liquid transfer → measurement → drainage (measurement).

- Beakers, Syringes, Cylinders, and all glassware used for solvent, should be rinsed with solvent.

- Syringe used for water, should be washed with de-ionized water

● FLOW DIAGRAM



No.	Parts name
1	Sample inlet
2	Stirrer
3	Extracting chamber
4	Filter
5	Ball valve
6	Drain
7	Air Vent
8	Analyzer unit

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of
Phosphorus, Reactive (Orthophosphate)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد الفوسفور

Prepared by:_____ Date:
Chemist

Reviewed by:_____ Date:
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ التاريخ:_____

مراجعة:_____ التاريخ:_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. Scope and Application: For water, wastewater

2. Summary of Method: Ascorbic Acid method (C6H8O6)

3. Measurement range: 0.**02 to 2.50 mg/L PO_4^{3-}**

4. Necessary Equipment and Supplies:

1) UV/VIS Spectrophotometer (HACH DR 5000)

2) Sample Cells, 1-inch square, 10 mL, matched pair

3) Stopper for 18 mm Tube

4) Acid-washed glassware:

Use acid-washed glassware for determining low concentrations of phosphorous. Phosphate contamination is common because of its absorption on glass surface. Avoid using commercial detergents containing phosphate. Clean all glassware with hot dilute HCl and rinse well with distilled water. Preferably, reserve the glassware only for phosphate determination, and after use, wash and keep filled with water until needed. If this is done, acid treatment is required only occasionally.

5. Required Reagents

1) PhosVer® 3 Phosphate Reagent powder pillow (Cat. No. 21060-69)

2. Principle of Determination

Orthophosphate react with molybdate in an acid medium to produce a mixed phosphate/molybdate complex. Ascorbic acid then reduces the complex, giving an intense molybdenum blue color. Test results are measured at 880 nm.

7. Sample Collection, Storage, and Preservation

Collect sample in plastic or glass bottles that have been cleaned with 1:1 Hydrochloric Acid Solution and rinsed with deionized water. Do not use commercial detergents

1 . المجال والتطبيق : للمياه ومياه الصرف

2. ملخص الطريقة : طريقةحمض الأسكوربيك

3 . مجال القياس **0.02to2.50mg/L PO_4^{3-}**

4 . أجهزة ومواد ضرورية:

1) السبيكترو UV/VIS (HACHDR 5000)

2) زوج خلايا عينة مربعة سعة 1انش ,وزوج خلايا سعة 10مل : 2/ لكل اختبار

3) سدادات لأنابيب قطرها 18mm

5. الكواشف المطلوبة

1) وسادة مسحوق كاشف PhosVer3Phosphate (كاتلوج.رقم:69-21060)

6. قاعدة تحديد الفوسفور

يتفاعل الأورثو فوسفات مع المولبيبدات في الوسط الحمضي لآنتاج مزيج معقد من فوسفات /مولبيدات .بعدها يقوم حمض
الاسكوربيك بتقديم هذا المعقد معطياً اللون الأزرق لشاردة الموليبدينوم و تقاس النتيجة عند طول الموجة 880نانو متر .

7. جمع العينة ,حفظها تخزينها

اجمع العينة في أوعية زجاجية أو بلآستيكية قد تم تنظيفها **بمحلول نسبته 1:1 من حمض كلور الماء محلول في ماء منزوع الشوارد.(ضبط الحموضة العينة عند التخزين بالحمض المذكور وعند القياس ليست بحاجة الى تعديل قيمة الحموضة)**
لاتستخدم المنظفات التجارية والتي تحتوي على الفوسفات من أجل تنظيف الزجاجيات المستخدمة في تحليل الفوسفات
.
.
من أجل نتيجة أفضل قم بتحليل العينة فوراً, وإذا كانت

containing phosphate for cleaning glassware used in phosphate analysis. Analyze samples immediately for best results. If prompt analysis is not possible, preserve samples by filtering immediately and storing at 4℃ for up to 48 hours. The sample should be at room temperature before analysis.	عملية التحليل غير ممكنة قم باستخلآص العينة بفلترتها وتخزينها بدرجة حرارة 4 مئوية لمدة أقصاها 48 ساعة ,ويجب أن تكون العية بدرجة حرارة الغرفة ماقبل التحليل.

1 - Reagent blank

For more accurate results, determine a reagent blank value for each new lot of reagent. Follow the procedure using deionized water instead of the sample. Subtract the reagent blank value from the final results or perform a reagent blank adjust.

2- Standard Solution Method

1. Prepare a 2.00 mg/L phosphate standard by pipetting 4.00 mL of 50 mg/L Phosphate Standard Solution into a 100 mL volumetric flask. Dilute to volume with demineralized water and mix. Use this solution in place of the sample, and perform the test as described above. (Alternately, use one of the mixed parameter standards listed in. These contain 2.0 mg/L phosphate.)
   (Preparation of Standard phosphate solution: Dissolve in distilled water ***71.64 mg anhydrous*** KH_2PO_4 ***and dilute to 1,000 mL; 1.00 mL = 50. 0*** μg PO_4^{3-} ***, 50 mg*** PO_4^{3-}***/L)***
2. To adjust the calibration curve using the reading obtained with the standard solution, press **OPTIONS>MORE** on the current program menu. Press **STANDARD ADJUST**.
3. Press **ON**. Press **ADJUST** to accept the displayed concentration. If an alternate concentration is used, press the number in the box to enter the actual concentration, then press **OK**. Press **ADJUST**.

Method Performance

1- طريقة معايرة الشاهد : تستخدم هذه الطريقة عند استخدام علبة كواشف للمرة الاولى وقد نعمد الى استخدامها لتوزيع نسبة خطأواحدة لكل القياسات عند بداية قياس هذا البارامتر .

نعمل على استخدام الماء المنزوع الشوارد كعينة وشاهد ونجري عليها اجراءات القياس المبينة لاحقاً ، وذلك لضبط دقة قيم الشاهد على كل التجارب و العينات اللاحقة ومن ثم بعد قياس الشاهد و العينة (بالماء المنزوع الشوارد) نضغط options ثم more ثم ADJUST / OK.

طريقة ضبط الجودة باستخدام المحاليل العيارية :

1.أولاً قم بتحضير محلول فوسفات عياري تركيزه 2.00 ملغ /لتر (يجب أن يكون التركيز ضمن مجال قياس الشاردة الهدف وفقاً للطريقة أي من 0.02 – 2.50 ملغ /لتر) وذلك بأخذ 4.00 مل من المحلول العياري للفوسفات تركيزه 50 ملغ/لتر وذلك بواسطة ماصة وضعها في بالون معايرة حجمي قياس 100 مل، ثم مدد الى الـ100 مل بالماء المنزوع الشوارد وحركها للمزج . استخدم هذا المحلول بدل العينة وتابع التحليل باستخدامه كما هو مبين في خطوات التحليل المبينة لاحقاً.

2-لضبط منحني المعايرة للقراءة التي تم الحصول عليها باستخدام المحلول العياري السابق المحضر، اضغط

OPTIONS > MORE في الصفحة الحالية (أي في صفحة قراءة التنيجة الموجود فيها حالياً) في قائمة البرامج، ثم اضغط STANDARD ADJUST .

3- اضغط ON ثم اضغط ADJUST لقبول نتيجة التركيز الظاهرة في القياس . ولتعديل قيمة القراءة الظاهرة وتعديلها الى التركيز المعروف مسبقاً (وفي هذه الحالة 2.00 ملغ / لتر) اضغط على خانة الرقم يظهر لوحة ارقام ، قم بادخال التركيز الصحيح ثم اضغطOK ثم ADJUST .

مجال دقة القراءة باستخدام هذه الطريقة : عند تركيز 2.00

Precision

Standard: 2.00 mg/L PO_4^{3-}

95% Confidence Limits of Distribution	Program
1.98 – 2.02 mg / L PO_4^{-3}	490

3- Standard Additions Method (Sample Spike)

1. After reading test results, leave the sample cell (unspiked sample) in the instrument. Verify the chemical form.
2. Press **OPTIONS>MORE**. Press **STANDARD ADDITIONS**. A summary of the standard additions procedure will appear.
3. Press **OK** to accept the default values for standard concentration, sample volume, and spike volumes. Press **EDIT** to change these values. After values are accepted, the unspiked sample reading will appear in the top row.
4. Open a Phosphate 10-mL Ampule Standard, 50-mg/L po_4^{-3}
5. Prepare a 0.1-mL sample spike by adding 0.1 mL of standard to the unspiked sample. Press the timer icon. After the timer beeps, read the result.
6. Prepare a 0.2-mL sample spike by adding 0.1 mL of standard to the 0.1-mL sample spike. Press the timer icon. After the timer beeps, read the result.

mg/L كما يلي :

البرنامج	درجة الثقة 95%
490	1.98 – 2.02 mg / L PO_4^{-3}

3 - طريقة المضافات العيارية (spike)

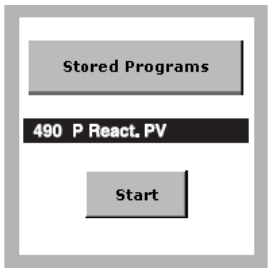
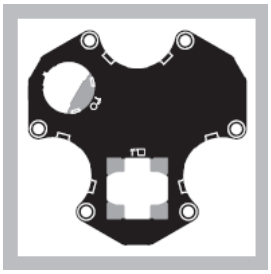
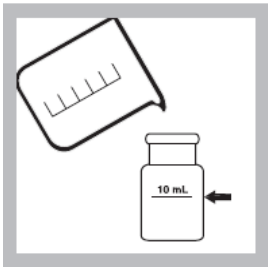
1. بعد قراءة نتيجة الاختبار. اترك خلية العينة في مكانها في الحامل.
2. اضغط *options* . ثم اضغط *Standard Additions* وسيظهر ملخص حول الاجراءات المتبعة لطريقة المضافات.
3. اضغط *OK* لقبول القيم الافتراضية حول التركيز العياري . اضغط *Edit* لتغيير القيم . ومن ثم بعد قبول التغييرات سيظهر على الشاشة في الاعلى *قراءة العينة دون إضافة unspiked* (*sample reading*)
4. افتح رأس أنبولة محلول عياري من للفوسفات تركيز 50-mg/L po_4^{-3}
5. استخدم ماصة نوع TenSette® Pipet لاضافة 0.1 مل ال خلية العينة 10 مل مل وامزجها بالتحريك بقوة وقم بالتحليل كما هو في الاجراءات اللاحقة.
6. *أضف 0.1 مل اضافة الى العينة المضافة سابقاً ب 0.1 مل وقم بالتحليل.* ونحصل على مجموع اضافات 0.2 مل .
7. *أضف 0.1 مل اضافة الى العينة المضافة سابقاً ب 0.2 مل وقم بالتحليل.* ونحصل على مجموع اضافات 0.3 مل .

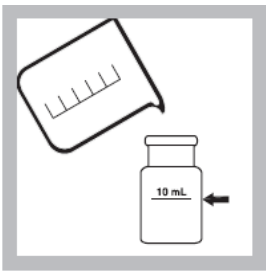
ملاحظة : للعمل على تحييد الاخطاء الناتجة عن استخدام الانبولات المذكورة، نقوم بأخذ مل من العينة ثلاث مرات بواسطة ثلاث سلندرات مدرجة ونضيف لها على التوالي . مل، . مل، . . مل من المحلول العياري في الانبولة . ثم نأخذ من كل منها. مل ونضعها في بيشر قياس. مل على التوالي . قم بتحليل كل منها وفقاً للاجراءات المبينة لاحقاً خذ القراءات الناتجة عبر read

8. بعد اتمام التحليل على التتالي اضغط GRAPH لرسم الخط البياني للنتائج باستخدام المضافات و التي تأخذ بعين الاعتبار

7. Prepare a 0.3-mL sample spike by adding 0.1 mL of standard to the 0.2-mL sample spike. Press the timer icon. After the timer beeps, read the result. Each addition should reflect approximately 100% recovery. ***Note:*** *For AccuVac® ampules, fill three Mixing Cylinders† with 50 mL of sample and spike with 0.2 mL,0.4 mL, and 0.6 mL of standard. Transfer 40 mL from each of the three mixing cylinders to three 50-mL beakers*. Analyze each standard addition sample as described in the procedure above. Accept each standard additions reading by pressing* ***READ****. Each addition should reflect approximately 100% recovery.* **8.** After completing the sequence, press **GRAPH** to view the best-fit line through the standard additions data points, accounting for matrix interferences. Press **IDEAL LINE** to view Relationships between the sample spikes and the "Ideal Line" of 100% recovery.	**تأثير التداخلات الشاردية. ثم اضغط LINE IDEAL لتحديد العلاقة ومطابقة القياسات.** **ملاحظة : عند أخذ القراءة المطلوبة وقبل البدء بطريقة المضافات يجب الانتباه لما يلي :** **نضيف التركيز المقروء (c) الى التركيز المضافة بالترتيب للحجوم (0.1-0.2-0.3) مل ، و التركيز المضاف هو 0.05 ملغ/لتر لكل 0.1 مل ويحسب كما يلي :** **حجم العينة (25مل) *التركيز المطلوب (.....) = حجم الاضافة (0.1 مل) * تركيزها (12.5 ملغ/لتر)** **التركيز المطلوب = 0.05 ملغ / لتر** **تصبح التراكيز النظرية بعد الاضافات :** **0.1 ml 0.05 + (c) = c1** **0.2 0.05 + c1 = c2** **0.3 0.05 + c2** **مع العلم أنه يجب أن تكون نسبة المطابقة بين النتيجة الفعلية و النظرية السابقة في حدود 100 %** **وأن يكون عامل التصحيح r = 1.0000 أو أكبر من 0.9995 وذلك لقبول النتائج.**

6. Measurement Procedure (Phosphorus, Reactive)

Step	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
1	**Select the test (program number: 490)**		**قم باختيار الاختبار (برنامج رقم 490)**
2	**Install the multi-cell Adapter with 1-inch square cell holder facing the user.**		**أدخل حامل حامل الخلايا بحيث يكون حامل الخلية المربعة ذات الحجم 1انش مواجهاً للمستخدم.**
3	**Fill square sample cell with 10 ML of sample.**		**املئ خلية مربعة بـ 10مل من العينة.**
4	**Add the contents of one phosVer3 phosphate powder pillow to the cell immediately stopper and shake vigorously for 30 seconds.**		**أضف وسادة مسحوق واحدة الكاشف (phosVer3phosphate) إلى خلية العينة ثم أغلقها فوراً وقم بتحريكها بقوة لمدة 30ثانية.**

Step	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
5	**Press Timer >OK** **A two –minute reaction period will begin .If the sample was digested using the acid persulfate digestion** **Aten –minute reaction period is required**.		**اضغط على TIMER >OK** **عندما سيبدأ تفاعل مدته دقيقتين في حال تم هضم العينة بـ فوق حمض الكبريت فإن زمن التفاعل المطلوب هو 10دقائق.**
6	**Blank preparation:** **Fill ascend square sample cell with 10ML of sample**		**تحضير الشاهد:** **املئ خلية مربعة أخرى بمقدار 10مل من العينة.**
7	**When the Timer expires** **Wipe the blank insert It into the cell holder with fill line facing the user.** **Press ZERO** **The display will show:** **0.00mg/L po_4^{3-}**		**عندما ينتهي الوقت المحدد امسح العينة الشاهد وأدخلها في حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم.** **اضغط ZERO** **فيظهر على الشاشة** **0.00mg/L po43$^-$**
8	**Wipe the prepared sample and insert It into the cell holder with the fill line facing the user.** **Results are in mg/Lpo_4^{3-}**		**امسح العينة المحضرة وأدخلها في حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم .** **النتيجة في mg/L po_4^{3-}**

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Chromium, Total

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد الكروم الكلي

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجود

Damascus DFEA **مديرية دمشق**

1. **Scope and Application:** water, wastewater

2. **Summary of Method:** Alkaline Hypobromite Oxidation method

3. **Measurement range:** 0.01 to 0.70 mg/L

4. **Necessary Equipment and Supplies:**

   1) UV/VIS Spectrophotometer (HACH DR 5000)

   2) Sample Cells, 1-inch square, 10mL, matched pair: 2/Test

   3) Sample Cell, 10-20-25 mL, with cap: 1

   4) Hot plate, Water bath and Rack: 1

5. **Required Reagents**

   1) Acid Reagent Powder Pillows (Cat No.: 2126-99): 1/Test

   2) Chroma Ver®3 Chromium Reagent Powder Pillows (Cat. No. 12066-99): 1/Test

   3) Chromium 1 Reagent Powder Pillows (Cat. No.: 2043-99): 1/Test

   4) Chromium 2 Reagent Powder Pillows (Cat. No.: 2044-99): 1/Test

6. **Principle of Determination** Trivalent chromium in the sample is oxidized to the Hexavalent form by hypobromite ion under alkaline conditions. The sample is acidified. The total chromium content is determined by the 1,5-Diphenylcarbohydrazide method. Determine trivalent chromium by subtracting the results of a separate Hexavalent chromium test from the results of the total chromium test. Test results are measured at 540 nm.

1 . المجال والتطبيق : للمياه ومياه الصرف

2. ملخص الطريقة : طريقة أكسدة هيبو برومايت (تحت البرومات) القلوية.

3 . مجال القياس : 0.01 to 0.70mg/L

4 . أجهزة ومواد ضرورية:

1) السبيكترو UV/VIS (HACHDR 5000)

2) زوج خلايا عينة مربعة سعة 1انش ,وزوج خلايا سعة 10مل : 2 / الاختبار

3) خلية عينة,سعة 10-20-25مل مع الغطاء : 1

4) الساخنة ,حمام مائي والحامل :1

5. الكواشف المطلوبة

1)وسادة مسحوق كاشف الحمض(كاتلوج.رقم:99-2126) : 1 / لكل اختبار

2)وسادة مسحوق كاشف Chroma Ver3Chromium(رقم الكاتلوج99-12066) : 1 / لكل اختبار

3)وسادة مسحوق كاشف Chromium1(رقم الكاتلوج99-2043) : 1 / لكل اختبار

4)وسلدة مسحوق كاشف Chromium2(رقم الكاتلوج99-2044) : 1 / لكل اختبار

6. قاعدة تحديد الكروم الكلي

يتأكسد الكروم الثلاثي في العينة إلى الكروم السداسي بواسطة شوارد تحت البرومات في وسط قلوي .ستصبح العينة حمضية . محتوى الكرو م الكلي يتحدد بواسطة طريقة 1,5 دي فينيل كربو هيدرازيد ,قم بتحديد الكروم الثلاثي بطرح نتتجة اختبار الكروم السداسي المنفصل من نتيجة الكروم الكلي تقاس النتيجة عند طول الموجة 540 نانو متر.

7. Sample Collection, Storage, and Preservation Collect sample in acid-washed glass or plastic containers. To preserve samples, adjust the pH to 2 or less with nitric acid. This requires approximately 2 mL per liter of the acid. Store preserved samples at room temperature up to six months. Adjust the pH to about 4 with 5.0 N Sodium Hydroxide before analysis. Correct the test result for volume additions.	**7. جمع العينة ,حفظها و تخهيزها :** اجمع العينة في *أوعية زجاجية أوبلاستيكية مغسولة بالحمض. لحفظ العينة اضبط حموضة العينة عند 2 أو أقل بواسطة حمض الازوت* .هذا يتطلب حوالي ***2مل لكل ليتر من الحمض*** . خزن العينة المحفوظة بدرجة حرارة الغرفة لمدة أقصاها ستة أشهر. ***قبل / لتحليل*** **اضبط حموضة العينة الى حوالى 4 = ph بواسطة 5.0 نظامي هيدروكسيدالصوديوم 5N NaOH صحح نتيجة التجربة بالنسبة للحجم الأضافي.**

1 - Reagent blank For more accurate results, determine a reagent blank value for each new lot of reagent. Follow the procedure using deionized water in place of the sample. Subtract the reagent blank value from the final results or perform a reagent blank adjust. 2- Standard Solution Method Prepare a 0.25-mg/L trivalent chromium standard as follows: 1). Dilute 5.00 mL of Trivalent Chromium Standard Solution, 50-mg/L as Cr^{3+}, to 1000 mL with deionized water. Prepare this solution daily.	**ضبط الدقة :** **1- طريقة معايرة الشاهد : تستخدم هذه الطريقة عند استخدام علبة كواشف للمرة الاولى وقد نعمد الى استخدامها لتوزيع نسبة خطأواحدة لكل القياسات عند بداية قياس هذا البارامتر .** **نعمل على استخدام الماء المنزوع الشوارد كعينة وشاهد ونجري عليها اجراءات القياس المبينة لاحقاً ، وذلك لضبط دقة قيم الشاهد على كل التجارب و العينات اللاحقة ومن ثم بعد قياس الشاهد و العينة (بالماء المنزوع الشوارد) نضغط options ثم more ثم ADJUST / OK.** **2- طريقة المعايرة بالمحاليل العيارية :** **قم بتحضير 0.25 ملغ/لتر محلول عياري للكروم السداسي (حيث يقع ضمن مجال القياس 0.01 – 0.70) كما يلي :** **1. قم بتمديد 5.00 مل من المحلول العياري للكروم**

2). To adjust the calibration curve using the reading obtained with the 0.25-mg/L standard solution, touch **Options** on the current program menu. Touch **Standard Adjust**.

3. Touch **On**. Touch **Adjust** to accept the displayed concentration (the value depends on the selected chemical form). If an alternate concentration is used, touch the number in the box to enter the actual concentration, then touch **OK**. Touch **Adjust**.

Method Performance

Precision

Standard: 0.25 mg/L Cr

95% Confidence Limits of Distribution	Program
0.24 – 0.26 mg/L Cr.	100

Standard Additions Method (Sample Spike)

1. After reading test results, leave the sample cell (unspiked sample) in the instrument. Verify the chemical form.

2. Touch **Options**. Touch **Standard Additions**.

السداسي تركيز (50 mg/L as Cr^{+3}) باستخدام 1000 مل بالماء المنزوع الشوارد. قم بتحضير هذا المحلول بشكل يومي .

2. لضبط منحني المعايرة باستخدام تنيجة القراءة الناتجة عن استخدام 0.25 mg /L محلول عياري ، اضغط options ثم more (على القائمة الحالية للبرنامج) ثم اضغط Standard Adjust

3- اضغط ON ثم اضغط ADJUST لقبول نتيجة التركيز الظاهرة في القياس . ولتعديل قيمة القراءة الظاهرة وتعديلها الى التركيز المعروف مسبقاً (وفي هذه الحالة 0.25 ملغ / لتر) اضغط على خانة الرقم يظهر لوحة ارقام ، قم بادخال التركيز الصحيح ثم اضغط OK ثم ADJUST.

مجال دقة الطرقة المتبعة:

الدقة : المحلول العياري : 0.25 mg / L Cr

رقم البرنامج	95% نسبة الثقة أو دقة القياسات
100	0.24 – 0.26 mg/L Cr.

3 - طريقة المضافات العيارية (او ما يسمى بطريقة الاضافات التصاعدية spike)

1. بعد قراءة نتيجة الاختبار. اترك خلية العينة في

A summary of the standard additions procedure will appear.

3. Touch **OK** to accept the default values for standard concentration, sample volume, and spike volumes. Touch **Edit** to change these values. After values are accepted, the unspiked sample reading will appear in the top row. See *Standard Additions* in the instrument manual for more information.

4. Snap the neck off a Trivalent Chromium Voluette® Ampule Standard, 12.5-mg/L as Cr^{3+}.

5. Prepare three sample spikes. Fill three mixing cylinders (Cat. No. 1896-40) with 25 mL of sample. Use the TenSette® Pipet to add 0.1 mL, 0.2 mL, and 0.3 mL of standard, respectively, to each sample and mix thoroughly.

6. Analyze each sample spike as described in the procedure above, starting with the 0.1 mL sample spike. Accept each standard additions reading by touching **Read**. Each addition should reflect

مكانها في الحامل.

2. اضغط ***options*** . ثم اضغط ***Standard Additions*** وسيظهر ملخص حول الاجراءات المتبعة لطريقة المضافات.

3. اضغط ***OK*** لقبول القيم الافتراضية حول التركيز العياري (مثلاً التركيز العياري للمحلول العياري المستخدم 12.5 ملغ/لتر) ، حجم العينة (مثلاً 10 مل) ،وحجوم المواد المضافة (على الترتيب في العينات الثلاثة 0.3/0.2/0.1 مل) . اضغط ***Edit*** لتغيير القيم . ومن ثم بعد قبول التغييرات سيظهر على الشاشة في الاعلى *قراءة العينة دون إضافة* (***unspiked sample reading***)

4. افتح رأس أنبولة محلول عياري من الكروم السداسي تركيز 12.5 mg/L as Cr^{+3} ***Trivalent Chromium Voluette® (Ampule Standard)***

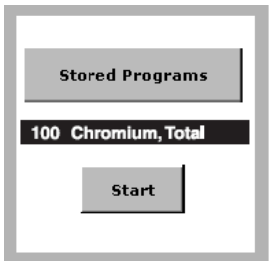
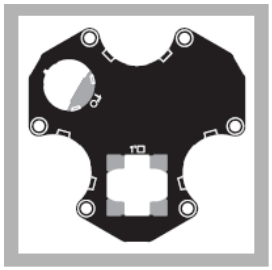
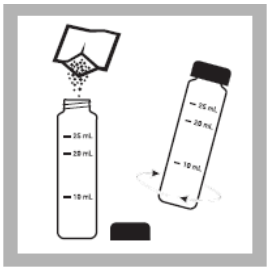
5. قم بتحضير ثلاث عينات مع المضافات وفق ما يلي : املأ ثلاث سلندرات مزج في كل منها 25 مل من العينة، وباستخدام ماصة نوع ***TenSette® Pipet*** أضف على التوالي لكل من العينات 0.3،0.2،0.1 مل من الانبولة ثم حركها لتمتزج بقوة.

6. قم بتحليل كل عينة على الترتيب كما هو معمول به في الاجراءات السابقة، وابدأ بالعينة ذات الاضافة 0.1 مل ، ثم أدخل قراءة كل عينة وخزنها بضغط ***Read*** بحيث يمكن استرداد القيم لاحقاً.

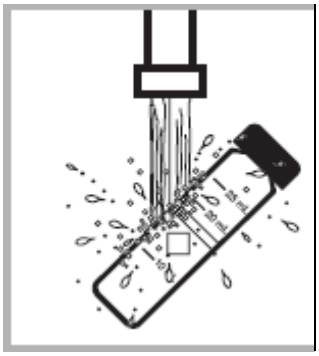
7. بعد اتمام الاجراء السابق، اضغط ***Graph*** لاظهار المنحنى الخطي لنقاط الاضافات لحساب مدى العلاقة مع مجموع التداخلات . اضغط ***Ideal Line*** لاظهار العلاقة بين مضافات العينة و الخط البياني النظري ومدى المطابقة بينهما حتى قيمة استعادة 100% . (أي ان هناك قيم افتراضية تحدد بـ ***Ideal Line*** ويتم مطابقتها مع القيم

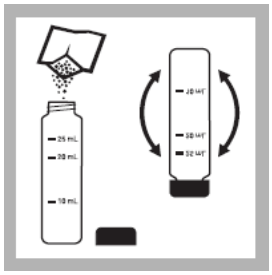
approximately 100% recovery. 7. After completing the sequence, touch **Graph** to view the best-fit line through the standard additions data points, accounting for matrix interferences. Touch **Ideal Line** to view the relationship between the sample spikes and the "Ideal Line" of 100% recovery.	**الفعلية لنتيجة قياس العينة بعد الاضافات).** **ملاحظة : يتم استخدام ماصة مدرجة لاخذ الحجوم المطلوبة، ويجب تعقيم خلاياالعينات وتجفيفها في فرن التجفيف.** **ملاحظة : عند أخذ القراءة المطلوبة وقبل البدء بطريقة المضافات يجب الانتباه لما يلي :** **نضيف التركيز المقروء (c) الى التركيز المضافة بالترتيب للحجوم (0.1-0.2-0.3) مل ، و التركيز المضاف هو 0.05 ملغ/لتر لكل 0.1 مل ويحسب كما يلي :** **حجم العينة (25مل) *التركيز المطلوب (.....) = حجم الاضافة (0.1 مل) * تركيزها (12.5 ملغ/لتر)** **التركيز المطلوب = 0.05 ملغ / لتر** **تصبح التراكيز النظرية بعد الاضافات :** **0.1 ml 0.05 + (c) = c1** **0.2 0.05 + c1 = c2** **0.3 0.05 + c2** **مع العلم أنه يجب أن تكون نسبة المطابقة بين النتيجة الفعلية و النظرية السابقة في حدود 100 %** **وأن يكون عامل التصحيح r = 1.0000 أو أكبر من 0.9995 وذلك لقبول النتائج.**

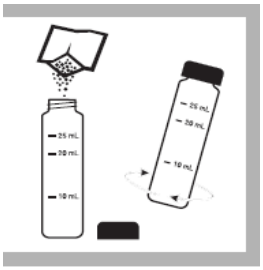
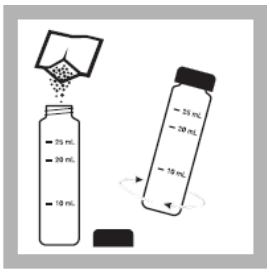
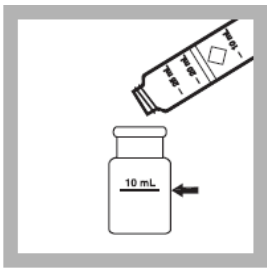
8. Measurement Procedure (Chromium, Total)

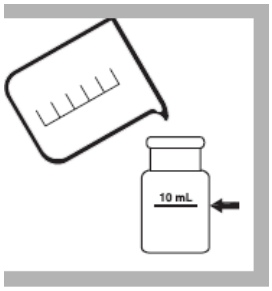
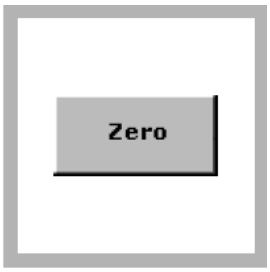
Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
1	Select the test (Program No. 100)		قم باختيار الأختبار (برنامج رقم 100)
2	Insert the multi cell Adapter with 1inch square cell holder facing the user		أدخل حامل الخلايا بحيث يكون حامل الخلية المربعة ذات الحجم 1انش مواجهاً للمستخدم.
3	Fill a 25-mL sample cell with 25- mL of sample.		املئ خلية سعة 25 مل بمقدار 25 مل من العينة.
4	Prepared sample: Add the contents of one chromium 1Reagent powder pillow. swirl to mix		تحضير العينة : أضف محتويات وسادة مسحوق واحدة من الكاشف chromium1 حركها بشكل دائري حتى تمتزج.

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
5	Insert the prepared sample into a boiling water bath.		أدخل العينـة المحضـرة فـي حمـام مائي مغلي.
6	Press TIMER >OK A five minute reaction period will begin.		اضغط على TIMER>OK عندئذ سيبدأ تفاعل مدته 5دقائق.
7	When the timer expires remove the prepared sample Using running water cool the cell to 25^{0}C. be sure the caps on tightly		عنـدما ينتهـي الوقـت المحـدد أخرج العينة المحضرة . قم بتبريدها بالماء الجاري حتى درجة25 . تأكد من إغلاق الغطاء باحكام أثناء التبريد .
8	Remove the cap and add contents of one chromium 2 Reagent powder pillow, cap and invert to mix.		انـزع الغطـاء وأضـف محتويـات وسـادة مسـحوق واحـدة مـن الكاشف (chromium2) ثم أغلقها وبتقليبها حتى تمتزج.





Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
9	Add the contents of one Acid Reagent powder pillow Swirl to mix.		أضف محتويات وسادة مسحوق واحدة من الكاشف الحمضي (Acid) حركها بشكل دائري حتى تمتزج .
10	Add the contents of one chromiumVer3 chromium Reagent powder Pillow swirl to mix.		أضف محتويات وسادة مسحوق الكاشف (chromiumVer3) حركها بشكل دائري حتى تمتزج.
11	Press TIMER>OK A five-minute Reaction period will begin.		اضغط على TIMER >OK عندئذ سيبدأ تفاعل مدته 5 دقائق .
12	While the sample is reaction pour 10mL from the mixing bottle into A square sample cell.		بينما يتم تفاعل العينة قم بصب 10مل منها في خلية مربعة.

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
13	Blank preparation : When the timer expires fill Another sample cell with 10mL of sample.		تحضير الشاهد : عندما ينتهي الوقت المحدد أضف 10مل من العينة إلى خلية مربعة أخرى.
14	Wipe the blank and insert it into the cell holder with The fill line facing the user.		امسح العينة الشاهد وأدخلها في حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً لمستخدم.
15	Press Zero The display will show: 0.00mg/L Cr		اضغط (ZERO) فيظهر على الشاشة 0.00mgL Cr
16	Wipe the prepared sample And insert it into the cell holder with the fill line facing the user. Results are in mg/L Cr		امسح العينة المحضرة وأدخلها في حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم. النتيجة ستكون مقدرة بـ 0.00mg/L Cr

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Chromium, Hexavalent

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد الكروم سداسي التكافئ

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

Damascus DFEA **مديرية دمشق**

1. Scope and Application: For water, wastewater	**1 . المجال والتطبيق** : للمياه ومياه الصرف
2. Summary of Method: 1, 5 - Diphenylcarbohydrazide method	**2. ملخص الطريقة** : **1.5 – ثنائي فينيل الهيدرازين**
3. Measurement range: 0.010 to 0.700 mg/L Cr (VI)	**3 . مجال القياس** : **0.010 to 0.700 mg /l Cr (Vl)**
4. Necessary Equipment and Supplies: 1) HACH UV/VIS Spectrophotometer (DR 5000) 2) Sample Cells, 1-inch square, 10mL, matched pair: 2/Test	**4. أجهزة ومواد ضرورية** 1) السبيكترو**UV/VIS (HACHDR 5000)** 2) خلايا عينة مربعة سعة 1انش ,وخلايا سعة 10مل - زوج لكل منها : 2/ الاختبار
5. Required Reagents 1) Chroma Ver®3 Chromium Reagent Powder Pillows (Cat. No. 12710-99): 1/Test	**5. الكواشف المطلوبة** 1) وسادة مسحوق كاشف **ChromaVerChromium** (كاتلوج.رقم:99-12710)
6. Principle of Determination Hexavalent chromium is determined by the 1,5-Diphenylcarbohydrazide method using a single a single dry powder formulation called ChromaVer 3 Chromium Reagent. This reagent contains an acidic buffer combined with 1,5-Diphenylcarbohydrazide, which reacts to give a purple color when Hexavalent chromium is present. Test results are measured at 540 nm.	**6. قاعدة تحديد الكروم سداسي التكافئ** يتحدد الكروم السداسي بواسطة طريقة 1,5 دي فينيل كربو هيدرازيد باستخدام ظرف مسحوق جاف من كاشف **Chroma-Ver3chromium-**. هذا الكاشف يحتوي حمض موقي مرتبط بـ 1.5 دي فينيل كربو هيدرازيد , الذي يتفاعل ليعطي اللون الأرجواني في حال وجود الكروم السداسي تقاس النتيجة عند طول الموجة 540 نانو متر.
Sample Collection, Storage, and Preservation Collect samples in a cleaned glass or plastic container. Store at 4℃(39F) up to 24 hours. Samples must be analyzed within 24 hours.	**7. جمع العينة وحفظها وتخزينها** اجمع العينات في أوعية زجاجية أو بلآستيكية , ثم خزن العينات برجة حرارة 4مئوية(39ف) فهرنهايت لمدة 24

	ساعة يجب أن تحلل العينات في 24 ساعة.
1 – Reagent blank : For more accurate results, determine a reagent blank value for each new lot of reagent. Follow the procedure using deionized water instead of the sample **2 - Standard Solution Method** Prepare a 0.50-mg/L Cr6+ standard solution daily, as follows: **1.** Using a 5.00 mL pipette transfer 5.00 mL of Hexavalent Chromium Standard Solution, 50 mg/L, into a Class A 500-mL volumetric flask. **2.** Perform the Hexavalent chromium procedure as described above. **3.** Dilute to the mark with deionized water. Perform the test procedure as described above. **4.** To adjust the calibration curve using the reading obtained with the standard solution, press **OPTIONS>MORE** on the current program menu. Press **STANDARD ADJUSTS**. **5.** Press **ON**. Press **ADJUSTS** to accept the displayed concentration. If an alternate Concentration is used, press the number in the box to enter the actual concentration, and then press **OK**. Press **ADJUST** **Method Performance**	**ضبط جودة القياسات:** **1- طريقة معايرة الشاهد : تستخدم هذه الطريقة عند استخدام علبة كواشف للمرة الاولى وقد نعمد الى استخدامها لتوزيع نسبة خطأواحدة لكل القياسات عند بداية قياس هذا البارامتر .** **نعمل على استخدام الماء المنزوع الشوارد كعينة وشاهد ونجري عليها اجراءات القياس المبينة لاحقاً ، وذلك لضبط دقة قيم الشاهد على كل التجارب و العينات اللاحقة ومن ثم بعد قياس الشاهد و العينة (بالماء المنزوع الشوارد) نضغط options ثم more ثم ADJUST / OK.** ***2- طريقة المعايرة باستخدام محاليل المعايرة : وتجرى قبل القيام بالقياس المطلوب*** ***1.* حضر محلول عياري تركيزه $0.50\ mg/L\ Cr^{6+}$ وبشكل يومي .*(ضمن مجال القياس 0.010 – 0.700)*** ***2.* استخدم ماصة قياس 5.00 مل وخذ بها 5.00 مل من المحلول العياري للكروم السداسي تركيزه 50 mg / L وضعها في بالون معايرة حجمي قياس 500 مل .** ***3.* مدد الى الحجم المطلوب بالماء المنزوع الشوارد استخدم المحلول العياري السابق بدل العينة وقم باجراء القياسات الموصوفة لاحقاً لقياس الكروم السداسي.** **4. لضبط منحني المعايرة للقراءة التي تم الحصول عليها باستخدام المحلول العياري السابق المحضر، اضغط OPTIONS MORE في الصفحة الحالية (أي في صفحة قراءة التنيجة الموجود فيها حالياً) في قائمة البرامج،**

Precision

Standard: 0.500 mg/L Cr6+

95% Confidence Limits of Distribution	Program
0.497 – 0.503 mg / L Cr^{+6}	90

3- Standard Additions Method (Sample Spike)

1. After reading test results, leave the sample cell, or AccuVac Ampul (unspiked sample) in the instrument. Verify the chemical form.
2. Press **OPTIONS>MORE**. Press **STANDARD ADDITIONS**. A summary of the standard additions procedure will appear.
3. Press **OK** to accept the default values for standard concentration, sample volume, and spike volumes. Press **EDIT** to change these values. After values are accepted, the unspiked sample reading will appear in the top row. See the user manual for more information.

ثم اضغط STANDARD ADJUST .

5- اضغط ON ثم اضغط ADJUST لقبول نتيجة التركيز الظاهرة في القياس . ولتعديل قيمة القراءة الظاهرة وتعديلها الى التركيز المعروف مسبقاً (وفي هذه الحالة 0.50 ملغ / لتر) اضغط على خانة الرقم يظهر لوحة ارقام ، قم بادخال التركيز الصحيح ثم اضغط OK ثم ADJUST .

6. ***مجال دقة القياس باستخدام طريقة المحلول العياري عند التركيز 0.500 ملغ / لتر من شوارد الكروم السداسي :***

وتتبين كما يلي :

البرنامج	***حدود الثقة 95 %***
90	0.497 – 0.503 mg / L Cr^{+6}

3 - طريقة المضافات العيارية (spike)

1. بعد قراءة نتيجة الاختبار. اترك خلية العينة في مكانها في الحامل.
2. اضغط ***options*** . ثم اضغط ***Standard Additions*** وسيظهر ملخص حول الاجراءات المتبعة لطريقة المضافات.
3. اضغط ***OK*** لقبول القيم الافتراضية حول التركيز العياري (مثلاً التركيز العياري للمحلول العياري المستخدم 12.5 ملغ/لتر) ، حجم العينة (مثلاً 10 مل) ،وحجوم المواد المضافة (على الترتيب في العينات الثلاثة 0.3/0.2/0.1 مل) . اضغط ***Edit*** لتغيير القيم . ومن ثم بعد قبول التغييرات سيظهر على الشاشة في الاعلى ***قراءة العينة دون إضافة*** ***unspiked sample*** (***reading***)
4. افتح رأس أنبولة محلول عياري من الكروم السداسي تركيز

4. Snap the neck off a Chromium Voluette® Ampule Standard, 12.5 mg/L Cr6+.

5. For analysis using powder pillows, use the TenSette® Pipet to add 0.1 mL, 0.2 mL, and 0.3mL of standard, respectively to three 25-mL samples and mix thoroughly. Transfer 10 mL of each solution into a 10-mL sample cell and analyze as described above.

Note: *For AccuVac ampules, fill three mixing cylinders* with 50-mL of sample and spike with 0.2 mL,0.4 mL, and 0.6 mL of standard. Transfer 40 mL from each of the three mixing cylinders to three 50-mL beakers. Analyze each standard addition sample as described in the procedure above.*

6. Accept each standard additions reading by pressing **READ**. Each addition should reflect approximately 100% recovery.

7. After completing the sequence, press **GRAPH** to view the best-fit line through the standard additions data points, accounting for matrix interferences. Press **IDEAL LINE** to view relationships between the sample spikes

Chromium Voluette® **12.5 mg/L as Cr^{+6}**
(Ampule Standard)

5. استخدم ماصة نوع TenSette®Pipet لاضافة 0.1 مل، 0.2 مل ، 0.3 مل على التوالي الى ثلاث عينات قياس كل منها 25 مل وامزجها بالتحريك بقوة. ثم خذ 10 مل من المحاليل المحضرة وضعها في خلية 10 مل وحللها كما هو مبين في الاجراءات اللاحقة. *ملاحظة : للعمل على تحييد الاخطاء الناتجة عن استخدام الانبولات المذكورة، نقوم بأخذ مل من العينة ثلاث مرات بواسطة ثلاث سلندرات مدرجة ونضيف لها على التوالي مل، مل، مل من المحلول العياري في الانبولة . ثم نأخذ من كل منها مل ونضعها في بيشر قياس مل على التوالي . قم بتحليل كل منها وفقاً للاجراءات المبينة لاحقاً*

6. خذ القراءات الناتجة عبر read

7. بعد اتمام التحليل على التتالي اضغط GRAPH لسم الخط البياني للنتائج باستخدام المضافات و التي تأخذ بعين الاعتبار تأثير التداخلات الشاردية. ثم اضغط LINE IDEAL لتحديد العلاقة ومطابقة القياسات.

ملاحظة : عند أخذ القراءة المطلوبة وقبل البدء بطريقة المضافات يجب الانتباه لما يلي :

نضيف التركيز المقروء (c) الى التركيز المضافة بالترتيب للحجوم (0.1-0.2-0.3) مل ، و التركيز المضاف هو 0.05 ملغ/لتر لكل 0.1 مل ويحسب كما يلي :

حجم العينة (25مل) *التركيز المطلوب (.....) = حجم الاضافة (0.1 مل) * تركيزها (12.5 ملغ/لتر)

التركيز المطلوب = 0.05 ملغ / لتر

تصبح التراكيز النظرية بعد الاضافات :

and the “Ideal Line” of 100% recovery.	**0.1 ml** **0.05 + (c) = c1** **0.2** **0.05 + c1 = c2** **0.3** **0.05 + c2** **مع العلم أنـه يجب أن تكون نسبة المطابقـة بين النتيجـة الفعلية و النظرية السابقة في حدود 100 %** **وأن يكـون عامـل التصـحيح r = 1.0000 أو أكبـر مـن 0.9995 وذلك لقبول النتائج.**

تحضير المحلول العياري

يتم إذابة 141.4 غرام في 100 مل ماء منزوع الشوارد، أو كمية مضاعفة 2 x 141.4 في 200 مل :

1. **141.4 x 2 = 282.8 mg – $K_2Cr_2O_7$**
2. **Solution concen. = 282.8 mg – $K_2Cr_2O_7$ / 22 Ml**
3. **= 1.411 mg/mL**
4. **حساب تركيز شاردة الكرومات ضمن المركب في المحلول كما يلي :**

$K_2Cr_2O_7$ = 294.2 g **Cr_2 = 2 X 52.0 = 104.0 g**

1.411 X (104.0 / 294.2) = 0.500 mg – Cr (IV) / mL

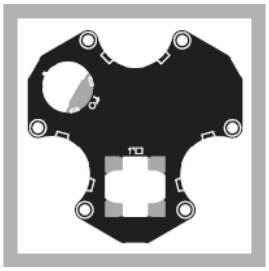
اي يعبرعن قيمة تركيز كما يلي : 1.0 mL = 500 µg Cr (IV) / mL

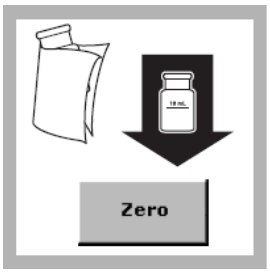
ويتم تخزين هذا المحلول في المستودع ونحضر منه المحاليل المطلوبة كما يلي :

نريد تحضير المحلول في الـ 1000 مل فيكون :

1000 x 0.500 mg / 1000 mL = 500 mg Cr (IV) / 1. L

1. قياس (Chromium, Hexavalent) الكروم السداسي

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
1	Select the test (Program No. 90)		قم باختيار الأختبار (برنامج رقم 90)
2	Insert the multi-cell Adapter with the 1-inch Square cell holder facing the user.		أدخل حامل الخلايا بحيث يكون حامل الخلية المربعة ذات الحجم 1انش مواجهاً للمستخدم.
3	Fill a square sample cell with 10 mL of sample		املئ خلية مربعة بمقدار 10مل من العينة.

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
4	Prepared sample: Add contents of one chromaVer3 Reagent powder pillow to the sampler cell Swirl to mix Purple colors will from if Hexavalent chromium is present.		تحضير العينة : أضف محتويات وسادة مسحوق واحدة من الكاشف (chromiumVer3) إلى خلية العينة ثم حركها بشكل دائري حتى تمتزج. سيظهر اللون الأرجواني في حال وجود كروم سداسي التكافؤ.
5	Press TIMER>OK Five-minute reaction period will begin		اضغط على TIMER>OK عندئذ سيبدأ تفاعل مدته 5 دقائق .
6	Blank preparation Fill a second square sample cell with 10mL of sample.		تحضير الشاهد : املئ خلية مربعة أخرى بمقدار 10 مل من العينة.
7	When the timer expires insert the blank into the cell holder with the fill line facing the user. Press ZERO the display will show: 0.00mg/L Cr^{6+}		عندما ينتهي الوقت المحدد أدخل العينة الشاهد في حامل الخلية بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم. اضغط ZERO فيظهر على الشاشة 0.00mg/L Cr^{6+}

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
8	Insert the prepared sampler Into the cell holder with the fill line facing the user. Results are in mg/L Cr^{6+}		أدخل العينة المحضرة في حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم. .النتائج ستكون مقدرة بـ Mg/L Cr^{6+}

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Nitrogen, Ammonia

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد الأمونية

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. **Scope and Application:** For water, wastewater
2. **Summary of Method:** Nessler method
3. **Measurement range:** 0.02 to 2.50 mg/L NH_3-N
4. **Necessary Equipment and Supplies:**
   1) HACH UV/VIS Spectrophotometer (DR 5000)
   2) Cylinder, graduated, mixing, 25 mL: 2/Test
   3) Pipet, 1-mL: 2/Test
   4) Pipet Filler, safety bulb: 1/Test
   5) Sample Cells, 1-inch square, 10-mL, matched pair: 2/Test
5. **Required Reagents**
   1) Nessler Reagent (Cat. No.: 21194-49): 2 mL/Test
   2) Mineral Stabilizer (Cat. No.: 23766-26): 6 drops
   3) Polyvinyl Alcohol Dispersing Agent (Cat. No.: 23765-26): 6 drops
   4) Water deionized
6. **Principle of Determination**

   The Mineral Stabilizer complexes hardness in the sample. The Polyvinyl Alchol Dispersing Agent aids the color formulation in the reaction of Nessler Reagent with ammonium ions. A yellow

1 . المجال والتطبيق:

للمياه ومياه الصرف

2. ملخص الطريقة :طريقة نيسلر

3 . مجال القياس 0.02to2.50mg/L NH_3-N

4 . أجهزة ومواد ضرورية:

1) السبيكترو UV/VIS (HACHDR 5000)

2)اسطوانة مدرجة للمزج سعة 25مل2/ الأختيبار

3)ماصة سعة 1مل 2/الأختيبار

4) مضخة الماصة الآمنة

5) زوج خلايا عينة مربعة سعة 1انش ,وزوج خلايا سعة 10مل:2/ لكل اختبار

5. الكواشف المطلوبة

1) كاشف نيسلر(كاتلوج.رقم:49-21194)

2)مثبت المعادن (رقم الكاتلوج26-23766)

3)معامل تشتيت كحول بولي الفينيل

4)ماء منزوع الشوارد

6. قاعـــــــــــــــدة التحديـــــــــــــــد

تنشأ في العينة معقدات من المثبت المعدني و القساوة . وإن الهدف من إضافة عامل التشتيت – كحول بولي الفينيل الى تشكيل اللون الاصفر وذلك عند تفاعل كاشف نيسلر مع شوارد الامونيا .يتشكل اللون الاصفر بشكل يتناسب و تركيز الامونيا

color is formed proportional to the ammonia concentration. Test results are measured at 425 nm.

7. Sample Collection, Storage, and Preservation

Collect sample in clean glass or plastic bottles. If chlorine is present, add one drop of 0.1 N Sodium Thiosulfate for each 0.3 mg/L Cl_2 in a 1-liter sample. Preserve the sample by reducing the pH to 2 or less with sulfuric acid (at least 2 mL). Store at 4℃(39F) or less. Preserved sample may be stored up to 28 days. Warm samples to room temperature and neutralize with 5 N Sodium Hydroxide before analysis. Correct the test result for volume additions

تقاس النتيجة عند طول الموجة 425 نانو متر .

7. جمع العينة وحفظها وتخزينها

اجمع العينات في أوعية زجاجية أوبلآستيكية نظيفة و في حال وجود الكلور أضف قطرة من 0.1 N ثيوسلفات الصوديوم النظامي لكل 0.3 mg/L Cl 2 في ليتر من العينة. احفظ العينة بخفض **PH إلى 2** أوأقل باستخدام **حمض** / . خزن العينة بدرجة حرارة 4 مئوية (39فهرنهايت) وقد تصل مدة تخزين العينة لمدة 28 يوم .

دفئ العينة إلى درجة حرارة الغرفة وعادلها بـ 5- نظامي هيدروكسيد الصوديوم قبل التحليل . صحح نتيجة الأختبار بالنسبة للحجم الأضافي.

1 - Reagent blank:

For more accurate results, determine a reagent blank value for each new lot of reagent. Follow the procedure using deionized water instead of the sample. Subtract the reagent blank value from the final results or perform a reagent blank adjust.

ضبط الدقة :

1- طريقة معايرة الشاهد : تستخدم هذه الطريقة عند استخدام علبة كواشف للمرة الاولى وقد نعمد الى استخدامها لتوزيع نسبة خطأ واحد لكل القياسات عند بداية قياس هذا البارامتر .

نعمل على استخدام الماء المنزوع الشوارد كعينة وشاهد ونجري عليها اجراءات القياس المبينة لاحقاً ، وذلك لضبط دقة قيم الشاهد على كل التجارب و العينات اللاحقة ومن ثم بعد قياس الشاهد و العينة (بالماء المنزوع الشوارد) نضغط options ثم more ثم

2- Standard Solutions Method

1. To check accuracy, use a 1.0-mg/L Nitrogen Ammonia Standard Solution. Or, prepare a

1.0-mg/L ammonia nitrogen standard solution by pipetting 1.00 mL of Nitrogen AmmoniaVoluette® Ampule Standard, 50-mg/L, into a 50-mL volumetric flask. Dilute to the mark with deionized water. Prepare this solution daily. Perform the Nessler procedure as described above

2. To adjust the calibration curve using the reading obtained with the standard solution, press **OPTIONS>MORE** on the current program menu. Press **STANDARD ADJUSTS**.

3. Press **ON**. Press **ADJUSTS** to accept the displayed concentration. If an alternate Concentration is used, press the number in the box to enter the actual concentration, then press **OK**. Press **ADJUST**

.ADJUST / OK

طريقة المعايرة باستخدام المحاليل العيارية :

1. لضبط جودة القياس، استخدم المحلول العياري للامونيا تركيزه **1.0 mg/L** أو حضر محلول تركيزه 1.0 كما يلي : خذ 1.00 مل من المحلول العياري للامونيا (من الانبولات العيارية ذي التركيز **50 – mg /L** وضعها في بالون معايرة حجمي قياس 50 مل ثم مدد الحجم الى 50 مل بالماء المنزوع الشوارد ثم أكمل القياس باستخدام هذه المحلول بدل العينة في كل المراحل (يتم تحضير هذا المحلول بشكل يومي) . التركيز العياري المحضر يقع ضمن مجال القياس من 0.02 الى 2.50 .

2. لضبط منحني المعايرة للقراءة التي تم الحصول عليها باستخدام المحلول العياري السابق المحضر، اضغط **OPTIONS MORE >** في الصفحة الحالية (أي في صفحة قراءة التنيجة الموجود فيها حالياً) في قائمة البرامج، ثم اضغط **STANDARD ADJUST** .

3. اضغط **ON** ثم اضغط **ADJUST** لقبول نتيجة التركيز الظاهرة في القياس . ولتعديل قيمة القراءة الظاهرة وتعديلها الى التركيز المعروف مسبقاً (وفي هذه الحالة 1.00 ملغ / لتر) اضغط على خانة الرقم يظهر لوحة ارقام ، قم بادخال التركيز الصحيح ثم اضغط **OK** ثم **ADJUST**.

3- Standard Additions Method (Sample Spike)

1. After reading test results, leave the sample cell (unspiked sample) in the instrument.

2. Press **OPTIONS>MORE**. Press **STANDARD ADDITIONS**. A summary of the standard additions procedure will appear.

3. Press **OK** to accept the default values for standard concentration, sample volume, and spike volumes. Press **EDIT** to change these values. After values are accepted, the unspiked sample reading will appear in the top row. See the user manual for more information.

4. Snap the neck off a Nitrogen Ammonia Voluette® Ampule Standard, 50-mg/L NH3–N.

5. Prepare three sample spikes. Fill three mixing cylinders with 25 mL of sample.

3 - طريقة المضافات العيارية (او ما يسمى بطريقة الاضافات التصاعدية spike)

1. بعد قراءة نتيجة الاختبار. اترك خلية العينة في مكانها في الحامل.

2. اضغط *options* . ثم اضغط *Standard Additions* وسيظهر ملخص حول الاجراءات المتبعة لطريقة المضافات.

3. اضغط *OK* لقبول القيم الافتراضية حول التركيز العياري (مثلاً التركيز العياري للمحلول العياري المستخدم 12.5 ملغ/لتر) ، حجم العينة (مثلاً 10 مل) ،وحجوم المواد المضافة (على الترتيب في العينات الثلاثة 0.3/0.2/0.1 مل) . اضغط *Edit* لتغيير القيم . ومن ثم بعد قبول التغييرات سيظهر على الشاشة في الاعلى *قراءة العينة دون إضافة* (*unspiked sample reading*)

4. افتح رأس أنبولة محلول عياري من

Nitrogen Ammonia Voluette® Ampule Standard, 50-mg/L NH3–N.

5. قم بتحضير ثلاث عينات مع المضافات وفق ما يلي : املأ ثلاث سلندرات مزج في كل منها 25 مل من العينة، وباستخدام ماصة نوع *TenSette®Pipet* أضف على التوالي لكل من العينات 0.3،0.2،0.1 مل من الانبولة ثم حركها لتمتزج بقوة.

6. قم بتحليل كل عينة على الترتيب كما هو معمول به في الاجراءات السابقة، وابدأ بالعينة ذات الاضافة 0.1 مل ، ثم أدخل قراءة كل عينة وخزنها بضغط *Read* بحيث يمكن استرداد القيم لاحقاً.

Use the TenSette® Pipet to add 0.1 mL, 0.2 mL, and 0.3 mL of the 50 mg/L standard, respectively, to each sample and mix thoroughly.

6. Analyze each sample spike as described in the procedure above, starting with the 0.1 Ml sample spike. Accept each standard additions reading by pressing **READ**. Each addition should reflect approximately 100% recovery.

7. After completing the sequence, press **GRAPH** to view the best-fit line through the standard additions data points, accounting for the matrix interferences. Press **IDEAL LINE** to view the relationship between the sample spikes and the "Ideal Line" of 100% recovery.

7. بعد اتمام الاجراء السابق، اضغط *Graph* لاظهار المنحنى الخطي لنقاط الاضافات لحساب مدى العلاقة مع مجموع التداخلات . اضغط *Ideal Line* لاظهار العلاقة بين مضافات العينة و الخط البياني النظري ومدى المطابقة بينهما حتى قيمة استعادة 100% . (أي ان هناك قيم افتراضية تحدد بـ *Ideal Line* ويتم مطابقتها مع القيم الفعلية لنتيجة قياس العينة بعد الاضافات).

ملاحظة : يتم استخدام ماصة مدرجة لاخذ الحجوم المطلوبة، ويجب تعقيم خلاياالعينات وتجفيفها في فرن التجفيف.

ملاحظة : عند أخذ القراءة المطلوبة وقبل البدء بطريقة المضافات يجب الانتباه لما يلي :

نضيف التركيز المقروء (c) الى التركيز المضافة بالترتيب للحجوم (0.1-0.2-0.3) مل ، و التركيز المضاف هو 0.05 ملغ/لتر لكل 0.1 مل ويحسب كما يلي :

حجم العينة (25مل) *التركيز المطلوب (.....) = حجم الاضافة (0.1 مل) * تركيزها (12.5 ملغ/لتر)

التركيز المطلوب = 0.05 ملغ / لتر

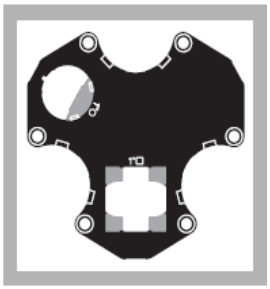
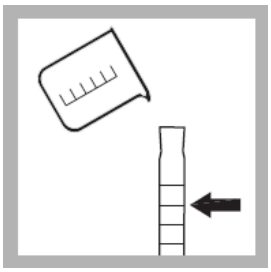
تصبح التراكيز النظرية بعد الاضافات :

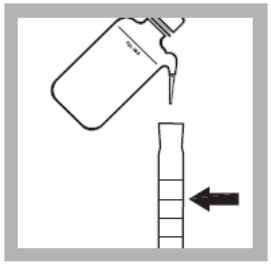
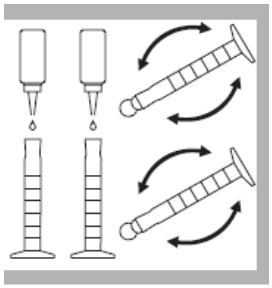
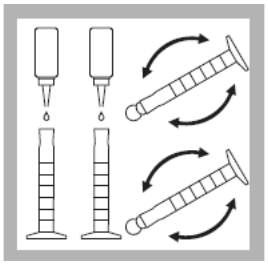
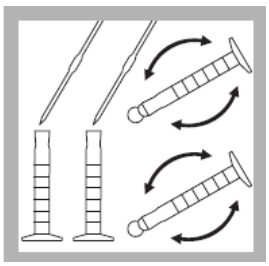
0.1 ml	0.05 + (c) = c1
0.2	0.05 + c1 = c2
0.3	0.05 + c2

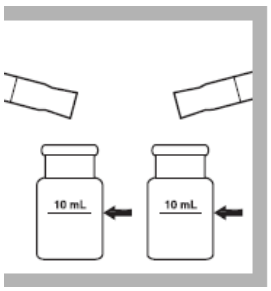
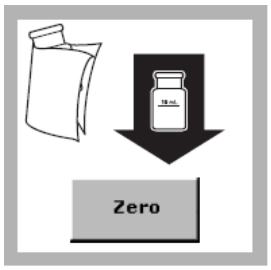
مع العلم أنه يجب أن تكون نسبة المطابقة بين النتيجة الفعلية و النظرية السابقة في حدود 100 %

وأن يكون عامل التصحيح r = 1.0000 أو أكبر من 0.9995 وذلك لقبول النتائج.

8. ناتج قياس (Nitrogen, Ammonia)

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
1	Select the test (Program No. 380)		قم باختيار الاختبار (برنامج رقم 380)
2	Insert the multi-cell Adapter with the 1-inch square cell holder facing the user.		أدخل حامل الخلايا بحيث يكون حامل الخلية المربعة ذات الحجم 1-انش مواجهاً للمستخدم .
3	Prepared sample: Fill a25mL mixing graduated cylinder to the 25-mL mark with sample		تحضير العينة : املئ أسطوانة مدرجة سعة 25 مل من العينة حتى العلامة25مل.

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
4	Blank preparation : Fill a25-mL mixing graduated cylinder to the 25-mL mark with deionized		تحضير العينة الشاهد: املئ الأسطوانة المدرجة بمقدار 25 مل بالماء المنزوع الشوادر حتى العلامة 25مل.
5	Add three drops of Mineral Stabilizer to each cylinder Stopper and invert several times to mix.		أضف ثلاثة قطرات من (Mineral Stabilizer) إلى كل من الأسطوانتين ثم قم بإغلاقها وتقليبها عدة مرات حتى تمتزج.
6	Add three drops of Polyvinyl Alcohol Dispersing Agent to each cylinder Stopper and invert several times to mix.		أضف ثلاث قطرات من Polyvinyl Alcohol Dispersing Agent إلى كل من الأسطوانتين ثم قم بإغلاقها وتقليبها عدة مرات حتى تمتزج.
7	Pipet 1.0 mL of Nessler Reagent into each cylinder Stopper and invert several times to mix		قم بإضافة 1مل من كاشف Nessler بواسطة الماصة إلى كل أسطوانة ثم قم بإغلاقها وتقليبها عدة مرات حتى تمتزج. .

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
8	Press TIMER>OK A one-minute Reaction period will begin		اضغط TIMER>OK عندئذ سيبدأ تفاعل مدته دقيقة
9	Pour 10mL of each solution into square sample cell.		قم بصب 10 مل من المحلول الناتج في خليتين مربعتين.
10	When the timer expires insert the blank into the cell holder with the fill line facing the user. Press ZERO the display will show: 0.00mg/L NH_3-N		عندما ينتهي الوقت المحدد أدخل العينة الشاهد إلى حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم اضغط ZERO فيظهر على الشاشة . 0.00mg/L NH_3- N
11	Wipe the prepared sample and insert it into the cell holder with the fill line facing the user. Results are in mg/L NH_3-N		امسح العينة المحضرة وأدخلها في حامل الخلايا بحيث يكون ا ل خط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم و النتائج ستكون مقدرة بـ Mg/L NH_3-N

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Surfactants, Anionic (Detergents)

اجراءات التشغيل القياسى(SOP)

لتحديد (المنظفات) أو المواد ذات الفعالية السطحية

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة :_____**التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. Scope and Application: For water, wastewater	**1 . المجال والتطبيق :** للمياه ومياه الصرف
2. Summary of Method: Crystal Violet method	**2. ملخص الطريقة : طريقة البلورة البنفسجية** (اسم يطلق على بنفسجي الميتيل)
3. Measurement range: 0.002 to 0.275 mg/L as LAS	**3 . مجال القياس 0.002 – 0.275 mg/L as LAS**
4. Necessary Equipment and Supplies:	**4 . أجهزة ومواد ضرورية:**
1) HACH UV/VIS Spectrophotometer (DR 5000)	1) السبيكترو UV/VIS (HACHDR 5000)
2) Clippers, for opening powder pillow: 1/Test	2) مشرط لفتح وسادة المسحوق للأختبار الواحد
3) Cylinder, graduated, 25 mL: 1/Test	3)اسطوانة مدرجة سعة 25مل للأختبار الواحد
4) Cylinder, graduated, 50 mL: 1/Test	4)اسطوانة مدرجة سعة 50 مل للأختبار الواحد
5) Cylinder, graduated, 500 mL: 1/Test	5)اسطوانة مدرجة سعة 500مل للأختبار الواحد
6) Funnel, separatory, 500 mL	6)قمع فصل سعة 500مل
7) Sample Cells, 10, 25 mL stoppered : 2/Test	7)خلايا عينة سعة 10.25 مع السدادة : 2/ لكل اختبار
8) Support ring, and stand: 1 /Test	8)الحلقة الداعمة والحامل للأختبار الواحد
5. Required Reagents	**5. الكواشف المطلوبة**
1) Benzene, ACS: 55 mL	1)بنزن ACS-55mL
2) Buffer Solution, sulfate-type (Cat. No.: 452-49): 10 mL/Test	2)محلول موقي نوع : كبريتات (الكاتلوج رقم 49. 452) 10مل للاختبار الواحد.
3) Detergent Reagent Powder Pillows (Cat. No.: 1008-68)): 1 pillow/Test	3) وسادة مسحوق كاشف المنظفات (الكاتلوج رقم.68. 1008) مسحوق 1 / للاختبار الواحد.
6. Principle of Determination	**6. قاعدة التحديد**
Detergents, ABS (alkyl benzene sulfonate), or	

LAS (linear alkklate sulfonate) are determined by association with crystal violet dye and extraction of the ion-pair complex into benzene. Test results are measured at 605 nm.	تحدد المنظفات (كبريتا ت البنزن القلوي ة)و(كبريتا ت الكا لات الخطيـة) بـالتوافق بـين طريقتيـي صـبغة الكريسـتال الأرجواني واستخلآص زوج الالكترونـات باتجـاه حلقة البنزن . تقاس النتيجة عند طول الموجة 605 نانو متـر.
7. Sample Collection, Storage, and Preservation Collect samples in clean plastic or glass bottles. Analyze samples as soon as possible, but they may be stored at least 24 hours by cooling to 4 ℃ (39F). Warm to room temperature before testing.	**7. جمع العينة وحفظها وتخزينها** اجمع العينات في أوعية زجاجية أو بلاستيكية نظيفة ثم قم يتحليل العينات بأسرع وقت ممكن ممكن تخزين العينات بدرجة حرارة 4 مئوية(39 فهرنهايت) لمدة أقصاها24 ساعة على الأقل ثم قم بتعديل درجة حرارة غرفة القياس قبل إجراء الأختبار. ***ملاحظـة هامـة : يسـتخدم الاسـيتون لتنظيـف كافـة الاوعيـة الزجاجية من البنزن.*** ***استخدم البنزن فى منطقة تهوية جيدة.***

1 – Reagent blank : For more accurate results, determine a reagent blank value for each new lot of reagent. Follow the procedure using deionized water instead of the sample	**ضبط جودة القياسات:** **1- طريقة معايرة الشاهد : تستخدم هذه الطريقة عند استخدام علبة كواشف للمرة الاولى وقد نعمد الى استخدامها لتوزيع نسبة خطأواحدة لكل القياسات عند بداية قياس هذا البارامتر .** **نعمل على استخدام الماء المنزوع الشوارد كعينة وشاهد ونجري عليها اجراءات القياس المبينة لاحقاً ، وذلك لضبط دقة قيم الشاهد على كل التجارب و العينات اللاحقة ومن ثم بعد قياس الشاهد و العينة (بالماء المنزوع الشوارد) نضغط options ثم more ثم**

	.ADJUST / OK
2 - Standard Solution Method Prepare a 0.180 mg/L LAS standard solution	***2- طريقة المعايرة باستخدام محاليل المعايرة : وتجرى قبل القيام بالقياس المطلوب*** **حضر محلول عياري تركيزه** 0.180 mg/L LAS .
3- Standard Additions Method (Sample Spike)	***وقم بتطبيق الاجراءات المبينة لاحقاً على المحلول العياري (كعينة وشاهد)*** ***3 - طريقة المضافات العيارية (spike)***
1. After reading test results, leave the sample cell (unspiked sample) in the instrument. Verify that the units displayed are in mg/L.	**1.بعد قراءة نتيجة الاختبار. اترك خلية العينة في مكانها في الحامل.**
2. Touch **Options**. Touch **Standard Additions**. A summary of the standard additions procedure will appear.	**2.اضغط *options* . ثم اضغط *Standard Additions* وسيظهر ملخص حول الاجراءات المتبعة لطريقة المضافات.**
3. Touch **OK** to accept the default values for standard concentration, sample volume, and spike volumes. Touch **Edit** to change these values. After values are accepted, the unspiked sample reading will appear in the top row. See *Standard Additions* in the instrument manual for more information.	**3.اضغط *OK* لقبول القيم الافتراضية حول التركيز العياري ، حجم العينة ،وحجوم المواد المضافة . اضغط *Edit* لتغيير القيم . ومن ثم بعد قبول التغييرات سيظهر على الشاشة في الاعلى *قراءة العينة دون إضافة* (*unspiked sample reading*)**
4. Snap the neck off a Detergent Voluette® Ampule Standard, 60-mg/L LAS.	**4- افتح رأس أنبولة محلول عياري للمنظفات على شكل انبولات تركيزه** Voluette® Ampule, 60-mg/L LAS.
5. Prepare three sample spikes. Fill three beakers with 300 mL of sample. Use the	**5.استخدم ماصة نوع TenSette®Pipet لاضافة 0.1 مل ،0.2 مل ، 0.3 مل على التوالي الى ثلاث عينات وامزجها بالتحريك بقوة.**
	6.خذ القراءات الناتجة لكل من العينات ذات الاضافات0.1 مل ،0.2 مل ، 0.3 مل على التوالي عبر read ونتيجة كل عينة يجب ان

TenSette® Pipet to add 0.1 mL, 0.2 mL, and 0.3 mL of standard, respectively, to each sample and mix thoroughly.

6. Analyze each sample spike as described in the procedure above, starting with the 0.1 mL sample spike. Accept each standard additions reading by touching **Read**. Each addition should reflect approximately 100% recovery.

Note: *The anionic surfactant reading should increase 0.02 mg/L for every 0.1 mL of standard added.*

7. After completing the sequence, touch **Graph** to view the best-fit line through the standard additions data points, accounting for matrix interferences. Touch **Ideal Line** and touch **OK** to view the relationship between the sample spikes and the "Ideal Line" of 100% recovery.

مطابقة للنتائج النظرية المحسوبة 100% .

ملاحظة : يجب أن تزيد قراءة القياس لكل 0.1 مل إضافة قيمة 0.02 ملغ/لتر .

7.بعد اتمام التحليل على التتالي اضغط GRAPH لسم الخط البياني للنتائج باستخدام المضافات و التي تأخذ بعين الاعتبار تأثير التداخلات الشاردية. ثم اضغط IDEAL LINE لتحديد العلاقة ومطابقة القياسات.

ملاحظة : عند أخذ القراءة المطلوبة وقبل البدء بطريقة المضافات يجب الانتباه لما يلي :

نضيف التركيز المقروء (c) الى التركيز المضافة بالترتيب للحجوم (0.1-0.2-0.3) مل ، و التركيز المضاف هو 0.05 ملغ/لتر لكل 0.1 مل ويحسب كما يلي :

حجم العينة (25مل) *التركيز المطلوب (.....) = حجم الاضافة (0.1 مل) * تركيزها (12.5 ملغ/لتر)

التركيز المطلوب = 0.05 ملغ / لتر

تصبح التراكيز النظرية بعد الاضافات :

0.1 ml 0.05 + (c) = c1

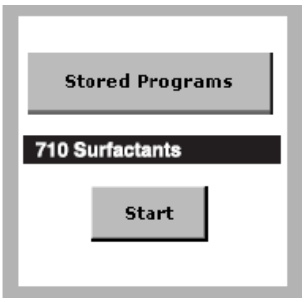
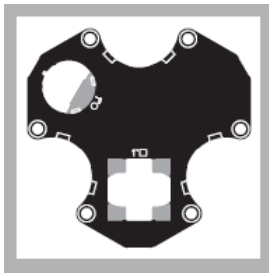
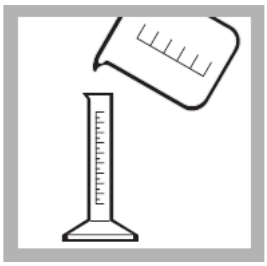
0.2 0.05 + c1 = c2

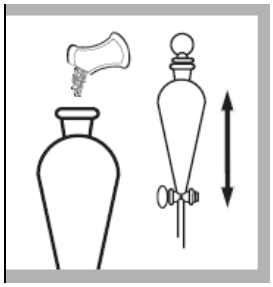
0.3 0.05 + c2

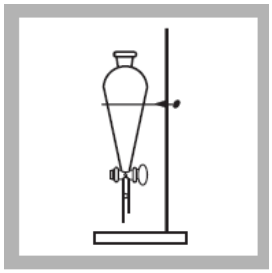
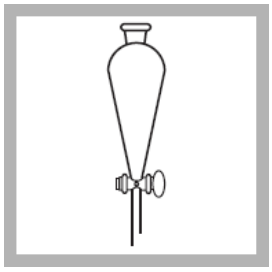
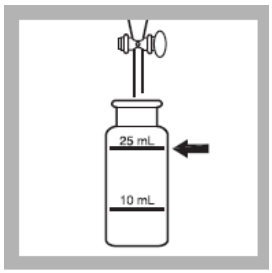
مع العلم أنه يجب أن تكون نسبة المطابقة بين النتيجة الفعلية و النظرية السابقة في حدود 100 %

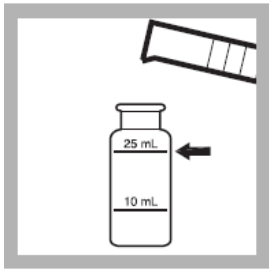
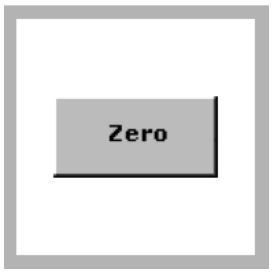
وأن يكون عامل التصحيح r = 1.0000 أو أكبر من 0.9995 وذلك لقبول النتائج.

قياس المنظفات السطحية الايونية

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
1	Select the test(program No.710)		قم باختيار الأختيبار (برنامج رقم710)
2	Insert the multi-cell Adapter with the 1 inch square cell holder facing the user.		أدخل حامل الخلايا المتعددة بحيث يكون حامل الخلية المربعة ذات الحجم 1 انش مواجهاً للمستخدم.
3	Fill a clean 500-mL graduated cylinder to the 300mL mark with sample Pour the sample into a clean 500-mL separatory funnel		املئ اسطوانة مدرجة نظيفة سعة 500مل حتى العلامة 300مل بالعينة ثم صب العينة في قمع فصل نظيف سعة 500مل

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
4	Add 10mL of sulfate Buffer Solution Stopper the funnel Shake the funnel for five Seconds.		أضف 10مل من محلول نقي السلفات ثم أغلق القمع وقم بخض القمع لمدة خمس ثوان.
5	Add the contents of one Detergent Reagent powder pillow to the funnel Stopper the funnel and shake until the powder dissolves completely.		أضف محتويات وسادة مسحوق من كاشف Detergent إلى القمع أغلق القمع وقم بخضه يذوب المسحوق تماماً حتى
6	Add 30 mL of benzene to the funnel Stopper the funnel and shake gently for one minute.		أضف30مل من البنزن إلى القمع ثم أغلق القمع وقم بخضه بلطف لمدة دقيقة .

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
7	Place the separatory funnel In support stand.		ثبت قمع الفصل على الحامل.
8	Press TIMER>OK A30-minute reaction period Will begin.		اضغط على: TIMER>OK عندئذ سيبدأ تفاعل مدته 30دقيقة.
9	After the timer expires remove the stopper and drain the bottom water layer Discard this layer.		بعد أن ينتهي الوقت المحدد انزع الغطاء وأفرغ طبقة الماء السفلى تخلص من هذه الطبقة. .
10	Prepared sample : Drain the top benzene layer into a clean 25-mL sample cell. Do not filter the benzene layer before color measurement filtration removes the blue color.		تحضير العينة : أفرغ الطبقة العليا من البنزن في خلية عينة نظيفة سعة 25مل لاتقم بفلترة البنزن قبل قياس اللون لأن عملية الفلترة تزيل اللون الأزرق.

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
11	Blank preparation: Fill another sample cell to the 25mL mark with pure benzene.		تحضير الشاهد : املأ خلية عينة أخرى حتى العلامة 25مل من البنزن النقي.
12	Insert the blank into the cell holder with the fill line facing the user.		أدخل العينة الشاهد في حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم .
13	Press ZERO. The display will show 0.00mg/L LAS		اضغط ZERO فيظهر على الشاشة 0.00mg/L LAS.
14	Insert the prepared sample into the cell holder With the fill line facing the user. Results are in mg/L LAS.		أدخل العينة المحضرة في حامل الخلايا بحيث يكون الخط المحدد للتعبئة مواجهاً للمستخدم . النتائج ستكون مقدرة بـ 0.00mg/L LAS.

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Cyanide Ion

(By Electrode)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد شوارد السيانيد

(بالإلكترود)

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. Scope and Application: water, wastewater	**1.المجال والتطبيق:** للمياه ومياه الصرف
2. Summary of Method: Ion Selective Electrode (ISE) (Direct Measurement using ion meter)	**2. ملخص الطريقة: الكترود الشوارد النوعي (ISE) (القياس المباشر باستخدام مقياس الأيونات)**
3. Measurement range: 0.13 to 13.00 mg/L CN^- (5×10^{-6} M to 1×10^{-2} M)	**3 . مجال القياس :** **0.13 to 13.00 mg/L CN^- (5×10^{-6} M to 1×10^{-2} M)**
4. Sample Requients: All samples must be aqueous and not contain organics which can dissolve the epoxy electrode body and/or the cement bonding the sensing crystal to the electrode body. Infrequent measurements in solutions containing methanol, benzene, or acetonitrile are permitted. Highly polar solvents slowly attack the epoxy body electrode. The temperature of the sample solutions and of the standard solutions should be the same and below 80℃. Proper pH is ensured if ISA is used. The pH should be above 10 so that cyanide is present as CN^- rather than as HCN in all standards and samples.	**4. العينات المطلوبة** يجب أن تكون كل العينات مائية ولاتحتوي على مواد عضوية التي يمكن أن تذيب مادة الأيبوكسي المصنوع منها الألكترود و/أو الرابط الأسمنتي الذي يثبت الحساس الكرستالي بجسم الألكترود. وفي حالات نادرة يسمح بإجراء قياسات لمحاليل تحتوي على الميثانول أو البنزن أو أسيتونتريل. إن المذيبات عالية القطبية تؤثر ببطءعلى جسم الألكترود الأيبوكسي. يجب أن تكون درجة حرارة محاليل العينة و محاليل المعايرة نفسها أقل من درجة حرارة 80℃. يمكن تحقيق درجة pH مناسبة إذا تم استخدام الـ ISA , **يجب أن يكون الـpH أعلى من 10** وبالتالي فإن السيانيد يظهر على شكل CN^- بدلاً من سيانيد الهيدروجين الموجود على شكل HCN في كل العينات ومحاليل المعايرة .
5. Necessary Equipment and Supplies: 1) Ion meter (CyberScan PCD6500 Meter) 2) Cyanide Ion Selective Electrode (Eutech Cyanide Ion Combination Epoxy-body Electrode, Code no. EC-CN-03) 3) Volumetric Flask (for preparation of standard solutions and ISA)	**5. أجهزة ومواد ضرورية:** 1) مقياس الأيونات (**Cyber Scan PCD6500 Meter**) 2) الكترود شوارد السيانيد النوعي (Eutech Cyanide Ion Combination

4) Beaker (150 – 250 mL)

5) Magnetic stirrer

6) Polishing Paper: to polish dirty or etched electrode membranes.

6. Required Reagents

1) Deionized or distilled water for solution and standard preparation.

2) Cyanide Ionic Strength Adjuster (ISA): 10M NaOH, (to be prepared from reagent-grade Sodium Hydroxide (NaOH))

3) Cyanide Standard: 1,000 mg/L CN^-, (to be prepared from reagent-grade KCN or NaCN)

4) Water deionized

7. Unit of Measurement

Cyanide ions can be measured in units of mg/L (ppm), moles per liter, or any other convenient concentration unit. Table below indicates some concentration unit and conversion factors

mg/L CN^-	Moles/L
26.00	$1 0 \times 10^{-3}$
10.00	3.8×10^{-4}
2.60	$1 0 \times 10^{-4}$
1.00	3.8×10^{-5}
0.26	$1 0 \times 10^{-5}$

8. Electrode Storage

The cyanide electrode may be stored for short periods of time in 2.6 mg/L (1.0×10^{-4} M) cyanide solution with ISA added. For longer storage (longer than two weeks), rinse and dry the sensing pellet and cover the membrane tip

Epoxy-body Electrode, Code no EC-CN-03)

3) بالون معايرة (لتحضير محاليل المعايرة و ISA)

4) بياشر(150 – 250 mL)

5) محرك مغناطيسي

6) ورق التنظيف(أو التنعيم) : لتنظيف الأوساخ أو أغشية الألكترودات

6. الكواشف المطلوبة :

1) ماء مقطر أو منزوع الشوارد لتحضير محاليل الاختبار و المحاليل العيارية.

2) ض ا بط القوة الشاردية (ISA) 10M NaOH

(يتم تحضيره من الكاشف المرحلي NaOH)

3) محلول السيانيد العياري : 1000 mg/L CN^- ، ويتم تحضيره من الكاشف المرحلي لـ KCN or NaCN

4) ماء منزوع الشوارد

7. وحدة القياس

ت قاس أيونات السيانيد بالوحدا ت (ppm) mg/L , مول / ليتر, أو أي وحدة تركيز ملائمة , الجدول في الأسفل يبين بعض وحدات التركيز وعوامل التحويل.

mg/L CN^-	Moles/L
26.00	$1 0 \times 10^{-3}$

with any protective cap shipped with electrode. **9. pH Effects** A cyanide electrode can be used over the pH range 11 to 13. It is necessary to adjust the sample pH to above 11 using the recommended ISA to convert all cyanic acid species in solution to cyanide.	10.00 3.8×10^{-4} 2.60 $1\,0 \times 10^{-4}$ 1.00 3.8×10^{-5} 0.26 $1\,0 \times 10^{-5}$ **8 . تخزين الألكترود** يمكن حفظ الكترود السيانيد لفترات قصيرة من الوقت في 2.6 mg/L (1.0×10^{-4} M) من محلول السيانيد مع إضافة ISA.من أجل تخزين أطول (أكثر من اسبوعين), قم بغسل وتجفيف الكرة الحساسة ثم قم بتغطية طرف الغشاء بأي غطاء حماية مزود مع الألكترود . **9 .تأثير الـpH** **يمكن استخدام الكترود السيانيد فوق مجال الـpH من 11 إلى 13. من الضروري ضبطpH العينة فوق 11 باستخدام الـISA الموصى به لتحويل كامل نوع حمض السيانيك الموجود في المحلول إلى سيانيد .** ***ويتم تحليل العينة عند حموضة 12-12.5 دون تعديل.***

Key procedure: ① Pre-preparing sample (dilution if needed) ② Cyanide Standard: 1,000 mg/L CN^-, (to be prepared from reagent-grade KCN . ③ Tenfold standard solution ,for example, 20/200,30/300,40/400 starting with higher concentration solution. ④ Cyanide Ionic Strength Adjuster (ISA): 10M NaOH, (to be prepared from	***الخطوات الاساسية في العمل خلال اجراء الاختبار :*** ① تحضير العينة اذا ما كانت بحاجة الى تمديد. ② تحضير المحلول العياري الاساسي بتركيز 1000 ملغ/لتر من شوارد السيانيد **(1.000 ppm or mg /L - CN^-)** باستخدام الكاشف المرحلي من **(KCN)** أو الكاشف المرحلي من **NaCN** ③ تحضير المحلولين العياريين بتراكيز مضاعفة مثلاً 200/20 ، 300/30 ، 400/40 (على أن يتم تحضير المحلول العياري الاعلى تركيزاً في البداية بدءً من المحلول العياري

reagent-grade Sodium Hydroxide (NaOH)) ⑤ Slope check (using standard chloride solutions whose concentrations vary by tenfold and ISA) ⑥ Direct measurement.	الاساسي. ④ حساب وتحضير محلول ضابط القوة الشاردية **10 M NaOH** ⑤ فحص ميل الالكترود ⑥ القياس المباشر
Procedure 1 **- Preparation of Standard Solution 1,000 ppm (1,000 mg-CN^-/L or ppm) add** 1.37 grams of reagent-grade **potassium cyanide (KCN)** to a one liter volumetric flask about half full with distilled water. Swirl the flask gently to dissolve the solid. Full to the mark with distilled water , cap and upend several times to mix the solution . Storage all standard solution in plastic bottles weekly. **KCN = 14+12+39.10 = 65.10 g** **CN^- = 26/65.10 = 0.3994** **X= 1/0.3994 = 2.50 g / 1000 ml**	**اجراءات التشغيل :** **أولاً – تحضير المحلول العياري الاساسي(1.000 ppm or) mg /L - CN^- من الكاشف المرحلي KCN** **نأخذ فقط 500 مل ماء مقطر و** أضف **2.50** غرام من الكاشف المرحلي الجاف من **KCN** ثم قم بتحريك بالون المعايرة بشكل دائري حتى تنحل المواد الصلبة .قم بتمديد العينة حتى العلامة المطلوبة بالماء المقطر ، قم بتغطية البالون وتحريكه للأعلى والأسفل عدة مرات حتى تمتزج المحتويات تماماً . قم بتخزين كل المحاليل العيارية في أوعية بلاستيكية ويتم التحضير أسبوعياً. **KCN = 14+12+39.10 = 65.10 g** **CN^- = 26/65.10 = 0.3994** **X= 1/0.3994 = 2.50 g / 1000 ml** وتعبر عن الكمية النظرية المطلوبة من الكاشف المرحلي . أو : أضف **10 ml** من **ISA** وحوالي **500 ml** من الماء المقطر إلى بالون معايرة قياس 1 ليتر ، قبل اضافة سانيد البوتاسيوم وفق هذا المعدل. **ملاحظة : يتم تجفيف** KCN **في الفرن لمدة 1-2 ساعة ثم نوزن.** **ملاحظة : يحسب التركيز الفعلي بسبب خطأ الوزن كما يلي :**

2 – how to get tenfold standard solution:	**الوزن الفعلي / الوزن النظري X 1000** **(الوزن الفعلي / 2.50) X 1000** ***ثانياً - كيفية الحصول على المحاليل العيارية بتراكيز مضاعفة :***

التركيز	التركيز	عامل	الحجم	الحجم قبل	الكمية	التركيز	الحجم المطلوب	الكمية
1000	500	2	250	**125**=250/2	**125**	50	**25**=250/10	**225**
1000	500	2	200	**100**=200/2	**100**	50	**20**=200/10	**180**
1000	300	2	250	**125**=250/2	**125**	30	**25**=250/10	**225**
1000	300	2	200	**100**=200/2	**100**	20	**20**=200/10	**180**

التركيز الفعلي للمحلول العياري الاصلي =(القيمة الحقيقية على الميزان التحليلي / القيمة النظرية) * 1000

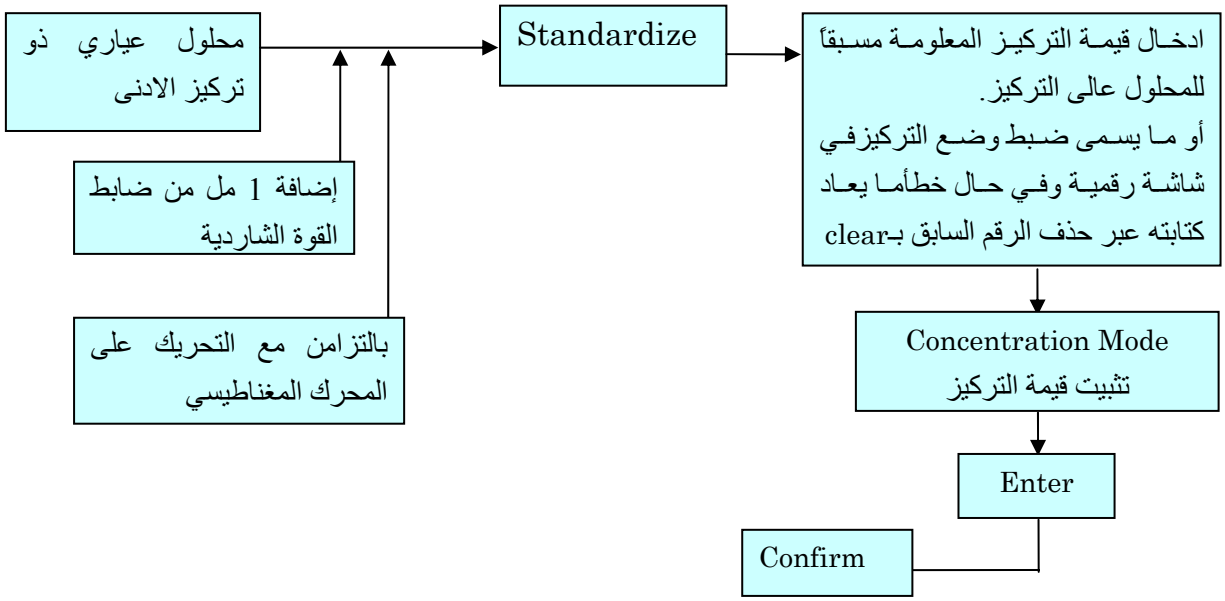
التركيز الاعلى الفعلي = التركيز الفعلي الاصلي / 2

التركيز الفعلي الادنى = التركيز الفعلي الاعلى / 10

3 - Preparing Ionic standard adjuster ISA 10M (NaOH) Fill a 1000 ml beaker with about 900 ml of distilled water. While gently stirring under a hood> slowly add 400 grams of reagent-grade sodium hydroxide. Transfer the solution quantitively to a one liter volumetric flask after the solid NaOH has dissolved and beaker has cooled. Dilute to the	**ثالثاً - حساب وتحضير محلول ضابط القوة الشاردية 10 M NaOH** املأ **900** مل من الماء المقطر في بيشر قياس **1000** مل ، بينما تقوم بتحريك المحلول على المحرك المغناطيسي في منطقة تهوية جيدة، أضف بهدوء **400** غرام من الكاشف المرحلي ماءات الصوديوم **(NaOH)** . **10 M NaOH = 10 mole NaOH**

mark with distilled water, cap, upend several times to thoroughly mix the solution. Store in place a plastic bottle. **TO simplify the preparation, take 250 ml instead of 1000 ml of ISA.** **10 M NaOH = 10 mole NaOH** **= 10 x 40(g- NaOH)** **= 400 g**	**= 10 x 40(g- NaOH)** **= 400 g** بعد أن ينحل الملح، ويبرد البيشر ، ضع المحلول في بالون معايرة قياس لتر واحد وبشكل تدريجي. مدد المحلول بالمء المقطر الى الخط المحدد وأغلقه وحركه عدة مرات للاعلى و الاسفل حتى يمتزج المحلول بشكل جيد. قم ***بتخزينه في وعاء بلاستيكي***.

رابعاً - المعاييرة أو فحص ميل الالكترود



نعاير بالطريقة ذاتها الجهاز على المحلول العياري الاعلى.

ملاحظات أساسية يجب الاخذ بها عند انهاء المعايرة بالمحلول الثاني :

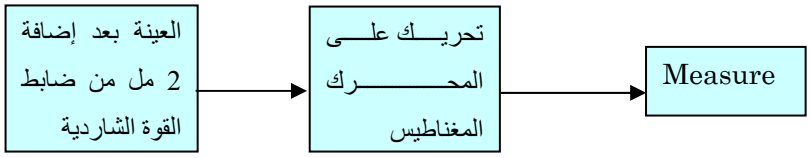
- يجب أن يظهر فرق الكمون بين المحلولين ما بين 55-58 mv .
- قيمة الميل أكبر من 90%.
- اذا كان االميل أقل من 90% فمن المؤكد وجود خطأ في تحضير المحلولين العيارين (يفضل أن تكون 200/20 ، أو خطأ في ضبط فروقات درجة الحرارة بين المحلولين العياريين و العينة ولذلك يجب ضبطها عبر Apply Temperature Compensation (0.0 mv)

1. Electrode Slope Check		**فحص ميل الألكترود**	**.1**
①	Prepare standard cyanide solutions whose concentrations vary by tenfold. Use the 1,000 mg/L cyanide standard. Use the serial dilution method for this preparation.	قم بتحضير محاليل السيانيد العيارية وب ت راكيز يكون الفرق بينها عشرة أضعاف .استخدم 1,000 mg/Lمن محلول السيانيد العياري وطريقة التمديد المتسلسلة من أجل هذا التحضير.	①
②	To a 150 – 200 mL beaker, add 100mL of the lower value standard and 1mL of ISA. Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	أضف **100mL** من المحلول العياري ذو القيمة الأدنى و **1mL** من ISA إلى بيشرقياس 200 – 150 mL . ضع البيشر على المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك بمعدل ثابت. انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول . تأكد أن الجهاز في وضع التركيز	②
③	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط الجهاز على التركيز العياري , وثبت القيمة في الذاكرة.	③
④	Rinse the electrode with distilled water and blot dry.	اغسل الألكترود بالماء المقطر وقم بتجفيفه.	④
⑤	To a 150 – 200 mL beaker, add 100mL of the higher value standard and 1mL of ISA. Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	, أضف **100mL** من معيار القيمة الأعلى و **1mL** من ISE. إلى بيشرقياس 150 – 200 mL ضع البيشر على المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك عند قيمة ثابتة. انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول . تأكد أن الجهاز في وضع التركيز	⑤
⑥	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط الجهاز على التركيز العياري , وثبت القيمة في الذاكرة.	⑥
⑦	Read the electrode slope. Correct electrode operation is indicated by a slope of 93 – 100%.	اقرأ ميل الألكترود.تعتبر عملية الألكترود صحيحة إذا كان الميل بين .100% – 93	⑦
2. Direct Measurement		**القياس المباشر**	**.2**
	Direct measurement is a simple procedure for measuring a large number of samples. A single meter reading is all that is required for each sample. The ionic strength of samples and	القياس المباشر هو اجراء بسيط لقياس أعداد كبيرة من العينات وبالتالي مطلوب قراءة واحدة فقط لكل عينة منها .يجب أن تكون القوة الأيونية (الشاردية) للمحاليل العيارية والعينات متطابقةعن طريق ضبطها بـ ISA	

	standards should be made the same by adjustment with ISA. The temperature of both sample solutions and standard solutions should be the same.	كما يجب أن تكون حرارة محاليل العينة ومحاليل المعايرة نفسها.	
2	**Direct Measurement of Cyanide**	**القياس المباشر للسيانيد**	**.3**
①	By serial dilution of the 1,000 mg/L cyanide standard, prepare two standards whose concentration is near the expected sample concentration. Measure **100mL of each standard** into individual beakers and **add 1 mL of 10M NaOH (ISA) to each.**	ياستخدام التمديد المتسلسل لـ 1,000 mg/L من محلول السيانيد العياري قم بتحضيرمحلولين عياريين للسيانيد بتراكيز قريبة من تراكيز العينة المتوقعة . خذ **100mL** من كل من المحلولين وضع كل منهما في بيشر على حدة و أضف 1 mL من 10M NaOH لكل من المحلولين .	①
②	Place the more diluted solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Assure that the meter is in the concentration mode.	ضع المحلول الأكثر تمديداًعلى المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك بمعدل ثابت. تأكد أن الجهاز في وضع التركيز.	②
③	Lower the electrode tip into the solution.	انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول	③
④	Adjust the meter to the concentration of the cyanide standard and fix the value in the memory after stabilization of the reading.	اضبط ال جهاز على تركيز السيانيد العياري وثبت القيمة في الذاكرة بعد استقرار القراءة	④
⑤	Rinse the electrode with distilled water and blot dry. Place the more concentrated solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution.	اغسل الألكترود بالماء المقطر وقم بتجفيفه , ضع المحلول الأكثر تركيزاً على المحرك المغناطيسي وابدأعملية التحريك بمعدل ثابت،انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول	⑤
⑥	Adjust the meter to the concentration of the cyanide standard and fix the value in the memory after stabilization of the reading.	اضبط الجهاز على تركيز اتلسيانيد العياري وثبت القيمة في الذاكرة بعد استقرار القراءة .	⑥
⑦	For lower level measurements (below 0.2 mg/L), place the rinsed, dried electrode into a solution containing 100mL of distilled water and 1mL of ISA. After stabilization, fix the blank value in the meter.	بالنسبة لقياسات التراكيز المنخفضة (أقل من0.2 mg/L) ضع الألكترود المغسول والمجفف في المحلول الذي يحتوي على100mLمن الماء المقطر و 1mL من ISA. بعد استقرار القراءة، ثبت قيمة الشاهد في الجهاز	⑦
⑧	After rinsing the electrode and blotting dry, place the electrode tip into 100mL of the sample and 1mL of ISA. After stabilization, read the concentration directly from the meter	بعد غسل الألكترود وتجفيفه بتعريضه للهواء ,ضع طرف الألكترود في100mLمن العينة و 1mL من ISA , بعد استقرار القراءة. اقرأ التركيز مباشرة على شاشة الجهاز.	⑧

	display.		
⑨	**The calibration should be checked every 2 hours. Assuming no change in ambient temperature, place the electrode tip in the first cyanide standard. After the reading has stabilized, compare it to the original reading in Step ④ above. A reading differing by more than 0.5 mV or a change in ambient temperature will necessitate the repetition of Step ②- ⑦ above. The meter should be re-calibrated daily.**	**يجب التحقق من المعايرة كل ساعتين .وبفرض عدم تغير درجة حرارة الجو المحيطة , ضع طرف الألكترود في محلول السيانيد العياري الأول . بعد استقرار القراءة قارنها بالقراءة الأساسية في الخطوة ④ المذكورة سابقاً . إن اختلاف القراءة بأكثر من 0.5mV أو ال تغير في درجة حرارة المحيط يستلزم إعادة الخطوات من ② إلى ⑦. يجب إعادة معايرة الجهاز يومياً.**	⑨

مرحلة القياس :



إجراءات تشغيل الجهاز :

1 – switch on power supply , then , connect the target ion electrode directly to Channel 1 or 2 (to measure Ions).figure(1)	***أولاً:*** وصل مصدر الطاقة ثم وصل مخرج الالكترود المراد استعماله لقياس الشاردة الهدف في مدخل القناة الاولى أو الثانية (للايونات و الحموضة و الناقلية) الشكل (1)

2 – Eutech Instrument will appear as shown in Figure (2) 3 – Double click on PCD6500 ICON) 4 – assigning Channel for PCD6500(5 channel) Figure (3) 5 – Chose Ch1 (double click on it). 6 – Click on ION icon.	ثانياً: تظهر شاشة سطح المكتب كما هو مبين في الشكل(2) . ثالثاً : انقر على ايقونة PCD6500 مرتين ، حتى تدخل الى الشاشة اللاحقة . رابعاً: الشاشة التي ظهرت هي شاشة القنوات العاملة (خمس قنوات) الشكل (3) خامساً : اختر القناة الاولى بالنقر على Ch1 مرة واحدة وذلك بعد التأكد من وصل الالكترود المطلوب بمكانه

7-single click on SET UP to chose the parameter to be measured – figure (4) 8 – single click on(Single Channel) icon to enter ion measurement display – figure (5) Note: use MODE to change between windows.	الصحيح في اللوحة الخلفية للجهاز. سادساً : انقر مرة واحدة على ايقونة ION داخل خط القناة الاولى . سابعاً : انقر على set-up الموجود على سطح المكتب من الموقع الموجود حالياً فيه، حتى تدخل الى اعدادت الالكترود وضبطه واختيار نوعه كما هو مبين في الشكل (4) ثامناً :انقر مرة واحدة على أيقونة Single Channel الموجودة على سطح المكتب الموجود فيه للدخول على شاشة قياس الايون الهدف (النترات مثلاً) (حيث يتواجد في هذه الشاشة ايقونات المعايرة والقياس للمحاليل العيارية و العينة على التوالي). ملاحظة : نستخدم الـ Mode للتنقل بين النوافذ و العودة الى الوراء خطوة.

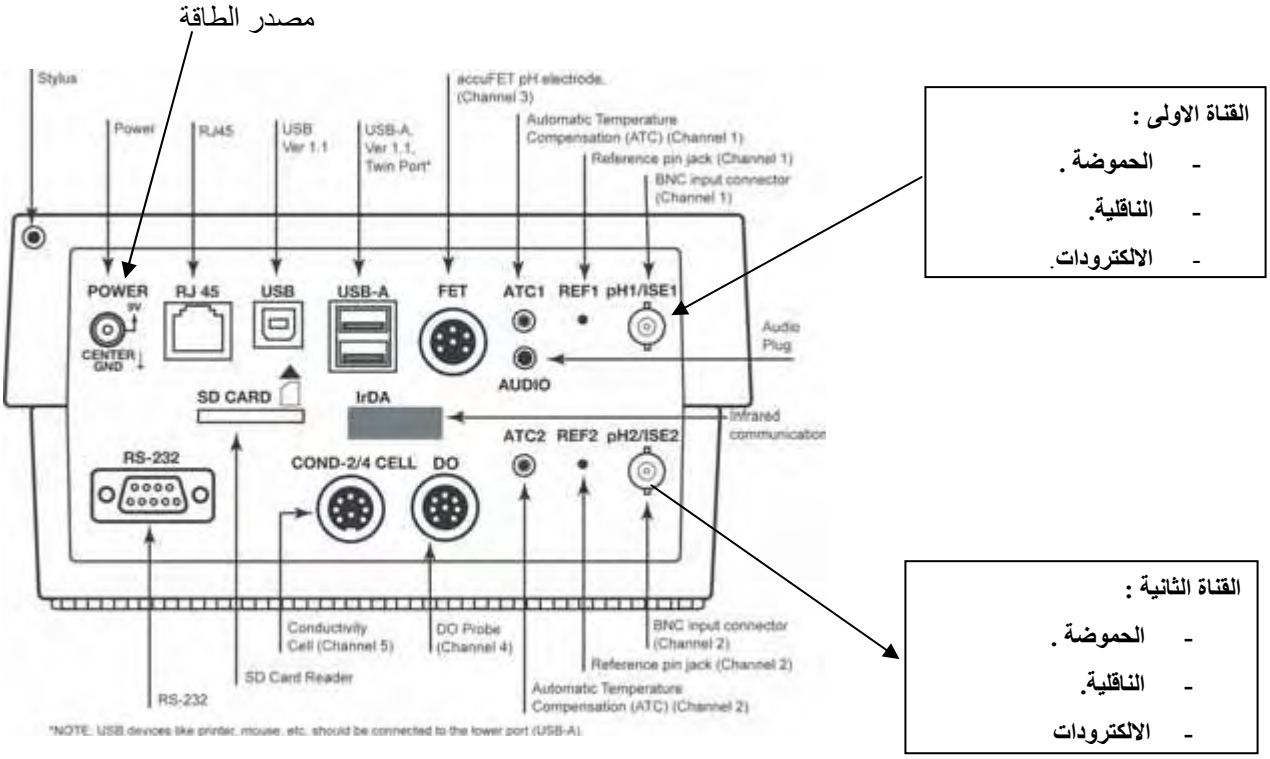
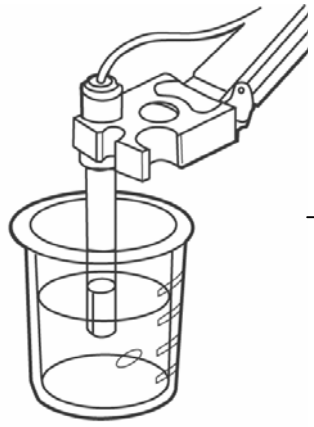


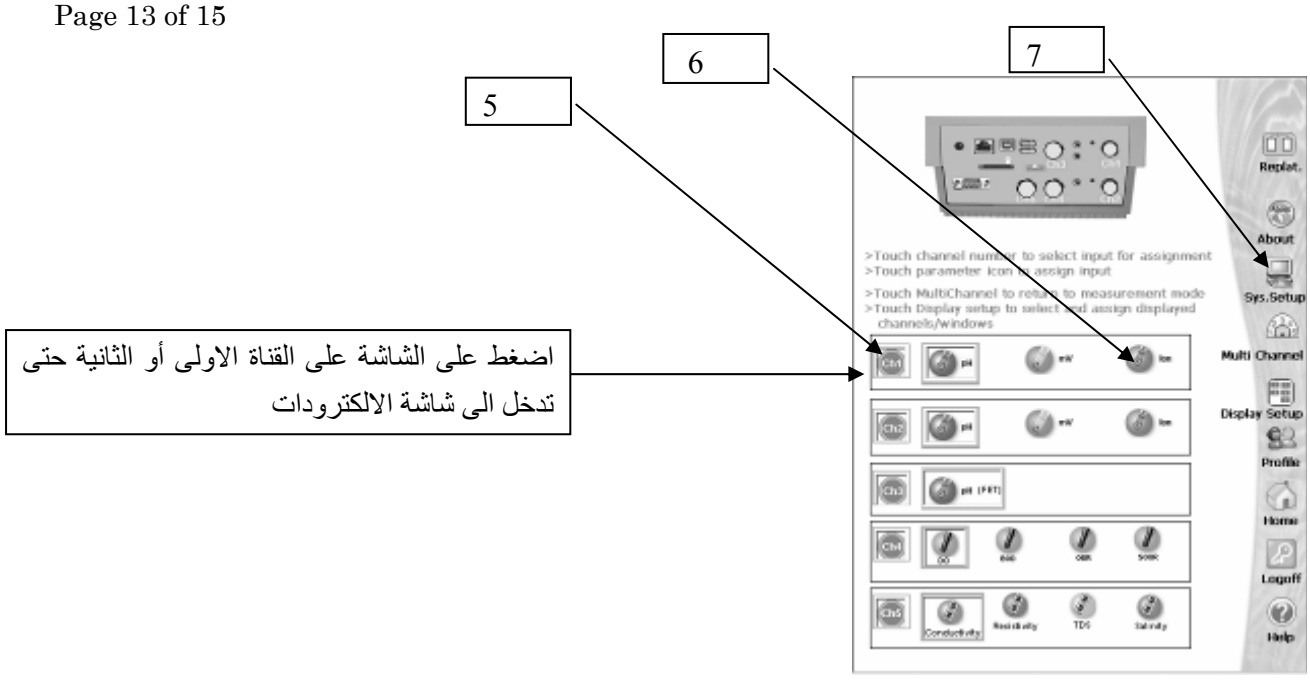
Figure （1）



إزالة الغطاء وغسيل الالكترود بالماء المقطر أو المنزوع الشوارد وتنشيفه بورق ترشيح دون مسحه قبل و بعد كل استعمال.
ويحفظ في محلول الحفظ المبين في الجدول المرفق مع فقرة الحفظ ويفضل التركيز (1.0×10^{-4} M) مول/لتر من محلول السيانيد مع إضافة ISA (2.6 mg/L ملغ/لتر شوارد سيانيد)

انقر مرتين
Double click

figure 2



Assigning channels for PC6000, PH6500, PC6500 and PCD6500 (example shown is PCD6500)

Figure 3

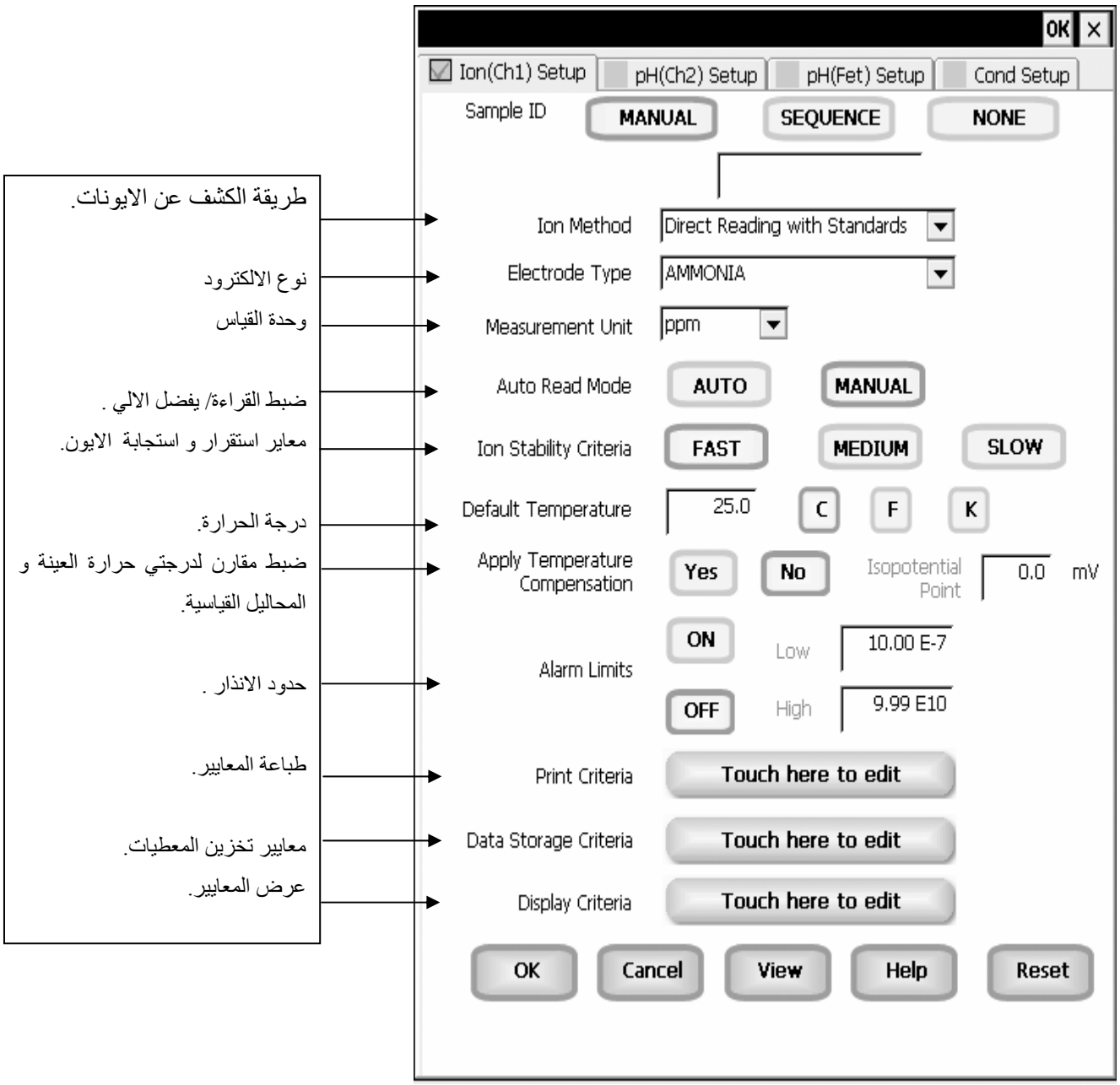

طريقة الكشف عن الايونات.
نوع الالكترود
وحدة القياس
ضبط القراءة/ يفضل الالي .
معاير استقرار و استجابة الايون.
درجة الحرارة.
ضبط مقارن لدرجتي حرارة العينة و المحاليل القياسية.
حدود الانذار .
طباعة المعايير.
معايير تخزين المعطيات.
عرض المعايير.
OK
Ion(Ch1) Setup
pH(Ch2) Setup
pH(Fet) Setup
Cond Setup
Sample ID
MANUAL
SEQUENCE
NONE
Ion Method
Direct Reading with Standards
Electrode Type
AMMONIA
Measurement Unit
ppm
Auto Read Mode
AUTO
MANUAL
Ion Stability Criteria
FAST
MEDIUM
SLOW
Default Temperature
25.0
C
F
K
Apply Temperature Compensation
Yes
No
Isopotential Point
0.0
mV
Alarm Limits
ON
Low
10.00 E-7
OFF
High
9.99 E10
Print Criteria
Touch here to edit
Data Storage Criteria
Touch here to edit
Display Criteria
Touch here to edit
OK
Cancel
View
Help
Reset

Figure 4

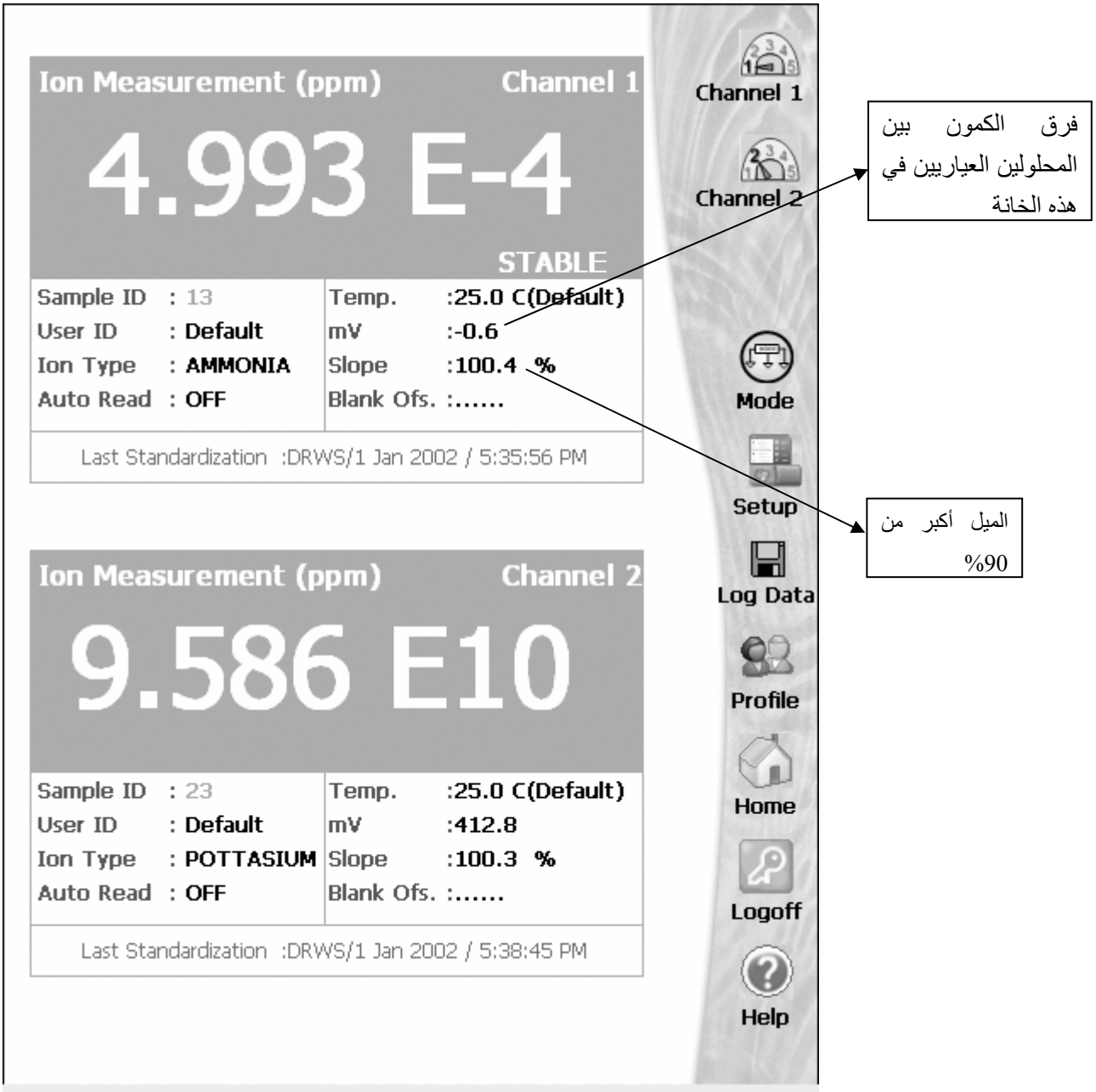

Ion Measurement (ppm)
Channel 1
4.993 E-4
STABLE
Sample ID : 13
User ID : Default
Ion Type : AMMONIA
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :-0.6
Slope :100.4 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:35:56 PM
Ion Measurement (ppm)
Channel 2
9.586 E10
Sample ID : 23
User ID : Default
Ion Type : POTTASIUM
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :412.8
Slope :100.3 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:38:45 PM
Channel 1
Channel 2
Mode
Setup
Log Data
Profile
Home
Logoff
Help
فرق الكمون بين المحلولين العياريين في هذه الخانة
الميل أكبر من %90

Figure 5

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Nitrate Ion

(By Electrode)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد شوارد النترات

(بالإلكترود)

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. **Scope and Application:** For water, wastewater

2. **Summary of Method:** Ion Selective Electrode (ISE) (Direct Measurement using ion meter)

3. **LIMITS OF DETECTION: the upper limit of detection in pure sodium nitrate solution is 1M. In the presence of other ions, the upper limit of detection is above 10^{-1} M nitrate.** But two factors influence this upper limit. Both the possibility of a liquid junction potential development at the reference electrode and the extraction effect influence this limit. Some salts may infuse into the electrode membrane at high salt concentration, causing deviation from the theoretical response. Either dilute samples between 1M and 10^{-1} M or calibrate the electrode at 4or 5 intermediate points. **The lower limit of detection is influenced by the slight water solubility of the ion exchanger used in the sensing portion of the electrode. Nitrate measurements below 10^{-5} M NO^{-}_{3} (0.6 ppm as NO^{-}_{3}) should employ low level procedures.**

4. **Sample Requirements:**

All samples must be aqueous and not contain organics which can dissolve in the membrane or extract out the liquid ion exchanger.

The temperature of the sample solutions and of the standard solutions should be the same and below 40℃. About 2% error will be introduced for a 1℃ difference in temperature.

1 . المجال والتطبيق:

للمياه ومياه الصرف

2. ملخص الطريقة: الكترود الشوارد النوعي (ISE) (القياس المباشر باستخدام مقياس الأيونات)

3 . مجال القياس :

الحد الاعلى للكشف في محلول من نترات الصوديوم هو 1 M

بوجود شوارد أخرى يصبح الحد الاعلى فوق 10^{-1} M من النترات.

الحد الادنى للكشف يتأثر بمدى انحلالية الشاردة عبر الجزء الحساس من الالكترود، وإن القياسات ما دون التركيز

10^{-5} M NO^{-}_{3} (0.6 ppm as NO^{-}_{3}) يجب أن تخضع الى إجراءات القياس المنخفضة.

4. متطلبات العينة : يجب أن تكون كل العينات مائية ولاتحتوي على مواد عضوية والتي يمكن أن تنحل في الغشاء أو تستخلص خارج مبدل الأيونات السائل ,يجب أن تكون درجة حرارة محاليل العينة ومحاليل المعايرة نفسها وأقل من درجة حرارة 40℃. وكل فرق في درجة الحرارة بمقدار 1℃ سوف يظهر خطأ حوالي 2% .

5. Necessary Equipment and Supplies:

1) Ion meter (CyberScan PCD6500 Meter)
2) Nitrate Ion Selective Electrode (Eutech Nitrate Ion Combination Epoxy-body Electrode, Code no. EC-NO3-03)
3) Volumetric Flask (for preparation of standard solutions and ISA)
4) Beaker (150 – 250 mL)
5) Magnetic stirrer
6) Polishing Paper: to polish dirty or etched electrode membranes.

6. Required Reagents

1) Deionized or distilled water for solution and standard preparation.
2) Nitrate Ionic Strength Adjuster (ISA): 2M $(NH_4)_2SO_4$, Code No. (EC-ISA-NT1-BT)
3) Nitrate Standard: 1,000 mg/L NO_3^-, (to be prepared from reagent-grade Sodium Nitrate ($NaNO_3$))
4) Water deionized

7 . Unit of Measurement

Nitrate concentrations are measured in units of mg/L (ppm) as Nitrate, moles per liter, or any other convenient concentration unit. Table below indicates some concentration unit and conversion factors

Mg/L $NaNO_3$	mg/L NO_3^-	Moles/L
850.0	620.0	1.0×10^{-2}
85.0	62.0	1.0×10^{-3}
8.5	6.2	1.0×10^{-4}

5. أجهزة ومواد ضرورية:

1) مقياس الأيونات **(Cyber Scan PCD6500 Meter)**

2) الكترود شوارد النترات النوعي **(Eutech Nitrate Ion Combination Epoxy-body Electrode, Code no C-NO3-03)**

3) بالون معايرة (لتحضير محاليل المعايرة و ISA)

4) بياشر(150 – 250 mL)

5) محرك مغناطيسي

6) ورق التنظيف/أو تنعيم : لتنظيف الأوساخ أو أغشية الألكترودات

6. الكواشف المطلوبة :

1) ماء مقطر أو منزوع الشوارد لتحضير المعايير والمحاليل

2) ضابط القوة الأيونية للنترات (ISA) : 2M $(NH_4)_2SO_4$, Code No(. EC-ISA-NT1-BT)

3) محلول عياري للنترات NO_3^- mg/L 1,000، يتم تحضيره من الكاشف المرحلي لنترات الصوديوم ($NaNO_3$)

4) ماء منزوع الشوارد

7. وحدة القياس

تقاس تراكيز النترات بوحدات mg/L (ppm) (كنترات , مول / ليتر, أو أي وحدة تركيز ملائمة, الجدول في الأسفل يبين بعض وحدات التركيز وعوامل التحويل .

8. Electrode Storage

The nitrate ion electrode may be stored for short periods of time in 620.0 mg/L (1.0×10^{-2} M) nitrate solution. For longer storage (longer than two weeks), rinse and dry the nitrate membrane and cover the tip with any protective cap shipped with electrode. The reference portion of the combination electrode should be drained of filling solution, if refillable and the rubber insert placed over the filling hole.

9. pH Effects

Operating range of the nitrate electrode is from pH2.5 to pH11

Mg/L $NaNO_3$	mg/L NO_3^-	Moles/L
850.0	620.0	1.0×10^{-2}
85.0	62.0	1.0×10^{-3}
8.5	6.2	1.0×10^{-4}

8 . تخزين الألكترود

يمكن حفظ الكترود أيونة النترات لفترات قصيرة في محلول النترات تركيز (1.0×10^{-2} M) 620.0 mg/L.من أجل تخزين أطول (أكثر من اسبوعين), قم بغسل وتجفيف غشاء النترات ثم قم بتغطية الرأس بأي غطاء حماية مزود مع الألكترود.

أما الجزء المرجعي من الالكترود(وهو الاطار الخارجي للالكترود) ففي حال اعادة تعبئته بمحلول التعبئة المرفق و الخاص، فيجب أن يتم غسله بالمحلول نفسه من الخارج ثم تعبئته ثم أغلق فتحة التعبئة بالقطعة المطاطية.

9 .تأثير الـpH

مجال التشغيل لإلكترود النترات هو من pH2.5 إلى pH11

Key steps to conduct the Procedure	***الخطوات الاساسية في العمل خلال إجراء الاختبار :***
① Pre-preparation of sample (preparing dilutions if needed.)	① تحضير العينة اذا ما كانت بحاجة الى تمديدً (تحضير عينة ممددة).
② Preparation of Standard Solution 1,000 ppm (1,000 mg-NO_3^-/L) using reagent-grade Sodium Nitrate ($NaNO_3$).	② تحضير المحلول العياري الاساسي بتركيز 1000 ملغ/لتر من شوارد النترات **(1.000 ppm or mg /L - NO^-_3)** باستخدام الكاشف المرحلي من نترات الصوديوم **($NaNO_3$)**.
③ Prepare standard chloride solutions whose concentrations vary by tenfold (20/200, 30/300, 40/400) and high concentration standard solution should be prepared firstly.	③ تحضير المحلولين العياريين بتراكيز مضاعفة مثلاً 200/20 ، 300/30 ، 400/40 (على أن يتم تحضير المحلول العياري الاعلى تركيزاً في البداية بدءً من المحلول العياري الاساسي.
④ Preparing Ionic standard adjuster ISA **2M ($NH_4)_2$ SO_4**	④ حساب وتحضير محلول ضابط القوة الشاردية **2M ($NH_4)_2$ SO_4**
⑤ Electrode Slope Check (using standard chloride solutions whose concentrations vary by tenfold and ISA **2M ($NH_4)_2$ SO_4**)	⑤ فحص ميل الالكترود (على أن يكون بين 90-100 % عبرمعايرة جهاز الالكترود بالمحلولين العيارين المحضرين و محلول ضابط القوة الشاردية).
⑥ Direct measurement.	⑥ إجراء القياس المباشر

اجراءات التشغيل

أولاً - تحضير المحلول العياري الاساسي :

1,000 ppm (mg/L- NO_3^-)

أضف **1.37** غرام من الكاشف المرحلي نترات الصوديوم **($NaNO_3$)** إلى بالون معايرة قياس 1 ليتر والمملوء إلى نصفه بالماء المقطر ثم قم بتحريك بالون المعايرة بلطف بشكل دائري حتى تذوب المواد الصلبة .املأ بالون المعايرة حتى العلامة بالماء المقطر ، قم بتغطيته وتحريكه للأعلى والأسفل عدة مرات حتى يمتزج المحلول. كما يلي:

$NaNO_3$= 23+14+48=85 g

NO_3^-= (14+48)/85 = 0.7294

[NO_3^-]/ 1L = 1/ 0.7294 = 1.37g $NO3^-$/1 L

وتعبر عن الكمية النظرية المطلوبة من نترات الصوديوم.

Procedure

1 **- Preparation of Standard Solution 1,000 ppm**

(1,000 mg-NO_3^-/L or ppm) add 1.37 grams of reagent-grade **sodium nitrate (NaNO3)** to a one liter volumetric flask about half full with distilled water. Swirl the flask gently to dissolve the solid. Full to the mark with distilled water , cap and upend several times to mix the solution .

$NaNO_3$= 23+14+48=85 g

NO_3^-= (14+48)/85 = 0.7294

[NO_3^-]/ 1L = 1/ 0.7294 = 1.37g $NO3^-$/1 L

2 – how to get tenfold standard solution: ***ثانياً- كيفية الحصول على المحاليل العيارية بتراكيز مضاعفة :***

الكميـة	الحجم المطلوب	التركيز	الكميـة	الحجـــم قبـــل	الحجـم	عامـل	التركيـز	التركيـز
225	**25**=250/10	50	**125**	**125**=250/2	250	2	500	1000
180	**20**=200/10	50	**100**	**100**=200/2	200	2	500	1000
225	**25**=250/10	30	**125**	**125**=250/2	250	2	300	1000
180	**20**=200/10	20	**100**	**100**=200/2	200	2	300	1000

التركيز الفعلي للمحلول العياري الاصلي =(القيمة الحقيقية على الميزان التحليلي / القيمة النظرية) * 1000

التركيز الاعلى الفعلي = التركيز الفعلي الاصلي / 2

التركيز الفعلي الادنى = التركيز الفعلي الاعلى / 10

ثالثاً – تحضير محلول ضابط القوة الشاردية $2M\ (NH_4)_2\ SO_4$ (CodeNo.EC-ISA-NTI-BT)

يضاف ISA بمعدل **2** مل لكل **100** مل من المحلول العياري أو العينة لضبط القوة الشاردية حتى القيمة **0.1 M** (المولية = النظامية)

$2M\ ((NH_4)SO_4) = 2\ mole/L_{solution}$

نقوم بتحضير (نظرياً) **250** مل بدلاً من **1000مل** وذلك لسهولة استخدام بالون معايرة حجم 250مل أي :

1000 ml/4 = 250 ml

2mole = 2X132 = 264 g

الكمية النظرية المطوبة : 264/4=66g

أي يتم إضافة **66** غرام من كبريتات الامونيوم الى **250** مل ماء منزوع الشوارد.يؤخذ منها 2 مل الى كل **100** مل عينة ومحاليل عيارية للحصول على تمديد **50** مرة وبالتالي تصبح المولية **0.1** .

3 - Preparing Ionic standard adjuster ISA 2M $(NH_4)_2\ SO_4$) CodeNo.EC-ISA-NTI-BT

To prepare this solution from your own laboratory stock, half fill a 1000 ml volumetric flask with distilled water and add 264 grams of reagent-grade ammonium sulfate, $(NH_4)_2\ SO_4$. Swirl the flask gentle to dissolve the solid. Fill the flask to the mark with distilled water, cap, and upend several times to mix the contents. ISA is added at the rate of 2 ml of ISA to each 100 ml of standard or sample to adjust the ionic strength to about 0.1 M

TO simplify the preparation, take 250 ml instead of 1000 ml of ISA.

$2M\ ((NH_4)SO_4) = 2\ mole/L_{solution}$

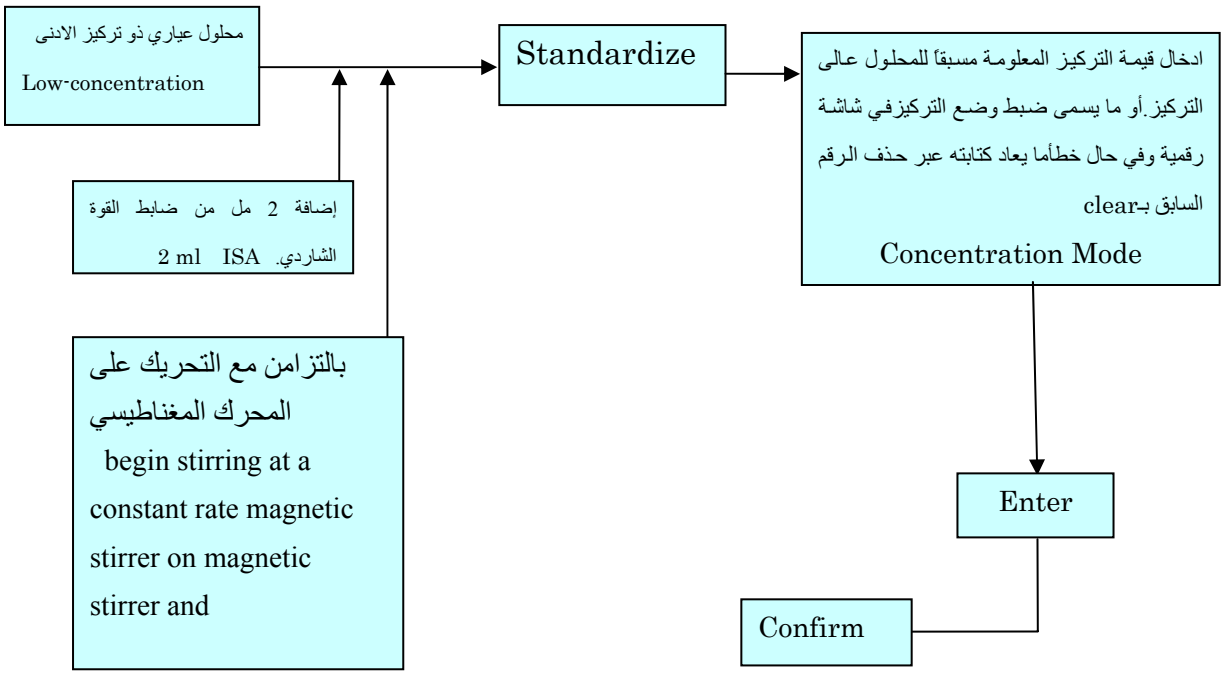
2mole = 2X132 = 264 g

264/4=66g

SO, 50 times dilution to get 0.1 M

رابعاً ـ المعاييرة أو فحص ميل الالكترود

المحلول العياري الاول :



نعاير بالطريقة ذاتها الجهاز على المحلول العياري الاعلى.

ملاحظات أساسية يجب الاخذ بها عند انهاء المعايرة بالمحلول الثاني :

- يجب أن يظهر فرق الكمون بين المحلولين ما بين 55-58 mv .
- قيمة الميل أكبر من 90%.
- اذا كان الميل أقل من 90% فمن المؤكد وجود خطأ في تحضير المحلولين العيارين (يفضل أن تكون 200/20 ، أو خطأ في ضبط فروقات درجة الحرارة بين المحلولين العياريين و العينة ولذلك يجب ضبطها عبر Apply Temperature Compensation (0.0 mv)
-

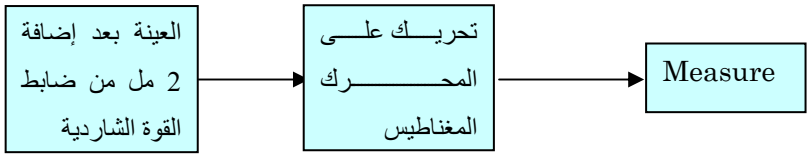
. Electrode Slope Check		فحص ميل الألكترود	.1
①	Prepare standard nitrate solutions whose concentrations vary by tenfold. Use the 1,000 mg/L nitrate standard. Use the serial dilution method for this preparation.	قم بتحضير محاليل النترات العيارية و بتراكيز يكون الفرق بينها عشرة أضعاف. استخدم 1,000 mg/Lمن محلول معايرة النترات. استخدم طريقة التمديد المتسلسلة من أجل هذا التحضير.	①

②	To a 150 – 200 mL beaker, add **100mL of the lower value standard and 2mL of ISA**. Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	أضف **100mL** من محلول المعايرة ذو القيمة الأدنى و **2mL** من ISA إلى بيشرقياس 150 – 200 mL ضع البيشر على المحرك المغناطيسي وابدأعملية التحريك بمعدل ثابت. انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول . تأكد أن الجهاز في وضع التركيز.	②
③	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط الجهاز على التركيز العياري, وثبت القيمة في الذاكرة.	③
④	Rinse the electrode with distilled water and blot dry.	اغسل الألكترود بالماء المقطر وقم بتجفيفه.	④
⑤	To a 150 – 200 mL beaker, add **100mL of the higher value standard and 2mL of ISA**. Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	أضف **100mL** من محلول المعايرة ذو القيمة الأعلى و **2mL** من ISA إلى بيشرقياس 150 – 200 mL ضع البيشر على المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك بمعدل ثابت. انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول . تأكد أن الجهاز في وضع التركيز.	⑤
⑥	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط الجهاز على التركيز العياري , وثبت القيمة في الذاكرة.	⑥
⑦	Read the electrode slope. Correct electrode operation is indicated by a slope of 90 – 100%.	اقرأ ميل الألكترود. تعتبر عملية الألكترود صحيحة اذا كان الميل .90 – 100%	⑦
2. Direct Measurement		**تعريف طريقة القياس المباشر**	**.2**
	Direct measurement is a simple procedure for measuring a large number of samples. A single meter reading is all that is required for each sample. The ionic strength of samples and standards should be made the same by adjustment with ISA. The temperature of both sample solutions and standard solutions should be the same.	القياس المباشر هو اجراء بسيط لقياس أعداد كبيرة من العينات .مطلوب قراءة واحدة فقط لكل عينة.يجب أن تكون القوة الشاردية للعينات والمحاليل العيارية متطابقة عن طريق ضبطها بالـ ISA.كما يجب أن تكون حرارة محاليل العينة ومحاليل المعايرة نفسها.	
3	**Direct Measurement of Cyanide**	**القياس المباشر للنترات**	**.3**
①	By serial dilution of the 1,000 mg/L nitrate standard, prepare two nitrate standards whose concentration is near the expected sample concentration. Measure out **100mL of each standard** into individual beakers and add 2 mL of ISA to each.	باستخدام التمديد المتسلسل لـ 1,000 mg/L من محلول النترات العياري , قم بتحضيرمحلولين عياريين للنترات بتراكيز قريبة من تراكيز العينة المتوقعة . خذ **100mL** من كل من المحلولين وضع كل منهما في بيشر على حدة ثم أضف 2 mL من ISA لكل من المحلولين .	①

②	Place the more diluted solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Assure that the meter is in the concentration mode.	ضع المحلول الأكثر تمديداً على المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك بمعدل ثابت. تأكد أن الجهاز في وضع التركيز.	②
③	Lower the electrode tip into the solution.	انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول	③
④	Adjust the meter to the concentration of the nitrate standard and fix the value in the memory after stabilization of the reading.	اضبط ال جهاز على تركيز النترات العياري وثبت القيمة في الذاكرة بعد استقرار القراءة .	④
⑤	Rinse the electrode with distilled water and blot dry.	اغسل الألكترود بالماء المقطر وقم بتجفيفه	⑤
⑥	Place the more concentrated solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution.	ضع المحلول الأكثر تركيزاً على المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك بمعدل ثابت. انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول	⑥
⑦	Adjust the meter to the concentration of the nitrate standard and fix the value in the memory after stabilization of the reading.	اضبط الجهاز على تركيز النترات العياري وثبت القيمة في الذاكرة بعد استقرار القراءة .	⑦
⑧	For lower level measurements, place the rinsed, dried electrode into a solution containing 100mL of distilled water and 2mL of ISA. After stabilization, fix the blank value in the meter.	بالنسبة لقياس المستوى الأدنى ,ضع الألكترود المغسول والمجفف في محلول يحتوي على100mLمن الماء المقطر و 2mL من ISA. بعد استقرار القراءة, ثبت قيمة الشاهد في الجهاز.	⑧
⑨	After rinsing the electrode and blotting dry, place the electrode tip into 100mL of the sample and 2mL of ISA. After stabilization, read the concentration directly from the meter display.	بعد غسل الألكترود وتجفيفه ,ضع طرف الألكترود في100mLمن العينة و 2mL من ISA , بعد استقرار القراءة، اقرأ التركيز مباشرة على شاشة الجهاز	⑨
10	**Calibration should be checked every 2 hours. Assuming no change in ambient temperature, place the electrode tip in the first nitrate standard. After the reading has stabilized, compare it to the original reading in Step ④ above. A reading differing by more than 0.5**	**يجب التحقق من المعايرة كل ساعتين .وبفرض عدم تغير درجة حرارة الجو المحيط , ضع طرف الألكترود في محلول النترات العياري الأول . بعد استقرار القراءة قارنها بالقراءة الأساسية في الخطوة ④ المذكورة سابقاً . إن اختلاف القراءة بأكثر من 0.5mV أو ال تغير في درجة الحرارة يستلزم إعادة الخطوات من ② إلى ⑦**	10 فقرة هامة جداً لضبط جودة القياس يجب التاكد و القيام بها

	mV or a change in ambient temperature will necessitate the repetition of Step ② - ⑦ above. The meter should be re-calibrated daily.	**. يجب اعادة معايرة الجهاز يومياً**	

مرحلة القياس :

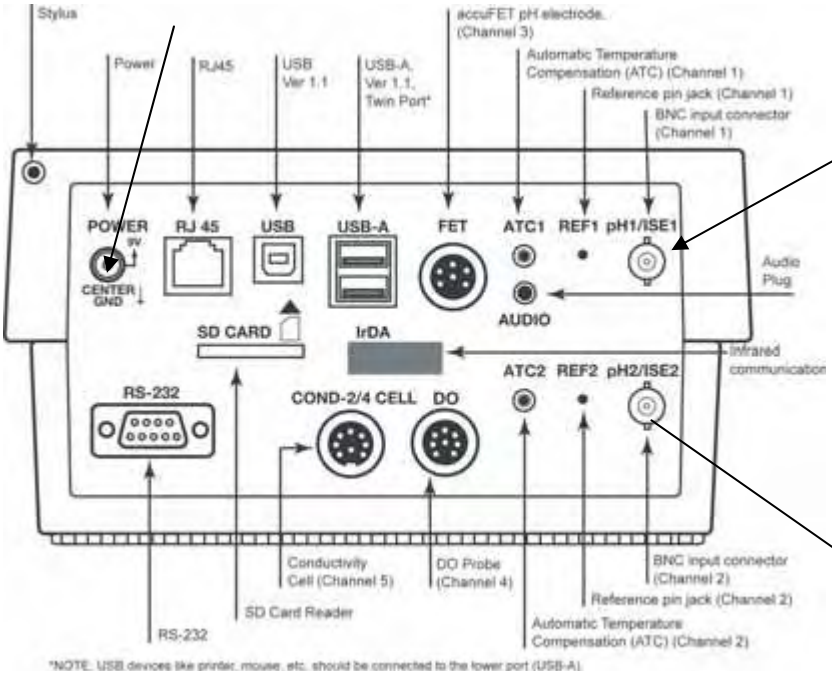


إجراءات تشغيل الجهاز :

1 – switch on power supply , then , connect the target ion electrode directly to Channel 1 or 2 (to measure Ions, Conductivity and PH).figure(1)	***أولاً:*** وصل مصدر الطاقة ثم وصل مخرج الالكترود المراد استعماله لقياس الشاردة الهدف في مدخل القناة الاولى أو الثانية (للايونات و الحموضة و الناقلية) الشكل (1)

2 – Eutech Instrument will appear as shown in Figure (2) 3 – Double click on PCD6500 ICON) 4 – assigning Channel for PCD6500(5 channel) Figure (3) 5 – Chose Ch1 (double click on it). 6 – Click on ION icon. 7-single click on SET UP to chose the parameter to be measured – figure (4)	ثانياً: تظهر شاشة سطح المكتب كما هو مبين في الشكل(2) . ثالثاً : انقر على ايقونة PCD6500 مرتين ، حتى تدخل الى الشاشة اللاحقة . رابعاً: الشاشة التي ظهرت هي شاشة القنوات العاملة (خمس قنوات) الشكل (3) خامساً : اختر القناة الاولى بالنقر على Ch1 مرة واحدة وذلك بعد التأكد من وصل الالكترود المطلوب بمكانه الصحيح في اللوحة الخلفية للجهاز.

8 – single click on(Single Channel) icon to enter ion measurement display – figure (5) Note: use MODE to change between windows.	سادساً : انقر مرة واحدة على ايقونة ION داخل خط القناة الاولى . سابعاً : انقر على set-up الموجود على سطح المكتب من الموقع الموجود حالياً فيه، حتى تدخل الى اعدادت الالكترود وضبطه واختيار نوعه كما هو مبين في الشكل (4) ثامناً :انقر مرة واحدة على أيقونة Single Channel الموجودة على سطح المكتب الموجود فيه للدخول على شاشة قياس الايون الهدف (النترات مثلاً) (حيث يتواجد في هذه الشاشة ايقونات المعايرة والقياس للمحاليل العيارية و العينة على التوالي). ملاحظة: نستخدم الـ Mode للتنقل بين النوافذ و العودة الى الوراء خطوة.



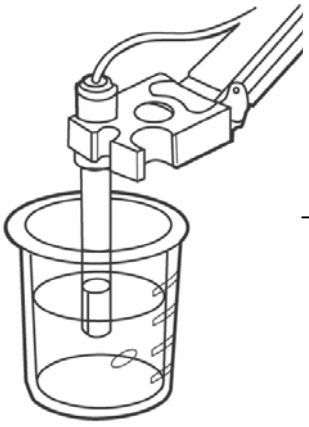
القناة الاولى :

- **الحموضة .**
- **الناقلية.**
- **الالكترودات.**

القناة الثانية :

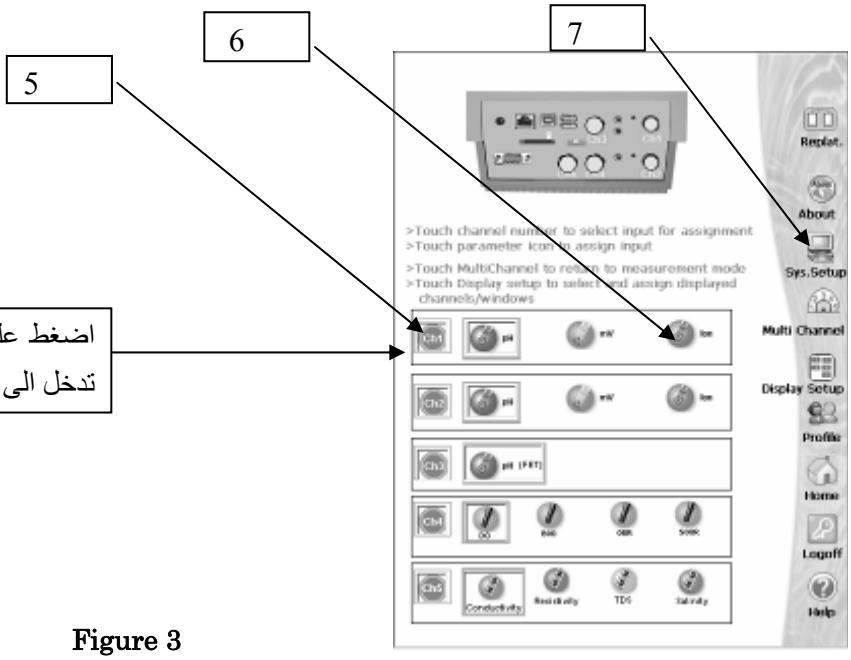
- **الحموضة .**
- **الناقلية.**
- **الالكترودات**

Figure (1)



إزالة الغطاء وغسيل الالكترود بالماء المقطر أو المنزوع الشوارد وتنشيفه بورق ترشيح دون مسحه قبل و بعد كل استعمال.
ويحفظ في محلول الحفظ المبين في الجدول المرفق مع فقرة الحفظ ويفضل التركيز 10^{-2}X1.0 مول/لتر (620.0 ملغ/لتر شوارد نترات) أي يكفي تمديد العينة العيارية الاصلية أقل من مرتين واستخدامها كمحلول حفظ.

انقر مرتين
Figure 2



اضغط على الشاشة على القناة الاولى أو الثانية حتى تدخل الى شاشة الالكترودات

Figure 3

Assigning channels for PC6000, PH6500, PC6500 and PCD6500 (example shown is PCD6500)

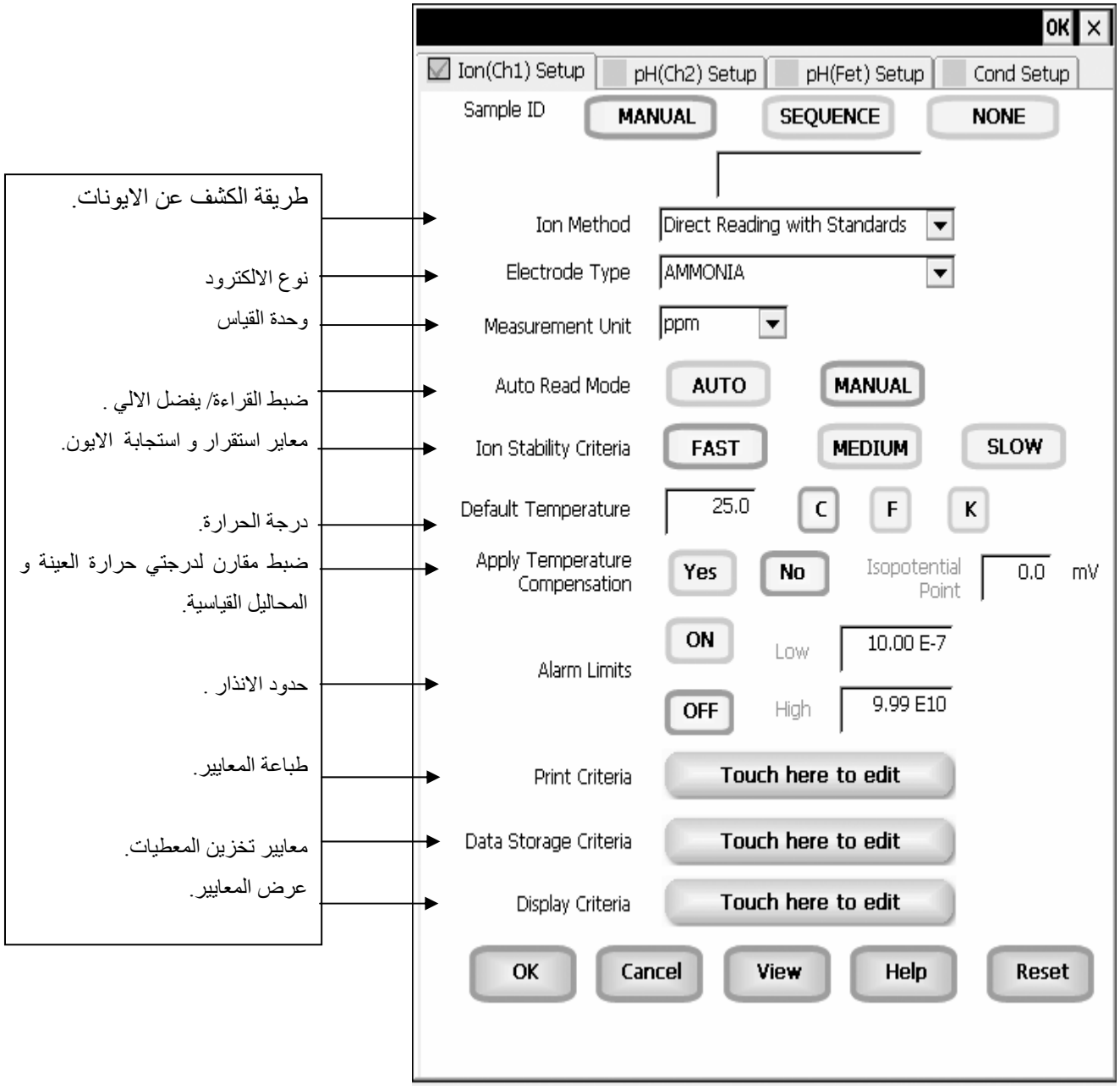

طريقة الكشف عن الايونات.
نوع الالكترود
وحدة القياس
ضبط القراءة/ يفضل الالي .
معاير استقرار و استجابة الايون.
درجة الحرارة.
ضبط مقارن لدرجتي حرارة العينة و المحاليل القياسية.
حدود الانذار .
طباعة المعايير.
معايير تخزين المعطيات.
عرض المعايير.
OK
Ion(Ch1) Setup
pH(Ch2) Setup
pH(Fet) Setup
Cond Setup
Sample ID
MANUAL
SEQUENCE
NONE
Ion Method
Direct Reading with Standards
Electrode Type
AMMONIA
Measurement Unit
ppm
Auto Read Mode
AUTO
MANUAL
Ion Stability Criteria
FAST
MEDIUM
SLOW
Default Temperature
25.0
C
F
K
Apply Temperature Compensation
Yes
No
Isopotential Point
0.0
mV
Alarm Limits
ON
Low
10.00 E-7
OFF
High
9.99 E10
Print Criteria
Touch here to edit
Data Storage Criteria
Touch here to edit
Display Criteria
Touch here to edit
OK
Cancel
View
Help
Reset

Figure (4)

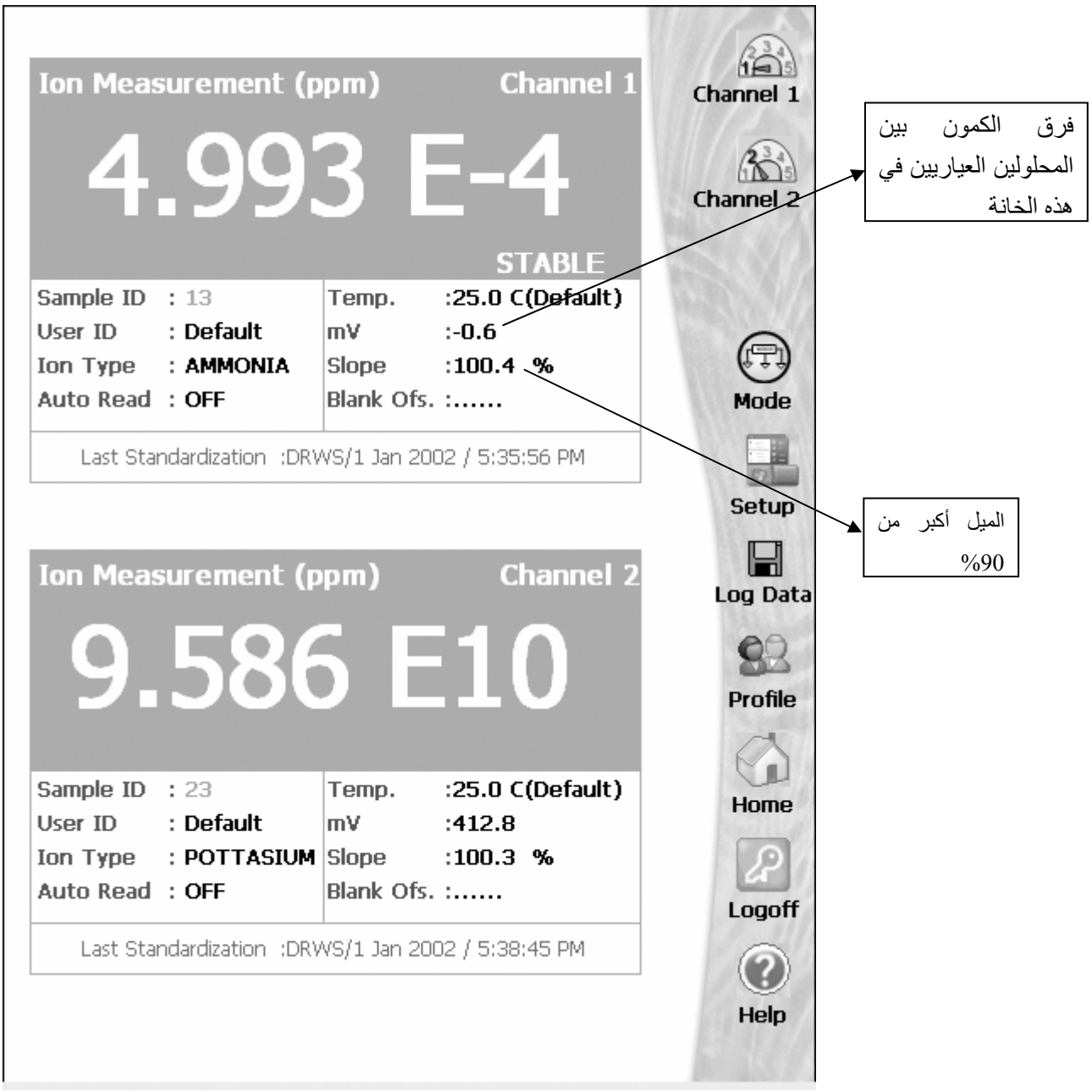

Ion Measurement (ppm) Channel 1
4.993 E-4
STABLE
Sample ID : 13
User ID : Default
Ion Type : AMMONIA
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :-0.6
Slope :100.4 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:35:56 PM
Ion Measurement (ppm) Channel 2
9.586 E10
Sample ID : 23
User ID : Default
Ion Type : POTTASIUM
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :412.8
Slope :100.3 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:38:45 PM
Channel 1
Channel 2
Mode
Setup
Log Data
Profile
Home
Logoff
Help
فرق الكمون بين المحلولين العياريين في هذه الخانة
الميل أكبر من %90

Figure (5)

مسودة

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Nitrate
By
Spectrophotometer (DR5000)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد النترات باستخدام السبكترو DR5000

Prepared by:_____ Date:
Chemist

Reviewed by:_____ Date:
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ التاريخ:_____

مراجعة:_____ التاريخ:_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. Scope and Application: For water, wastewater, and seawater

2. Summary of Method: Cadmium Reduction Method

3. Measurement range: 0.1 to 10.0 mg/L NO_3^--N

4. Necessary Equipment and Supplies:

1) UV/VIS Spectrophotometer (HACH DR 5000)
2) Sample Cells, 1-inch square, 10 mL, matched pair
3) Stopper for 18 mm Tube

5. Required Reagents

1) NitraVer® 5 Nitrate Reagent powder pillow (Cat. No. 21061-69)

6. Principle of Determination

Cadmium metal reduces nitrate in the sample to nitrite. The nitrite ion reacts in an acidic medium with sulfanic acid to form an intermediate diazonium salt. The salt couples with gentisic acid to form an amber colored solution. Test results are measured at 400 nm.

7. Sample Collection, Storage, and Preservation

Start NO_3^- determinations promptly after sampling. If storage is necessary, store for up to 24 hours at 4℃ in clean plastic or glass bottles. Disinfected samples are stable much longer without acid preservation. For longer storage of unchlorinated samples, preserve with 2 mL conc. H_2SO_4/L and store at 4℃.

Before analysis, warm the sample to room temperature and adjust the pH to 7 with 5.0 N Sodium Hydroxide Standard Solution. Correct the

1 . المجال والتطبيق :

للمياه ومياه الصرف، ومياه البحر

2. ملخص الطريقة : طريقة الإرجاع بالكادميوم

3 . مجال القياس :

من 0.1 إلى 10.0 ملغ/ ل من **NO_3^--N**

4. أجهزة ومواد ضرورية

1) السبيكترو**UV/VIS (HACHDR 5000)**
2) خلايا عينة مربعة سعة 1انش ,وخلايا سعة 10مل – كل زوج يجب أن يكون من نفس النوع
3) غطاء لأنبوب اختبار 18 ملم

5. الكواشف المطلوبة

1) وسادة مسحوق كاشف NitraVer® 5

(كاتلوج.رقم :69-21061)

6. قاعدة تحديد النتروجين - نترات

يقوم الكادميوم بإرجاع النترات في العينة ليصبح نتريت، تتفاعل شاردة النتريت بوجود حمض السلفونيك وتشكل ملحا آزوتيا وسيطا. يتحد الملح مع حمض الجنتيسيك ويشكل محلولا بلون كهرماني. وتقاس النتائج على طول موجة 400 نانو متر

7. جمع العينة وحفظها وتخزينها

قم بتحليل العينات بأسرع وقت بعد الاعتيان، في حال تطلب الأمر حفظ العينة فاحفظها بدرجة حرارة 4 مئوية من أجل تحليلها خلال 24 ساعة. إن العينات غير المجرثمة أكثر استقرارا من المجرثمة، وفي حال تطلب الأمر حفظها فيجب تخفيض قيمة pHإلى أقل من 2 باستخدام H_2SO_4 (1:1)
(حلل بالسرعة الممكنة، وقم بتبريد العينة. وفي حال وجود الكلور، أضف نقطة واحدة الثيوسولفات (Na2S2O3) من أجل كل 0.3 مع/ل من الكلور في لتر واحد من العينة. وبرد العينة)

قم بإخراج العينة كي تدفأ إلى حرارة الغرفة وقم بتعديل الحموضة إلى 7 باستخدام 5N من محلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH قبل التحليل، وصحح نتائج الاختبار بحسب الحجم الجديد

أي قسم الحجم الكلي (عينة + حمض + أساس) على حجم العينة الأصلي واضرب نتيجة القياس بالرقم الناتج

test result for volume additions by dividing the total volume (acid + base + sample) by the original sample volume and multiplying the test result by this factor.

(1) - Reagent blank

For more accurate results, determine a reagent blank value for each new lot of reagent. Follow the procedure using deionized water instead of the sample. Subtract the reagent blank value from the final results or perform a reagent blank adjust.

(2- Standard Solution Method

1. To test accuracy, use a 5.0-mg/L Nitrate Nitrogen Standard Solution instead of sample and perform the procedure as described below.
2. Prepare a 5.0-mg/L Nitrate Nitrogen Standard by pipetting 5.o mL of a 100 mg/L Nitrate Nitrogen Standard Solution into a 100 mL volumetric flask. Dilute to volume with Deionized water and mix well.
3. To adjust the calibration curve using the reading obtained with the standard solution, press **OPTIONS>MORE** on the current program menu. Press **STANDARD ADJUST**.
4. Press **ON**. Press **ADJUST** to accept the displayed concentration. If an alternate concentration is used, press the number in the box to enter the actual concentration, then press **OK**. Press **ADJUST**.

Method Performance

Precision

Standard: 5.0 mg/L NO_3^--N

95% Confidence Limits of Distribution

1- طريقة معايرة الشاهد :

تستخدم هذه الطريقة عند استخدام علبة كواشف للمرة الأولى.
حيث نستخدم الماء المنزوع الشوارد كعينة وشاهد ونجري عليها اجراءات القياس المبينة لاحقاً، وذلك لضبط دقة قيم الشاهد على كل التجارب والعينات اللاحقة، ومن ثم خزن القيمة كثابت للكاشف وذلك بضغط **options** ثم **more** ثم **OK / ADJUST**.
أو احذف القيمة الناتجة من كل القراءات التالية.

2- طريقة المعايرة باستخدام محاليل المعايرة : وتجرى قبل القيام بالقياس المطلوب

1. حضر محلول عياري بتركيز 5 ملغ/ل من النيتروجين- نترات وقم بقراءة تركيزه بحسب الخطوات المبينة لاحقا
2. من أجل تحضير المحلول استخدم ماصة قياس 5.00 مل وخذ بها 5.00 مل من المحلول العياري ذي التركيز 100 ملغ/ل وضعها في بالون معايرة حجمي قياس 100 مل .
3. مدد إلى الحجم المطلوب بالماء المنزوع الشوارد استخدم المحلول العياري السابق بدل العينة وقم باجراء القياسات الموصوفة لاحقاً لقياس النتروجين نترات.
4. لضبط منحني المعايرة للقراءة التي تم الحصول عليها باستخدام المحلول العياري السابق المحضر، اضغط **OPTIONS MORE** في الصفحة الحالية (أي في صفحة قراءة النتيجة الموجود فيها حالياً) في قائمة البرامج، ثم اضغط **STANDARD ADJUST** .

5- اضغط **ON** ثم اضغط **ADJUST** لقبول نتيجة التركيز الظاهرة في القياس . ولتعديل قيمة القراءة الظاهرة وتعديلها الى التركيز المعروف مسبقاً (وفي هذه الحالة 5 ملغ/ل) اضغط على خانة الرقم يظهر لوحة ارقام ، قم بادخال التركيز الصحيح ثم اضغط **OK** ثم **ADJUST .**

مجال دقة القياس باستخدام طريقة المحلول العياري عند التركيز 5 ملغ / لتر النتروجين- نترات :

البرنامج	حدود الثقة 95 %
353	4.8- 5.2 mg / L No_3^- - N

3 - طريقة المضافات المعيارية (spike)

1- بعد قراءة نتيجة الاختبار. اترك خلية العينة في مكانها في الحامل.

2- اضغط **OPTIONS>MORE**. ثم اضغط **STANDARD ADDITIONS** وسيظهر ملخص حول الإجراءات المتبعة لطريقة المضافات.

3- اضغط OK لقبول القيم الافتراضية حول التركيز العياري (مثلاً التركيز العياري للمحلول العياري المستخدم وحجم العينة (مثلاً 10 مل) ،وحجوم المواد المضافة (على الترتيب في

4.8 – 5.2 mg/L NO_3^--N

3- Standard Additions Method (Sample Spike)

1. After reading test results, leave the sample cell (unspiked sample) in the instrument. Verify the chemical form.
2. Press **OPTIONS>MORE**. Press **STANDARD ADDITIONS**. A summary of the standard additions procedure will appear.
3. Press **OK** to accept the default values for standard concentration, sample volume, and spike volumes. Press **EDIT** to change these values. After values are accepted, the unspiked sample reading will appear in the top row.
4. Open a bottle of Nitrate Nitrogen Standard, 100-mg/L NO_3^-N.
5. Prepare three sample spikes. Fill three sample cells with 10 mL of sample. Use the micropipette to add 0.1 mL, 0.2 mL, and 0.3 mL of standard, respectively, to each sample and mix thoroughly.
6. Analyze each sample spike as described in the procedure below, starting with the 0.1 mL sample spike. Accept each standard additions reading by pressing **READ**. Each addition should reflect approximately 100% recovery.
7. After completing the sequence, press **GRAPH** to view the best-fit line through the standard additions data points, accounting for matrix interferences. Press **IDEAL LINE** to view Relationships between the sample spikes and the "Ideal Line" of 100% recovery.

العينات الثلاثة 0.1/0.2/0.3 مل) . اضغط **Edit** لتغيير القيم . ومن ثم بعد قبول التغييرات سيظهر على الشاشة في الاعلى قراءة العينة دون إضافة (unspiked sample reading)

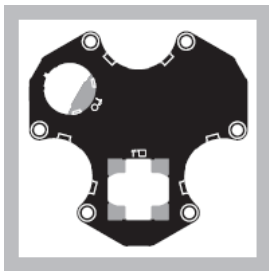
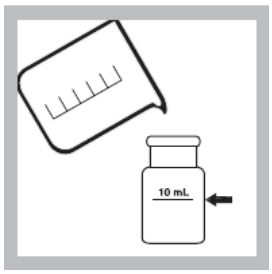
4- افتح وعاء المحلول المعياري للنترات ذي التركيز 100 ملغ/ل

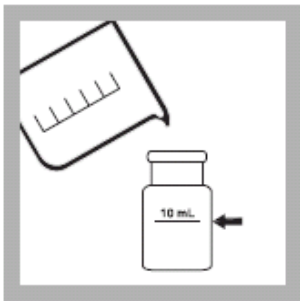
5- استخدم ماصة نوع TenSette®Pipet لاضافة 0.1 مل ،0.2 مل ، 0.3 مل على التوالي إلى ثلاث عينات قياس كل منها 10 مل وامزجها بالتحريك بقوة.

6- ثم ضع خلايا المحاليل المحضرة في حجرة السبكترو وقم بأخذ قراءاتها بشكل متتابع عبر الضغط على الزر Read ، ويجب أن تؤدي كل إضافة إلى نسبة استرجاع وقدرها 100% تقريبا

7- بعد اتمام التحليل على التتالي اضغط GRAPH لسم الخط البياني للنتائج باستخدام المضافات و التي تأخذ بعين الاعتبار تأثير التداخلات الشاردية. ثم اضغط LINE IDEAL لتحديد العلاقة بين العينات مع إضافاتها و الخط المثالي للاسترجاع.

6. Measurement Procedure (Phosphorus, Reactive)

Step	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
1	**Select the test (program number: 353)**		**قم باختيار الاختبار (برنامج رقم 353)**
2	**Install the multi-cell Adapter with 1-inch square cell holder facing the user.**		**أدخل حامل حامل الخلايا بحيث يكون حامـل الخليـة المربعـة ذات الحجـم 1انش مواجهاً للمستخدم.**
3	**Fill square sample cell with 10 ML of sample.**		**املئ خلية مربعة بـ 10مل من العينة.**
4	**Prepared sample:** Add the contents of one NitraVer 5 Nitrate Reagent Powder Pillow. Insert a stopper into the cell.		**قم بتحضير العينة:** **أفرغ محتوى وسادة واحدة من كاشف النترات** NitraVer 5 **وأحكم إغلاق الخلية**
5	Press **Timer >OK** A one –minute reaction period will begin. Shake the cell vigorously until the timer expires.		**اضغط** Timer >OK **وسيبدأ المؤقت بالتناقص، قم خلالها بخض العينة جيدا حتى انقضاء الوقت**

Step	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
6	When the timer expires, press **TIMER>OK.** A five-minute reaction period will begin. An amber color will develop if nitrate is present.		**بعد انقضاء زمن الخلط، قم بضغط** Timer >OK **مرة أخرى لبدأ عداد زمني من 5 دقائق بالعمل، اترك العينة جانبا كي يتم التفاعل والحصول على اللون الكهرماني في حال وجود النترات**
7	**Blank Preparation:** When the timer expires, fill a second square sample cell with 10 mL of sample.		**تحضير الشاهد:** **عند انقضاء زمن التفاعل، قم بملء خلية أخرى بـ 10 ملل من العينة.**
8	Insert the blank into the cell holder with the fill line facing the user. Press **ZERO**. The display will show: 0.0 mg/L NO_3^--N		**ضع الخلية مع الشاهد في الحجرة بحيث يكون خط الـ 10 ملل مواجها للمستخدم ثم اضغط** ZERO**، وسيظهر على الشاشة ما يلي** 0.0 mg/L NO_3^--N
9	Within two minutes after the timer expires, insert the prepared sample into the cell holder with the fill line facing the user. Results are in mg/L NO_3^--N		**قبل مضي دقيقتين بعد انتهاء زمن التفاعل قم بوضع الخلية المحتوية على العينة والكاشف في حجرة السبكترو بحيث يواجه خط الـ 10 مل المستخدم، واضغط** Read **للحصول على التركيز**

Note	ملاحظات
a. A deposit of unoxidized metal will remain after the NitraVer 5 dissolves. The deposit will not affect results.	أ. سوف يتبقى بعض الكاشف مترسبا على قعر الخلية، ولكنه لا يؤثر على نتيجة القياس
b. This method is technique-sensitive. Shaking time and technique influence color development. For most accurate results, make successive tests on a 10.0-mg/L Nitrate Nitrogen Standard Solution. Adjust shaking times to obtain the correct result.	ب. إن هذه الطريقة حساسة جدا لطريقة التنفيذ وبالتالي درجة اللون المتشكل بالكاشف، ومن أجل ضبط الخطوات، قم بأخذ عدة قياسات لعينة مؤلفة من محلول نظامي بتركيز 10 ملغ/ل من أجل ضبط زمن الخض حتى الحصول على طريقة التنفيذ الصحيحة.
c. Rinse the sample cell immediately after use to remove all cadmium particles. Retain the used sample for proper hazardous waste disposal for cadmium.	ج. قم بغسل الخلية مباشرة بعد الاستخدام من أجل إزالة جزيئات الكادميوم، وقم بالتخلص من العينات التي فيها هذا الكاشف مع فضلات المعادن الثقيلة

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Nitrite
By
Spectrophotometer (DR5000)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد النترات باستخدام السبكترو DR5000

Prepared by:_____ Date:
Chemist

Reviewed by:_____ Date:
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ التاريخ:_____

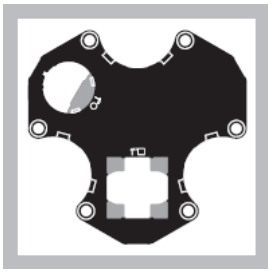
مراجعة:_____ التاريخ:_____

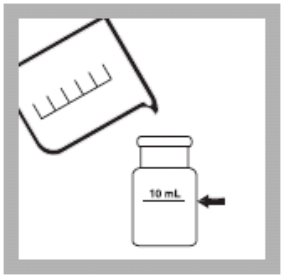
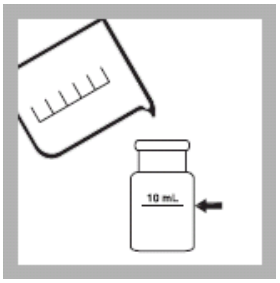
مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. Scope and Application: For water, wastewater, and seawater (USEPA approved for wastewater analysis)	**1 . المجال والتطبيق** :
2. Summary of Method: Diazotization Method	**2. ملخص الطريقة** :
3. Measurement range: 0.002 to 0.300 mg/L NO_2^--N	**3 . مجال القياس** :
4. Necessary Equipment and Supplies: 1) UV/VIS Spectrophotometer (HACH DR 5000) 2) Sample Cells, 1-inch square, 10 mL, matched pair	**4. أجهزة ومواد ضرورية** 1) السبيكترو**UV/VIS (HACHDR 5000)** 2) خلايا عينة مربعة سعة 1انش ,وخلايا سعة 10مل – كل زوج يجب أن يكون من نفس النوع
5. Required Reagents 1) NitraVer® 3 Nitrite Reagent powder pillows (Cat. No. 21071-69)	**35. الكواشف المطلوبة**
6. Principle of Determination Nitrite in the sample reacts with sulfanilic acid to form an intermediate diazonium salt. This couples with chromotropic acid to produce a pink complex directly proportion to the amount of nitrite present. Test results are measured at 507 nm.	**6. قاعدة تحديد النتروجين - نترات**
7. Sample Collection, Storage, and Preservation Collect samples in clean plastic or glass bottles. Store at 4℃ or lower if the sample is to be analyzed within 24 to 48 hours. Warm to room temperature before running the test. Do not use acid preservatives.	**7. جمع العينة وحفظها وتخزينها**

(1) - Reagent blank For more accurate results, determine a reagent blank value for each new lot of reagent. Follow the procedure using deionized water instead of the sample. Subtract the reagent blank value from the final results or perform a reagent blank adjust. **Method Performance** **Precision** Standard: 0.150 mg/L NO_2^--N **95% Confidence Limits of Distribution** **0.147 – 0.153 mg/L NO_2^--N**	**1- طريقة معايرة الشاهد :**

6. Measurement Procedure (Phosphorus, Reactive)

Step	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
1	**Select the test (program number: 371)**		قم باختيار الاختبار (برنامج رقم 353)
2	**Install the multi-cell Adapter with 1-inch square cell holder facing the user.**		أدخل حامل حامل الخلايا بحيث يكون حامـل الخليـة المربعـة ذات الحجـم 1انش مواجهاً للمستخدم.

Step	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
3	**Fill square sample cell with 10 ML of sample.**		املئ خلية مربعة بـ 10مل من العينة.
4	**Prepared sample:** Add the contents of one NitraVer 3 Nitrite Reagent Powder Pillow. Swirl to dissolve. A pink color will develop if nitrite present.		
5	Press **Timer >OK** A 20–minute reaction period will begin.		ا
6	**Blank Preparation:** When the timer expires, fill a second square sample cell with 10 mL of sample.		

Step	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
7	Wipe the blank and insert it into the cell holder with the fill line facing the user. Press **ZERO**. The display will show: 0.000 mg/L NO_2-N		
8	Wipe the prepared sample and insert it into the cell holder with the fill line facing the user. Results are in mg/L NO_2-N		

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Chloride Ion

(By Electrode)

اجراءات التشغيل القياسية

لتحديد شاردة الكلور باستخدام الالكترود

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي : _____ **التاريخ :** _____

مراجعة : _____ **التاريخ :** _____

مدير المخبر أو منسق ضمان الجودة

Damascus DFEA

مديرية البيئة في دمشق

1. **Scope and Application:** For water, wastewater

2. **Summary of Method:** Ion Selective Electrode (ISE) (Direct Measurement using ion meter)

3. **Measurement range (Limits of Detection):**

The upper limit of detection in pure sodium chloride solutions is 1M. In the presence of other ions, the upper limit of detection is above $1.0x10^{-1}$M chloride, but two factors influence this upper limit. Both the possibility of a liquid junction potential developing at the reference electrode and the salt extraction effect influence this upper limit. Some salts may extract into the electrode membrane at high salt concentrations, causing deviation from the theoretical response. Either dilute samples between 1M and 1.0x10-1M or calibrate the electrode at 4 or 5 intermediate points. The lower limit of detection is influenced by the slight water solubility of the electrode pellet. Refer to Figure 1 for a comparison of the theoretical response to the actual response at low levels of chloride. Chloride measurements below 10^{-4}M CL^{-1} should employ low level procedures.

4. **Sampling and Storage**

Collect representative samples in clean, chemically resistant glass or plastic bottles. The maximum sample portion required is 100 mL. NoSpecial preservation is necessary if the sample is to be stored.

1. **الهدف و المجال :** للمياه و مياه الصرف.

2. **ملخص الطريقة** : الكترود الشوارد النوعي (**ISE**)
(قياس مباشر باسخدام مقياس الشوارد أو الأيونات)

3. **مجال القياس (حدود الكشف) :**

يعتبر 1 M حد الكشف الاعلى في محاليل كلور الصوديوم النفية. لكن بوجود ايونات أخرى فإن حد الكشف الاعلى هو أكبر من $1.0x10^{-1}$M، يوجد عاملان يؤثران على الحد الاعلى للكشف وهما – إمكانية تطور جهد توصيل الالكترود على الجزء المرجعي من الالكترود.وكذلك – انتزاع / استخلاص الاملاح.وقد ُتستخلص بعض الاملاح على غشاء الالكترود وبتراكيز عالية، مسببةً انحرافاً عن الاستجابة النظرية المفترضة. سواءً إذا تم تمديد العينات بين 1Mو 1.0x10-1M أو تم معايرة الالكترود عند القيم المتوسطة 4 أو 5. ويتأثر الحد الادنى للكشف بانحلالية رأس الالكترود الكروي بالماء. و بالاشارة الى الشكل رقم (1) الذي يقارن الاستجابة النظرية مع الاستجاة الحقيقية عند مستويات الكلور المنخفضة يتبين بأنه اتخاذ اجراءات منخفضة المستوى عند قياسات أقل من 10^{-4}M CL^{-1}.

4. **الاعتيان و التخزين :**

قم بجمع عينات نموذجية في أوعية زجاجية مقاومة

5. Sample Requirements:

All samples must be aqueous and not contain organics which can dissolve the epoxy electrode body and/or the cement bonding the sensing crystal to the electrode body. Inorganic solutions will not affect the electrode. Infrequent measurements in solutions containing methanol, ethanol, benzene, and acetonitrile are permitted. Highly polar solvents slowly attack the electrode.
The temperature of the standard solutions and of the sample solutions should be the same and below 50℃.

The pH range for the chloride ion electrode is 2 – 12. Neutralize samples outside this range with acid or base to bring them in range.

6. Necessary Equipment and Supplies:

1) Ion meter (CyberScan PCD6500 Meter)
   Eutech Chloride Ion Combination Epoxy-body Electrode, Code no. EC-CLO-03.
2) Volumetric Flask (for preparation of standard solutions and ISA)
3) Beaker (150 – 250 mL)
4) Magnetic stirrer
5) Polishing Paper: to polish dirty or etched electrode membranes.

7. Required Reagents

1) Deionized or distilled water for solution and standard preparation.
2) Ionic Strength Adjuster (ISA)

كيميائياً أو عبوات بلاستيكية . وإن الحجم الكلي المطلوب للعينة 100 **M** ***ولا توجد أية شروط خاصة للحفظ عند تخزين العينة لفترات طويلة .***

5. متطلبات العينة :

- يجب أن تكون كل العينات مائية ولا تحوي على مواد عضوية يمكن أن تحل جسم الالكترود المصنوع من مادة الابيوكسي و / أو الرابط الاسمنتي بين الحساس الكريسنالي و جسم الالكترود. ويُسمح على إطار ضيق بالقياسات في محاليل تحوي الميتانول و الايتانول و البنزن و الاسيتونتريل(**CH3CN**) . وتهاجم المذيبات عالية القطبية الالكترود على نحو بطئ.

- يجب أن تكون درجة حرارة محاليل العيارية و محاليل العينة هي نفسها، وأقل من 50℃.

- إن مجال الـ **pH** لعمل الكترود شوارد الكلور هو بين **2-12** ولذلك قم بتعديل العينات التي تكون خارج المجال باستخدام حمض أو أساس.

6. أجهزة و مواد ضرورية :

1) مقياس الايونات / الشوارد نوع (CyberScan PCD6500 Meter)
Eutech Chloride Ion Combination Epoxy-body Electrode, Code no. EC-CLO-03
2) بالون معايرة حجمية (لتحضير المحاليل العيارية والـ ISA .
3) بيشر حجم (150-250 mL).
4) محرك مغناطيسي.
5) ورق نتظيف/ تنعيم : لتنظيف الاوساخ من على غشاء الالكترود .

7. الكواشف المطلوبة :

1) ماء مقطر أو منزوع الشوارد لتحضير المحاليل و المحاليل العيارية.
2) معدل القوة الشاردية (**ISA**).

3) Chloride Standard: 1,000 mg/L F^-, (to be prepared from reagent-grade sodium chloride NaCl)

4) Water deionized

8. Unit of Measurement

Chloride concentrations are measured in units of mg/L (ppm), moles per liter, or any other convenient concentration unit. Table below indicates some concentration unit and conversion factors.

mg/L Cl^-	Moles/L
354.50	$1 0 \times 10^{-2}$
35.45	1.0×10^{-3}
3.55	$1 0 \times 10^{-4}$

9. Electrode Storage

The electrode may be stored for short periods of time in 1.0x10-2M chloride solution. For longer storage (longer than two weeks), rinse and dry the sensing pellet and cover the membrane tip with any protective cap shipped with the electrode. The reference portion of the combination electrode (or the outer chamber of the reference electrode) should be drained of filling solution, if refillable, and the rubber insert placed over the filling hole.

10. pH Effects

Hydroxide ion interferes with measurements of low levels of chloride although the electrode can be used over a reasonable pH range>

3) محلول الكلور العياري : 1,000 mg/L Cl^-, ويتم تحضيره من الكاشف المرحلي لـ كلور الصوديوم NaCl .

4) ماء منزوع الشوارد.

8. وحدة القياس :

يقاس تركيز الكلور بوحدة (mg/L (ppm),، مول / التر) أو أية وحدة قياس تحويلية .

يشير الجدول المبين أدناه بعض وحدات التركيز وعوامل التحويل.

mg/L Cl^-	Moles/L
354.50	$1 0 \times 10^{-2}$
35.45	1.0×10^{-3}
3.55	$1 0 \times 10^{-4}$

9. تخزين الالكترود :

يمكن تخزين الالكترود لفترة قصيرة في محلول تركيزه $1.0x10^{-2}$ M كلور . أما للتخزين الطويل (أكثر من اسبوعين) اعمل على غسل وتجفيف الجزء الكروي الحساس وغطِ طرف الغشاء بأي غطاء حماية مرفقة مع الالكترود . أما الجزء المرجعي من الالكترود(وهو الاطار الخارجي للالكترود) ففي حال اعادة تعبئته بمحلول التعبئة المرفق و الخاص، فيجب أن يتم غسله بالمحلول نفسه من الخارج ثم تعبئته ثم أغلق فتحة التعبئة بالقطعة المطاطية.

لا توجد شروط خاصة لتخزين العينة قبل القياس بفترة طويلة.

10. تأثير الـ PH :

في حالة القياسات المنخفضة القيمة للكلور فإن شوارد الهيدروكسيد تتداخل أثناء القياس ، كما أنه يمكن استخدام الالكترود فوق الحد المعقول للـ **PH** .

Key steps to conduct the Procedure	***الخطوات الاساسية في العمل خلال إجراء الاختبار :***
① Pre-preparation of sample(preparing dilutions if needed , for instance , dying factory.)	① تحضير العينة اذا ما كانت بحاجة الى تمديد ً (مثلاً عينات مقطوفة من مصبغة النسيج في الخماسية تحوي على تركيز عالي من كلور الصوديوم و بالتالي تحتاج العينة الى تمديد أولي خمس مرات وبعد القياس النهائي نتأكد إذا ما كانت نتيجة القياس ضمن المجال المفترض للمحلولين العياريين المحضرين وإذا كانت عالية نلجأالى التمديد مرة ثانية).
② Preparation of Standard Solution 1,000 ppm (1,000 mg-Cl^-/L) using reagent-grade **sodium chloride (NaCl)**.	② تحضير المحلول العياري الاساسي بتركيز 1000 ملغ/لتر من شوارد الكلور باستخدام الكاشف المرحلي من كلور الصوديوم.
③ Prepare standard chloride solutions whose concentrations vary by tenfold (20/200,30/300,40/400) and high concentration standard solution should be prepared firstly.	③ تحضير المحلولين العياريين بتراكيز مضاعفة مثلاً 200/20 ، 300/30 ، 400/40 (على أن يتم تحضير المحلول العياري الاعلى تركيزاً في البداية بدءً من المحلول العياري الاساسي.
④ Preparing Ionic standard adjuster ISA (5M$NaNO_3$).	④ حساب وتحضير محلول ضابط القوة الشاردية **ISA (5 M $NaNO_3$)**
⑤ Electrode Slope Check (using standard chloride solutions whose concentrations vary by tenfold and ISA (5M$NaNO_3$))	⑤ فحص ميل الالكترود (على أن يكون بين 90-100 % عبرمعايرة جهاز الالكترود بالمحلولين العياريين المحضرين و محلول ضابط القوة الشاردية).
⑥ Direct measurement.	⑥ إجراء القياس المباشر

11. Preparation of Standard Solution and ISA

12. تحضير المحلول العياري الاساسي ISA

1) Standard Solution

1) (تحضير المحلول العياري الاساسي)

Preparation of 1,000 ppm (1,000 mg-Cl^-/L):	نحضير 1,000 جزء بالمليون (ppm) (1,000 mg-Cl^-/L)
Add 1.65 grams of reagent-grade **sodium chloride (NaCl)** to a one liter volumetric flask about half-full of distilled water. Swirl the flask to dissolve the solid. Fill the flask to the mark with distilled water, cap, and upend the flask several times to mix the contents.	أضف 1.65 غرام من الكاشف المرحلي لكور الصوديوم NaCL الى نصف لتر من الماء المقطر في بالون معايرة سعة لتر واحد . ثم إملأ البالون بالماء المقطر حتى العلامة المحددة للماء المقطر ثم حرك البالون عدة مرات لخلط المحتويات.

كيفية حساب المحلول العياري : 1000 mg-Cl⁻ / L

باستخدام الكاشف المرحلي NaCl وفق ما يلي :

حساب **نسبة شوارد الكلور النظرية** في مركب كلور الصوديوم : NaCl = 23+35.45=58.45 g-Cl⁻/mole

النسبة : Cl⁻/NaCl % = 35.45/58.45 = 06065

كمية كلور الصوديوم المطلوبة لصنع تركيز 1000 mg Cl⁻/L (1 g Cl⁻/L)

X g (NaCl) * 0.6065 = 1. g Cl⁻

X = 1. / 0.6065 = 1.65 g – NaCl

أي الكمية المطلوبة من كلور الصوديوم النظرية لحصول على التركيز المطلوب من شوارد الكلور هو 1.65 غرام في حجم 1000 مل بالون معايرة .من أجل نصف الكمية (بالون معايرة 500 مل) تكون الكمية 1.65/2 = 0.825 g كلور الصوديوم .

من الناحية العملية :

نقوم بوزن كمية 0.825 غرام في بيشر بعد معايرة الميزان ثم نأخذ وزن الملح الصافي بعد طرح كمية الملح المتبقية في البيشر عند نقل محتوياته الى بالون المعايرة حجم 500 مل. كما يلي :

0.825 – 0.0030 = 0.8181 g NaCl

أي التركيز الفعلي لشوارد الكلور في المحلول المطلوب تصبح

0.8181 * 2 * 0.6065 = 992 ml

ملاحظة : الوصول الى كمية فعلية مطابقة للكمية النظرية يعتمد على الخبرة

أو يمكن حساب التركيز الحقيقي من العلاقة

*=(الوزن الحقيقي/ الكمية النظرية المطلوب)ة *1000*

كيفية الحصول على المحاليل العيارية بتراكيز مضاعفة

Calculation

NaCl = 23+35.45=58.45 g-Cl⁻/mole

Cl⁻/NaCl % = 35.45/58.45 = 06065

X g (NaCl) * 0.6065 = 1. g Cl⁻

X = 1. / 0.6065 = 1.65 g – NaCl

2 – how to get tenfold standard solution:

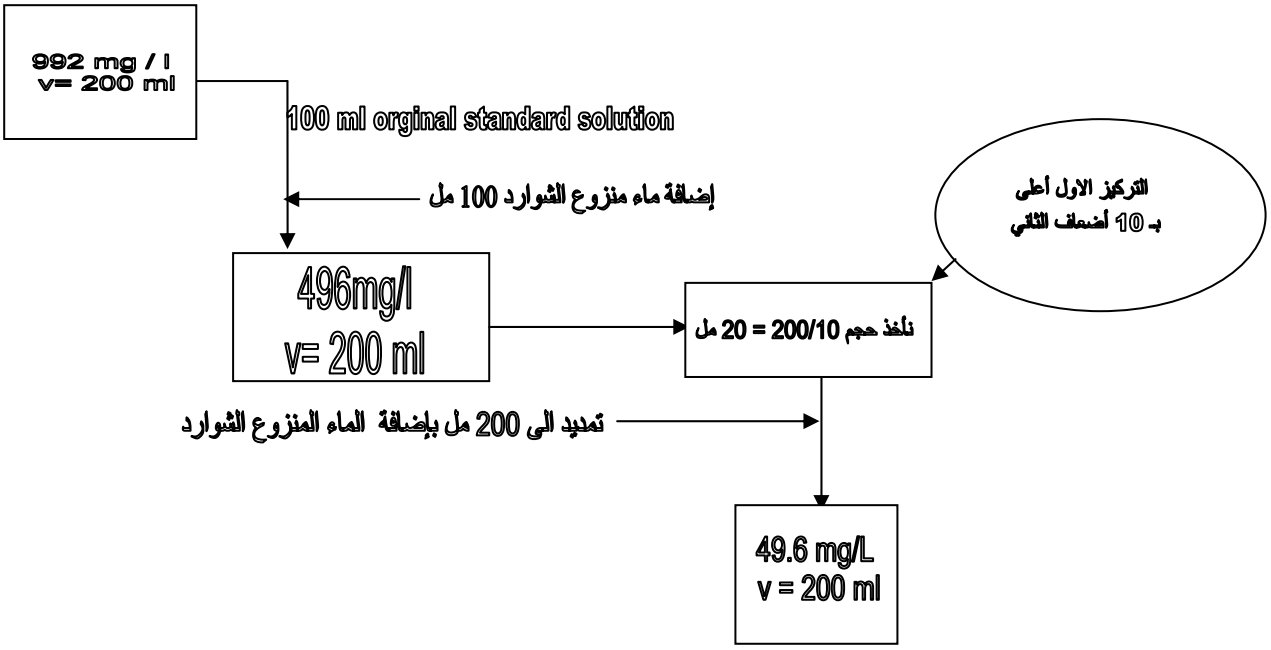
الكمية اللازمة للتمديد	الحجم المطلوب من التركيز	التركيز الادنى النظري	الكمية اللازمة للتمديد	الحجم قبل التمديد – عامل التمديد	الحجم الكلي المطلوب	عامل التمديد	التركيز الاعلى النظري	التركيز الاصلي النظري

للحصول على التركيز الادنى	الاعلى الى الادنى و حجم الحوجلة (مل) وعامل التمديد = 10	ملغ/لتر	للحصول على التركيز الادنى	2	من التركيز الاعلى أو حجم الحوجلة مل		ملغ/لتر	ملغ/لتر
225	**25**=250/10	50	**125**	**125**=250/2	250	2	500	1000
180	**20**=200/10	50	**100**	**100**=200/2	200	2	500	1000
225	**25**=250/10	30	**125**	**125**=250/2	250	2	300	1000
180	**20**=200/10	20	**100**	**100**=200/2	200	2	300	1000

التركيز الفعلي للمحلول العياري الاصلي =(القيمة الحقيقية على الميزان التحليلي / القيمة النظرية) * 1000

التركيز الاعلى الفعلي = التركيز الفعلي الاصلي / 2

التركيز الفعلي الادنى = التركيز الفعلي الاعلى / 10



2) **ISA**

Preparation of ISA: 5M $NaNO_3$	**تحضير 5M $NaNO^3$ ISA:**
Half fill a 1,000mL volumetric flask with distilled water and add 425 grams of reagent-grade **sodium nitrate** ($NaNO_3$). Swirl the flask to dissolve the solid. Fill the flask to the mark with distilled water, cap, and upend the flask several times to mix the contents. ISA is added at the rate of 2mL of ISA to each 100mL of standard or sample to adjust the ionic strength to about o.1M.	املأ نصف بالون معايرة سعة 1,000 مل بالماء المقطر وأضف 425 غرام من الكاشف المرحلي من نترات الصوديوم($NaNO_3$) . رج البالون حتى تنحل المواد الصلبة، تتم الحجم في البالون بالماء المقطر وضع الغطاء ثم حركها عدة مرات حتى تختلط المحتويات. يضاف ISA بمعدل 2 مل منه لكل 100 مل من المحلول العياري أو العينة لضبط القوة الشاردية حتى القيمة o.1M

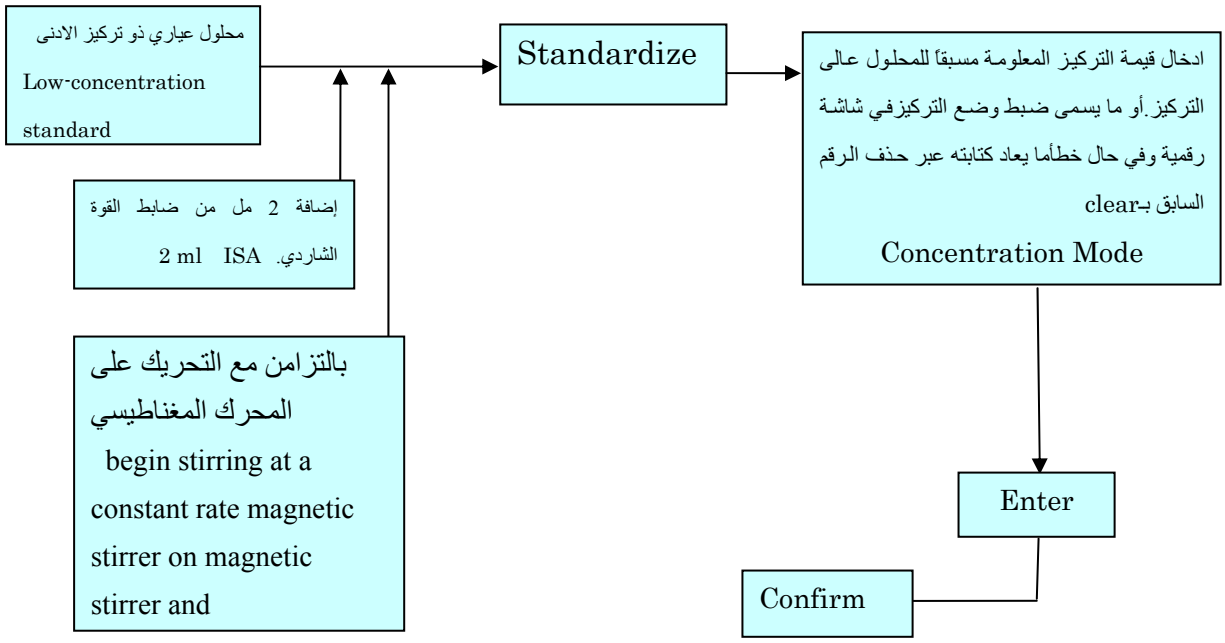
12. إجراءات القياس :

	1. Electrode Slope Check (Check electrodes every day)	**1. فحص ميل الالكترود (يفحص الالكترود بشكل يومي)**	
①	Prepare standard chloride solutions whose concentrations vary by tenfold. Use the 1,000 mg/L chloride standard. Use the serial dilution method for this preparation.	قم بتحضير محاليل الكلور العيارية وذلك بتراكيز تختلف عن بعضها عشرة / عشرة . واستخدم لهذا الغرض 1.000 mg/L وطريقة التمديد المتسلسل.	①
②	To a 150 – 200 Ml beaker, add 100Ml of the lower value standard and 2Ml of ISA. Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	أضف 100 ml من المحلول العياري ذي القيمة الاخفض و 2Ml من ISA. الى بيشر قياس 150 – 200 Ml . ثم ضع البيشر على المحرك امغناطيسي وابدأ التحريك عند معدل ثابت . ضع طرف الالكترود في المحلول . تأكد من أن المقياس على وضع التركيز.	②
③	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط المقياس على التركيز العياري وثبت القيمة في الذاكرة.	③
④	Rinse the electrode with distilled water and blot dry.	اغسل الالكترود بالماء المقطر وقم برجه في الهواء لتنشيفه.	④
⑤	To another 150 – 200 mL beaker, add 100mL of the higher value standard and 2mL of ISA.	استخدم بيشر آخر قياس 150-200 مل وأضف فيه 2 مل من ISA مع 100 مل من المحلول العياري ذي القيمة	⑤

	Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	الاعلى ، ثم ضعة على المحرك المغناطيسي وابدأ التحريك على معدل ثابت ، ضع طرف الالكترود في المحلول . تأكد من أن المقياس على وضع التركيز.	
⑥	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط المقياس على التركيز العياري وثبت القيمة في الذاكرة	⑥
⑦	Read the electrode slope. Correct electrode operation is indicated by a slope of 90 – 100%.	اقرأ ميل الالكترود وتعتبر عملية تشغيل الالكترود صحيحة عند ما يكون الميل 90-100%	⑦

<u>معايرة الجهاز على المحاليل العيارية قبل اجراء التحاليل:</u>

1- المحلول العياري الاول :



نعاير بالطريقة ذاتها الجهاز على المحلول العياري الاعلى.

<u>ملاحظات أساسية يجب الاخذ بها عند انهاء المعايرة بالمحلول الثاني :</u>

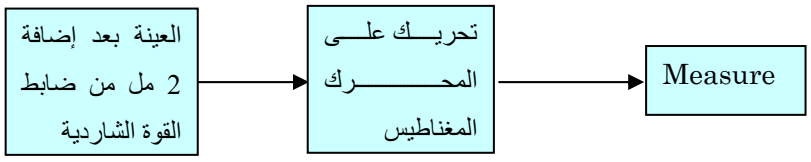
- يجب أن يظهر فرق الكمون بين المحلولين ما بين 55-58 mv .
- قيمة الميل أكبر من 90%.

- اذا كان االميل أقل من 90% فمن المؤكد وجود خطأ في تحضير المحلولين العيارين (يفضل أن تكون 200/20 ، أو خطأ في ضبط فروقات درجة الحرارة بين المحلولين العياريين و العينة ولذلك يجب ضبطها عبر Apply Temperature Compensation (0.0 mv)

1. Direct Measurement		**1. تعريف طريقة القياس المباشر**	
	Direct measurement is a simple procedure for measuring a large number of samples. A single meter reading is all that is required for each sample. The ionic strength of samples and standards should be made the same by adjustment with ISA for all chloride solution. The temperature of both sample solutions and standard solutions should be the same.	يعتبر القياس المباشر إجراء بسيط لقياس عدد كبير من العينات . وكل ما هو مطلوب أخذ قراءة واحدة لكل عينة . يجب أن تكون القوة الشاردية لكل من العينات و المحاليل العيارية بنفس القيمة عبر ضبط كل محاليل الكلور بـ ISA . يجب أن تكون درجة الحرارة لكل من محاليل العينة والمحاليل العيارية هي ذاتها	
2	**Direct Measurement of Chloride**	**2. القياس المباشر للكلور**	
①	By serial dilution of the 1,000 mg/L chloride standard, prepare two chloride standards whose concentration is near the expected sample concentration. Measure out 100Ml of each standard into individual 150 – 200 Ml beakers and add 2Ml of ISA to each.	قم بتحضير محلولين عياريين للكلورايد باستخدام طريقة التمديد المتسلسل لـ 1,000 mg/L من محلول الكلور العياري ، بحيث يكون قريب من التركيز المتوقع للعينة. خذ من كل من هذين المحلولين 100 مل في بيشر قياس 150-200 مل كل منهما على حدة ثم أضف 2 مل من ISA لكل منهما .	①
②	Place the more diluted solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Assure that the meter is in the concentration mode.	ضع المحلول الاكثر تمديداً على المحرك المغناطيسي وابدأ التحريك على معدل ثابت ، ضع طرف الالكترود في المحلول . تأكد من أن المقياس على وضع التركيز.	②
③	Lower the electrode tip into the solution.	ضع طرف الالكترود في المحلول	③
④	Adjust the meter to the concentration of the chloride standard and fix the value in the memory after stabilization of the reading.	اضبط المقياس على تركيز الكلور العياري وثبت القيمة في الذاكرة بعد اسقرار القراءة .	④
⑤	Rinse the electrode with distilled water and blot dry.	اغسل الالكترود بالماء المقطر وقم برجه في الهواء لتنشيفه	⑤
	Place the more concentrated solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate	ضع المحلول الاكثر تركيزاً على المحرك المغناطيسي وابدأ التحريك على معدل ثابت .	
	.Lower the electrode tip into the solution.	ضع طرف الالكترود في المحلول	
⑥	Adjust the meter to the concentration of the chloride standard and fix the value in the	اضبط المقياس على تركيز الكلور العياري وثبت القيمة في الذاكرة بعد اسقرار القراءة .	⑥

	memory after stabilization of the reading.		
⑦	For lower level measurements, place the rinsed, dried electrode into the solution containing 100Ml of distilled water and 2Ml of ISA. After stabilization, fix the blank value in the meter.	في حالة القياسات الاقل مستوى ، ضع الالكترود المفسول و المجفف في محلول يحوي على 100مل من الماء المقطر + 2 مل من ISA وبعد اسقرار القراءة ثبت قيمة الشاهد في المقياس .	⑦
⑧	After rinsing the electrode and blotting dry, place 100Ml of the sample and 2Ml of ISA in a 150 – 200Ml beaker, place it on the magnetic stirrer, and begin stirring.	بعد غسل الالكترود وتجفيفه بتعريضه للهواء ، ضع 100مل من العينة و2 مل من ISA في بيشر قياس 150-200 مل ثم ضعها على المحرك المغناطيسي و ابدأ التحريك.	⑧
	Immerse the electrode tip in the solution and wait for the reading to stabilize. Read the concentration directly from the meter display.	اغمس طرف الالكترود في المحلول وانتظر حتى ثبات القراءة .اقرأالتركيز مباشرةً من شاشة المقياس .	
⑨	**The calibration should be checked every 2 hours. Assuming no change in ambient temperature, place the electrode tip in the first chloride standard. After the reading has stabilized, compare it to the original reading in Step ④ above. A reading differing by more than 0.5 mV or a change in ambient temperature will necessitate the repetition of Step ②- ⑧ above. The meter** should be re-calibrated daily.	**يجب إجراء المعايرة كل ساعتين. اذا افترضنا بأنه لا يوجد تغييرات في درجة حرارة الجو المحيط ،عن طريق وضع الالكترود في المحلول العياري الاول . بعد استقرار تنيجة القراءة قارنها مع القراءة الاصلية (للمحلول الاكثر تمديداً) في الخطوة ④ في الاعلى . في حال وجود فرق أكبر من 0.5 mV أو تغيير في درجة حرارة الجو المحيط فإن ذلك يستدعي إعادة الخطوات من ⑧ -② في الاعلى .** ***يجب العمل على معايرة المقياس يومياً .***	فقرة هامة تجرى بعد اتمام القياس ⑨

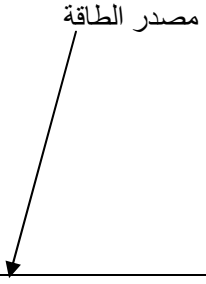
مرحلة القياس :

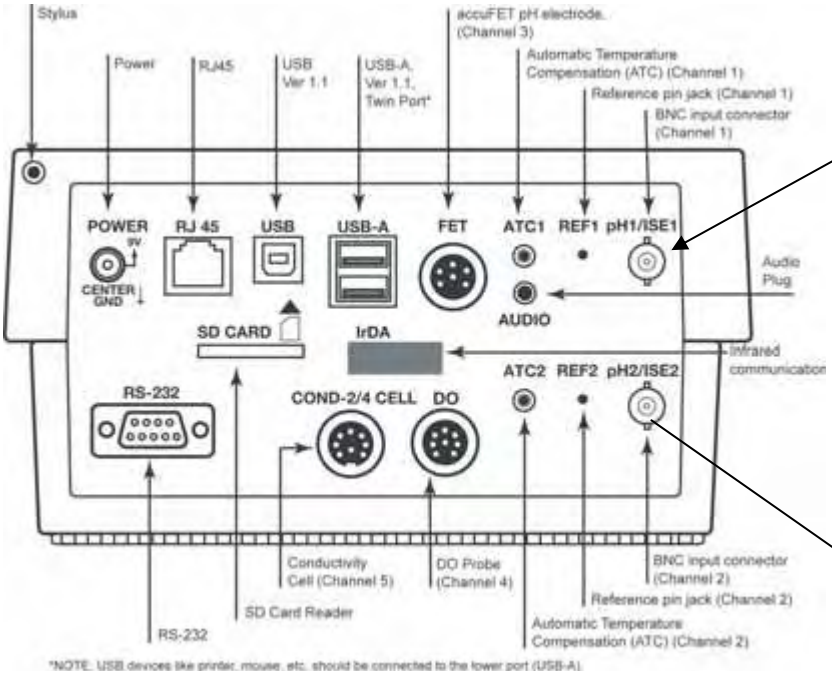


إجراءات تشغيل الجهاز :

1 – switch on power supply , then , connect the target ion electrode directly to Channel 1 or 2 (to	***أولاً:*** وصل مصدر الطاقة ثم وصل مخرج الالكترود المراد استعماله لقياس الشاردة الهدف في مدخل القناة الاولى

measure Ions, Conductivity and PH).figure(1)	أو الثانية (للايونات و الحموضة و الناقلية) الشكل (1)
2 – Eutech Instrument will appear as shown in Figure (2) 3 – Double click on PCD6500 ICON) 4 – assigning Channel for PCD6500(5 channel) Figure (3) 5 – Chose Ch1 (double click on it). 6 – Click on ION icon. 7-single click on SET UP to chose the parameter to be measured – figure (4) 8 – single click on(Single Channel) icon to enter ion measurement display – figure (5) ***Note: use MODE to change between windows***.	ثانياً: تظهر شاشة سطح المكتب كما هو مبين في الشكل(2) . ثالثاً : انقر على ايقونة PCD6500 مرتين ، حتى تدخل الى الشاشة اللاحقة . رابعاً: الشاشة التي ظهرت هي شاشة القنوات العاملة (خمس قنوات) الشكل (3) خامساً : اختر القناة الاولى بالنقر على Ch1 مرة واحدة وذلك بعد التأكد من وصل الالكترود المطلوب بمكانه الصحيح في اللوحة الخلفية للجهاز. سادساً : انقر مرة واحدة على ايقونة ION داخل خط القناة الاولى . سابعاً : انقر على set-up الموجود على سطح المكتب من الموقع الموجود حالياً فيه، حتى تدخل الى اعدادت الالكترود وضبطه واختيار نوعه كما هو مبين في الشكل (4) ثامناً :انقر مرة واحدة على أيقونة Single Channel الموجودة على سطح المكتب الموجود فيه للدخول على شاشة قياس الايون الهدف (النترات مثلاً) (حيث يتواجد في هذه الشاشة ايقونات المعايرة والقياس للمحاليل العيارية و العينة على التوالي). ملاحظة: نستخدم الـ Mode للتنقل بين النوافذ و العودة الى الوراء خطوة.





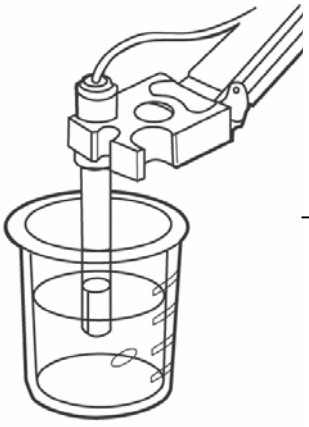
القناة الاولى :

- **الحموضة .**
- **الناقلية.**
- **الالكترودات.**

القناة الثانية :

- **الحموضة .**
- **الناقلية.**
- **الالكترودات**

Figure (1)



إزالة الغطاء وغسيل الالكترود بالماء المقطر أو المنزوع الشوارد وتنشيفه بورق ترشيح دون مسحه قبل و بعد كل استعمال.
ويحفظ في محلول الحفظ المبين في الجدول المرفق مع فقرة الحفظ ويفضل التركيز 1.0×10^{-2} مول/لتر (354.50 ملغ/لتر شوارد كلور) أي يكفي تمديد العينة العيارية الاصلية ثلاث مرات واستخدامها كمحلول حفظ.

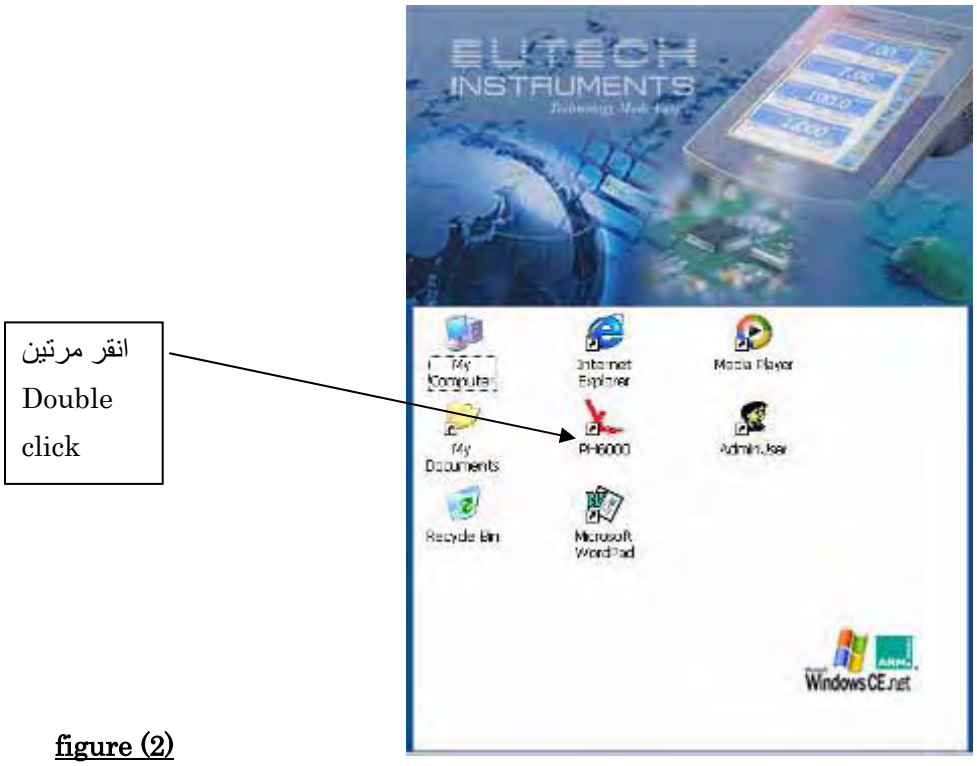
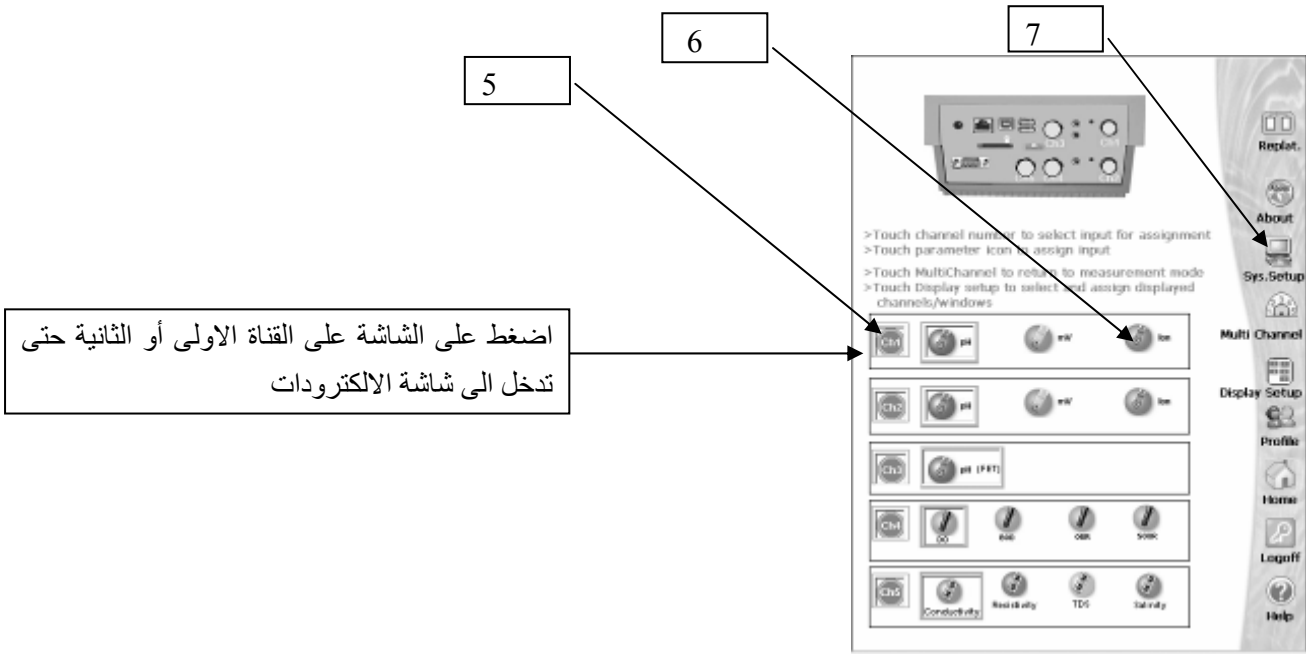


figure (2)



Assigning channels for PC6000, PH6500,PC6500 and PCD6500 (example shown isPCD6500)

Figure (3)

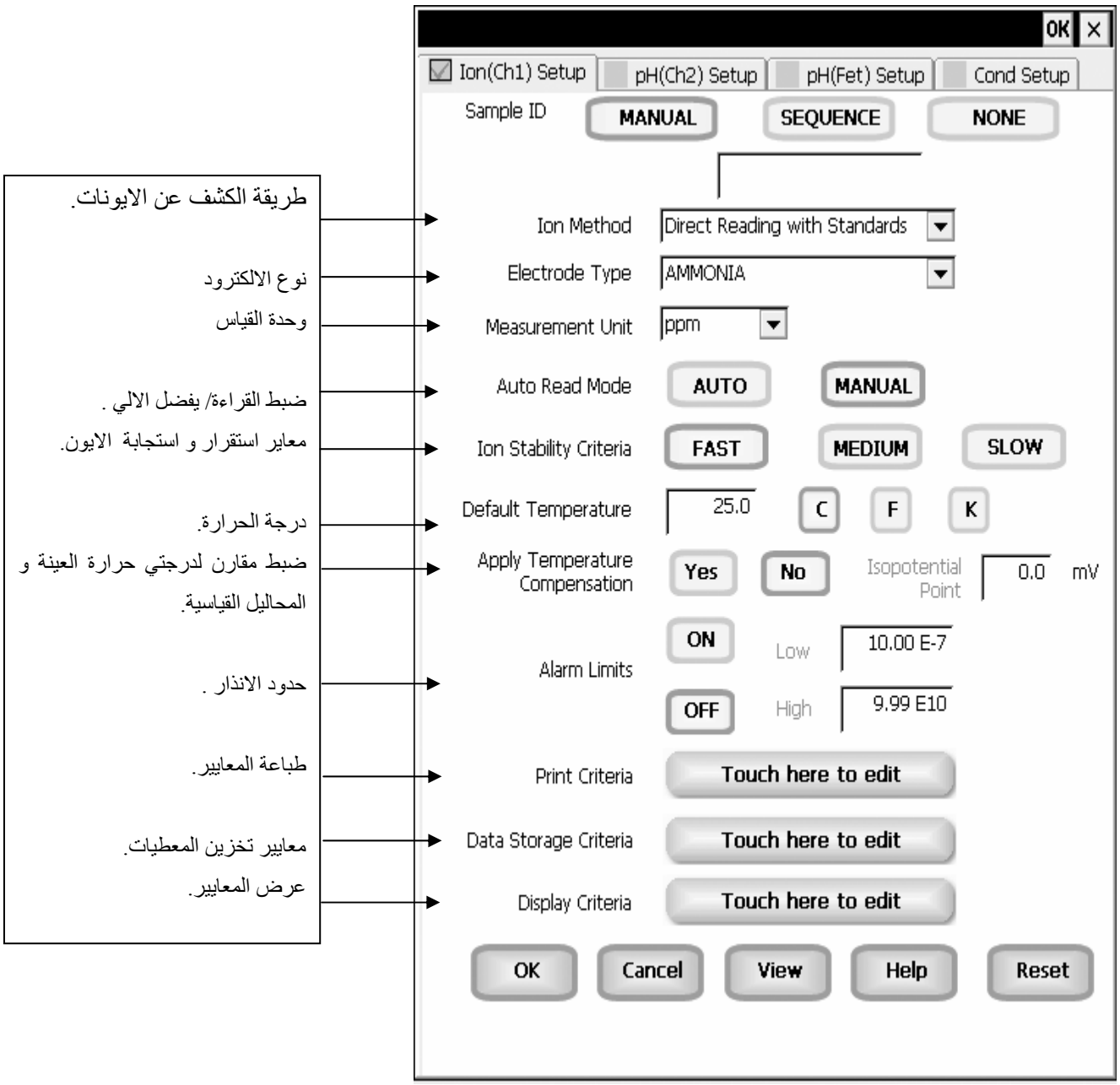

طريقة الكشف عن الايونات.
نوع الالكترود
وحدة القياس
ضبط القراءة/ يفضل الالي .
معاير استقرار و استجابة الايون.
درجة الحرارة.
ضبط مقارن لدرجتي حرارة العينة و المحاليل القياسية.
حدود الانذار .
طباعة المعايير.
معايير تخزين المعطيات.
عرض المعايير.
OK
Ion(Ch1) Setup
pH(Ch2) Setup
pH(Fet) Setup
Cond Setup
Sample ID
MANUAL
SEQUENCE
NONE
Ion Method
Direct Reading with Standards
Electrode Type
AMMONIA
Measurement Unit
ppm
Auto Read Mode
AUTO
MANUAL
Ion Stability Criteria
FAST
MEDIUM
SLOW
Default Temperature
25.0
C
F
K
Apply Temperature Compensation
Yes
No
Isopotential Point
0.0
mV
Alarm Limits
ON
Low
10.00 E-7
OFF
High
9.99 E10
Print Criteria
Touch here to edit
Data Storage Criteria
Touch here to edit
Display Criteria
Touch here to edit
OK
Cancel
View
Help
Reset

Figure (4)

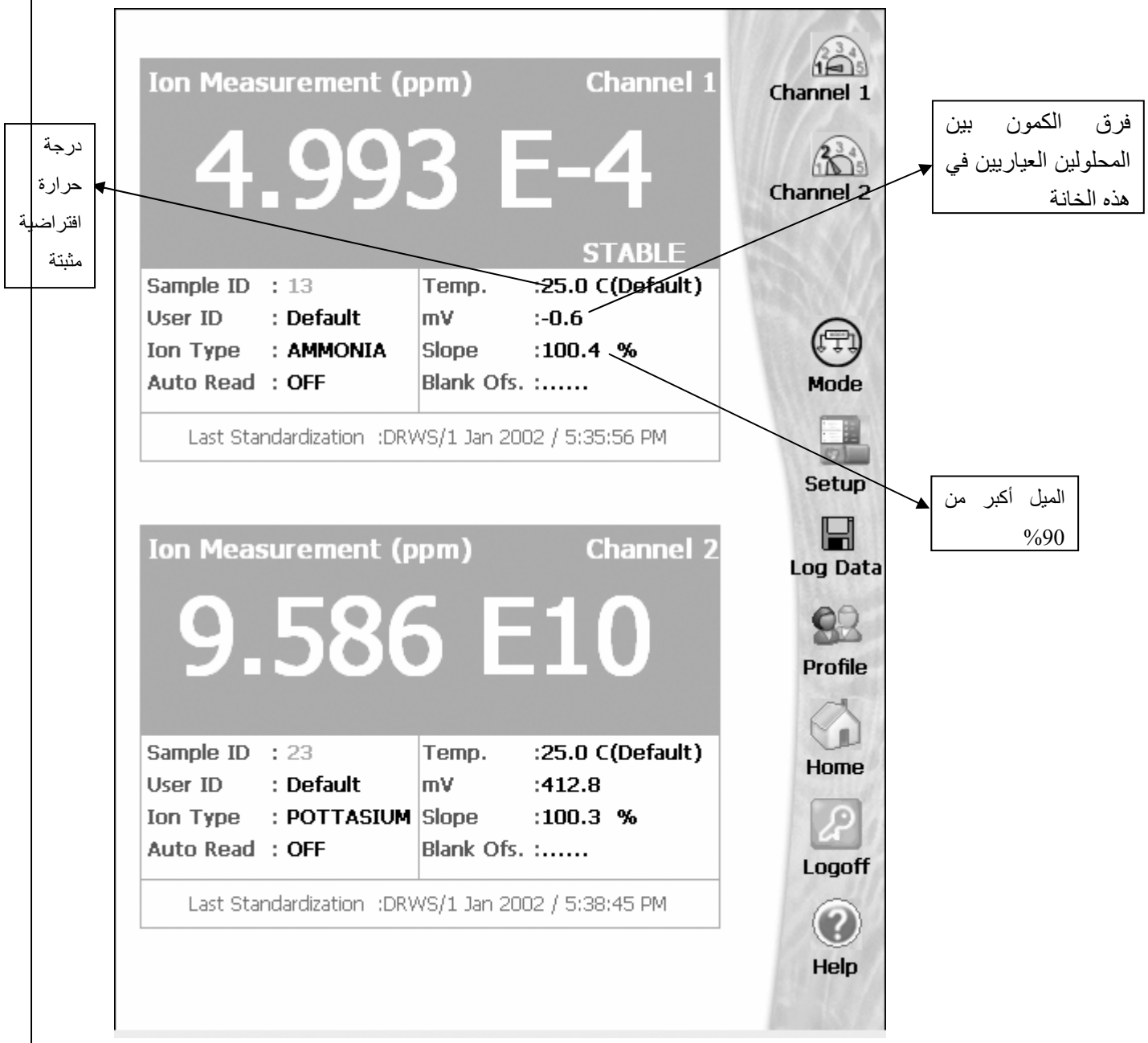

Ion Measurement (ppm)
Channel 1
4.993 E-4
STABLE
Sample ID : 13
User ID : Default
Ion Type : AMMONIA
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :-0.6
Slope :100.4 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:35:56 PM
Ion Measurement (ppm)
Channel 2
9.586 E10
Sample ID : 23
User ID : Default
Ion Type : POTTASIUM
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :412.8
Slope :100.3 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:38:45 PM
Channel 1
Channel 2
Mode
Setup
Log Data
Profile
Home
Logoff
Help
درجة حرارة افتراضية مثبتة
فرق الكمون بين المحلولين العياريين في هذه الخانة
الميل أكبر من %90

Figure (5)

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Fluoride Ion

(By Electrode)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد شوارد الفلورايد

(بالإلكترود)

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

1. **Scope and Application:** For water, wastewater

2. **Summary of Method:** Ion Selective Electrode (ISE) (Direct Measurement using ion meter)

3. **Measurement range (Limits of Detection):**

Fluoride concentration down to $1.0X10^{-6}M$ (0.02 mg/L) fluoride can be measured in neutral solutions. Since sample contamination can be a factor in low level fluoride measurements, care must be taken in making determinations below $1.0X10^{-5}M$. The upper limit of detection is a saturated fluoride solution.

4. **Sampling and Storage**

Preferably use polyethylene bottles for collecting and storing samples for fluoride analysis. Glass bottles are satisfactory if previously they have not contained high-fluoride solutions. Always rinse bottle with a portion of sample.

5. **Sample Requirements:**

All samples must be aqueous and not contain organics which can dissolve the epoxy electrode body and/or the cement bonding the sensing crystal to the electrode body. Inorganic solutions will not affect the electrode. Infrequent measurements in solutions containing methanol, acetone, or dioxin are permitted. Highly polar solvents, such as $CHCl_3$ or DMF, should not be contained in the samples.
The addition of Total **Ionic Strength Adjuster Buffer** (TISAB) to samples and standards will

1.المجال والتطبيق: للمياه ومياه الصرف

2. ملخص الطريقة:

الكترود الشوارد النوعي (ISE) (القياس المباشر باستخدام مقياس الأيونات)

3 . مجال القياس : (حدود الكشف)

إن تركيز الفلورايد الأقل من$1.0X10^{-6}M$ (0.02 mg/L)يمكن قياسه في المحاليل الحيادية/ المعتدلة . بما أن تلوث العينة يمكن أن يكون عامل في خفض مستوى قياس الفلورايد ، يجب أخذ الحذر عند العمل بالحدود الأقل من $1.0X10^{-5}M$. و يعتبر الحد الاعلى للكشف في محلول الفلورايد المشبع.

4. الاعتيان والتخزين

من الأفضل استخدام زجاجات البولي اتيلين لجمع وتخزين العينات لتحليل الفلورايد .ومن المستحسن استخدام الأوعية الزجاجية إذا لم تحوي مسبقاً محاليل فلورايد عالية التركيز و .يجب دائما غسل الزجاجات بجزء من العينة

5. العينات المطلوبة

يجب أن تكون كل العينات مائية ولاتحتوي على مواد عضوية التي يمكن أن تذيب مادة الأيبوكسي المصنوع منها الألكترود و/أو الرابط الأسمنتي الذي يثبت الحساس الكرستالي بجسم الألكترود. لاتؤثر المحاليل غير العضوية على الألكترود. وفي حالات نادرة يسمح بإجراء قياسات لمحاليل تحتوي على الميثانول أو أسيتون أو المؤكسيدات .ويمنع تواجد المذيبات عالية القطبية مثلDMF or $CHCl_3$ في العينات.

adjust the pH to 5.0-5.5. Samples must be above pH 5 to avoid forming complexes with hydrogen ions and below pH 7 to avoid interference by hydroxide ions.
The temperature of the standard solutions and of the sample solutions should be the same and below 80℃. The use of TISAB 1 (for high level) also preferentially forms complexes with aluminum and with iron, breaking the complexes that fluoride forms with these ions. With 1 ppm fluoride present, up to 3-5 ppm aluminum or iron is complexed. If higher levels of aluminum or iron are present, useTISAB3.

6. **Necessary Equipment and Supplies:**

   1) Ion meter (Cyber Scan PCD6500 Meter)
   2) Fluoride Ion Selective Electrode (Eutech Cyanide Ion Combination Epoxy-body Electrode, Code no. EC-FO-03)
   3) Volumetric Flask (for preparation of standard solutions and ISA)
   4) Beaker (150 – 250 mL)
   5) Magnetic stirrer
   6) Polishing Paper: to polish dirty or etched electrode membranes.

7. **Required Reagents**

   1) Deionized or distilled water for solution and standard preparation.
   2) Total Ionic Strength Adjuster Buffer (TISAB 1 and TISAB 2)

إن إضافة ضابط القوة الشاردية الكلي الموقي (**TISAB**) للعينات والمحاليل يجب أن تضبط الـ**pH** إلى5.5-5.0 . و يجب ألاتزيد درجة حموضة العينات عن 5 لتجنب تشكل معقدات مع شوارد الهيدروجين ، وأقل من 7 لتجنب تشويش أو تدخل شوارد الهيدروكسيد في العملية.

يجب أن تكون درجة حرارة محاليل العينة و محاليل المعايرة نفسها وأقل من درجة حرارة 80℃.

عند استخدام (1 **TISAB**) (للمستويات العالية) فإنه تتشكل معقدات من الالمنيوم و الحديد بشكل تفضيلي، و عند تحيطم هذه المعقدات فإن الفلور يتحد مع هذه الشوارد. وتتشكل معقدات الالمنيوم والحديد بوجود من **PPM** 1 وحتى **PPM** 3-5 فلورايد.

6. أجهزة ومواد ضرورية:

1) مقياس الأيونات (Cyber Scan PCD6500 Meter)
2) الكترود شوارد الفلورايد النوعي (Eutech Cyanide Ion Combination Epoxy-body Electrode, , Code no. EC-FO-03
3) بالون معايرة (لتحضير محاليل المعايرة و ISA)
4) بياشر(150 – 250 mL)
5) محرك مغناطيسي
6) ورق التنظيف أو التنعيم : لتنظيف الأوساخ أو أغشية الألكترودات

7. الكواشف المطلوبة :

3) Fluoride Standard: 1,000 mg/L F^-, (to be prepared from reagent-grade sodium fluoride NaF)

4) Water deionized

8. **Unit of Measurement**

Fluoride concentrations can be measured in units of mg/L (ppm), moles per liter, or any other convenient concentration unit. Table below indicates some concentration unit and conversion factors.

mg/L F^-	Moles/L
190.0	10×10^{-2}
19.0	1.0×10^{-3}
1.9	10×10^{-4}

1) ماء مقطر أو منزوع الشوارد لتحضير المحاليل و المحاليل العيارية.

2) ضابط القوة الشاردية الموقي الكلي (TISAB 1 and TISAB

3) محلول الفلورايد العياري 1,000 mg/l F^- (يتم تحضيره من الكاشف المرحلي NaF)

4) ماء منزوع الشوارد

8. وحدة القياس

ت قاس تراكيز الفلورايد بالوحدات (mg/L (ppm) , مول / ليتر, أو أي وحدة تركيز ملائمة , الجدول في الأسفل يبين بعض وحدات التركيز وعوامل التحويل.

mg/L F^-	Moles/L
190.0	10×10^{-2}
19.0	1.0×10^{-3}
1.9	10×10^{-4}

Key steps to conduct the Procedure

① Pre-preparation of sample (preparing dilutions if needed.)

② Preparation of Standard Solution 1,000 ppm (1,000 mg-F^-/L) using reagent-grade Sodium Nitrate (NaF).

③ Prepare standard solutions whose concentrations vary by tenfold (20/200,

الخطوات الاساسية في العمل خلال إجراء الاختبار :

① تحضير العينة اذا ما كانت بحاجة الى تمديدً

② تحضير المحلول العياري الاساسي بتركيز 1000 ملغ/لتر من شوارد الفلور **(1.000 ppm or mg /L F^-)** باستخدام الكاشف المرحلي من نترات الصوديوم **(NaF)**.

③ تحضير المحلولين العياريين بتراكيز مضاعفة مثلاً 200/20 ، 300/30 ، 400/40 (على أن يتم تحضير

30/300, 40/400) and high concentration standard solution should be prepared firstly. ④ Preparing Ionic standard adjuster (TISAB 1 and TISAB) ⑤ Electrode Slope Check (using standard solutions whose concentrations vary by tenfold and (TISAB 1 and TISAB) ⑥ Direct measurement.	المحلول العياري الاعلى تركيزاً في البداية بدءً من المحلول العياري الاساسي. ④ حساب وتحضير محلول ضابط القوة الشاردية (TISAB 1 and TISAB) ⑤ فحص ميل الالكترود (على أن يكون بين 90-100 % عبرمعايرة جهاز الالكترود بالمحلولين العيارين المحضرين و محلول ضابط القوة الشاردية).

9. تحضير محاليل عيارية

1) المحلول العياري

Preparation of 1,000 ppm (1,000 mg-F/L): Half fill a 1,000 ml volumetric flask with distilled water and add 2.21 grams of reagent-grade **sodium fluoride (NaF)**. Swirl the flask gently to dissolve the solid. Fill the flask to the mark with distilled water, cap, and invert the flask several times to mix t he contents **_NaF= 23+19= 42 g / mole** **F^- = 19/42 = 0.4524** **1 (g/L) F^- = 1000 (mg / L) F^-**	تحضير :1,000 ppm (1,000 mg-F/L) املأ نصف بالون معايرة قياس1,000 ml بالماء المقطر وأضف 2.21غرام من الكاشف المرحلي فلورايد الصوديوم **(NaF)**. قم بتحريك بالون المعايرة بلطف بشكل دائري حتى تذوب المواد الصلبة . املأ البالون حتى العلامة بالماء المقطر ، ثم قم بتغطيته وتقليبه عدة مرات لمزج المحتويات . وهي الكمية النظرية من الكاشف المرحلي لتحضير المحلول العياري حجمه لتر واحد. **NaF= 23+19= 42 g / mole** **F^- = 19/42 = 0.4524**

$X_{(g)}$ (NaF) x 0.4524 = 1 (g/L) F^- → X = 2.21 g.	1 (g/L) F^- = 1000 (mg / L) F^- $X_{(g)}$ (NaF) x 0.4524 = 1 (g/L) F^- → X = 2.21 g

2 – how to get tenfold standard solution:	ثانياً ـ ***كيفية الحصول على المحاليل العيارية بتراكيز مضاعفة***

التركيـز	التركيز	عامـل	الحجـم	الحجـــم قبـــل	الكميـة	التركيز	الحجم المطلوب	الكميـة
1000	500	2	250	**125**=250/2	**125**	50	**25**=250/10	**225**
1000	500	2	200	**100**=200/2	**100**	50	**20**=200/10	**180**
1000	300	2	250	**125**=250/2	**125**	30	**25**=250/10	**225**
1000	300	2	200	**100**=200/2	**100**	20	**20**=200/10	**180**

التركيز الفعلى للمحلول العيارى الاصلى =(القيمة الحقيقية على الميزان التحليلى / القيمة النظرية) * 1000

التركيز الاعلى الفعلى = التركيز الفعلى الاصلى / 2

التركيز الفعلى الادنى = التركيز الفعلى الاعلى / 10

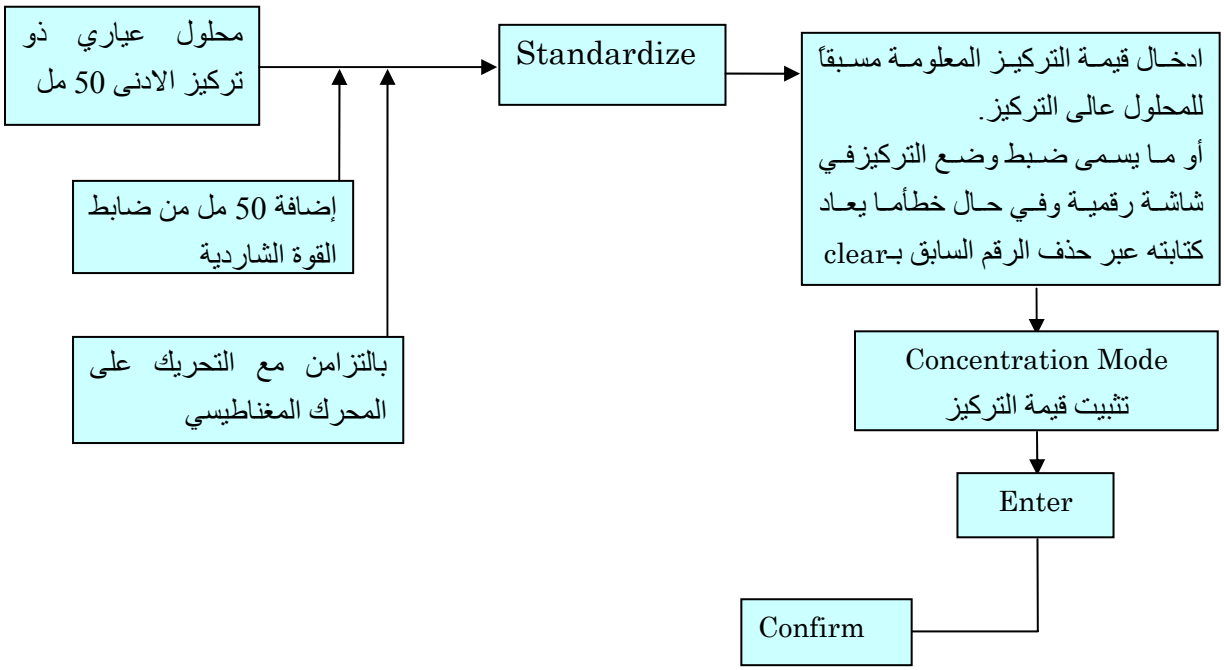
a. TISAB1 (ضابط القوة الأيونية الموقي الكلي 1)

Preparation of TISAB 1 Half fill a two-liter beaker with distilled water. Place the beaker on a magnetic stirrer, add a stirring bar, and begin stirring. Slowly add 115 ml of concentrated acetic acid, 116 grams of reagent-grade sodium chloride, and 8.0 grams of reagent-grade 1,2 cyclohexylenediaminetetraacetic acid (CDTA). After the solids have dissolved, allow the solution to cool to room temperature. Slowly add 75 grams of reagent-grade sodium hydroxide. After the solids have dissolved, allow the solution to cool to room temperature. Calibrate a pH electrode and adjust the pH to 5.25 with small addition of 5 M NaOH. Fill to the mark with distilled water.	تحضير TISAB 1 املأ نصف بيشر قياس 2 ليتر بالماء المقطر ، ضع البيشر على المحرك المغناطيسي وضع المغناطيس في البيشر ، ثم ابدأ عملية التحريك ، أضف ببطء115 ml من حمض الخل المركز ، ثم أضف 116 غرام من الكاشف المرحلي كلور الصوديوم ،و 8.0 غرام من الكاشف المرحلي 1,2 CDTA. بعد أن تذوب المواد الصلبة اترك المحلول حتى يبرد إلى درجة حرارة الغرفة . أضف ببطء 75 غرام من الكاشف المرحلي هيدروكسيد الصوديوم ، بعد أن تذوب المواد الصلبة اترك المحلول حتى يبرد إلى درجة حرارة الغرفة . قم بمعايرة الكترود الـ pH واضبط واضبط الـ pH إلى 5.25 ، مع إضافة صغيرة من 5 M NaOH املأ البيشر حتى العلامة بالماء المقطر .
Preparation of TISAB 2 (Low Level Ionic Strength Adjuster Buffer. Use when measuring in samples containing less than $2X10^{-5}M$ (0.4 ppm) fluoride and containing no fluoride complexing agents.) Place about 1'000 ml distilled water in a two-liter beaker. Add 28.5 ml glacial acetic acid	تحضير TISAB 2 (يستخدم ضابط القوة الأيونية الموقي المنخفض المستوى عند قياس عينات تحتوي فلورايد بتراكيز أقل من $2X10^{-5}M$ (0.4 ppm). وعندما لاتحتوي على وسائط تحويل الفلورايد إلى معقد . ضع حوالي 1'000 ml من الماء المقطر في بيشر قياس 2

and 29 grams sodium chloride. Place the beaker on a magnetic stirrer, add a stirring bar and begin stirring. Immerse a calibrated pH electrode into the solution. Slowly add 5 M NaOH until the pH is 5.25. Allow the solution to cool and fill to the mark with distilled water.	ليتر ، أضف 28.5 ml من حمض الخل الثلجي و 29 غرام من كلور الصوديوم . ضع البيشر على المحرك المغناطيسي والمغناطيس قي البيشر ، ثم ابدأ عملية التحريك ، اغمس طرف الكترود الـ pH المعاير في المحلول . أضف ببطء 5 M منNaOH حتى يصبح الـpH (5.25) اترك المحلول حتى يبرد واملأ البيشر حتى العلامة بالماء المقطر.

رابعاً - المعاييرة أو فحص ميل الالكترود

المحلول العياري الاول :



نعاير بالطريقة ذاتها الجهاز على المحلول العياري الاعلى.

ملاحظات أساسية يجب الاخذ بها عند انهاء المعايرة بالمحلول الثاني :

- يجب أن يظهر فرق الكمون بين المحلولين ما بين 55-58 mv .

- قيمة الميل أكبر من 90%.
- اذا كان االميل أقل من 90% فمن المؤكد وجود خطأ في تحضير المحلولين العيارين (يفضل أن تكون 200/20 ، أو خطأ في ضبط فروقات درجة الحرارة بين المحلولين العياريين و العينة ولذلك يجب ضبطها عبر Apply Temperature Compensation (0.0 mv)

10. **Measurement Procedure**

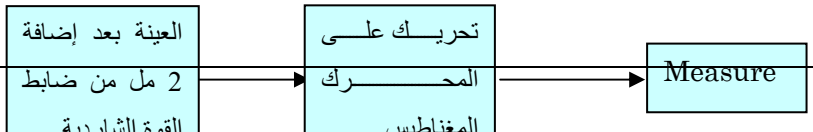
1. Electrode Slope Check		**فحـــــــــص ميـــــــــل الألكتـــــــــرود**	
①	Prepare standard fluoride solutions whose concentrations vary by tenfold. Use the 1,000 mg/L fluoride standard. Use the serial dilution method for this preparation.	قم بتحضير محاليل الفلورايد العيارية وذلك بتراكيز يكون الفرق بينها عشرة أضعاف استخدم 1,000 mg/Lمن محلول الفلورايد العياري واستخدم طريقة التمديد المتسلسلة من أجل هذا التحضير.	①
②	To a 150 – 200 mL beaker, add 50mL of the lower value standard and 50mL of TISAB. Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	أضـف 50**mL** مـن محلـول المعـايرة ذو القيمـة الأدنى و 50mL من TISAB إلى بيشرقياس 150 – 200 Ml ضـع البيشـر علـى المحـرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك بمعدل ثابت. انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول . تأكد أن الجهاز في وضع التركيز	②
③	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط الجهاز على التركيز العياري, وثبت القيمة في الذاكرة.	③
④	Rinse the electrode with distilled water and blot dry.	اغسـل الألكتـرود بالمـاء المقطـر وقـم بتجفيفـه.	④
⑤	To another 150 – 200 mL beaker, add	أضـف 50mLمـن معيـار القيمـة الأعلـى و	⑤

	50mL of the higher value standard and 50mL of TISAB. Place the beaker on a magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution. Assure that the meter is in the concentration mode.	50mL من TISAB. إلى بيشرقياس 150 – 200 mLوضع البيشر على المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك عند قيمة ثابتة. انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول . تأكد أن الجهاز في وضع التركيز	
⑥	Adjust the meter to the concentration of the standard and fix the value in the memory.	اضبط الجهاز حسب التركيز المعياري , وثبت القيمة في الذاكرة	⑥
⑦	Read the electrode slope. Correct electrode operation is indicated by a slope of 90 – 100%.	اقرأ ميل الألكترود.تعتبر عملية الألكترود صحيحة إذا كان الميل بين .100% – 90	
1. Direct Measurement		**تعريف طريقة القياس المباشر**	**.1**
	Direct measurement is a simple procedure for measuring a large number of samples. A single meter reading is all that is required for each sample. The ionic strength of samples and standards should be made the same by adjustment with TISAB. The temperature of both sample solutions and standard solutions should be the same.	القياس المباشر هو اجراء بسيط لقياس أعداد كبيرة من العينات .مطلوب قراءة واحدة فقط لكل عينة.يجب أن تكون القوة الشاردية للمحاليل العيارية والعينات متطابقةعن طريق ضبطها بـ .TISAB كما يجب أن تكون حرارة محاليل العينة ومحاليل المعايرة نفسها.	
2.	**Direct Measurement of Fluoride**	**القياس المباشر للفلورايد**	**.2**
①	By serial dilution of the 1,000 mg/L fluoride standard, prepare two standards	باستخدام التمديد المتسلسل لـ 1,000 mg/L من محلول الفلورايد العياري , قم بتحضيرمحلولين عياريين	①

	whose concentration is near the expected sample concentration. Add 50 mL of TISAB 1 or TISAB 2, to each 50 mL of standard. When calibrating, assume that the added TISAB has no effect on the standard concentration.	للفلورايد بتراكيز قريبة من تراكيز العينة المتوقعة . أضف 50 mL من TISAB 1 أو TISAB 2 إلى 50 mL من المحلولين . عند القيام بالمعايرة افترض أن TISAB المضاف لايؤثر على التركيز العياري.	
②	Place the more diluted solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Assure that the meter is in the concentration mode.	ضع المحلول الأكثر تمديداًعلى المحرك المغناطيسي وابدأ عملية التحريك بمعدل ثابت. تأكد أن الجهاز في وضع التركيز	②
③	Lower the electrode tip into the solution.	انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول	③
④	Adjust the meter to the concentration of the fluoride standard and fix the value in the memory after stabilization of the reading.	اضبط ال جهاز على التركيز العياري الفلورايد وثبت القيمة في الذاكرة بعد استقرار القراءة	④
⑤	Rinse the electrode with distilled water and blot dry. Place the more concentrated solution on the magnetic stirrer and begin stirring at a constant rate. Lower the electrode tip into the solution.	اغسل الألكترود بالماء المقطر وقم بتجفيفه , ضع المحلول الأكثر تركيزاً على المحرك المغناطيسي وابدأعملية التحريك بمعدل ثابت،انزل الطرف السفلي للإلكترود في المحلول	⑤
⑥	Adjust the meter to the concentration of the fluoride standard and fix the value in the memory after stabilization of the reading.	اضبط الجهاز على التركيز العياري الفلورايد وثبت القيمة في الذاكرة بعد استقرار القراءة .	⑥
⑦	For lower level measurements (below 0.4 mg/L), place the rinsed, dried electrode into a solution containing equal volumes of	بالنسبة لقياسات التراكيز المنخفضة (أقل من 0.4 mg/L) ضع الألكترود المغسول والمجفف في المحلول الذي	⑦

	distilled water and TISAB 1 or TISAB 2 After stabilization, fix the blank value in the meter.	يحتوي على حجوم متساوية من الماء المقطر و TISAB 1أو TISAB 2 بعد استقرار القراءة، ثبت قيمة الشاهد في الجهاز	
⑧	After rinsing the electrode and blotting dry, place the electrode tip into the same diluted with an equal volume of TISAB 1 or TISAB 2. After stabilization, read the concentration directly from the meter display.	بعد غسل الألكترود وتجفيفه ,ضع طرف الألكترود في نفس المحلول الممدد بحجم متساوي من TISAB 1أو TISAB 2 , بعد استقرار القراءة. اقرأ التركيز مباشرة على شاشة الجهاز.	⑧
⑨	**The calibration should be checked every 1-2 hours. Assuming no change in ambient temperature, place the electrode tip in the first fluoride standard. After the reading has stabilized, compare it to the original reading in Step ④ above. A reading differing by more than 0.5 mV or a change in ambient temperature will necessitate the repetition of Step ②- ⑧ above. The meter should be re-calibrated daily.**	**يجب التحقق من المعايرة كل ساعتين .وبفرض عدم تغير درجة حرارة الجو المحيطة , ضع طرف الألكترود في محلول الفلورايد العياري الأول . بعد استقرار القراءة قارنها بالقراءة الأساسية في الخطوة ④ المذكورة سابقاً . إن اختلاف القراءة بأكثر من 0.5mV أو ال تغير في درجة الحرارة ، يستلزم إعادة الخطوات من ② إلى ⑧. يجب إعادة معايرة الجهاز يومياً**	⑨

مرحلة القياس :



11. **Electrode Storage**

The fluoride electrode may be stored for short periods of time in 190 mg/L (1.0×10^{-2} M) fluoride solution with TISAB added. For longer storage (longer than two weeks), rinse and dry the sensing pellet and cover the membrane tip with any protective cap shipped with electrode. The reference portion of the combination electrode (or the outer chamber of the reference electrode) should be drained of filling solution, if refillable, and the rubber insert placed over the filling hole. The fluoride electrode should never be stored in distilled water.

12. **pH Effects**

Hydrogen complexes a portion of fluoride in solution, forming the un-dissociated acid HF and the ion HF_2^{-1} in acid solutions with a pH below 5. The proportion of free fluoride ion in acid solutions is shown in Figure below.

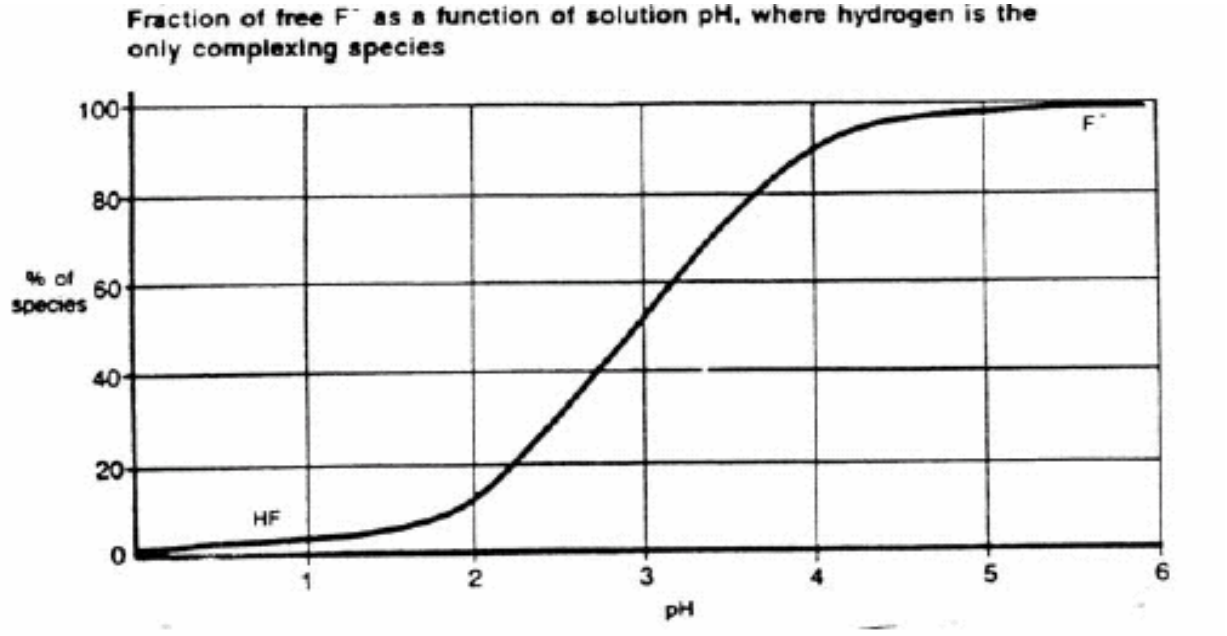
10 . تخزين الألكترود

يمكن حفظ الكترود الفلورايد لفترات قصيرة من الوقت في (1.0×10^{-2} M) 190 mg/L من محلول الفلورايد مع إضافة TISAB.من أجل تخزين أطول (أكثر من اسبوعين), قم بغسل وتجفيف الكرة الحساسة ثم قم بتغطية طرف الغشاء بأي غطاء حماية مزود مع الألكترود . , يجب غسل القسم المرجعي المرفق بالألكترود بمحلول التعبئة (أ, الجوان الخارجي من القسم المرجعي) ,و إذا كان قابل لإعادة التعبئة وكانت القطعة المطاطية موضوعة حول فتحة التعبئة . يجب أن لايخزن الكترود الفلورايد في الماء المقطر.

11 . تأثير الـpH

تشكل معقدات الهيدروجين الموجودة في محلول الفلورايد حمض الفلورHF غير المفكك وشوارد الهيدروجين HF_2^{-1} في المحاليل الحمضية التي يكون فيها **الـ**pH أقل من 5 .تبين نسبة شوارد الفلورايد في المحاليل الحمضية في الشكل أدناه:

لا توجد شروط خاصة لتخزين العينة لاجراء التحليل بعد فترة .



When the level of hydroxide is greater than one-tenth the level of fluoride ion present, hydroxide ion interferes with electrode response to fluoride. As an example, no hydroxide interference with fluoride measurements take place at pH 7 when the hydroxide concentration is $1.0X10^{-7}$ or less. As the pH increases, the hydroxide interference becomes appreciable. At pH 10, hydroxide ion concentration is $1.0X10^{-4}M$ and no error is found in measurements of $1.0X10^{-2}M$ fluoride. At the same hydroxide ion concentration and a fluoride concentration of $1.0X10^{-4}M$, about a 10% measurement error appears. At a fluoride concentration of $1.0X10^{-5}M$, considerable error exists in a pH 10 solution. Following Figure illustrates these errors.

The addition of TISAB 1 or TISAB 2 to all fluoride samples and standards buffers the pH between 5.0-5.5 to help avoid hydroxide interference or the formation of hydrogen complexes of fluoride

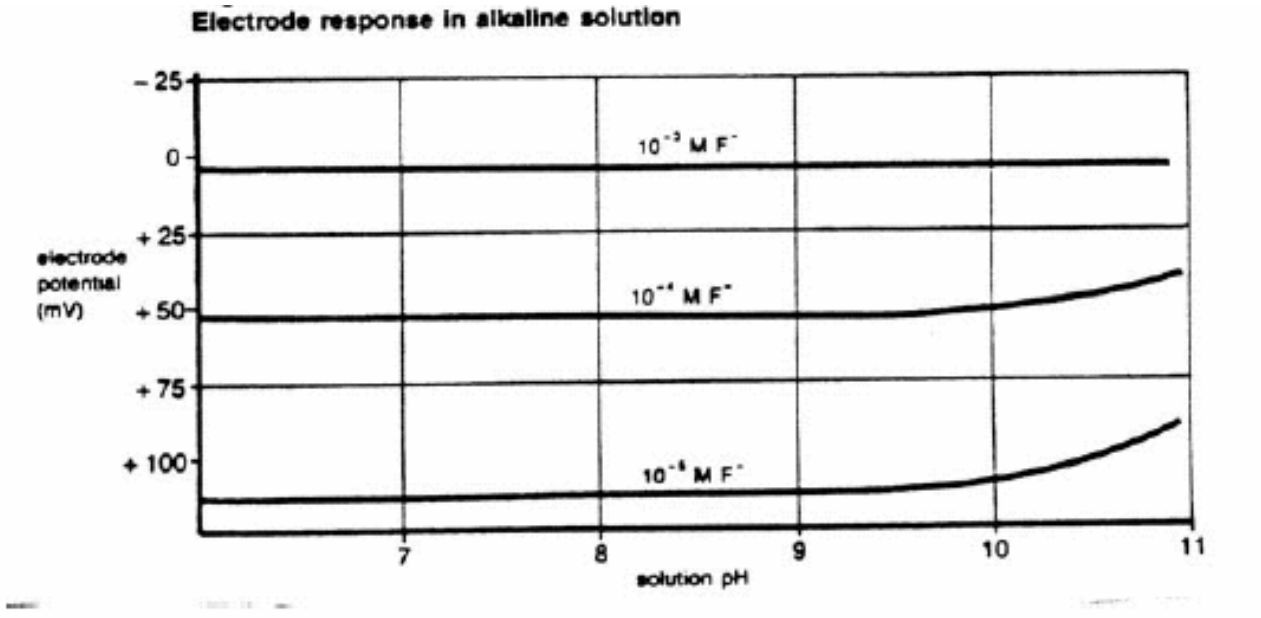
عندما يكون مستوى الهيدروكسيد أكثر من عُشر مستوى شوارد الفلورايد الموجود ، فإن شوارد الهيدروكسيد تشوش على استجابة ألكترود الفلورايد .وكمثال : عندما يكون تركيز الهيدروكسيد $1.0X10^{-7}$ أو أقل، فإنه لايوجد تداخل/ أو تشويش للهيدروكسيد مع قياسات الفلورايد عند القيمة 7 للـ pH وبازدياد قيمة الـ pH يصبح تداخل / تشويش الهيدروكسيد واضحاً .

وعند القيمة 10 للـ pH يكون تركيز شوارد الهيدروكسيد $1.0X10^{-4}M$ ، ولايوجد خطأ في قياس تركيز الفلورايد عند القيمة $1.0X10^{-2}M$

وبنفس تركيز شوارد الهيدروكسيد وتركيز $1.0X10^{-4}M$ للفلورايد ،عندها يظهر خطأ معياري بنسبة 10% . وعند تركيز $1.0X10^{-5}M$

للفلورايد ، فإنه يحصل خطأ لا يمكن اهماله (كبير) في المحلول الذي تكون فيه قيمة الـ pH = 10 .والشكل التالي يوضح هذه الأخطاء:

إن إضافة **TISAB1** or **TISAB2** إلى كل عينات الفلورايد وكذلك الموقي العياري بحيث يكون فيها الـ pH مابين 5.5-5.0 فإن ذلك يساعد في تجنب تداخلات الهيدروكسيد أوتشكل معقدات الهدروجين مع الفلورايد.



إجراءات تشغيل الجهاز :

1 – switch on power supply , then , connect the target ion electrode directly to Channel 1 or 2 (to measure Ions, Conductivity and PH).figure(1)	***أولاً:*** وصل مصدر الطاقة ثم وصل مخرج الالكترود المراد استعماله لقياس الشاردة الهدف في مدخل القناة الاولى أو الثانية (للايونات و الحموضة و الناقلية) الشكل (1)
2 – Eutech Instrument will appear as shown in Figure (2) 3 – Double click on PCD6500 ICON) 4 – assigning Channel for PCD6500(5 channel) Figure (3) 5 – Chose Ch1 (double click on it). 6 – Click on ION icon. 7-single click on SET UP to chose the parameter to be measured – figure (4) 8 – single click on(Single Channel) icon to	ثانياً: تظهر شاشة سطح المكتب كما هو مبين في الشكل(2) . ثالثاً : انقر على ايقونة PCD6500 مرتين ، حتى تدخل الى الشاشة اللاحقة . رابعاً: الشاشة التي ظهرت هي شاشة القنوات العاملة (خمس قنوات) الشكل (3) خامساً : اختر القناة الاولى بالنقر على Ch1 مرة واحدة وذلك بعد التأكد من وصل الالكترود المطلوب بمكانه الصحيح في اللوحة الخلفية للجهاز. سادساً : انقر مرة واحدة على ايقونة ION داخل خط القناة

enter ion measurement display – figure (5)	الاولى .
	سابعاً : انقر على set-up الموجود على سطح المكتب من الموقع الموجود حالياً فيه، حتى تدخل الى اعدادت الالكترود وضبطه واختيار نوعه كما هو مبين في الشكل (4)
	ثامناً :انقر مرة واحدة على أيقونة Single Channel الموجودة على سطح المكتب الموجود فيه للدخول على شاشة قياس الايون الهدف (النترات مثلاً) (حيث يتواجد في هذه الشاشة ايقونات المعايرة والقياس للمحاليل العيارية و العينة على التوالي).
Note: use MODE to change between windows.	ملاحظة: نستخدم الـ Mode للتنقل بين النوافذ و العودة الى الوراء خطوة.

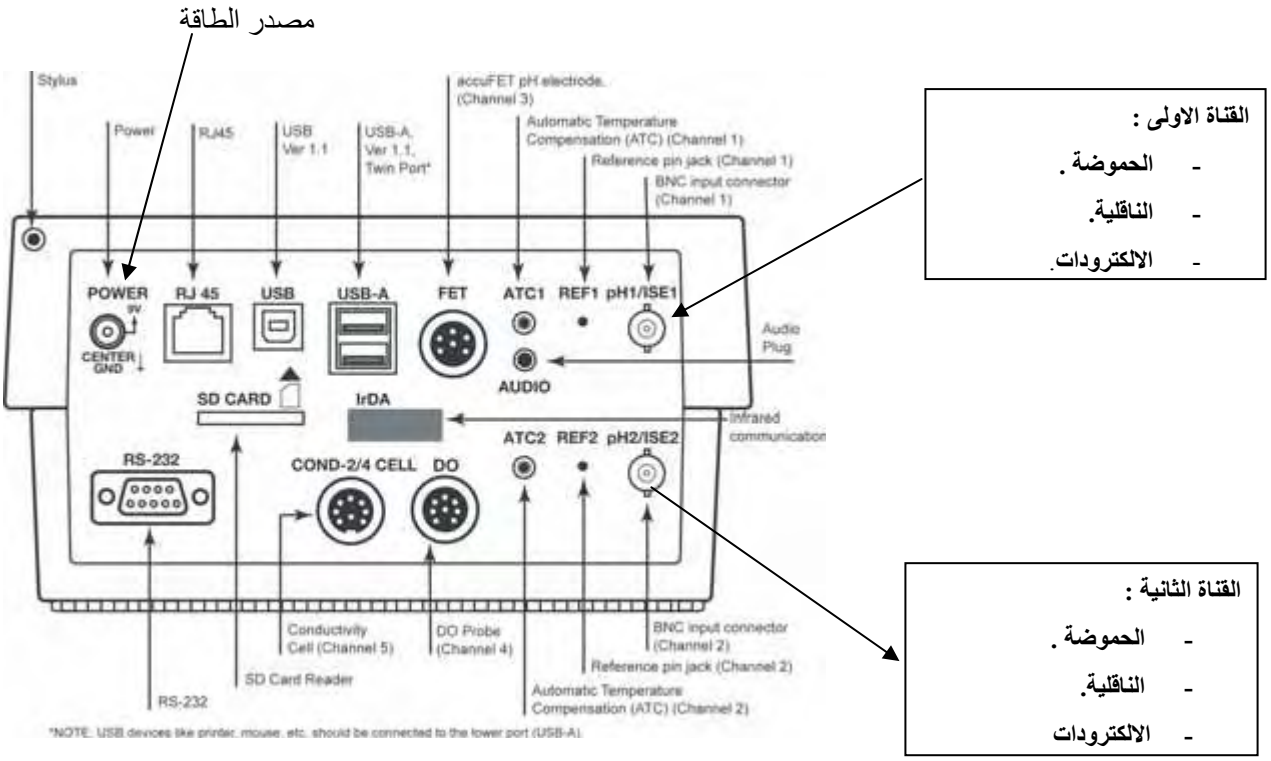
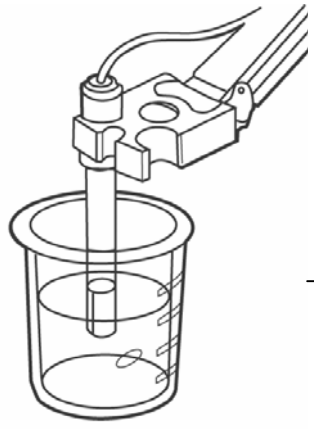


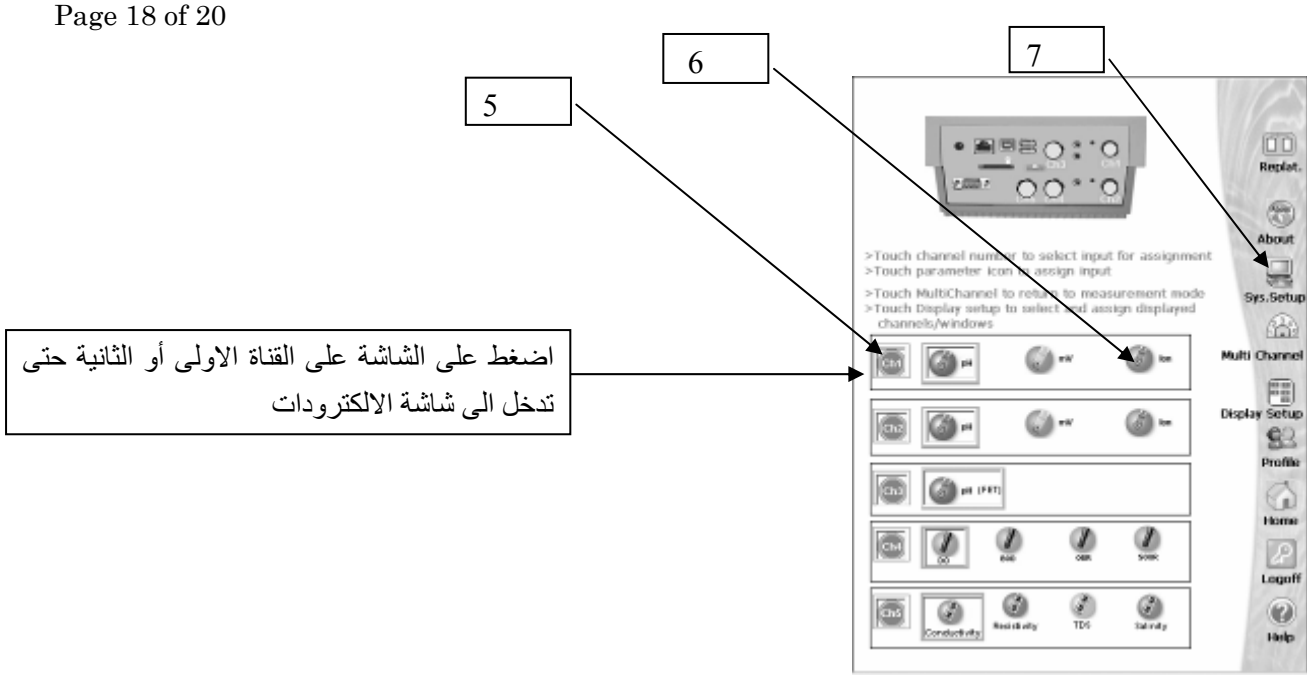
Figure 1



إزالة الغطاء وغسيل الالكترود بالماء المقطر أو المنزوع الشوارد وتنشيفه بورق ترشيح دون مسحه قبل و بعد كل استعمال.
ويحفظ في محلول الحفظ تركيزه (1.0×10^{-2} M) 190 mg/L من محلول الفلورايد مع إضافة TISAB.

انقر مرتين
Double click

Figure 2



Assigning channels for PC6000, PH6500, PC6500 and PCD6500 (example shown is PCD6500)

Figure 3

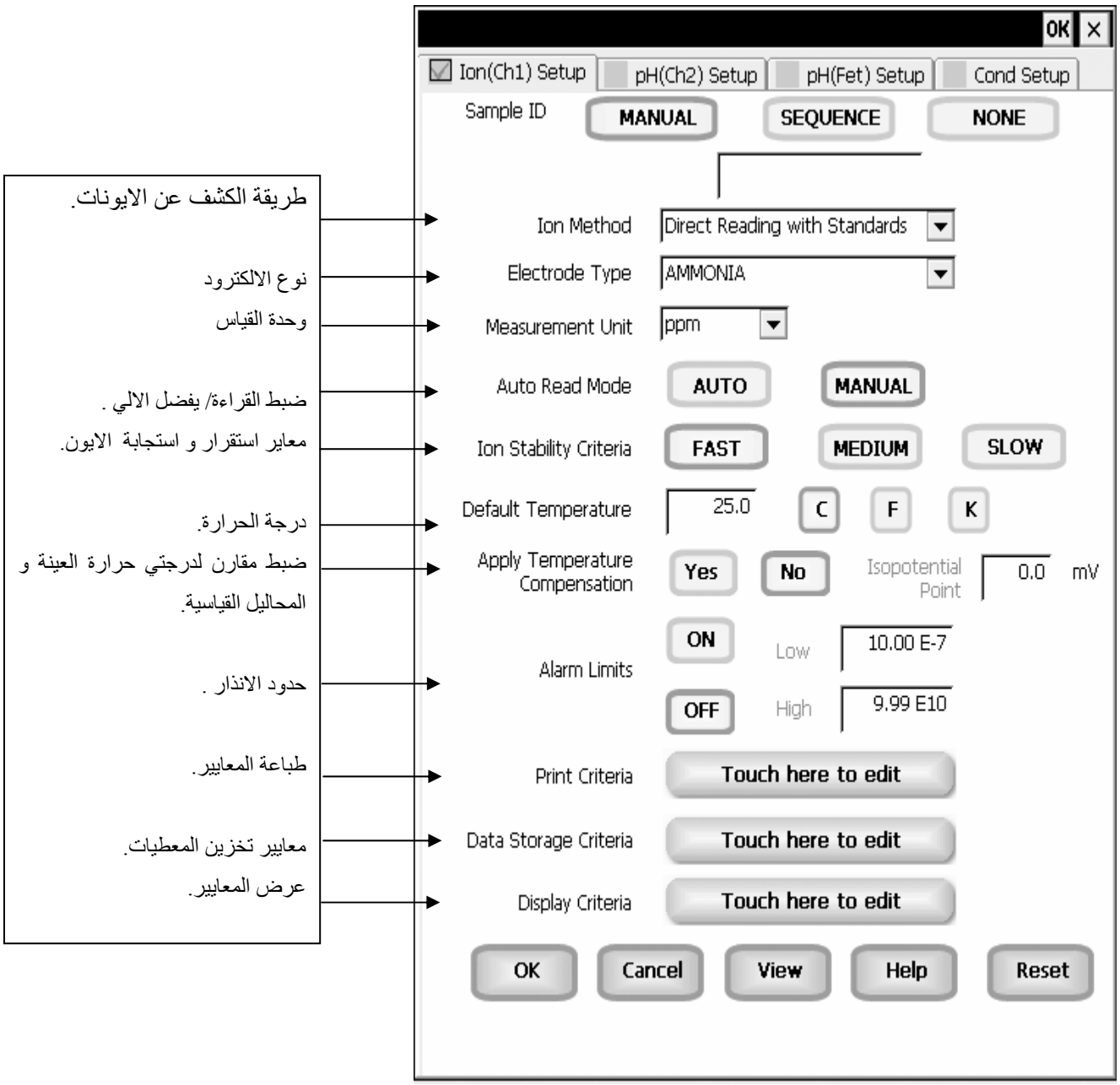

طريقة الكشف عن الايونات.
نوع الالكترود
وحدة القياس
ضبط القراءة/ يفضل الالي .
معاير استقرار و استجابة الايون.
درجة الحرارة.
ضبط مقارن لدرجتي حرارة العينة و المحاليل القياسية.
حدود الانذار .
طباعة المعايير.
معايير تخزين المعطيات.
عرض المعايير.
OK
Ion(Ch1) Setup
pH(Ch2) Setup
pH(Fet) Setup
Cond Setup
Sample ID
MANUAL
SEQUENCE
NONE
Ion Method
Direct Reading with Standards
Electrode Type
AMMONIA
Measurement Unit
ppm
Auto Read Mode
AUTO
MANUAL
Ion Stability Criteria
FAST
MEDIUM
SLOW
Default Temperature
25.0
C
F
K
Apply Temperature Compensation
Yes
No
Isopotential Point
0.0
mV
Alarm Limits
ON
Low
10.00 E-7
OFF
High
9.99 E10
Print Criteria
Touch here to edit
Data Storage Criteria
Touch here to edit
Display Criteria
Touch here to edit
OK
Cancel
View
Help
Reset

Figure 4

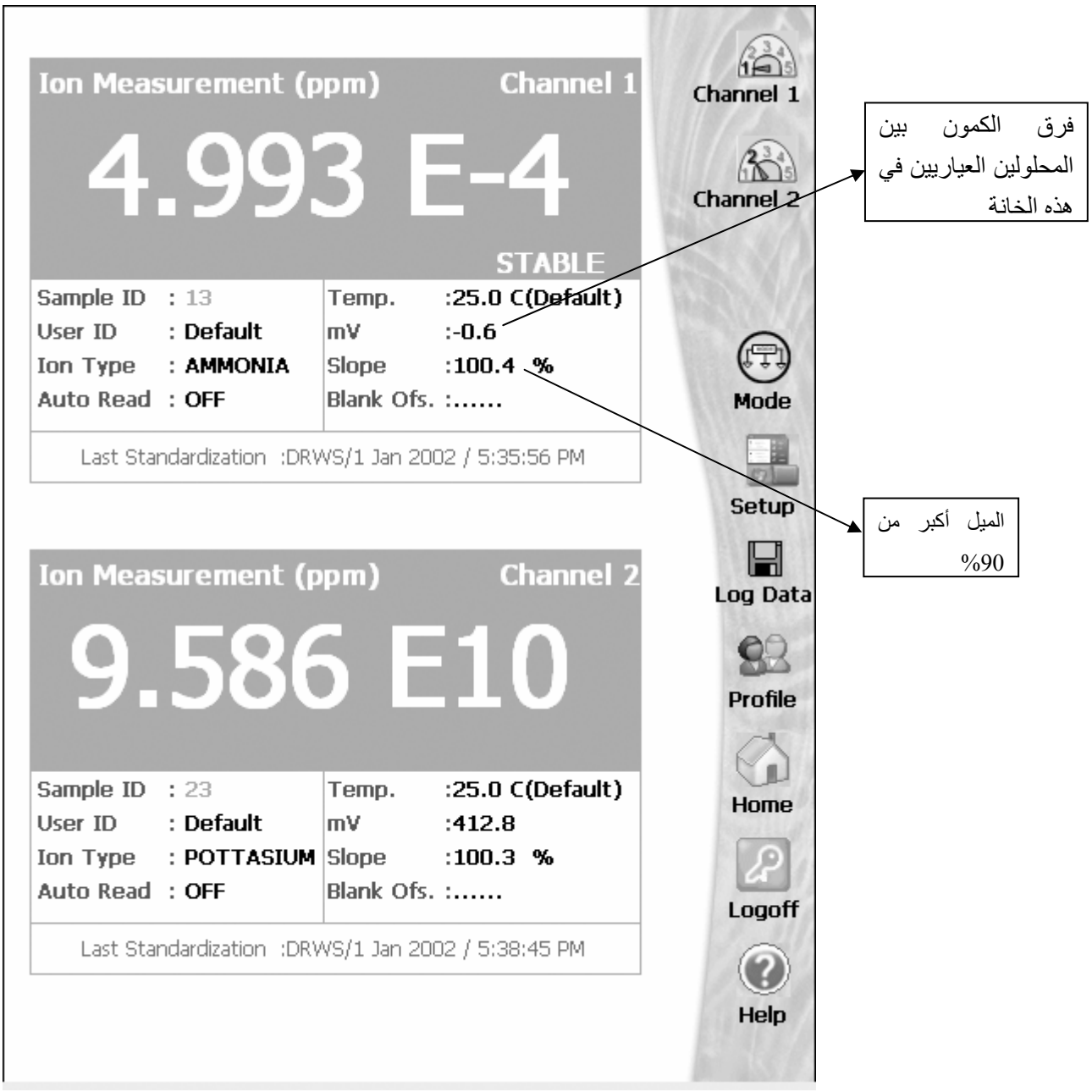

Ion Measurement (ppm) Channel 1
4.993 E-4
STABLE
Sample ID : 13
User ID : Default
Ion Type : AMMONIA
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :-0.6
Slope :100.4 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:35:56 PM
Ion Measurement (ppm) Channel 2
9.586 E10
Sample ID : 23
User ID : Default
Ion Type : POTTASIUM
Auto Read : OFF
Temp. :25.0 C(Default)
mV :412.8
Slope :100.3 %
Blank Ofs. :.....
Last Standardization :DRWS/1 Jan 2002 / 5:38:45 PM
Channel 1
Channel 2
Mode
Setup
Log Data
Profile
Home
Logoff
Help
فرق الكمون بين المحلولين العياريين في هذه الخانة
الميل أكبر من %90

Figure 5

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of Sulfide

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد الكبريت الكلي

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجود

Damascus DFEA **مديرية دمشق**

1. **Scope and Application:** For testing total sulfides, H2S, HS-, and certain metal sulfides in groundwater, wastewater brines, and seawater. Adapted from *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater analysis*. Procedure is equivalent to USEPA method 376.2 and Standard Method 4500-S2-D for wastewater.
2. **Summary of Method:** Methylene Blue method
3. **Measurement range:** 5 to 800 μ g/L
4. **Necessary Equipment and Supplies:**
   1) UV/VIS Spectrophotometer (HACH DR 5000)
   2) Sample Cells, 1-inch square, 10mL, matched pair: 2/Test
   3) Stopper for 18-mm tube
5. **Required Reagents**
   1) Sulfide 1 Reagent: 2 mL/Test (Cat No.: 1816-32)
   2) Sulfide 2 Reagent: 2 mL/Test (Cat No.: 1817-32)
6. **Principle of Determination**

Hydrogen sulfide and acid-soluble metal sulfides react with N,N-dimyethyl-p-phenylenediamine

1 . المجال والتطبيق :

لاختبار الكبريت الكلي، H2S, HS- ، ومركبات م ح ددة لكبريتات المعادن في المياه الجوفية، مياه الصرف المالحة، و مياه البحر. وهذه الطريقة معتمدة من قبل ***الاختبارات و الفحوص القياسية لتحاليل المياه و مياه الصرف***. ومطابقة للطريقة رقم 376.2 و الطريقة القياسية 4500-S2-D لمياه الصرف وفق وكالة البيئة الامريكية .

2. ملخص الطريقة : طريقة أزرق الميتلين.

3. مجال القياس : من 5 الى 800 ميكرو غرام / لتر (μ g/L)

4. التجهيزات و المواد المطلوبة :

1. جهاز سبكتروفوتومتر(UV/VIS ⁄ HACH DR 5000)
2. زوج خلايا عينات، 1 أنش مربع ، 10 مل / لكل اختبار.
3. سدادة أنابيب قياس 18 ملليمتر .

5. الكواشف المطلوبة :

1) كاشف كبريت 1 : 2 مل / لكل اختبار Cat No.: 1816-32
2) كاشف كبريت 2 : 2 مل / لكل اختبار Cat No.: 1816-32

6. قاعدة التحديد :

تتفاعل كبريتات المعادن الحمضية المنحلة و كبريت الهيدروجين مع N,N-dimyethyl-p-phenylenediamine

sulfate to form methylene blue. The intensity of the blue color is proportional to the sulfide concentration . high sulfide levels in oil field waters may determined after proper dilution. Test results are measured at 665 nm.

7. Sample Collection, Storage, and Preservation

Collect sample in clean plastic or glass bottles. Fill completely and cap tightly. Avoid excessive agitation or prolonged exposure to air. Analyze samples immediately.

Don't store sample for more than 7 days before analysis, and pH to be set at least 9.

For sample storage, follow below:

Add 2N Zinc acetate 4 drops before sample collection foe every 100mL sample. Add then adjust pH by using Sodium Hydroxide to be more than 9.

لتشكل أزرق اليثيلين. تتناسب شدة اللون الازرق مع تركيز الكبريت طرداً. تخضع المياه الزيتية عالية التركيز بالكبريتات الى تمديد قبل التحليل، تقاس النتائج عند طول موجة 665 نانومتر .

7. جمع العينات، التخزين، و الحفظ :

قم بجمع العينات في أوعية بلاستيكية أ, زجاجية نظيفة. بحيث تعبئ بشكل كامل وإغلاقها باحكام . تجنب خض وعاء العينة و التعرض المديد للهواء وقم بتحليل العينة بشكل مباشر.

حفظ العينة لفترة لا تتجاوز الـ 7 أيام قبل التحليل يتم ضبط الـ **PH** ال أكثر من 9 وذلك كما يلي :

- يوضع محلول خلات الزنك في وعاء الاعتيان قبل وضع العينة بحيث يكون كل 4 نقاط **2n.(Zn(CH3COO) $_2$ .2H2O)** لكل 100 مل عينة.

- ضبط الـ **PH** بواسطة هيدروكسيد الصوديوم حتى > 9.0

Preparation of Sulfide Standards

Take care in preparing reliable stock solutions of sulfide for calibration and quality control. Prepare sulfide standards from sodium nonahydrate ($Na_2S \cdot 9H_2O$) crystals.

Preferably remove single crystals of $Na_2S \cdot 9H_2O$ from reagent bottle with nonmetallic tweezers; quickly rinse in degassed reagent water to remove surface contamination. Blot crystal dry with a tissue, then rapidly transfer to a tared, stoppered weighing bottle containing 5

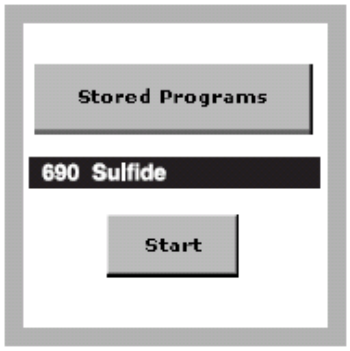
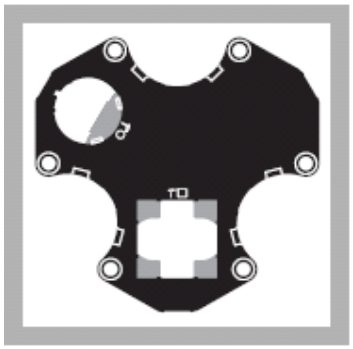
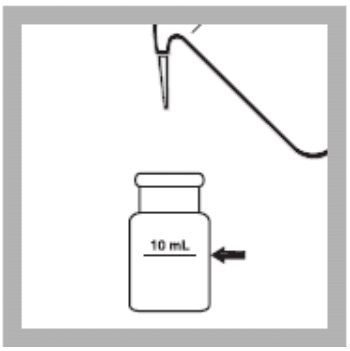
تحضير محاليل الكبريت المخزنة من أجل المعايرة و ضبط الجودة:

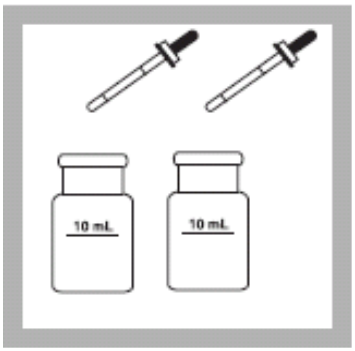
قم بتحضير المحاليل العيارية للكبريت من كبريت الصوديوم اللامائي الكريستالي (Na2S . 9H2O).

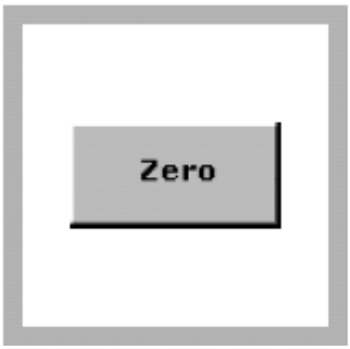
يفضل أخذ بلورة واحدة من كبريت الصوديوم اللامائي الكريستالي (Na2S . 9H2O) باستخدام ملاقط غير معدنية، اشطفها بسرعة في مياه الكاشف منزوع الاوكسجين المنحل(يستخدم هنا ماء منزوع الشوارد بدلاً منه) لازالة

to 10 mL degassed reagent water. Repeat procedure until desired amount of sodium sulfide is in weighing bottle. Determine amount of $Na_2S \cdot 9H_2O$ in weighing bottle by difference, then multiply the weight by 0.133 to determine the amount of S^{2-}. Avoid excess agitation and mixing of the solution with atmospheric oxygen. Quantitatively transfer and dilute entire contents of weighing bottle to an appropriate size volumetric flask with degassed reagent water to prepare a known concentration sulfide stock solution (3.750 g $Na_2S \cdot 9H_2O$ diluted to a final volume of 500 mL will give a stock solution of which 1.00 mL = 1.00 mg S^{2-}) Store stock solution with minimum headspace for no more than 1 week.	التلوث السطحي. قم بمسح البلورة الجافة بقطعة قماشية ثم انقلها بسرعة الى إناء وزن مغلق بسدادة ، يحوي على 5-10 مل من ماء كاشف منزوع الغاز.كرر العملية حتى الحصول على الكمية المرغوبة من كبريت الصوديوم في وعاء الوزن. عندها حدد كمية Na2S . 9H2O بوزن الوعاء وطرحه.قم بضرب الوزن بـ 0.133 لتحديد كمية S^{--} . تجنب الخضخضة و مزج المحلول مع الأوكسجين الجوي . اتقل المحتويات الداخلية الممدة لوعاء الوزن الى بالون معايرة حجمي مناسب مع مياه الكاشف المنزوعة الغاز لتحضير محلول كبريت جاهز للتخزين (3.750 g Na2S . 9H2O ممدد الى الحجم النهائي للبالون 500 مل يعطي محلول تخزين بحيث يكون 1.00 مل = 1.00 ملغ S^{--}) قم بتخزين المحلول لفترة استخدام لا تتجاوز أسبوع واحد . ***المحلول المحضر تركيزه 1000 ملغ/لتر ونريد منه تحضير 0.5 ملغ/لتر عبر التمديد المتسلسل مرتين : تمديد 100 (من 1000 الى 10 ملغ/لتر) مرة وأخرى ثانية 20 مرة (من 10 ملغ/لتر الى 0.5 ملغ/لتر)***

8. Measurement Procedure (Sulfide)

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
1	Select the test (Program No. 690)		قم باختيار برنامج الاختبار (رقم 690)
2	Insert the multi cell Adapter with 1-inch square cell holder facing the user		أدخل حامل الخلايا بحيث يكون حامل الخلية المربعة ذات الحجم 1انش مواجهاً للمستخدم
3	Prepared Sample: Avoiding excess agitation of sample, use a pipet add 10 mL of sample to a square sample cell.		تحضير العينة : تجنب الرج / الخض الشديد للعينة وأضف 10 مل من العينة باستخدام ماصة الى الخلية المربعة .
4	Blank Preparation: Measure 10 mL of deionized water into a second square sample cell.		تحضير عينة الشاهد : ضع 10 مل من الماء المنزوع الشوارد في خلية العينة المربعة الثانية .

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
5	Use the calibrated dropper to add 0.5 mL of Sulfide 1 Reagent to each cell. Swirl to mix.		استخدم قطارة معايرة لاضافة 0.5 مل من كاشف كبريت 1 الى كل خلية حرك بشكل دائري حتى يمتزج بشكل جيد.
6	Use the calibrated dropper to add 0.5 mL of Sulfide 2 Reagent to each cell.		استخدم قطارة معايرة لاضافة 0.5 مل من كاشف كبريت 2 الى كل خلية
7	Cap the cell and immediately invert to mix. A pink color will develop, then the solution will turn blue if sulfide is present.		أغلق الخلية وحركها مباشرةً لمزجها . يظهر اللون الزهري / الوردي، وفي حال تواجد الكبريت سيتحول اللون الى الازرق في المحلول.
8	Press TIMER>OK. A five-minute reaction period will begin.		اضغط TIMER>OK. ويبدأ عندها زمن التحضير للتفاعل لمدة 5 دقائق.

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
9	When the timer expires, wipe the blank and insert it into the cell holder with the fill line facing the user.		عندما ينتهي التوقيت قم بمسح عينة الشاهد وإدخالها الى حامل العينة بحيث يكون خط ملئ العينة مواجه للمستخدم
10	Press ZERO. The display will show: 0 μ g/L S^{2-}		اضغط ZERO يظهر على الشاشة : 0 μ g/L S^{2-}
11	Wipe the prepared sample and insert it into the cell holder with the fill line facing the user. Results are in μ g/L S^{2-}		امسح العينة المحضرة وأدخلها الى حامل العينة بحيث يكون خط ملئ العينة مواجه للمستخدم تظهر النتيجة بـ μ g/L S^{2-}

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of total suspended solids

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

المواد الصلبة المعلقة الكلية

إعداد الكيميائي ____________________ التاريخ ______________

مراجعة ______________________ التاريخ ______________

مدير المخبر أو منسق ضمان الجودة

مديرية دمشق Damascus DFEA

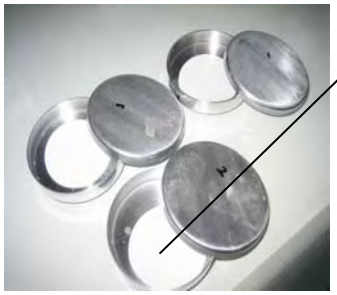
1. **Measurement of Total Suspended Solids (Gravimetric method)**	**1. اسم الطريقة : تحديد المواد الصلبة الكلية المنحلة TSS / SS باستخدام طريقة التحليل الوزني**
2. Sample Handling and Preservation Use resistant-glass or plastic bottles, provided that the material in suspension does not adhere to container walls. Begin analysis as soon as possible because of the impracticality of preserving the sample. Refrigerate sample at 4℃ up to the time of analysis to minimize microbiological decomposition of solids. Transportation and short-term storage of sample will not normally affect the results of the test. Preferably do not hold samples more than 24 h. In no case hold sample more than 7 d. Bring samples to room temperature before analysis.	**2. كيفية التعامل مع العينة و الحفظ** استخدم زجاج مقاوم أو أوعية بلاستيكية ، حيث أن المواد في الحالة المعلقة لا تلصق بجدار الحاوية.قم بعملية التحليل حالاً بسبب كون تخزين العينة غير عملي. قم بحفظ العينة عند 4º C تبعاً لزمن التحليل **لتقليل** التفكك الميكروبيولوجي للمواد الصلبة. إن نقل وتخزين العينة لفترة قصيرة لن يؤثر على نتائج لاختبار. ويفضل عدم ترك العينة أكثر من 24 ساعة. ولا يسمح بأي حال بترك العينة اكثر من 7 أيام.ضع العينة في غرفة حفظ درجة الحرارة قبل التحليل.
3. Apparatus ① Filter holder, ② Glass-fiber filter paper, Whatman GF/C or equivalent, of a size compatible with the filter holder, ③ Suction flask, ④ Drying oven, ⑤ Desiccator, ⑥ Analytical balance, capacity 200 g (or more), accuracy 0.1 mg, ⑦ Vacuum pump or aspirator	**التجهيزات** ① حامل الفلتر. ② ورق ترشيح الاليـاف الزجاجيـة, نـوع GF/C -Whatman أو بديل مناسب. يتوافق مع حجم حامل الفلتر. ③ بالون تفريغ بالمص. ④ فرن تجفيف. ⑤ مجفف / وعاء تجفيف. ⑥ ميزان تحليلي ، سعة 200 غرام (أو أكثر) و الدقة 0.1 ملغرام. ⑦ مضخة تفريغ أو مصاصة/ سفاط.

حامل الفلتر

بالون تفريغ بالمص

مضخة تفريغ

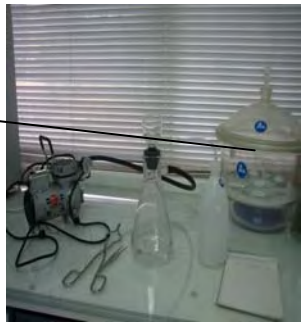
ورق ترشيح مصنوع من الالياف الزجاجية



غسيل الفلتر بالماء

فرن تجفيف

وعاء التبريد بالتجفيف الرطب



تجفيف ورق الترشيح الفرن

1. Procedure of Determination

1) General

To achieve reproducibility and comparability of results requires close attention to procedure details, especially filter characteristics and time and temperature of drying. The method described is based on the following conditions:

(1)Filtering by glass-fiber filter (Whatman GF/C grade or equivalent), and

(2)Drying at a temperature of 103 – 105℃ for two hours to a constant weight, i.e. a variability of not more than 0.5 mg.

If other filters (paper, membrane, etc.) or other temperatures are used, it is necessary to report the specifications followed (e.g. total suspended solids at …. ℃, type of filter and pore size or number).

It is obvious that the result of a test cannot include materials that are volatile under the condition of the procedure.

2) Total Suspended Solids Dried at 103 – 105℃

Prior to an analysis, exclude large floating particle or submerged agglomerates of nonhomogeneous materials from the sample using a sieve (2 mm mesh). Then, a well-mixed sample is filtered through a weighed standard glass-fiber filter and the residue retained on the filter is dried to a constant weight at 103 to 105℃. The increase in weight of the filter represents the total suspended solids. If the suspended material clogs the filter and prolongs filtration, it may be

. إجراءات التحديد

1) وصف الطريقة

للحصـوول علـى نتـائج مـع إمكانيـة الاعـادة بنتـائج متطابقـة و المقارنـة يطلـب الانتبـاه الـى تفاصـيل الاجراءت المدونة أدناه وخاصة مواصفات الفلتر و الزمن و درجة حرارة التجفيف.

توصف الطريقة وفقاً للشروط التالية:

(1) الترشيح باستخدام فلتر الالياف الزجاجية (وتمان GF/C مرحلي أو متوافق) ، و

(2) التجفيف عند درجة حرارة 103-105 ℃ لمدة 2 ساعة على أل يتجاوز الاختلاف 0.5 ملغرام.

عند استخدام انواع اخرى من الفلتر (ورقي، غشائي ...) أو استخدام درجات حرارة أخرى، فمن الاهمية تدوين المواصفات كالتالي (على سبيل المثال : المواد الصلبة المعلقة الكلية عند .... ºC ، نوع الفلتر وحجم الثقب أو عددها)

2) تجفيف المعلقات الصلبة عند درجة 103-105

قبل اجراء التحليل تستخدم معالجة اولية (ولذلك يتم استخدام منخل (بعد عين الشبكة 2 ملمتر)) لاقصاء الجزيئات الكبيرة الطافية، أو التكتلات المغمورة للمواد غير المتجانسة من العينة ثم يتم مزج العينة بشكل جيد عبرتحريكها . و يتم ترشيحها عبر فلتر الياف زجاجية قياسي محدد الوزن و المتبقيات على الفلتر يتم تجفيفها الى وزن ثابت عند درجة حرارة C 105-103º . و.إن الزيادة في وزن الفلتر تمثل المواد الصلبة المعلقة الكلية.

necessary to increase the diameter of the filter or decrease the sample volume.

a. Preparation of glass-fiber filter disk

① Place a filter disk on the filter holder. Assemble filter holder in suction flask apparatus, connect to vacuum source and apply vacuum.

② Wash the filter disk with three successive 20-mL portions of distilled water. Continue to apply vacuum for 2-3 minutes after the water has passed through the filter. Discard the filtrate.

③ Remove the filter from filtration apparatus and transfer to an inert aluminum weighing dish. Dry in an oven at 103 – 105℃ for at least 1 h.

④ Cool in desiccator to balance temperature and weigh on an analytical balance.

⑤ Repeat the cycle of drying, desiccating and weighing until a constant weight is obtained or until weight change is less than 4% of the previous weighing or 0.5 mg, whichever is less.

⑥ Store in desiccator until needed.

b. Sample analysis

① Remove the filter disk from the Desiccator, weigh it and record its weight.

② Place the filter in filter holder and assemble the filter holder in the suction flask apparatus. Connect to the vacuum source and apply vacuum.

③ Wet the filter with a few drops of distilled water to seat the filter.

④ Shake the sample vigorously and

إذا انسد الفلتر بالمواد المعلقة وطال آمد الترشيح عندها من الضروري زيادة قطر الترشيح أو خفض حجم العينة.

من الواضح أن نتيجة الاختبار لا يمكن أن تتضمن المواد الطيارة تحت شروط الاجراءات.

الخطوات الاساسية في العمل :

a . تحضير قرص فلتر الالياف الزجاجية .

1) ضع قرص الترشيح على حامل الفلتر. ركب حامل الفلتر في بالون التفريغ بالمص وصله الى مصدر التفريغ(العمل تحت ضغط التفريغ) ثم طبق التفريغ.

2) اغسل قرص الفلتر بـ 3 x 20 مل من الماء المقطر.وتابع حتى يطبق ضغط فراغ لمدة 2-3 دقائق بعد تمرير الماء عبر الفلتر. تخلص من الرشاحة.

3) انزع الفلتر من جهاز الترشيح وانقله الى صحن قياس وزن الومينوميني. جفف في الفرن لمدة 1 ساعة على الاقل عند 103-105º C.

4) قم بالتبريد في وعاء التجفيف الى درجة حرارة الميزان ثم قم بوزن الناتج على ميزان تحليلي

5) **كرر دورة التجفيف, التجفيف و الوزن حتى نحصل على وزن ثابت أو حتى الحصول على تغيرات في الوزن لا تتجاوز 4% من الوزن السابق أو 0.5 ملغرام أو الاقل منهما.**

6) **قم بالتخزين في وعاء التجفيف حتى الحاجة الى استخدامها.**

b. تحليل العينة

① أنزع قرص الترشيح من المجففة، قم بوزنها وسجل الوزن.

② ضع الفلتر في حامل الفلتر واجمع / ركب حامل الفلتر في بالون التفريغ بالمص. قم بالوصل مع

measure out 100 mL in a 100-mL graduated cylinder or volumetric flask. Pour this portion of the sample into the filter funnel, being careful not to disturb the seating of the filter disk.

⑤ Rinse out the measuring flask or cylinder with small quantity of distilled water. If the sample is very low in suspended material, a larger volume of sample may be used.

⑥ When filtration is complete, carefully remove the filter disk from the filter holder with tweezers and place it in the drying oven. Dry for at least 1 hour at 103 – 105℃. Cool in a desiccator and weigh.

⑦ Repeat the drying, desiccating and weighing cycle until the weight loss between two successive weighings is less than 0.5 mg.

⑧ Record the final weight obtained.

c. Calculation

$$\text{Total suspended solids} = \frac{A - B}{C} \quad \text{mg/L}$$

Where:

A = weight of filter + solids (mg)

B = weight of filter (mg)

C = volume of sample filtered (mL)

Report the results as:

Total suspended solids dried a ….. ℃, …… mg/L

مصدر التفريغ ومن ثم طبق ضغط التفريغ.

③ رطب الفلتر ببضعة قطرات من الماء المقطر حتى نتمكن من وضعه مكانه بشكل صحيح.

④ خضخض العينة بشكل قوي وخذ منها 100 مل وضعه في سلندر مدرج قياس 100 مل أو في بالون معايرة . اسكب هذا الجزء من العينة في قمع الترشيح وانتبه حتى لا تزيح مكان قرص الترشيح/الفلتر.

⑤ قم بغسيل بالون القياس أو سلندر بكمية قليلة من الماء المقطر، وإذا كانت المواد المعلقة قليلة في العينة فقد نستخدم كمية كبيرة من العينة.

⑥ عد انتهاء عملية الترشيح، قم بنزع قرص الرشيح من حامل الترشيح بواسطة ملاقط وضعه في فرن تجفيف. جفف لمدة ساعة على الاقل وبدرجة حرارة 103-105ºC.قم بالتبريد في وعاء التجفيف وأوزن الناتج.

⑦ أعد عملية التجفيف، باستخدام المجفف ومن ثم قياس الوزن عدة مرات حتى يصبح الفاقد الوزن بين قيميتين مقاستين متتاليتين أقل من 0.5 ملغ.

⑧ سجل قيمة الوزن النهائية التي حصلنا عليها.

c. عملية الحساب

$$\textbf{المواد المعلقة الكلية} = \frac{B-A}{C} \quad \textbf{ملغ / لتر}$$

حيث أن :

A : وزن الفلتر + وزن المواد الصلبة (ملغ)

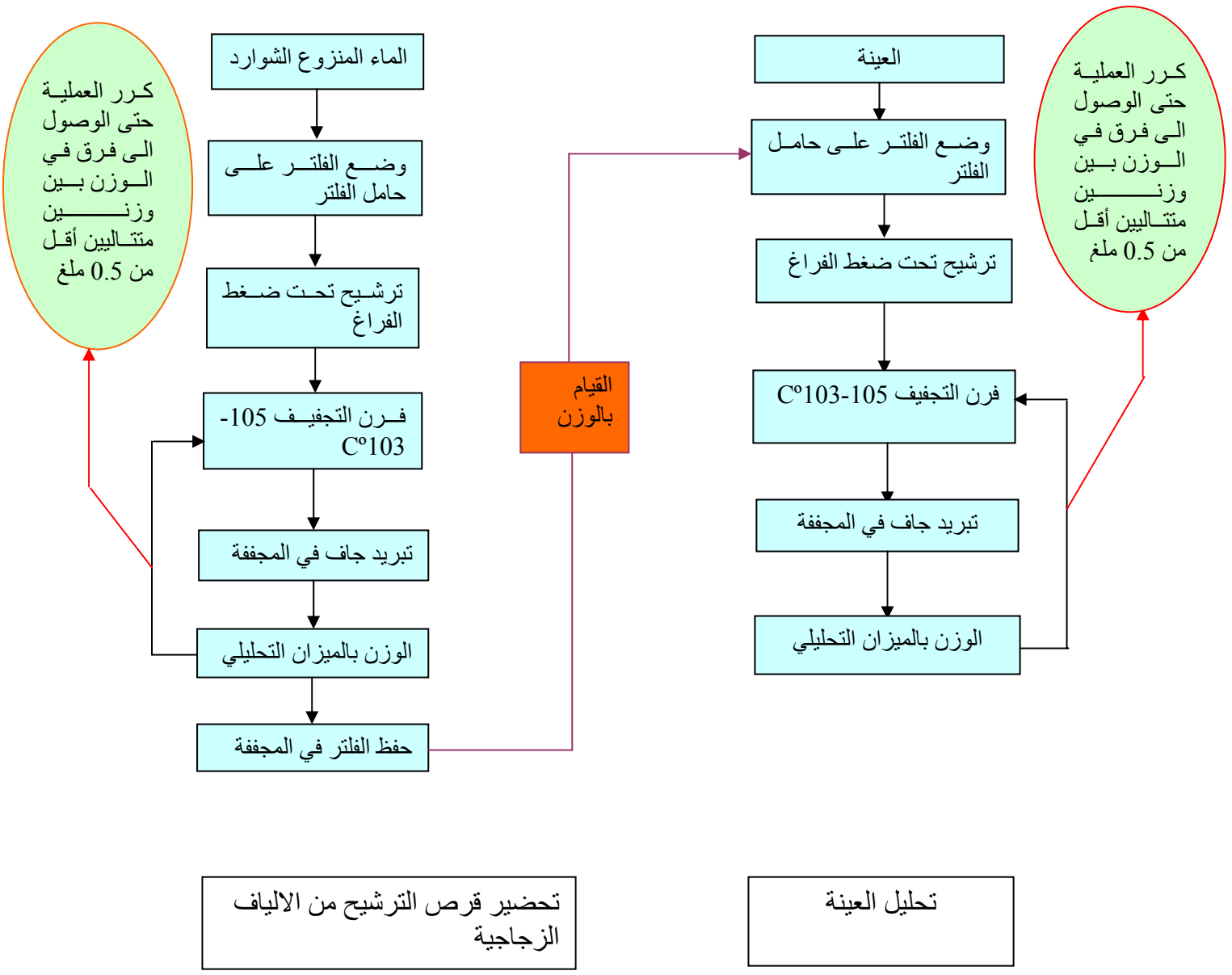
B : وزن الفلتر (ملغ)

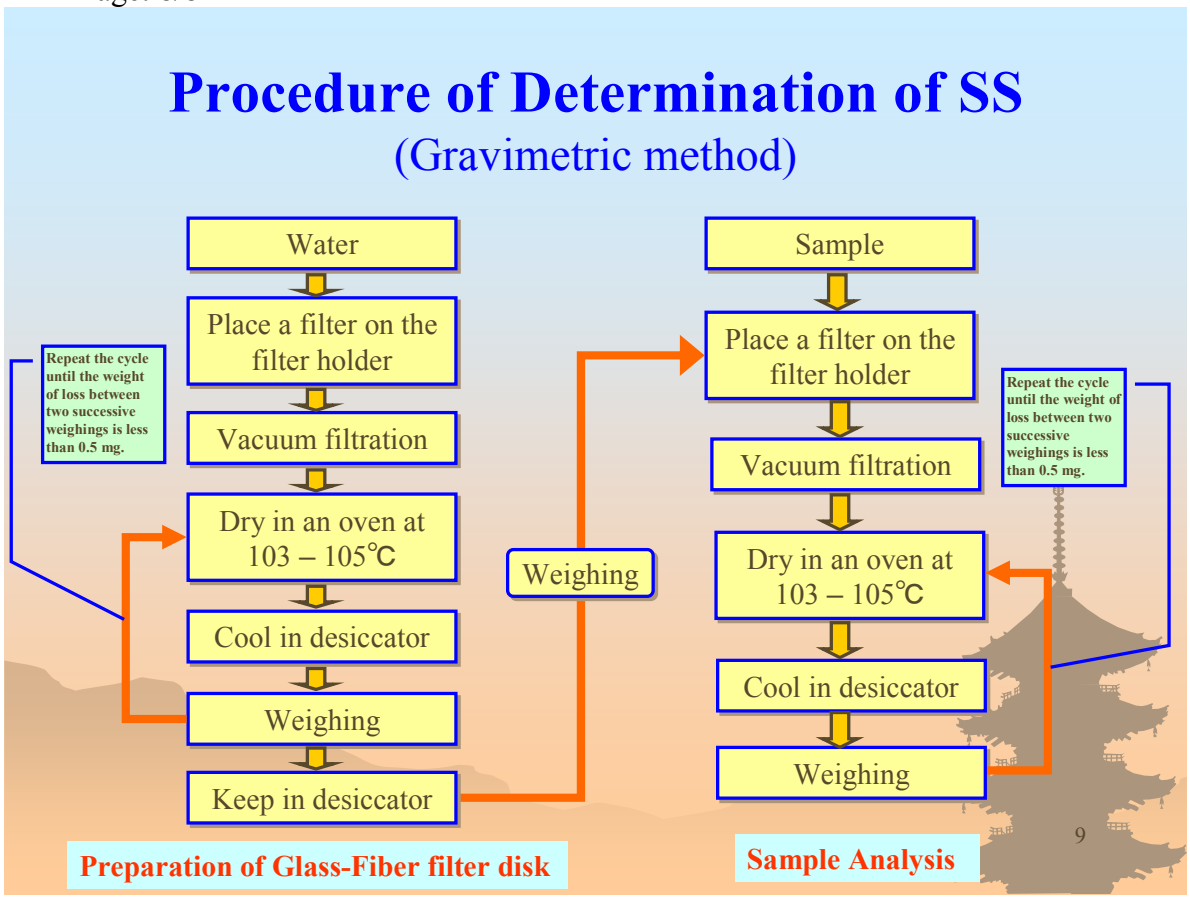
C : حجم العينة المفلترة (مل)

تدون النتائج كما يلي :

كمية المواد الصلبة المعلقة الكلية المجففة هي .....ملغ / لتر عند درجة حرارة .....ºC

4- إجراءات تحديد المعلقات الكلية (طريقة التحليل الوزني)




Procedure of Determination of SS
(Gravimetric method)
Water
Place a filter on the filter holder
Vacuum filtration
Dry in an oven at 103 – 105℃
Cool in desiccator
Weighing
Keep in desiccator
Repeat the cycle until the weight of loss between two successive weighings is less than 0.5 mg.
Weighing
Sample
Place a filter on the filter holder
Vacuum filtration
Dry in an oven at 103 – 105℃
Cool in desiccator
Weighing
Repeat the cycle until the weight of loss between two successive weighings is less than 0.5 mg.
Preparation of Glass-Fiber filter disk
Sample Analysis
9

Standard Operation Procedure (SOP)
For the Determination of
Total Coliform (Membrane Filter Technique)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحديد الكوليفورم الكلي (تقنية الفلتر الغشائي)

Prepared by:_____ Date:
Chemist

Reviewed by:_____ Date:
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ التاريخ:_____

مراجعة:_____ التاريخ:_____

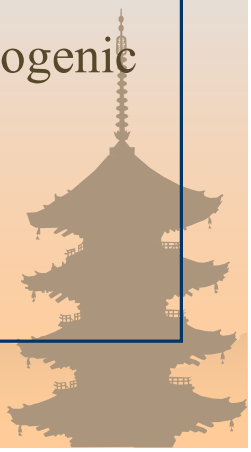
مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

What is Total Coliform? (1)

- The term coliform bacteria represents a vaguely defined group of organisms which have a long history in water quality assessment.

What is Total Coliform? (2)

- Pathogenic organism ≠ Coliform bacteria
- Number in water
  - Pathogenic organism: Small
  - Coliform bacteria: Large
- Coliform bacteria mostly includes pathogenic organism
- Test (Measurement)
  - Pathogenic organism: Difficult
  - Coliform bacteria: Relatively easy



What is Total Coliform? (3)

- The term "total coliform" refers to **a large group** of:
  - Gram-negative,
  - Rod-shaped bacteria

  that **share several characteristics**.

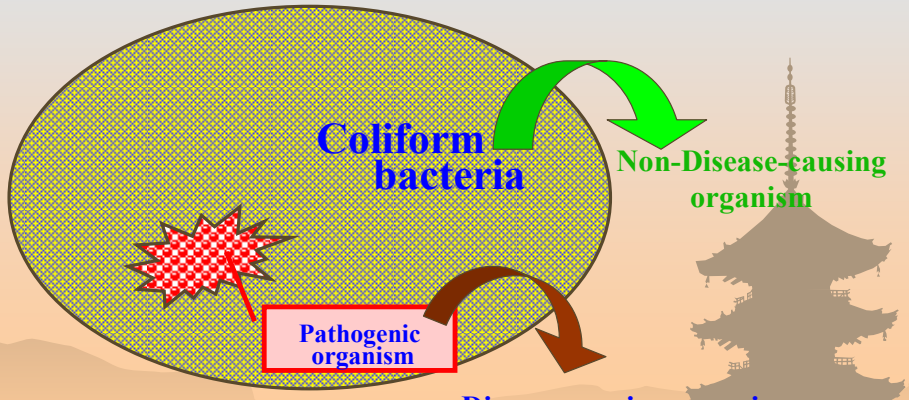
Pathogens: bacteria, protozoa, and viruses that make people sick

What is Total Coliform? (4)

- Non-disease-causing organisms found in soil or vegetation and in the intestinal tract of warm-blooded animals (fecal coli.).
- Present in much larger numbers than the more dangerous pathogens, and react to the natural environment and treatment processes in a manner and degree similar to pathogens.

What is Total Coliform? (5)

- One of the general sanitary water quality indicator that suggests the possibility of presence of pathogenic organism.



Why test for coliform bacteria? (1)

1. Most coliforms are not pathogens
2. The presence of very few coliforms in water
   - ➡ Water probably contains no pathogenic organisms
3. Presence of large number of coliforms
   - ➡ Very high probability of contamination by pathogenic organism
4. Number of pathogenic organism ➡ Relatively small
   - ➡ Very difficult to isolate and identify specific pathogenic organism

Why test for coliform bacteria (2)

5. Observing/Testing of coliform bacteria
   - ➡ Increase or decrease of many pathogenic organism can be estimated
   - ➡ Total coliforms are indicators and are more common and easy to test

Total coliforms are mostly natural residents of soil and water. Coliform bacterias are those that are usually found in the fecal material of animals. Their presence usually means that the water may be contaminated by sewage effluent. Finding the source of the problem and correcting it is very important.

Where they are found? (1)

- There are many pollution sources.
- Domestic animals contribute heavily to the population of coliform
- Including runoff from:
  - **Woodland**
  - **Pastures**
  - **Feedlots**
  - **Septic tank**
  - **Sewage plants**
  - **Animals and wild fowl**
  - **Others**

How to measure/test coliforms?

- In the laboratory, tests are to conduct using following principles
  - **Grown in or on a medium containing lactose, at a temperature 35 or 37℃**
  - **Provisionally identified by the production of acid and gas from the fermentation of lactose**

Selection of Analytical Method

- Commonly used two techniques

1. "Multiple fermentation tube" technique or "Most probable number" technique

   Measured portion of water sample are placed in test-tubes containing a culture-medium. The tubes are then incubated for a standard time at a standard temperature

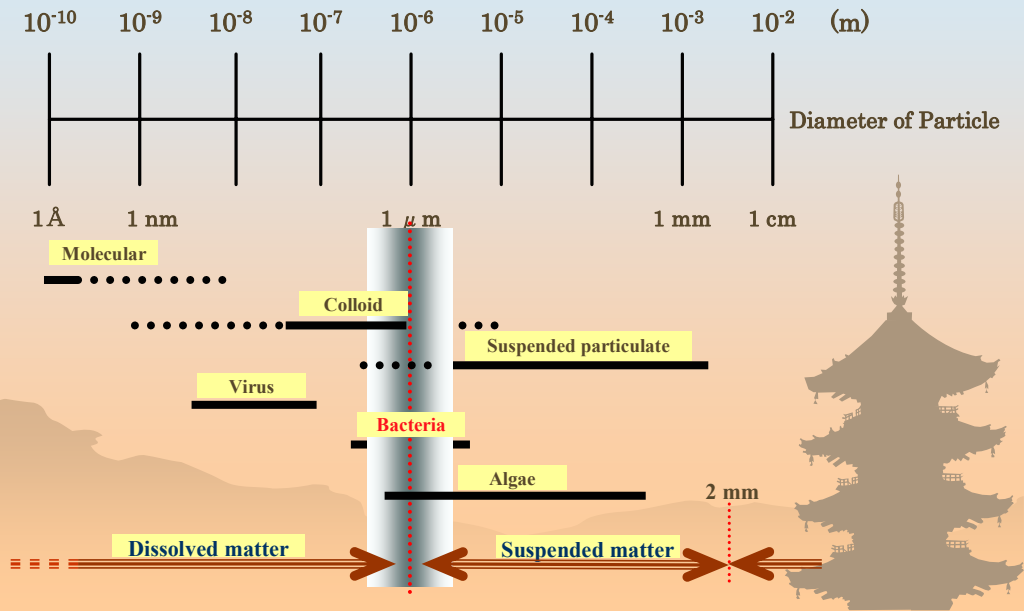
2. "**Membrane filter**" technique ⟸ **To be adopted**

   Measured volume of sample is passed through a fine filter that retains bacteria. The filter is then placed on culture medium and incubated.

Comparison of Method

Multiple fermentation tube technique	Membrane Filter technique
Slower: Requires 48 hrs for a positive	More rapid: Requires 24 hrs
More labor- intensive	Less labor-intensive
Requires more culture medium	Requires less culture medium
More sensitive	Less sensitive
Result obtained indirectly by statistical approximation (low precision)	Results obtained directly by colony count (high precision)
Not readily adaptable for use in the field	Readily adapted for use in the field
Applicable to all types of water	Not applicable to turbid water

Size of Variety of Particles in Water



Membrane Filter Technique

- Introduced in the late 1950s as an alternative to the "Multiple fermentation tube" technique.
- Offers the advantage of isolating discrete colonies of bacteria.

- Whereas the multiple fermentation tube technique only indicate the presence or absence of an approximate number or organism.

Procedure of Membrane Filter Technique (Outline)

- A definite volume of sample; in the case of drinking water normally 100 mL, is passed through a 47 mm membrane of uniform pore diameter, usually 0.45 μ , using a filter funnel and vacuum system.
- Any organism in the sample are trapped/retained on the surface of the membrane. The filter is then placed in a petri dish with nutrient medium and incubate at an appropriate temperature.
- The passage of nutrients through the filter facilitates the growth of organisms on the upper surface of the membrane.
- The discrete colonies that form on the surface of the membrane is transferred to a colony counter and number of colonies is to be counted.

Outline Procedure

① Measured volume of water is filtered through a cellulose acetate membrane of uniform pore diameter

↓

② Bacteria are retained on the surface of the membrane

↓

③ The membrane is placed on a suitable selective medium (culture media) in a sterilized container, and incubated at an appropriate temperature

↓

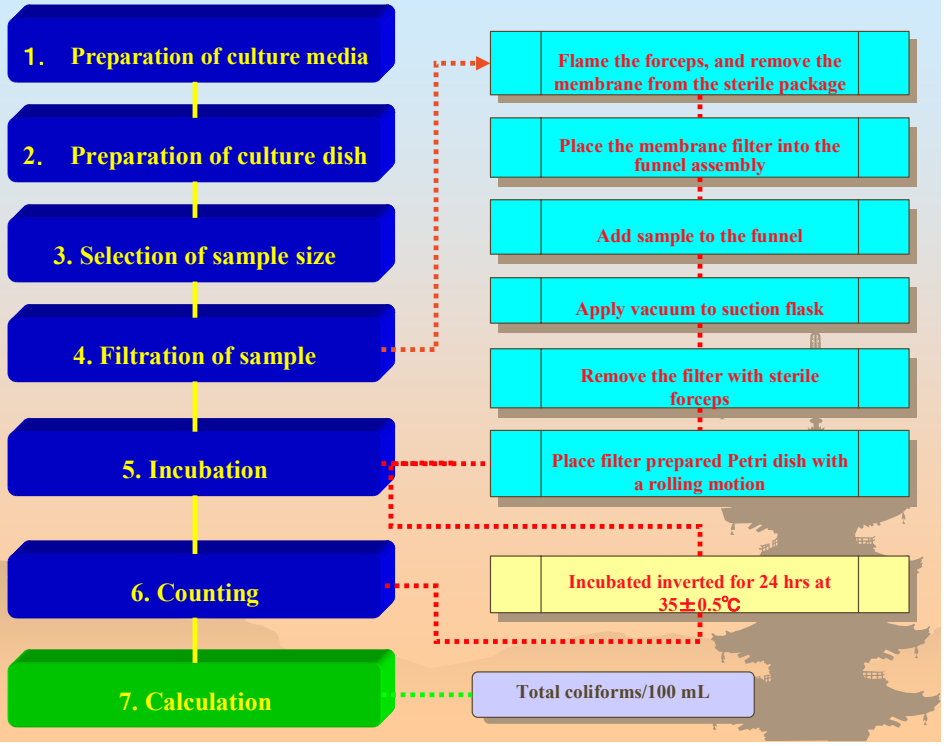
④ If coliforms and/or faecal coliforms are present in the water sample, characteristic colonies form that can be counted directly

(Note: All materials and equipment must be sterilized prior to use)

Apparatus and Materials

① Dilution bottles or tubes,
② Pipets and graduated cylinders,
③ Containers for culture media,
④ Culture dishes (Petri-type dishes),
⑤ Filtration units,
⑥ Filter membrane,
⑦ Forceps,
⑧ Colony counter,
⑨ Sterilizing device (autoclave, oven, etc.)

Procedure of Membrane Filter Technique

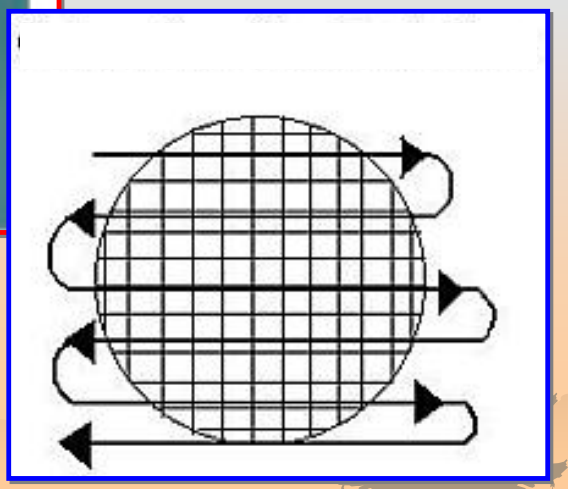


Colony Counting (1)

- When counting the colonies the entire surface of the filter should be scanned using a 10x -- 15x binocular, wide-field dissecting microscope, etc.
- Number of colonies yield
  - Ideally ····· About 50/membrance
  - Not more than ····· 200/membrance
  - Preferably ····· 20 to 80/membrance
- Counts for each filter should be recorded on the laboratory data sheet.

Colony Counting (2)

Colony Counting Technique



Culture Media (1)

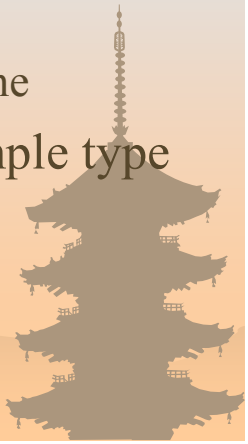
- A substance or material used for the growth of coliform bacteria
- To be selected in accordance with kind of coliform bacteria detected
- Can be obtained in the form of dehydrated (Granular culture media)
- M-Endo is a representative culture media for the enumeration of Escherichia coil (e-coli) in the Standard Total Coliform Membrane Filter Method

Culture Media (2)

- Heat-sensitive
- Don't heat any longer than necessary
- Storage of dehydrated culture media
  - To be stored in a dry, dark place at a temperature of about +15 to 25℃
  - Containers should be well sealed and tightly closed
  - Absorption of water leads to pH shifts and eventually clumping

Selection of Sample Size

- To be governed by expected bacteria density
- Ideal sample volume
  - About 50 coliform colonies per membrane,
  - Not more than 200 colonies,
  - Preferably 20 – 80 colonies per membrane
- To be selected in accordance with sample type



Suggested volume to be filtered (1)

Sample type	Sample volume (mL)					
	100	10	1 [1]	0.1 [1, 2]	0.01 [1,2]	0.001 [1, 2]
Treated drinking water	★					
Partially treated drinking water	★	★				
Recreational water			★	★		
Protected source water		★	★			
Surface water			★	★		
Wastewater			★	★	★	
Discharge from sewage treatment plant		★	★	★	★	
Ponds, rivers, stormwater runoff			★	★	★	★
Raw sewage				★	★	★
Feedlot runoff				★	★	★
Well, spring	★	★				

Suggested volume to be filtered (2)

[1] Small volume should be added to the filtration apparatus together with a minimum of 9 mL of sterile diluent to ensure adequate dispersal across the surface of the filter membrane.

[2] 1.0, 0.1, 0.01 and 0.001 mL volumes are filtered after first preparing serial dilutions of the sample.

To filter:

1.0 mL of sample, use 10 mL of 1/10 dilution
0.1 mL of sample, use 10 mL of 1/100 dilution
0.01 mL of sample, use 10 mL of 1/1,000 dilution
0.001 mL of sample, use 10 mL of 1/10,000 dilution

Sample Collection, Preservation, and Handling

- Clean all glassware thoroughly with a suitable detergent and hot water, rinse with hot water to remove all traces of residual washing compound, and finally, rinse with distilled water.
- Sterilize glassware for not less than 2 hr at a temperature of 170℃.
- Sterilize sample bottles not made of plastic, as above, or in an autoclave at 121℃ for 15 min.

ما هو الكوليفورم الكلي (1)

- يعبر مصطلح باكتيريا الكوليفورم عن مجموعة غير محددة من الأحياء التي لها تاريخ طويل من التأثير على تحديد جودة المياه

ما هو الكوليفورم الكلي (2)

- الأحياء المعدية ≠ بكتيريا الكوليفورم
- التعداد في الماء
  - الأحياء المعدية: صغير
  - بكتيريا الكوليفورم: كبير
- تتضمن بكتيريا الكوليفورم الأحياء المعدية
- القياس
  - الأحياء المعدية: صعب
  - بكتيريا الكوليفورم: سهل نسبيا

ما هو الكوليفورم الكلي (3)

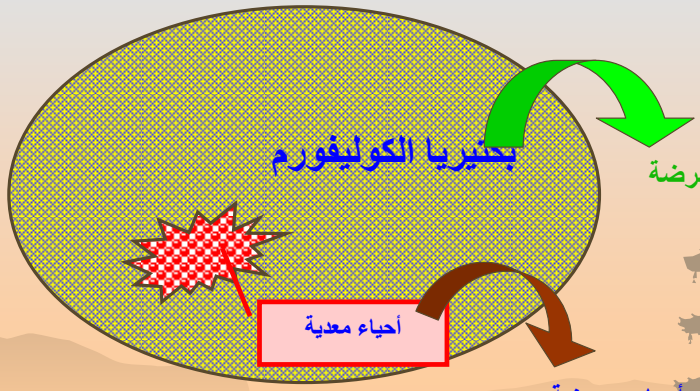
- يعبر مصطلح "الكوليفورم الكلي" عن **مجموعة كبيرة** من:
  - سلبية الغرام
  - العصيات
  - والتي تتشارك في مجموعة من الخواص

ما هو الكوليفورم الكلي (4)

- الباكتيريا غير الممرضة الموجودة في التربة أو الغطاء النباتي أو أمعاء الأحياء ذات الدم الحار (بكتيريا البراز)
- تتواجد بأعداد أكبر من الأحياء المعدية الأكثر خطورة، وتتفاعل مع البيئة المحيطة وعمليات المعالجة بشكل يشابه الأحياء المعدية

ما هو الكوليفورم الكلي (5)

- إنه مؤشر عام على جودة المياه من الناحية الصحية والذي يدل على وجود أحياء معدية.



لماذا نقوم باختبار بكتيريا الكوليفورم (1)

1. معظم الكوليفورم غير ممرضة
2. إن وجود بعض الكوليفورم في المياه يعني أن
   - الماء قد يحتوي على بعض الأحياء الممرضة
3. وجود الكثير من الكوليفورم في الماء يعني أن
   - احتمال كبير للتلوث بالأحياء الممرضة
4. عدد الأحياء الممرضة قليل نسبيا أي
   - من الصعب بمكان عزل وتحديد الأحياء المعدية

لماذا نقوم باختبار بكتيريا الكوليفورم (2)

5. مراقبة / قياس بكتيريا الكوليفورم
- يمكن تقدير زيادة أو نقصان العوامل الممرضة
- الكوليفورم الكلي هو مؤشر شائع وسهل القياس

إن الكوليفورم كائنات تتواجد بشكل طبيعي في التربة والمياه، كما تتواجد بشكل طبيعي في المخلفات الحيوانية. ويعني تواجدها عادة أن المصدر المائي قد اختلط مع مياه الصرف الصحي. وبالتالي فمن المهم تحديد مصدر ذلك التلوث

أين نجد الكوليفورم؟ (1)

- هنالك العديد من مصادر التلوث بالكوليفورم
- ينتج عن تربية الحيوانات تلوث شديد بالكوليفورم
- المنصرفات التالية تساهم بالتلوث بالكوليفورم
  - الغابات
  - المراعي
  - مزارع تربية الحيوان
  - أحواض تخمر الصرف الصحي
  - محطات معالجة الصرف الصحي
  - الحيوانات والطيور البرية
  - غيرها

كيف نقيس الكوليفورم

- يمكن قياس الكوليفورم في المختبر
- يتم القياس بإحدى الطريقتين التاليتين
  - استنبات الكوليفورم ضمن وسط يحتوي على اللاكتوز بدرجة حرارة 35-37 مئوية
  - يمكن التثبت من وجودها من خلال مراقبة تشكل الحموض أو الغاز جراء تخمر السكريات

اختيار طريقة الاختبار

- يتم استخدام طريقتين بشكل أساسي

1. طريقة "أنابيب الخمر المتعددة" كما و تسمى بـطريقة "الرقم الأكثر احتمالا"

يتم وضع كمية من المياه قيد الاختبار في أنابيب اختبار ضمن وسط مناسب للاستنبات (يحتوي سكر اللاكتوز) ثم يتم حضن هذه الأنابيب لمدة معينة تحت درجة حرارة معينة

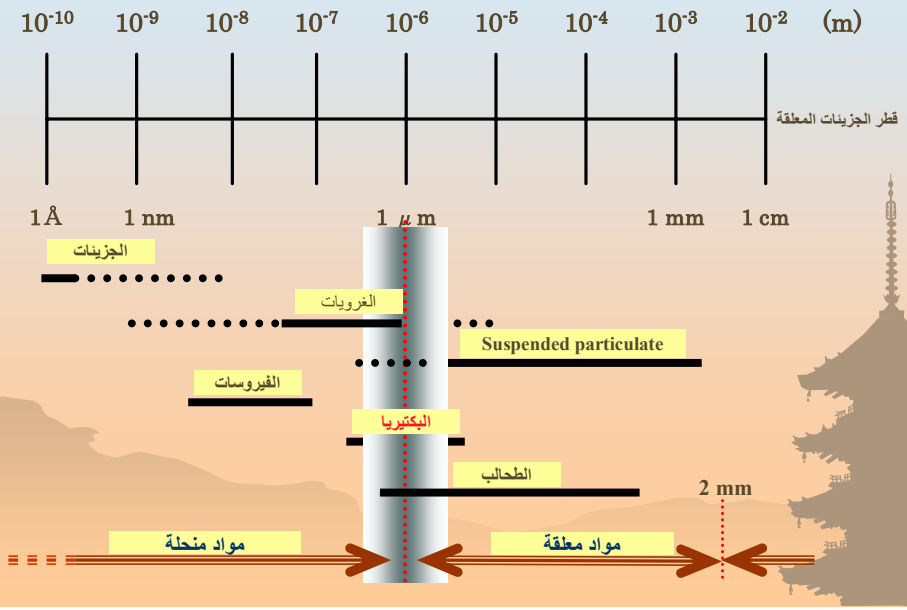
2. طريقة الأغشية (MF) **(وهي الطريقة التي سنستخدمها)**

يتم تمرير العينة من خلال غشاء قطر فتحاته معين، ثم وضعه على سوط مغذ (سكري) وحضنها بشروط معينة.

المقارنة بين الطريقتين

	طريقة أنابيب التخمير المتعددة	طريقة الأغشية
السرعة	أبطأ: تحتاج 48 سا حضن	أسرع: تحتاج 24 سا حضن
الجهد	متطلبة	أقل تطلبا
كمية الوسط المغذي	أكثر	أقل
الحساسية	حساسة	أقل حساسية
الدقة	أقل دقة لأن النتائج تحسب بشكل غير مباشر (طرق إحصائية)	أدق، حيث يتم القياس بشكل مباشر (قياس عدد المستعمرات)
قابلية التطبيق في الحقل	لا يمكن تطبيقها في الحقل	يمكن استخدامها في الحقل
قابلية التطبيق	يمكن تطبيقها على جميع أشكال العينات	لا يمكن تطبيقها على عينات الماء العكر

أحجام المواد الموجودة في المياه



طريقة الترشيح من خلال الغشاء

- تم اقتراح هذه الطريقة في أواخر الخمسينات كطريقة بديلة عن طريقة الأنابيب المتعددة
- تقدم هذه الطريقة إمكانية عزل المستعمرات البكتيرية المشتتة
- بينما لا تقدم طريقة الأنابيب المتعددة سوى إمكانية تحديد وجود أو عدم وجود كمية تقريبية من البكتيريا

إجراءات طريقة الترشيح الغشائي (خلاصة)

- يتم تمرير كمية معينة من العينة (100 ملل في حالة الماء العذب) من خلال غشاء قطره 47 ملم وقطر فتحاته 0.45 ميكرون باستخدام قمع خاص ونظام تفريغ من الهواء
- يتم حجز معظم الكائنات الدقيقة مثل الباكتيريا على سطح الغشاء، ثم يوضع الغشاء على الوسط المغذي في صحون بيتري ويتم حضنها لزمن معلوم
- يمر الوسط المغذي من خلال ثقوب الغشاء لتتغذى عليه الكائنات الدقيقة
- يتم إحصاء المستعمرات المتشكلة باستخدام عداد المستعمرات

ملخص الطريقة

① يتم ترشيح العينة من خلال غشاء من أسيتات السيليلوز ذي قطر فتحات نظامي

↓

② يتم حجز الباكتيريا على سطح الغشاء

↓

③ يتم وضع الغشاء على وسط مغذي منتقى بعناية في وعاء معقم، ويتم حضنه ضمن درجة حرارة مناسبة

↓

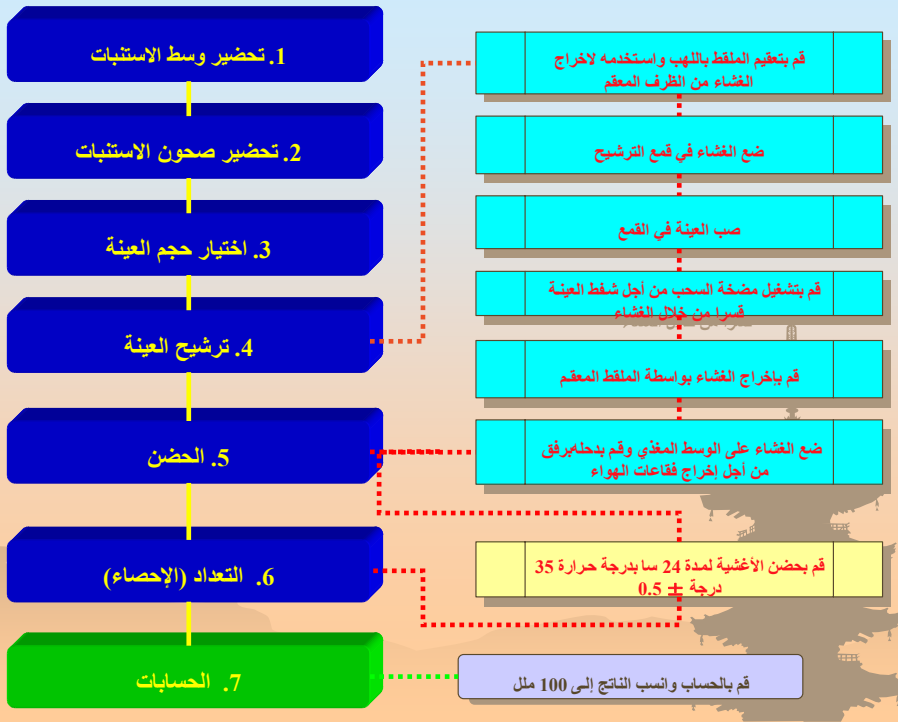
③ إذا وجدت أي آثار من الكوليفورم في عينة المياه، تظهر مستعمرات على سطح الغشاء يمكن إحصاؤها بسهولة

ملاحظة: يجب تعقيم جميع الأدوات المستخدمة قبيل الاستخدام.

الأدوات والأجهزة اللازمة

① زجاجات أو أنابيب للتمديد
② ماصات، وأسطوانات مدرجة
③ صحون استنبات (صحون بيتري)
④ وحدة فلترة
⑤ أغشية (الممبرين)
⑥ ملاقط
⑦ عداد المستعمرات
⑧ أجهزة تعقيم (أوتوكلاف، فرن... إلخ)

إجراءات طريقة الترشيح من خلال الغشاء (MF)

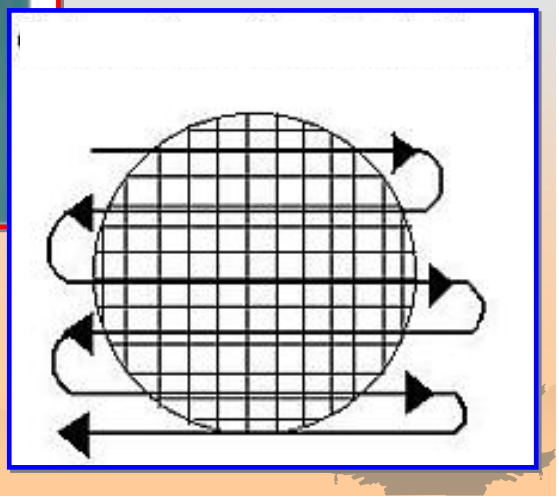


تعداد المستعمرات (الإحصاء) -1-

- من أجل تعداد المستعمرات يجب مسح سطح الغشاء باستخدام مكبرة تقوم بالتكبير 10-15 مرة أو ما يشابهها من أدوات تكبير
- يجب أن يكون الرقم منطقيا أي
  - الرقم الأمثل هو 50 مستعمرة في الغشاء
  - لا يجب أن يزيد عن 200 مستعمرة
  - يفضل أن يتراوح ما بين 20-80 مستعمرة
- يجب تسجيل جميع النتائج على السجل الخاص بالتجربة

2- تعداد المستعمرات (الإحصاء)

طريقة تعداد المستعمرات المقترحة



1- الوسط المغذي

- هو وسط لتغذية بكتيريا الكوليفورم
- يتم اختياره بحسب صنف بكتيريا الكوليفورم الذي نريد استنباته
- يمكن الحصول عليه من حبيبات مجففة
- يتم استخدام الوسط m-Endo من أجل استنبات الإشيرشيا كولي (e-coli) باستخدام طريقة الترشيح من خلال الأغشية النظامية

الوسط المغذي -2-

- الوسط المغذي حساس للحرارة
- لا تقم بتسخينها أكثر من اللازم
- من أجل تخزين حبيبات الوسط المغذي الجافة اتبع ما يلي:
  - تخزن في مكان جاف ومظلم بحرارة من 15 إلى 25 مئوية
  - يجب إحكام إغلاق الأوعية بعد الاستخدام
  - تؤدي عملية الحل بالماء إلى تغيير قيمة الـ pH وبالتالي التكثف

اختيار حجم العينة المناسب

- يحكمه كمية الباكتيريا المتوقعة في العينة
- إن الحجم الأمثل للعينة هو الذي سيعطينا عدد مستعمرات
  - الرقم الأمثل هو 50 مستعمرة في الغشاء
  - لا يجب أن يزيد عن 200 مستعمرة
  - يفضل أن يتراوح ما بين 20-80 مستعمرة
- وبالتالي هو متعلق بنوع العينة

حجم العينة المفضل لإجراء التجربة بطريقة MF

نوع العينة	حجم العينة المناسب					
	100	10	[a]1	[a,b] 0.1	[a,b] 0.01	[a,b] 0.001
ماء شرب معالج (بالتنقية والتعقيم..)	★					
ما شرب معالج جزئيا (أو بدون رقابة جودة)	★	★				
ماء الاستحمام (غير مخصص لشرب، مسابح...)			★	★		
مصدر مائي محمي (من أجل استخدامه كمصدر لمياه الشرب)		★	★			
مياه سطحية			★	★		
الصرف الصحي			★	★	★	
منصرفات محطات المعالجة		★	★	★	★	
برك أنهار سيول مطرية			★	★	★	★
صرف صحي خام				★	★	★
صرف مطري من المراعي ومزارع تربية الحيوانات				★	★	★
مياه آبار أو ينابيع	★	★				

-2- حجم العينة المفضل لإجراء التجربة بطريقة MF

a. يجب وضع كمية قليلة من العينة في قمع الترشيح مع 9 ملل على الأقل من محلول التمديد من أجل ضمان التوزع المتجانس على سطح الغشاء

b. الأحجام الصغيرة من رتبة 1 و 0.1 و 0.01 و 0.001 ملل يتم تحضير العينات منها بعد سلسلة من التمديدات. فمن أجل ترشيح

- 1 ملل من العينة استخدم 10 ملل ممددة 1:10
- 0.1 ملل من العينة استخدم 10 ملل ممددة 1:100
- 0.01 ملل من العينة استخدم 10 ملل ممددة 1:1000
- 0.001 ملل من العينة استخدم 10 ملل ممددة 1:10000

قطف العينات، نقلها، وحفظها

- قم بغسل الأوعية بشكل جيد باستخدام منظف مناسب والماء الحار، وقم بشطفها بالماء الحار من أجل إزالة أية آثار عالقة بها، ثم اغسها بالماء المقطر
- قم بتعقيم الزجاجيات لمدة ساعتين على الأقل بدرجة حرارة 170 في الفرن الجاف
- قم بتعقيم أواني الاعتيان المصنوعة من البلاستيك كما ورد سابقا، أو باستخدام الأوتوكلاف بدرجة حرارة 121 لمدة 15 دقيقة.

Standard Operation Procedure (SOP)

For the Determination
Of
Chemical Oxygen Demand (COD)
By
Open Reflux Method

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

DFEA Damascus

مديرية دمشق

1. **Scope and Application:** For water, wastewater

2. **Summary of Method:** Open Reflux Method (Oxidizer: Potassium dichromate, $K_2Cr_2O_7$)

3. **Measurement range:** >50 mgO_2/L and < 50 mgO_2/L

4. **Equipment Required:**

① 500-milliliter (ml) or 250-milliliter (ml) Erlenmeyer flask with standard tapered glass joints
② Liebig reflux condensers (12-inch) with standard tapered glass joints
③ Electric hot plate or mantle heater
④ Volumetric pipets (10, 25, and 50-ml capacity)
⑤ Buret, 50 ml or 25 ml - 0.1 ml accuracy
⑥ Buret stand and clamp
⑦ Analytical balance, accuracy 0.001 gram (g)
⑧ Spatula
⑨ Volumetric flasks (1,000 ml capacity)
⑩ Boiling beads, glass
⑪ Magnetic stirrer and stirring bars or glass beads

5. **Reagents/Chemicals Required**

① Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) 0.25 N or 0.025N
② Sulfuric acid (H_2SO_4, d = 1.84)) silver sulfate (Ag_2SO_4) solution (Sulfuric acid reagent)
③ Mercuric sulfate ($HgSO_4$) crystals
④ Ferrous ammonium sulfate (FAS) $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2]\cdot 6H_2O$, 0.25N or

1. المجـال والتطبيـق : المـاء أو 1:1 حمـص الكبريـت لضبط الـ

0.025N

⑤ Ferroin indicator (1, 10-phenanthroline and ferrous ammonium sulfate)

⑥ Potassium hydrogen phthalate (KHP)

⑦ Conc. Sulfuric acid

⑧ Distilled water

6. Principle of Determination

– Most types of organic matter are oxidized by a boiling mixture of chromic and sulfuric acids,

– Sample is refluxed in strongly acid solution (digestion) with a known excess of potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$),

– After digestion, the remaining unreduced $K_2Cr_2O_7$ is titrated with ferrous ammonium sulfate to determine the amount of $K_2Cr_2O_7$ consumed and the oxidizable organic matter is calculated in terms of oxygen equivalent.

$$\mathbf{Cr_2O_7^{2-} + 6Fe^{2+} + 14H^+ \rightarrow 2Cr^{3+} + 6Fe^{3+} + 7H_2O}$$

6. Sample Collection, Storage, and Preservation

Test unstable samples without delay. If delay before analysis is unavoidable, preserve sample by acidification to pH≤2 using conc. H_2SO_4.

Preferably acidify any sample that cannot be analyzed the same day it is collected. Blend samples containing Settleable solids with a homogenizer to permit representative sampling.

Make preliminary dilutions for wastes

containing a high COD to reduce the error inherent in measuring small sample volume. Refrigerate	

➢ Preparation of Reagents/Chemicals

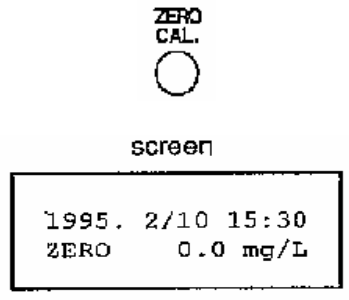
1. Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) [Standard potassium dichromate: 0.25 N]

	Operation	Remarks	Operation (Arabic)
P-1	Weigh about 15g of Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) and dry in oven at 103℃ for 24 hours.		
P-2	After drying, dissolve 12.259g Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) in distilled water to 1.0 liter volume in a volumetric flask.		

Note	
M.W. of Potassium dichromate = 39.1×2+52.0×2+16×7=294.2 This reagent undergoes a six-electron reduction reaction; the equivalent concentration is 6 × 12.259÷294.2 = 0.04167 M 0.04167 ×6 = 0.25 N (1 mL solution is equivalent to 2 mg O_2)	

6 -1 المعايرة

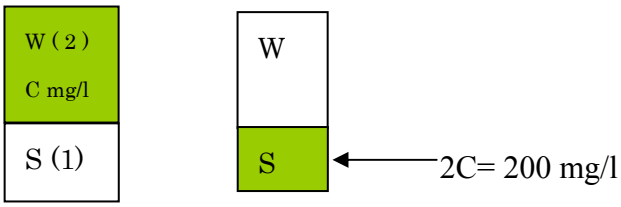
معايرة الصفر

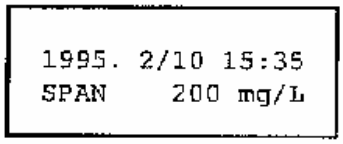
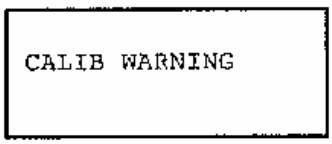
الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
	✓Have you done a zero calibration? If not, perform the zero calibration. ✓Is the WARM UP lamp lit? If so, wait until the WARM UP lamp goes out. ✓Is the ALARM lamp lit? If so, check the contents of the error. ✓Is the drainage beaker set? If not, set it.		هل قمت بمعايرة الصفر؟إذا لم تقم بذلك, قم بإنجازها. هل ضوء التحمية مضاء؟إذا كان كذلك,انتظرحتى يختفي الضوء. هل ضوء الأنذار مضاء ؟إذا كان كذلك, قم بتفقد الخطأ الحاصل هل كأس التصريف مهيأ؟إذا لم يكن كذلك قم بتهيئته.
Z-1	Perform measurement by zero solvent. (See M-1 – M-10)	***قم بالقياس بواسطة مذيب التصفير*** ***SeeM-1-M-10*** **إجراءات العمل :** - نأخذ 10 مل مذيب **أولاً** في سيرنغ الـ10مل بعد غسله بالمذيب ثلاثة مرات ونحقنها في مدخل القياس. - نأخذ على الاقل 20مل **ثانياً** فيسيرنغ الـ20مل ماء مقطر أو منزوع الشواردبعد غسله بالماء المقطر ثلاثة مرات ونحقنها في مدخل القياس. - نضيف بضع قطرات من حمض كلور الماء 1:1 لتسريع عملية الفصل. - قم بالاستخلاص بـ EXTRAC على لوحة الجهاز و الانتظار حتى نهاية التوقيت (عادةً 40 ثانية) وبعد الانتهاء ننتظر مدة 10-15 ثانية . - نفتح الصمام العلوي الى اليمين، وننتظر 10-15 ثانية . نضغط زر القياس MEASURE حتى ثبات القيمة عندما يضيئ اللون الاخضر على زر HOLD ثم نتابع الخطوة اللاحقة كما يلي :	
Z-2	Press **[ZERO CAL.]** The calibration data will be displayed and the zero calibration will start.		اضغط زر **(ZERO CAL)** ستظهربيانات المعايرة وستبدأ معايرة الصفر نضغط بعدها ESC .
Z-3	Open the **[DRAIN COCK]** to discharge the drains.		افتح ذراع التصريف لإفراغ السائل

الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
Note:	1. You cannot obtain a correct calibration if the parts that come into contact with the liquid are contaminated with liquid remaining from a previous operation. Set the number of purges to 3 or 4 for calibrations. 2. The message of "CALB WARNING" will be flashing when the zero solvent value differs from the actually calibrated value more than 10mg/L.	screen CALIB WARNING	1- لايمكن الحصول على معايرة صحيحة إذا كانت أجزاء الجهاز التي هي على تلامس مع محلول المعايرة ملوثة ببقايا محلول سابق من جراء تشغيل سابق اجعل عدد مرات الغسيل 3 أو 4 قبل 2- تضيئ على الشاشة كلمة (CALB WARNING عندما تكون قيمة مذيب التصفير مختلفة عن القيمة الفعلية المعايرة مسبقاً بأكثر من 10mg/L اذا كان الرقم أقل من 10 (و الرقم المقصود هو ما يظهر أثناء القيام بالمعايرة الصفرية بعد كبس زر Zero Cal) فلا توجد حاجة لاجراء اعادة المعايرة الصفرية.بل اجراء الغسيل بالمذيب عدة مرات لمتابعة العمل وفي كلا الحالتين سواء ظهرت الرسالة أم لم تظهر يفضل الغسيل بالمذيب عدة مرات ..

6- 2 معايرة الأستدار(أو السرعة)

الخطوة	Operation	Remarks ملاحظات	التشغيل
	✓Have you done a zero calibration? If not, perform the zero calibration. ✓Is the WARM UP lamp lit? If so, wait until the WARM UP lamp goes out. ✓Is the ALARM lamp lit? If so, check the contents of the error. ✓Is the drainage beaker set? If not, set it.		هل قمت بمعايرة الصفر؟إذا لم تقم بذلك, قم بإنجازها. هل ضوء التحمية مضاء؟إذا كان كذلك,انتظرحتى يختفي الضوء. هل ضوء الأنذار مضاء ؟إذا كان كذلك, قم بتفقد الخطأ الحاصل . هل كأس التصريف مهيأ؟إذا لم يكن كذلك قم بتهيئته.
S-1	Perform measurement by zero		

	solvent. (See M-1 – M-10)	قم بالقياس بواسطة مذيب التصفير **SeeM-1-M-10** **أولاً : تحضير محلول المعايرة اللازم :** المطلوب محلول معايرة حجم 200 مل وتركيزه 200 ملغ / لتر (مع العلم أن التركيز الادنى لقياس الجهاز 0.2 وحتى 200 ملغ / لتر ، حيث نأخذ الحد الاعلى) . المواد المطلوبة : بالون معايرة 200 مل ، بيشر كبير لتجميع المذيب المستخدم والزيوت و العينة، بيشر صغير للمذيب. 200 mg / L = 200 mg / 1000 ml الحجم المطلوب 200 مل وليس 1000 مل وبالتالي : 200 mg/5 ∟ 1000ml/5 = 40mg/ 200ml وبالتالي الكمية المطلوبة هي 40 ملغ ، نقوم بتحويلها الى واحدة الحجم (حيث أن المادة الموجوة هي زيت ثقيل سائل القوام ولا يؤخذ إلا بالسيرنغ الميكروي) 40 mg = 40 x 10^{-3} g الكثافة النسبية = الكتلة / الحجم . الحجم = الكتلة / الكثافة النسبية. أي : V = 40 x 10^{-3} g / 0.895 g . ml^{-} V = 0.0447 ml V = 0.0447 x 1000 = 44.7 µm **ثانياً : القياس بواسطة مذيب المعايرة:** - تثبيت قيمة الاستدارة وتكون 50% من تركيز المحلول المحضر (تركيزه 200 ملغ/لتر) و السبب في ذلك :  أي ان كمية العينة المستخدمة تمثل ضعف كمية المذيب المستخدم كما نعرف(حيث يكون تركيز الزيوت C في العينة) والتي تنتقل الى طور المذيب الذي يمثل نصف الكمية و بالتالي يتضاعف التركيز 2C (ويمثل هذا الرقم التركيز المعياري الذي قمنا بتحضيره) وعليه يكون التركيز المطلوب (قيمة الاستدارة) أثناء اجراء معايرة الاستدارة النصف أي 100 mg/l . أي بمعنى آخر : عند تحضير محلول عياري تركيزه 200 تكون قيمة الاستدارة النصف دائماً أي 100 . **ثالثاً : الاجراء :** نعيد الخطوات الواردة في معايرة الصفر كما يلي :

			- نحقن 10 مل محلول عياري بعد غسيل الحقنة بالمحلول ثلاثة مرات . - نحقن 20 مل ماء منزوع الشوارد خالي من الزيوت بعد غسيل الحقنة ثلاثة مرات بالماء المنزوع الشوارد. - نضيف بضع قطرات من حمض كلور الماء 1:1 لتسريع عملية الفصل. - قم بالاستخلاص بـ EXTRAC على لوحة الجهاز و الانتظار حتى نهاية التوقيت (عادةً 40 ثانية) وبعد الانتهاء ننتظر مدة 10-15 ثانية . - نفتح الصمام العلوي الى اليمين، وننتظر 10-15 ثانية . نضغط زر القياس MEASURE حتى ثبات القيمة عندما يضيئ اللون الاخضر على زر HOLD ثم نتابع الخطوة اللاحقة كما يلي :
S-2	Press **[SPAN CAL.]** The calibration data will be displayed and the span calibration will start.	 screen 	اضغط زر (**SPAN CAL**) ستظهر بيانات المعايرة وستبدأ معايرة الاستدار . ***يجب أن تكون القيمة ما بين 95-105 أي 100 ملغ / لتر ±5*** ***(وذلك على اعتبار أن قيمة الاستدارة هي 100 و بالتالي الخطأ يجب ألا يتجاوز 10 أو ±5 ملغ/لتر فقط)***
S-3	Open the **[DRAIN COCK]** to discharge the drains.		افتح ذراع التصريف لإفراغ السائل
Note:	3. You cannot obtain a correct calibration if the parts that come into contact with the liquid are contaminated with liquid remaining from a previous operation. Set the number of purges to 3 or 4 for calibrations. You will not obtain correct measurements if you perform the span calibration before the zero calibration. When performing the span calibration, be sure to perform a zero calibration	screen 	3. لايمكن الحصول على معايرة صحيحة إذا كانت أجزاء الجهاز التي هي على تلامس مع محلول المعايرة ملوثة ببقايا محلول سابق من جراء تشغيل سابق - لن يتم الحصول على قياس صحيح إذا قمت بمعايرة الأستدارقبل معايرة الصفر .عندما القيام بمعايرة الأستدار تأكد من أنك قمت بمعايرة الصفر أولاً . 4. سوف يضئ على الشاشة كلمة **(CALB WARNING)** عندما تكون قيمة مذيب الأستدار

	first. 4. The message of "CALB WARNING" will be flashing when the span solvent value differs from the actually calibrated value more than 10%cv.		***يجب أن تكون القيمة ما بين 95-105*** ***أي 100 ملغ / لتر ±5***

يمكن تحديد زمن الاستخلاص الفعلي لعينة ما، عند أخذ عدة قيم نتائج عند أزمنة مختلفة لعينة واحدة، وفي العموم فإنه عندما يكون زمن الاستخلاص عند 30 و 40 ثانية تكون قيمة النتائج متباعدة وغير دقيقة ولكن عند 60/50/40 تصبح متقاربة وأكثر دقة ، ولذلك تفضل عند الـ 40.

طريقة الاستخلاص دون استخدام جهاز الاستخلاص (مثال نموذجي عن الاستخلاص الخارجي) :

(من المهم أن تنذكر بأن هذه الطريقة يتم من خلالها الاستخلاص خارج الجهاز و بالتالي عند إعادة العينة الى الجهاز فلا نستخدم ميزة الاستخلاص وإنما القياس مباشرةً. وتعتمد هذه الطريقة لفصل عينات يتواجد فيها كميات كبيرة من الزيوت و الشحوم الطافية و المعلقة الواضحة للعيان و كذلك بوجود عكارة كبيرة)

المواد المطلوبة :

- قمع فصل (قياس 500مل الى 300 مل)
- سلندر مدرج (قياس 200 مل ، 100 مل)
- حمض كلور الماء (محضر مسبقاً 1:1)
- مذيب استخلاص نوع (S-316)
- مقياس حموضة PH .
- مواد أخرى (مناديل ورقية، كبريتات الصوديوم اللامائية أو أي مادة أخرى مكافئة)

ضع 160 الى 200 مل من عينة الاختبار في سلندر مدرج (يتم غسل السلندر بماء العينة 3 مرات قبل الاستخدام) مع العلم أن هذه العينة قد تكون ممددة بنسبة 1:5 بالماء المقطر.

يمكن تحديد امكانية تمديد العينة من شكلها وقوامها وتمدد بـ 1:5

اسكب عينة الاختبار في قمع الفصل

خذ كمية من المذيب (1 مذيب : 2 عينة مختبرة)

أضف 0.2 الى 0.5 (من 5 الى 10 نقاط) من محض كلور الماء المحضر 1:1 في قمع الفصل

لتدقيق النقطة الصفرية ، ضع 200مل من الماء النقي و 100 مل من المذيب في قمع فصل آخر.(لمعرفة قيمة الحموضةPH
وذلك لمعرفة قيمة الحموضة في وسط المذيب و الماء)

وذلك لتدقيق قيمة الحموضة بحيث تكون بين 2-3

أغلق قمع الفصل وضعه على الجهاز الهزاز لمدة 5 دقائق تقريباً .

بعد خلطها بشدة، انتظر بضعة دقائق حتى ينفصل الماء عن المذيب.

اذا فصل الماء و المذيب دون ظهور أي **ترسبات** أو عكارة

طوران – ماء / مذيب **ولكن يوجد الكثير من الترسبات.**

في حال احتوى الماء و المذيب على **عكارة**

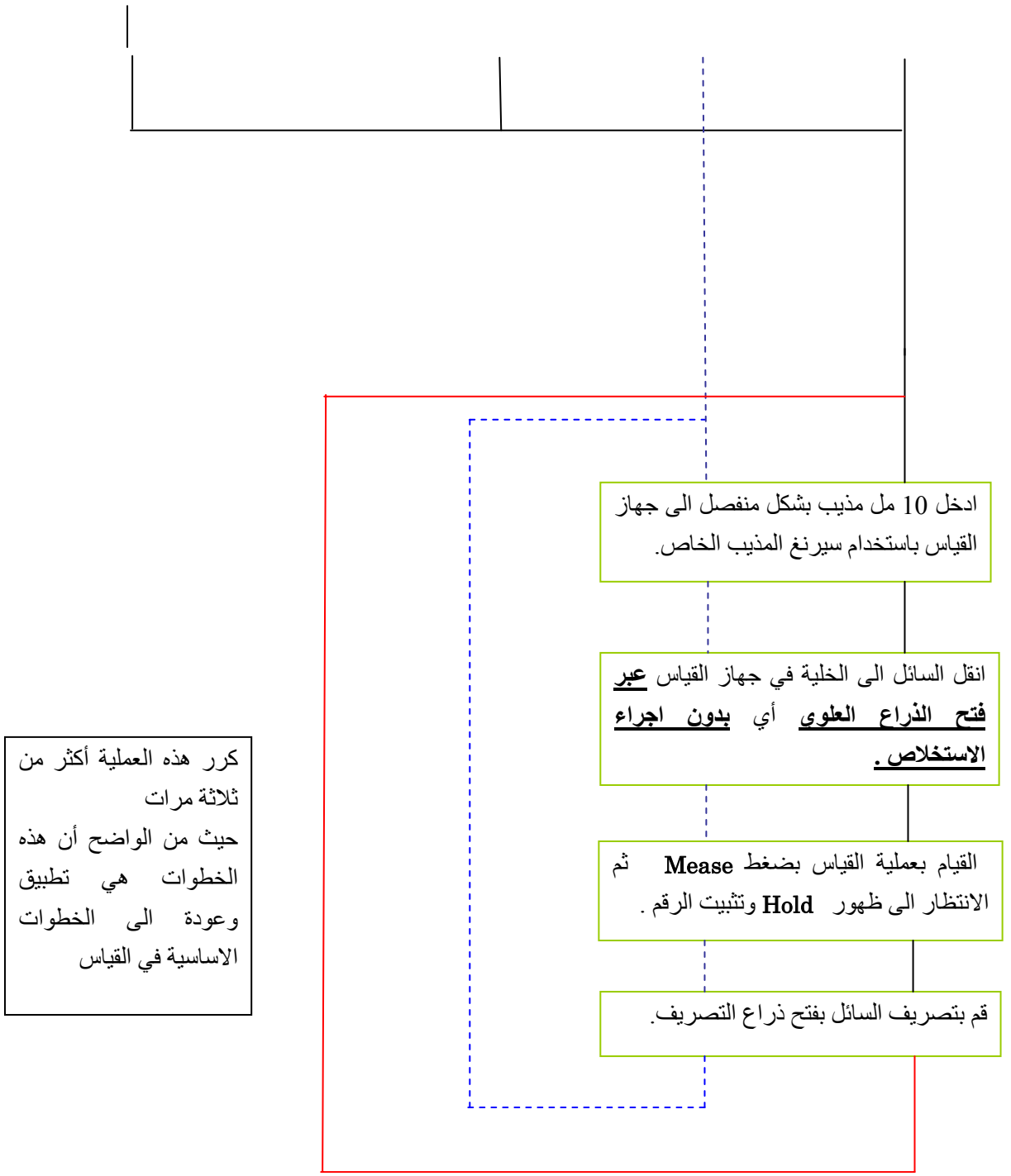
حضر بعض قطع الكتان الرقيق (شاش) وحاوية بلاستيكية، نظف الحاوية و الشاش بالمذيب لاذابة أي مادة عضوية فيها، باستحدام التجفيف بالهواء في فرن التجفيف لكل من الشاش و الحاوية.

اسكب او مرر طبقة المذيب عبر الشاش الى الحاوية الزجاجية.

حضر الحاوية الزجاجية و التي تم تنظيفها بالمذيب و كبريتات الصوديوم اللامائي (جففه في فرن التجفيف)

اسكب طبقة المذيب في الحاوية الزجاجية وأضف مبريتات الصوديوم اللامائية حتى تصبح طبقة المذيب شفافة (يفضل هز الحاوية لخلط المحتويات)

عندما تنحل طبقة المذيب، قم بقياس الطبقة الاعلى منها (اذا تواجد كميات كبيرة من بلورات كبريتات الصوديوم قم أولاً بتصريفها عبر قطعة من الشاش (عادةً نأخذ كمية 30 مل تقريباً



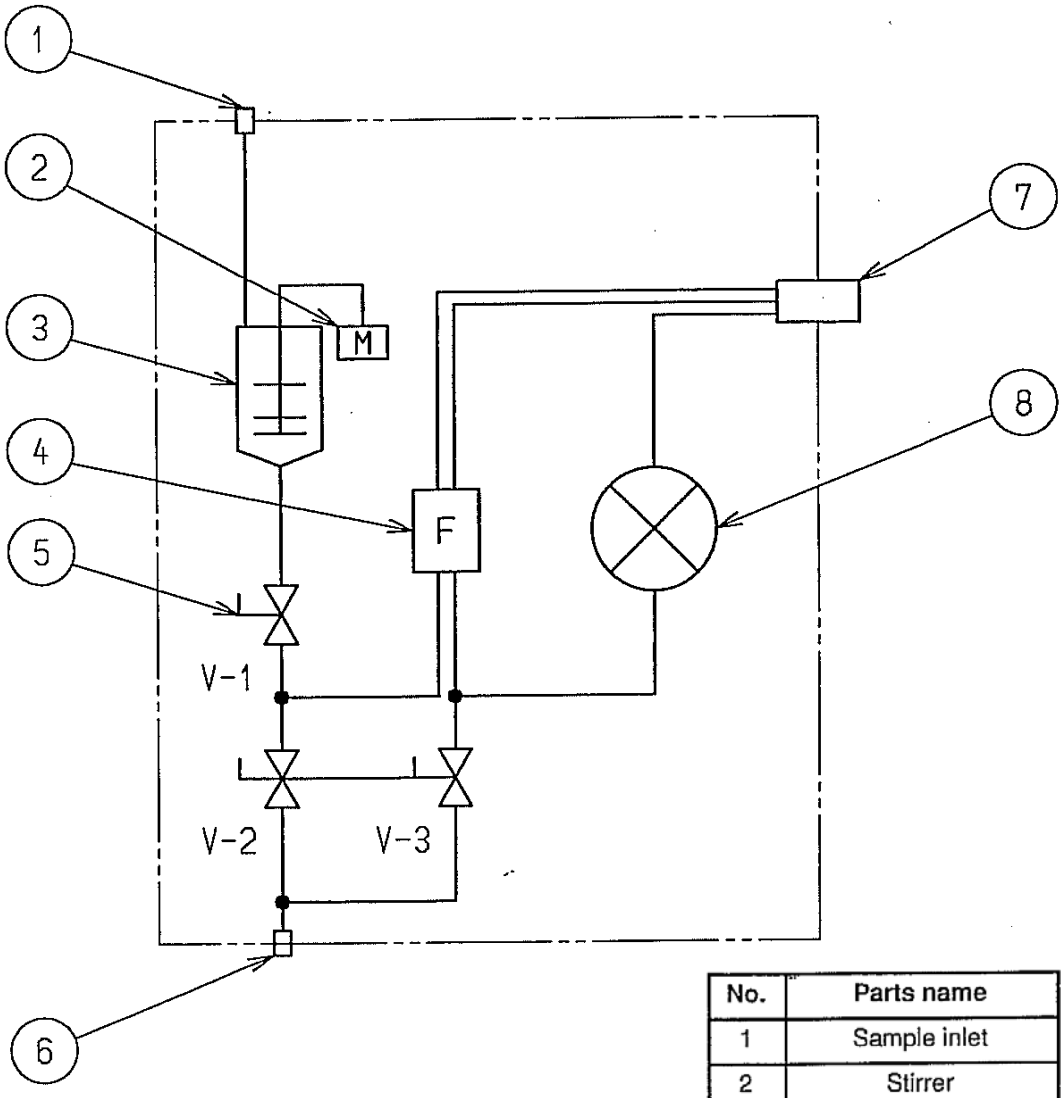
النتيجة = (مجموع القياسات /3) x عامل التمديد

ملاحظة : لا يمكن الحصول على معايرة صحيحة اذا حصل تلوث للسائل بجزء السائل المتبقي من العملية السابقة ، كرر العملية الواردة أعلاه ثلاث مرات .

يجب أن تتم عملية غسل لكل الحاويات المستخدمة و السلندر و البياشر و حقنة المذيب بالمذيب قبل الاستخدام .

أمل حقنة الماء فتغسل بالماء المنزوع الشوارد.

● FLOW DIAGRAM



No.	Parts name
1	Sample inlet
2	Stirrer
3	Extracting chamber
4	Filter
5	Ball valve
6	Drain
7	Air Vent
8	Analyzer unit

July 4, 2007
Prepared by S.SATO

Recording Format for Measuring COD_{Cr} by Open Reflux Method

Sample Information

No.	Governorate	Sample Code	Sampling Date	Type/Kind of Sample	Sample Pre-Treatment	Note
1						
2						
3						
4						
5						

Standardization of FAS

1	Standard Pottasium dichromate (V_{PD}):	10.0	mL
2	Addition of conc. H_2SO_4:		mL

Titration:

Graduation of Burette (Start):		mL
Graduation of Burette (End):		mL
Amount of Titrant (V_{FAS}):	10.00	mL

Calculation of Normality:

Normality of FAS solution = $V_{PD}/V_{FAS} \times N_{PD}$

Normality: _____ N

To be standardized against K2Cr2O7

Reagent/Chemicals prepared

1	Standard Potassium dichromate ($K_2Cr_2O_7$) (N_{PD}):	0.250	N
2	Ferrous ammonium sulfate (FAS) $(Fe(NH_4)_2(SO_4)_2)2H_2O$:	0.250	M/N

Measurement of COD_{Cr} by Open Reflux Method

Reflux No.	Sample Code/No.	Volume of Sample taken to Reflux	Dilution	Treatment	Standard Potassium dichromate	Mercuric Sulfate $HgSO_4$	Suifuric acid reagent
A		mL			mL	g	mL
B		mL			mL	g	mL
C		mL			mL	g	mL
D		mL			mL	g	mL

Refluxing Time

Reflux No.	Refluxing (Start)		Refluxing (End)	Refluxing time	Note
A	:		:	hr	
B	:		:	hr	
C	:		:	hr	
D	:		:	hr	

Titration of Excess $K_2Cr_2O_7$ with FAS

Reflux No.	Sample Code/No.	Amount of FAS titrated		Graduation of Burette		Result of Calculation
				Start	End	
A		mL	←	mL	mL	mgO_2/L
B		mL	←	mL	mL	mgO_2/L
C		mL	←	mL	mL	mgO_2/L
D		mL	←	mL	mL	mgO_2/L

Calculation of COD

COD as mg O_2/L = 〔(A - B) × M ×8000〕／(mL Sample)

where:

A = mL of FAS used for blank,

B = mL of FAS used for sample,

M = Normality of FAS

8,000 = milliequivalent weight of oxygen ×1,000mL/L

DATE: _____

Prepared by: _____

_____

_____

نموذج قياس الـ COD باستخدام الديكرومات في التكثيف المفتوح

معلومات الاعتيان

الرقم	المحافظة	رمز العينة	تاريخ الاعتيان	نوع العينة	المعالجة الأولية	ملاحظات
1						
2						
3						
4						
5						

المواد الكيماوية والكواشف المحضرة

1	ديكرومات البوتاسيوم النظامية (N_{PD}) $(K_2Cr_2O_7)$:	0.250	N
2	سلفات الأمونيوم الحديدية $(Fe(NH_4)_2(SO_4)_2)2H_2O)$ (FAS:	0.250	M/N

حساب الـ COD_{Cr} بطريقة التكثيف المفتوح

رقم الجهاز	رمز العينة	حجم العينة المختبرة	التمديد	المعالجة	كمية الديكرومات	كبريتات الزئبق $HgSO_4$	كاشف حمض الكبريت
A		mL			mL	g	mL
B		mL			mL	g	mL
C		mL			mL	g	mL
D		mL			mL	g	mL

زمن التكثيف

رقم الجهاز	زمن البدء		زمن الانتهاء	مدة التكثيف	ملاحظات
A	:		:	hr	
B	:		:	hr	
C	:		:	hr	
D	:		:	hr	

معاملة المتبقي من الـ $K_2Cr_2O_7$ بمحلول FAS

رقم الجهاز	رمز العينة	كمية الـ FAS اللازمة		قراءات السحاحة: البدائية	قراءات السحاحة: النهائية	نتيجة الحساب
A		mL	←	mL	mL	mgO_2/L
B		mL	←	mL	mL	mgO_2/L
C		mL	←	mL	mL	mgO_2/L
D		mL	←	mL	mL	mgO_2/L

تقييس الـ FAS

1	حجم ديكرومات البوتاسيوم (V_{PD}):	10.0	mL
2	إضافة حمض الكبريت H_2SO_4:		mL

المعايرة

منسوب السحاحة عند البدء		mL
منسوب السحاحة عند الانتهاء		mL
كمية محلول المعايرة (V_{FAS}):	10.00	mL

حساب النظامية

نظامية محلول المعايرة = $V_{PD}/V_{FAS} \times N_{PD}$

النظامية ________ N

حساب الـ COD

$$COD \text{ as mg } O_2/L = [(A - B) \times M \times 8000] / (mL \text{ Sample})$$

حيث:

A حجم الـ FAS المستخدم في الشاهد
B حجم الـ FAS المستخدم في العينة
M مولية الـ FAS
8000 المكافئ الغرامي من الأوكسجين في 1000 ملل\ل

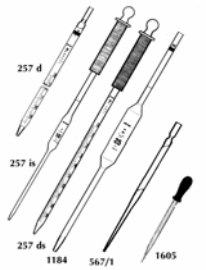
التاريخ: ________

اسم المخبري: ________
____
____

تقنية تكثيف الديكرومات – الطريقة النظامية

Dichromate Open Reflux Technique

1- الأدوات المطلوبة

1- دورق مخروطي 500 ملل مع فوهة مصنفرة (40/24)	
2- مكثف فريدريخ (12 بوصة) ملل مع فوهة مصنفرة (40/24)	
3- سخان كهربائي، أو فرن تسخين	
4- ماصات حجمية (Volumetric pipets) قياسات مختلفة 10-25-50 ملل	
5- أنابيب معايرة سعة 50 ملل بدقة 1 ملل (Buret)	

6- حوامل أنابيب المعايرة مع ملاقطها	
7- ميزان حساس	
8- ملعقة	
9- دورق 1000 ملل	
10- خرزات للغلي	
11- محرك مغناطيسي، وقضبان تحريك مغناطيسية	

2- المواد الكيميائية المطلوبة:

1) ثاني كرومات البوتاسيوم (ديكرومات البوتاسيوم) $K_2Cr_2O_7$ (0.25 N أو 0.5 N)

2) حمض الكبريت (H_2SO_4, d = 1.84))

3) محلول كبريتات الفضة (Ag_2SO_4)

4) بللورات كبريتات الزئبق ($HgSO_4$)

5) سلفات الأمونيوم الحديدية $Fe[SO_4].[NH_4]_2[SO_4].6H_2O$ (Ferrous ammonium sulfate)

6) محلول كاشف فريون $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]SO_4$ (10-1فينونترولين وسلفات الأمونيوم الحديدية)

((1, 10-phenanthroline and ferrous ammonium sulfate))

7) حمض الكبريت المركز

تنبيه: يجب اتخاذ كافة إجراءات الوقاية عند تنفيذ العمليات التالية، وذلك يتضمن الملابس الواقية، النظارات الواقية، حجرة سحب الغاز. يجب التخلص من الكواشف المحتوية على المعادن الثقيلة ($HgSO_4$ و Ag_2SO_4) كما هو الحال مع النفايات السامة

8) ماء مقطر

<u>تحذير:</u> يجب توخي كافة احتياطات الأمان أثناء إجراء هذه التجربة وذلك يتضمن الروب الأبيض، النظارات الواقية، الشفاط. ويجب التخلص من الكواشف المحتوية على المعادن الثقيلة كنفايات سامة (كبريتات الزئبق، وكبريتات الفضة).

1- ديكرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$ (0.25 N):

قم بحل 12.259 غرام من ثاني كرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$ التي تم تجفيفها في الفرن بدرجة 103م ولمدة 24 ساعة في الماء المقطر حتى تحصل على 1 لتر من المحلول ضمن دورق. وسيخضع الكاشف إلى تفاعل تخفيض أكسدة من الدرجة السادسة، وبالتالي التركيز المكافئ هو 6X

12.259/294.2 = 0.04167 M

0.04167 ×6 = 0.25 N (كل 1 ملل من المحلول يكافئ 2 من O)

2- محلول حمض الكبريت (الكاشف)

أضف 5.5 غ من كاشف كبريتات الفضة Ag_2SO_4 إلى كيلوغرام واحد من حمض الكبريت المركز، وامزجها حتى تمام الذوبان، ابقها 1-2 يوم حتى تمام الانحلال.

3- محلول معايرة سلفات الأمونيوم الحديدية النظامي $Fe[SO_4].[NH_4]_2[SO_4].6H_2O$ (FAS) (تقريبا 0.25ن)

قم بإذابة 98 غرام من سلفات الأمونيوم الحديدية سداسية الماء $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2] \cdot 6H_2O$ في حوالي 500 ملل من الماء المقطر. أضف 20 ملل من حمض الكبريت المركز كثافته 1.84، برد المحلول، ثم قم بتمديده حتى الحصول على 1000 ملل وذلك ضمن دورق.

قم بمعايرة هذا المحلول يوميا مقابل محلول ثاني كرومات البوتاسيوم $K_2Cr_2O_7$ النظامي

$[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2] \cdot 6H_2O = 55.85 + 18X2 + (32+64)X2 + 18X6 = 391.85$

98.0/391.85=0.250 Mol/L

طريقة معايرة الـ FAS

قم بتمديد 10 ملل من محلول ثاني كرومات البوتاسيوم النظامي $K_2Cr_2O_7$ إلى 100 ملل باستخدام الماء المقطر.

أضف ببطء 30 ملل من حمض كبريت النظامين وقم بتبريدها إلى حرارة الغرفة. عامله بمحلول معروف التركيز من كبريتات الأمونيوم الحديدية مع 2-3 نقطة (0.1 إلى 0.15 ملل) من كاشف الفريون حتى يتغير اللون من الأزرق المخضر إلى الأحمر.

ونستطيع استخراج نظامية (مولية) محلول كبريتات الأمونيوم الحديدية $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2]$ من خلال المعادلة التالية

درجة نظامية محلول الـ FAS = (حجم الديكرومات المستخدمة x 0.25) \ حجم الـ FAS المستخدم

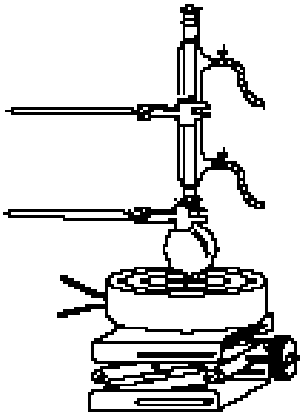
4- محلول كاشف الفريون:

قم بإذابة 1.485 غرام 1,10 فينونترولين مونوهيدرات مع 695 ملغ من كبريتات الحديد المائية $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ في الماء المقطر ومددها حتى 100 ملل

5- المحلول النظامي من فتالات بوتاسيوم الهيدروجين KHP:

- اسحق وجفف فتالات بوتاسيوم الهيدروجين ($HOOCC_6H_4COOK$) وجففها حتى ثبات الوزن بدرجة 120 مئوية
- أذب 425 ملغ من الـ KHP في الماء المقطر ومددها حتى 1000 ملل للحصول على محلول محتوى الـ COD فيه 500 ملغ/لتر
- للـ KHP قيمة نظرية من الـ COD تعادل 1.176 ملغ أوكسجين لكل ملغ من الـ KHP
- هذا المحلول مستقر لمدة 3 أشهر إن تم حفظه مبردا ولم يشاهد نمو أي مواد عضوية فيه بالعين المجردة.

التحضير للتكثيف المفتوح- ملخص:



خطوة رقم 1:

- خذ رافعة وضعها على المنضدة
- قم بتعيير الرافعة حتى الارتفاع المطلوب
- ضع السخان على صحن الرافعة
- ثبت الدورق فوق السخان، وتأكد أنه بإمكانك أن تخفض السخان لإبعاده عن الدورق في حال لزم الأمر

خطوة رقم 2:

ضع المكثف في الدورق وثبته على الحامل، وقم بوصل الأنابيب المطاطية به

خطوة رقم 3:

افتح الماء وقم بمعايرة التدفق

خطوة رقم 4:

أبعد المكثف ثم أضف المواد المتفاعلة، المذيب، وخرزات الغلي

خطوة رقم 5:

ابدأ بالتسخين: قم بزيادة درجة الحرارة حتى تحصل على غليان بطيء، وقم بمعايرة تدفق المياه أو درجة الحرارة إن لزم الأمر

خطوة رقم 6:

بعد التكثيف، أخفض الرافعة، ثم قم بإزالة السخان، ودع الدورق يتبرد. قم بنقل المحتويات إلى دورق مناسب، وقم بتفكيك التجهيزات.

Standard Operation Procedure (SOP)
For Water purifying (De-Ionizing)

اجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لتحضير الماء منزوع الشوارد

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أومنسق ضمان الجودة

Damascus DFEA **مديرية دمشق**

◆ *Refer the "SOP for Water Stills" at the same time*

1. Scope and Application:

For Generating De-ionized water that is necessary for Atomic Absorption Spectro-Photometer and other experiments where de-ionized water use is necessary

2. Summary of Method:

Water purification system using ion-exchange plus distillation.

3. Raw Water Requirements:

In order to extend the lifetime of ion-exchanger, raw water hardness should not be very high, therefore, distilled water use is advised as the raw water of the de-ioniser.

The temperature of raw water should be below 40C. As the high temperature may reduce the lifetime of the ion-exchanger, and will critically affect the performance of water condenser.

4. Necessary Equipment and Supplies:

1) Raw (distilled) water barrel
2) Container for submerged pump
3) Submerged pump
4) Ion-Exchanger
5) EC meter
6) Distiller
7) De-ionized water Tank
8) Excess Water Tank
9) Set of rubber pipes, clamps

1 . المجال والتطبيق:

لتوليد المياه منزوعة الشوارد اللازمة للاختبارات الخاصة بجهاز الامتصاص الذري وغيرها التي تتطلب مياه شديدة النقاوة

2 . ملخص الطريقة:

استخدام مجموعة تجهيزات نزع الشوارد

3. مواصفات المياه الخامية:

من أجل إطالة عمر جهاز تبادل الشوارد، يجب ألا تكون قساوة المياه الداخلة إليه عالية، وبالتالي ينصح باستخدام المياه المقطرة كمادة أولية لتحضير المياه منزوعة الشوارد.

كما لا يجب أن تتجاوز حرارة المياه الخامية 40 درجة مئوية، لأنها تقصر من عمر جهاز تبادل الشوارد، كما تؤثر بشكل حاد على إنتاجية جهاز التقطير الملحق.

5. التجهيزات والمواد الضرورية

1- وعاء الماء الخام (الماء المقطر)
2- وعاء للمضخة الغاطسة
3- المضخة الغاطسة
4- جهاز التبادل الشاردي
5- مقياس الناقلية الكهربائية
6- جهاز التقطير الخاص
7- وعاء لاستقبال الماء منزوع الشوارد
8- وعاء الماء الزائد
9- مجموعة من الأنابيب المطاطية والصنابير...

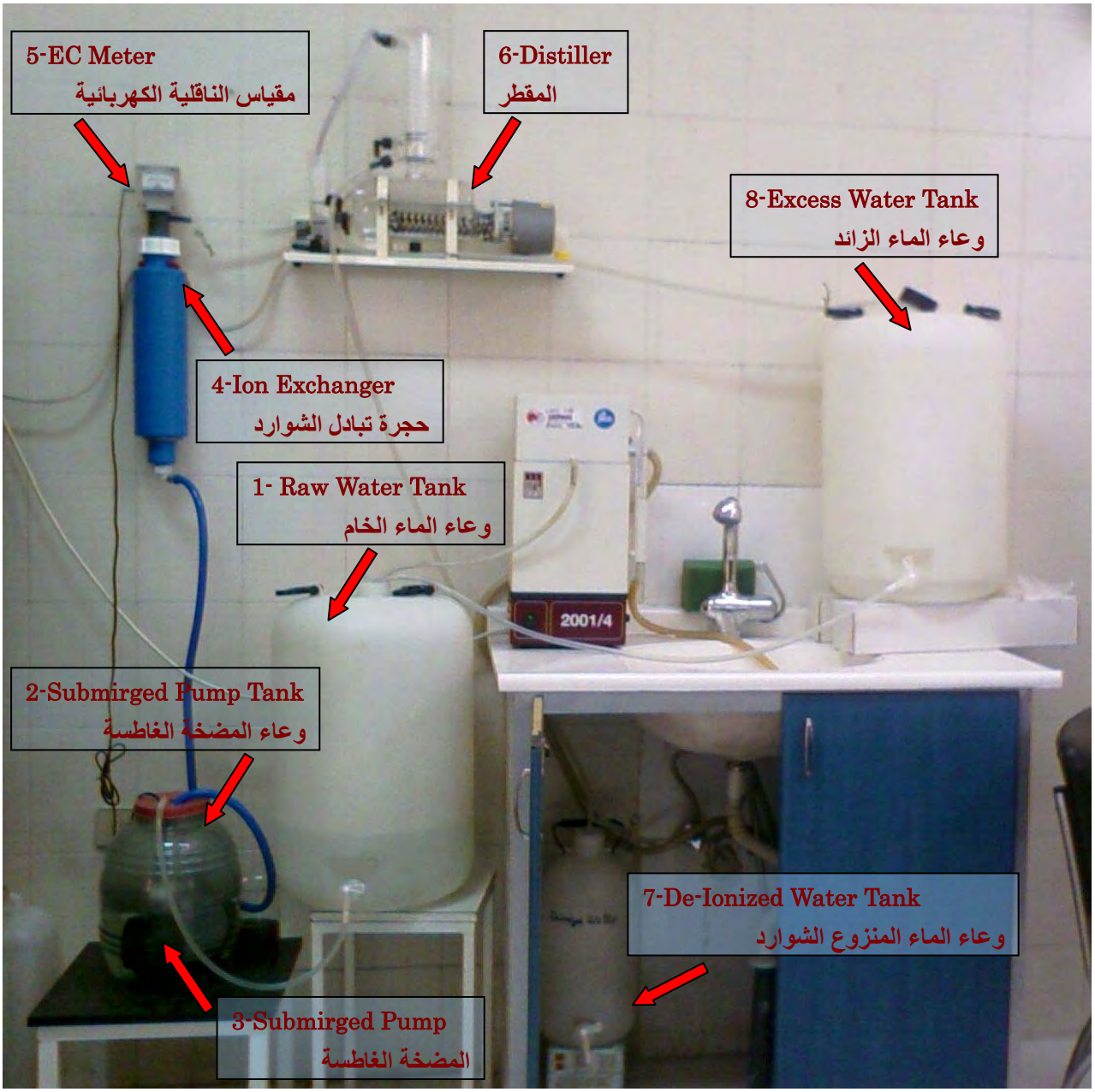


Figure 1: Composition of Water Purifier

الشكل رقم 1: تجهيزات نزع الشوارد

6. Safety Measures

1- During the process, high temperature is generated by the condenser, hot water is discharged to de-ionized water container, and excess water container, therefore, it is advisable to wear thermally isolated-waterproof gloves if contact to hot apparatus or containers is necessary.

2- avoid switching electric current with wet hands (or gloves)

The figure below illustrates hot points of the apparatus

7. إجراءات السلامة

1- أثناء العلمية، تنتشر حرارة عالية من المرجل، ويتم تجميع مياه ساخنة في كل من وعاء المياه منزوعة الشوارد، ووعاء الماء الزائد، وبالتالي فإنه ينصح بارتداء قفازات عازلة للحرارة والرطوبة إذا كان لا بد من العمل مع الأجزاء الحارة من المجموعة.

2- تجنب فصل أو وصل التيار الكهربائي بالأيدي المبللة

ويظهر الشكل أدناه النقاط الساخنة للتجهيزات.

Figure 2: hazardous parts
الشكل رقم 2: الأجزاء الخطرة (حرارة- كهرباء)

6 . Countermeasures in case of burns due to contact to hot substances

1- in case of severe hand burns

a. gently remove clothes (gloves, roll up trousers or shirt… etc.)

b. immediately rinse with cold tap water for at least 2 minutes , to allow the cooling of the deep skin layers (dermis).

c. if possible apply ice (avoid direct contact to ice with a piece of clean cloth such as a towel), this will locally anesthetize the burns.

d. don't use any antiseptics

e. don't place any bandages

f. apply proper ointment for burns if available

g. seek medical advise.

7. Countermeasures in case of severe electric Shock

1. immediately switch off electricity from the main panel, if you didn't know how, ask some one who knows!
2. Check if you are alone. If there are other people around, instruct them to call an ambulance right away. Or ask them to assist you to deliver the injured person to the hospital quickly, and proceed doing so after you confirm that the area is secured (power is cut);
3. Check for a response and breathing, yell to the person to see if he is conscious. At this stage, do not touch the victim. If you are satisfied that it is safe, start

7. الإجراءات الطارئة لمعالجة الحروق الناجمة عن التماس مع السطوح الحارة

1- في حالة حروق الأيدي البالغة

أ. قم بنزع الثياب حول المنطقة المحروقة برقة (خلع القفازات، أو التشمير عن الساعد أو القدم... إلخ)

ب. قم بتبريد المنطقة المصابة بتيار معتدل من ماء الصنبور من أجل تبريد طبقات الجلد العميقة (الأدمة وتحت الأدمة)

ت. استخدم الثلج إذا كان ممكنا (ولكن دون السماح بتماسه مباشرة مع الجلد، حيث يفضل عزله بقطعة قماش أو منشفة...) حيث سيقوم بتخدير منطقة الحرق موضعيا ويساهم في التبريد

ث. لا تستخدم أية معقمات

ج. لا تضع أية أربطة على الحرق

ح. ادهن بمرهم مضاد للحروق (في حال توفره)

خ. اطلب مساعدة طبيب مختص

8. في حالة الصعق الشديد بالتيار الكهربائي

أ. قم بفصل التيار الكهربائي من القاطع الرئيسي إن أمكن، إن لم تكن تعرف كيف اطلب ذلك من أي شخص يعرف.

ب. إذا لم تكن وحدك، فاطلب من المحيطين أن يقوموا بالاتصال بالطوارئ، أو اطلب مساعدتهم لتأمين نقله بسرعة، وباشر بذلك بعد قطع التيار الكهربائي (لا تلمس المصاب قبل التأكد من قطع التيار)

ت. في أثناء ذلك، قم بتفحص استجابته وتنفسه، وقم بتنبيهه أو الصراخ في أذنه كي تتأكد أنه ما يزال واعيا ما أن تتأكد بأن التيار قد قطع، وما أن تتأكد بأنك لست وحدك، قم بالمباشرة بإجراءات الانعاش. وإذا لم يكن لديك أي خبرة في ذلك، أو كنت وحدك انتقل إلى الخطوة التالية.

resuscitating the victim. If you have no first aid knowledge, skip to the next step if someone has not already done it for you. 4. Call **emergency services** for an ambulance. 5. If the breathing and pulse are steady, attend to injuries. Cool the burns and cover with dressings that won't stick. Never put ointments or oils onto burns. 6. Talk calmly and reassuringly to the conscious victim until the ambulance arrives.	ث. اطلب سيارة إسعاف ج. إذا كان التنفس والنبض طبيعيا فابق بجوارهم، قم بتبريد الحروق وتغطيتها بقطعة قماش ولكن حاذر أن تلتصق. ح. قم بطمأنتهم والتحدث إليهم بهدوء إلى أن تصل سيارة الإسعاف

Concept of the Process	**مبدأ العمل**
Figure **3** illustrates water flow directions through the De-Ionizing cycle, where as figure 4 is the schematic diagram	يوضح الشكل 3 مسارات جريان المياه خلال التجهيزات المستخدمة في العملية، بينما يوضح الشكل 4 المخطط الصندوقي للعملية.

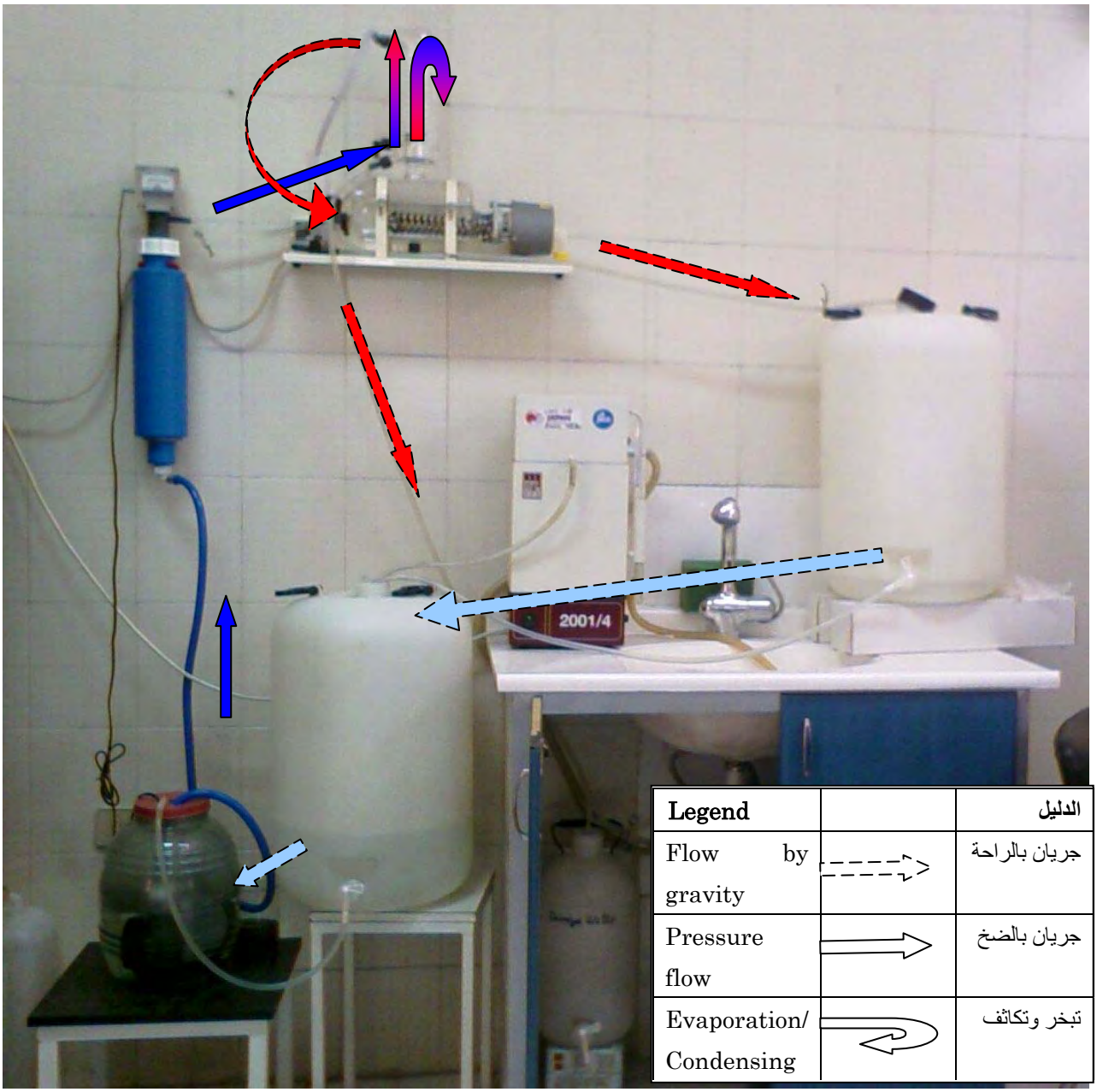


Figure 3; Water flow diagram

الشكل 3: اتجاه جريان المياه

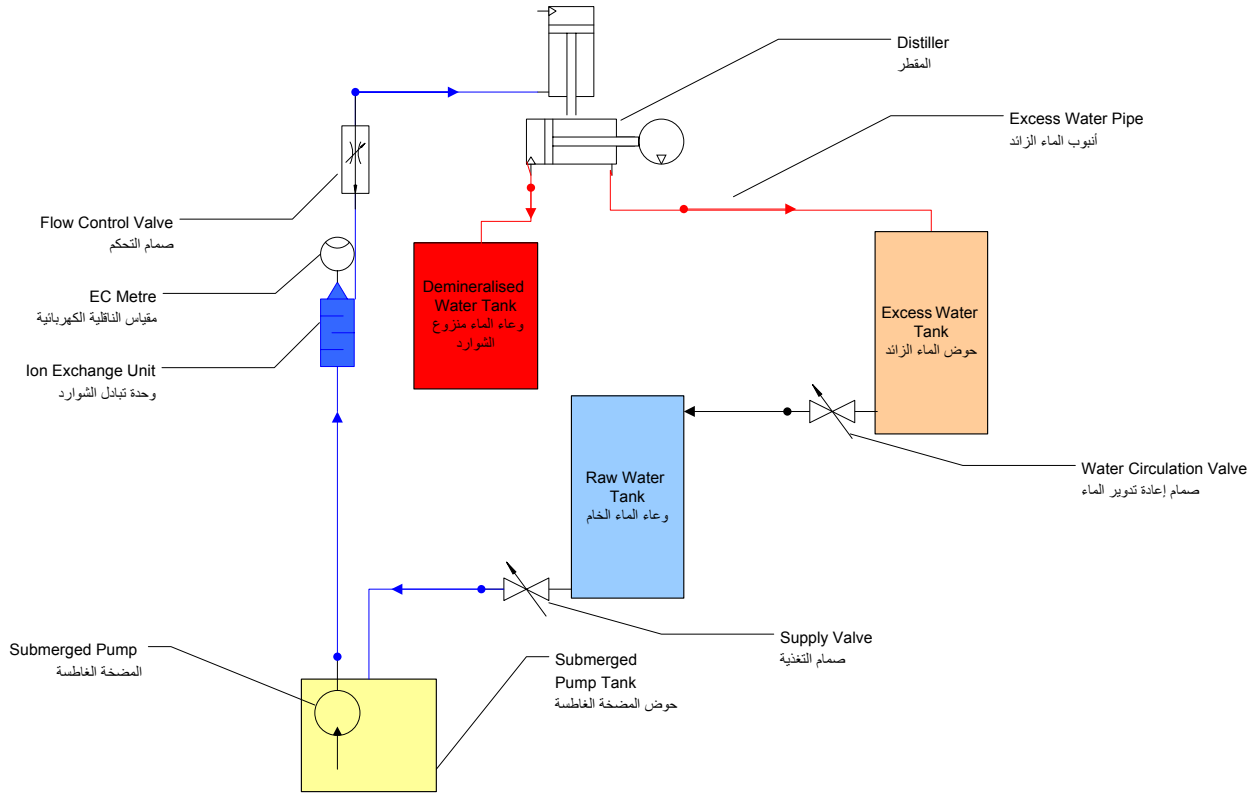


Figure 4; Schematic Diagram

الشكل 4: المخطط الصندوقي للمجموعة

1- Raw water flow by gravity to the submerged pump tank, then pumped through the ion exchange unit and then to the distiller

2- At the distiller water is firstly used for cooling the condenser, then falls to the boiler where it gets evaporated, and condensed water is collected and flow by gravity to the De-Ionized water tank

3- Excess water of the cooling-boiling process flow by gravity to the excess water tank

4- Figure 5 illustrates the concept of De-Ionizing Distiller

1- تجري المياه بالراحة (تحت تأثير الجاذبية) إلى وعاء المضخة، ثم تضخ قسريا من خلال جهاز التبادل الشاردي، ومن ثم إلى جهاز التقطير الملحق

2- تستخدم المياه الداخلة إلى المقطر للتبريد في المكثف، ثم تهبط إلى المرجل حيث تبخر وتجمع القطرات المتكاثفة وتوجه إلى إناء الاستقبال بالراحة

3- تجري المياه الزائدة بالراحة وتتجمع في وعاء الماء الزائد

4- يوضح الشكل 5 آلية عمل جهاز التقطير الملحق

Concept Of The De-Ionizing Distiller	**مبدأ عمل جهاز التقطير المرفق**

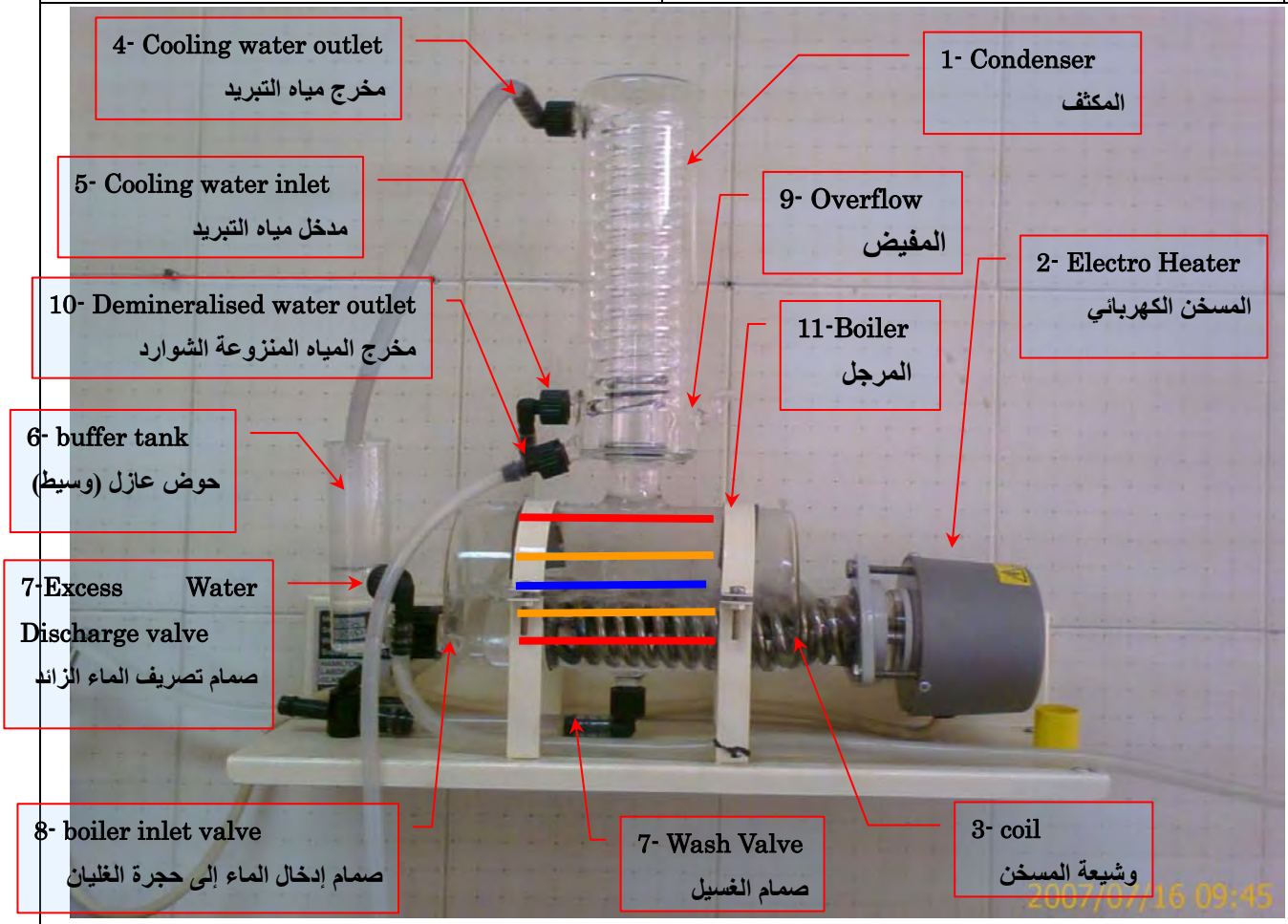


Figure 5, Concept of distiller

الشكل 5: مبدأ عمل مقطر المجموعة

1- After passing the ion exchange unit, water continue to flow by pressure to the condenser cooling water inlet (7)	1- بعد المرور بجهاز تبادل الشوارد، تتابع المياه حركتها بتأثير الضخ وتدخل أسف المكثف (7)
2- After serving as cooling water, water is collected at the buffer tank (6)	2- بعد أن تخدم الغرض منها كمياه تبريد تتجمع في الوعاء الوسيط (6)
3- When water pressure increase at the buffer tank, the boiler inlet valve opens, and allows pressure to be equalised and	3- عندما يزيد منسوب المياه في الإناء الوسيط عن قيمة معينة تدخل المياه إلى المرجل عن طريق الصمام الآلي بينهما من أجل ضمان بقاء المسخن مغمورا

to keep the coil (3) submerged.

4- Water evaporates and condenses, then collected at the De-Ionized water outlet (10)

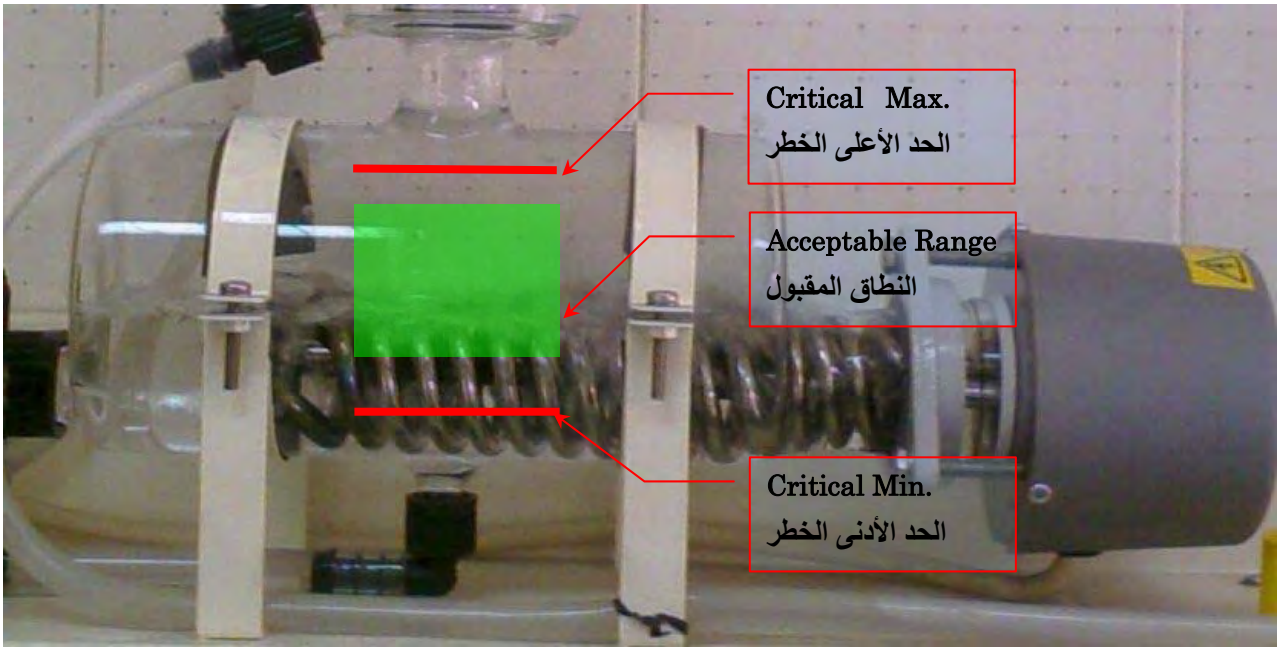
5- When water level at the boiler (10) exceeds its capacity, excess water discharge valve (7) opens and discharge all excess water from the buffer tank and consequently; the boiler.

6- If for, any reason, excess water valve fail to open, excess water will be discharged from the overflow (9)

4- تتبخر المياه في المرجل ثم تتكاثف على جدران المكثف وتتجمع عند المخرج (10)

5- عندما يزيد منسوب المياه في المرجل والإناء الوسيط عن حد معين يتم فتح صمام الماء الزائد الآلي (7)، ويتم تفريغ المياه من الإناء الوسيط وبالتالي المرجل من أجل تجنب فيضانها من أعلى المرجل

6- إذا فشلت عملية التفريغ لأي سبب، ستفيض المياه من فوهة المفيض (9)

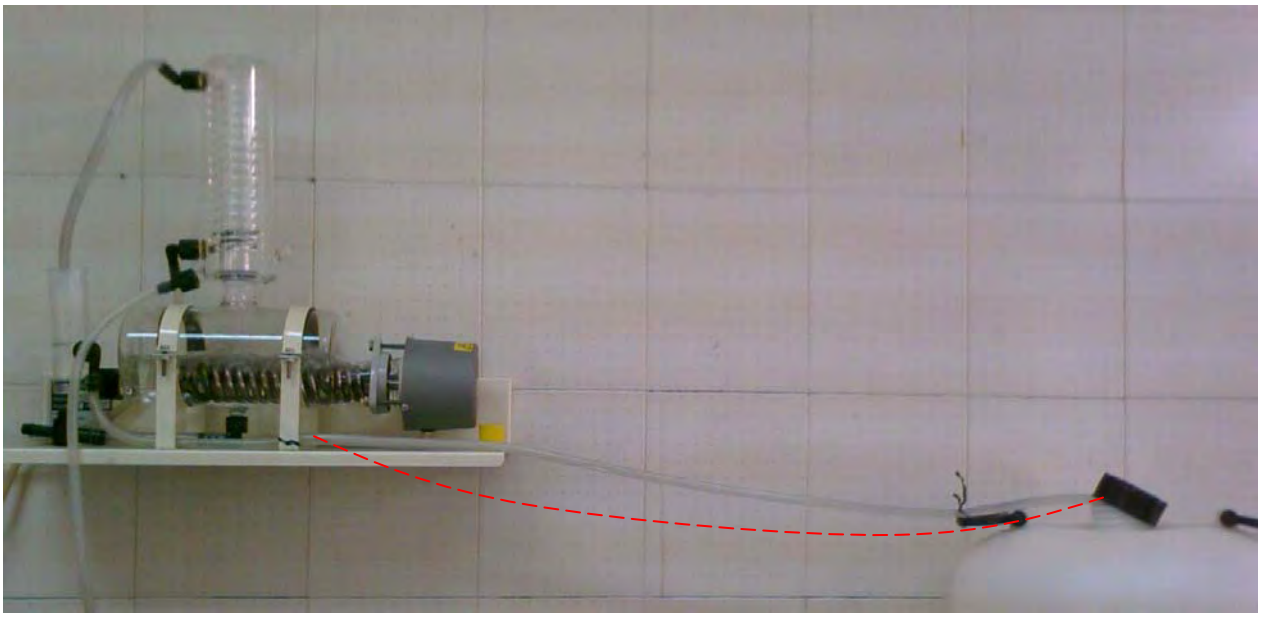


Procedure **1 – Confirm Water Level in the Raw Water Tank** The more water you have here, the more water you may generate, as only about 1/10th of raw water is converted to De-Ionized, and the remaining is recycled as excess water; i.e. raw water quantity in this example is barely enough to generate 1 Littre	**إجراءات التشغيل** **أولاً – التأكد من منسوب المياه في وعاء الماء الخام :** كلما كانت كمية المياه الخامية أكثر، كلما استطعت أن تولد كمية أكبر من المياه منزوعة الشوارد، حيث أن كل ليتر من الماء منزوع الشوارد يحتاج إلى 10 ليتر من المياه الخامية حيث أن الباقي يتراكم في حوض الماء الزائد (والقليل يضيع بالتبخر) أي أن كمية الماء في مثالنا بالكاد تكفي لإنتاج ليتر واحد.
2- Confirm raw water Temperature Water temperature should not exceed 40°C, as it may damage the ion-exchange unit, the submerged pump tank, and will drastically reduce the condenser performance and thus will reduce the productivity below feasibility point.	**2- التأكد من حرارة الماء الخام:** يجب ألا تزيد حرارة الماء 40 درجة م حيث أنها تخرب جهاز التبادل الشاردي في حال لو زادت عن هذه القيمة، كما تؤدي إلى تخفيض كفاءة المكثف بشكل حاد فيصبح تشغيل الجهاز غير مجد.

3- confirm the water circulation valve is closed.	**3- التأكد من إغلاق صمام الماء الراجع من وعاء الماء الزائد**
4- switch on the EC metre	**4- شغل مقياس الناقلية الكهربائية:**
5- confirm the water level at the submerged pump tank The tank is graduated from min to max, intermediate graduates (1,2,3,4…) themselves mean nothing, they are just to ease monitoring of the water level. Water level should not decrease below Min. mark, if it happens, the pumping amplitude will reduce, resulting the reduction of water level at the boiler, and if the boiler will remain on, may damage the coil or the glassware attached. If the water level is exceeding Max. mark, it may soon overflow the tank.	**5- تأكد من منسوب المياه في حوض المضخة الغاطسة:** لقد تم تدريج الحوض بعدة تدريجات تبدأ بـ (**Min**) إلى (**Max**). التدريجات بحد ذاتها لا تعني شيئا، ولكنها تساعد على مراقبة منسوب المياه. لا يجوز أن ينخفض منسوب الماء إلى ما دون علامة الحد الأدنى، حيث أن ذلك يؤدي إلى انخفاض كفاءة الضخ، ودخول الخواء إلى الدارة، بل وتفريغها من المياه وبالتالي انخفاض منسوب المياه في المرجل والتسبب بالضرر لجسم المرجل أو وشيعة التسخين. أما إذا تجاوز منسوب المياه في الحوض الحد الأقصى، فسرعان ما تفيض المياه إن غفل المشرف عن مراقبة المنسوب لبعض الوقت.

6- open raw water supply valve **Hint: using this valve you may also regulate the water supply rate**	**6- افتح صمام وعاء الماء الخام:** **نصيحة: تستطيع التحكم بسرعة تغذية المياه باستخدام هذا الصمام**
7- switch on the pump Just plug it into the socket. As water starts to flow through the ion exchange unit, check the EC metre, to get good quality of De-Ionized water, EC should not increase 2 µS/cm. otherwise, ion exchange unit resin should be changed. In such case undo all procedures, and fix the ion exchange unit issue.	**7- شغّل المضخة:** فقط قم بوصلها بالتيار الكهربائي عندما تبدأ المياه بالجريان وتخرج من جهاز التبادل الشاردي قم بالتأكد من القراءة على مقياس الناقلية الكهربائية، حيث يجب أن تكون أقل من 2 ميكرو سيمنس في السنتيمتر، وإلا فيجب تغيير الحبيبات في داخله. وفي هذه الحالة، لا بد من إيقاف عمل المجموعة، والقيام بصيانة وحدة التبادل الشاردي.
8- open the control valve	**8- افتح صمام التحكم**
9- Switch on the De-Ionizing Distiller **Caution:** *as the both equipment; the distiller, and De-Ionizing distiller are sharing the same*	**9- شغل جهاز التقطير الملحق:** **تحذير:** حيث أن جهاز التقطير، ووحدة التقطير الملحقة بمجموعة نزع الشوارد تتشاركان على خط تغذية واحد، فيجب

switch, and each requires considerable capacity, you cannot use the simultaneously. **Hint:** *you may save some time and raw water by moving forward step 8 to follow step 2, if only you can perform 3, 4, 5, 6, 7, 8 and 9 before the evaporation of the remaining water at the boiler.*	التأكد من إطفاء أحدهما قبل تشغيل الآخر لمنع التحميل الزائد للتمديدات الكهربائية في المختبر. **نصيحة:** يمكنك تقديم الخطوة 8 بحيث تلي الخطوة 2 ولكن بشرط أن يتم تنفيذ الخطوات 3-4-5-6-7 و9 قبل تبخر الماء المتبقي في المرجل (أي خلال دقيقتين) لتوفير بعض الوقت في التشغيل، وهدر بعض الماء.
10- regulate the water flow; **a. limit the flow through the control valve;** boiler's productivity is limited, so you can't increase productivity by supplying more water that what is actually needed. (1) Close the valve, and slightly open it, if the water level at the boiler decreases below the minimum point and continue to decrease, open it slightly, and wait for 1 minute (2) If the water level starts to recover, and remained within the green range, then, you have reached the optimum point (3) If the water level quickly increases and excess water is frequently discharged, that means that you may limit the flow a little bit more. (4) If water level remained within the green range, and water is not frequently discharged through the excess water gate, then the flow rate is acceptable, and you may safely leave the unit unwatched for some time.	**10- قم بمعايرة تدفق المياه:** **أ. قم بتحديد كمية المياه باستخدام صمام المعايرة:** إن إنتاجية المرجل محدودة، وبالتالي لا يمكنك الحصول على إنتاجية بزيادة غزارة الماء الداخل عن الحد الأقصى لاستطاعة المرجل، ولتحديد كمية الماء الداخل بحيث يمكن إنتاج أكبر قدر من المياه منزوعة الشوارد وتحديد كمية الماء الزائد عن الحاجة قم بما يلي 1- قم بإغلاق صمام التحكم ثم افتحه بعض الشيء، فإذا انخفض منسوب المياه في المرجل وتابع انخفاضه، فافتحه قليلا ثم انتظر دقيقة قبل القيام بالخطوة التالية. 2- إذا بدأ منسوب الماء بالارتفاع ووصل إلى النطاق المقبول فالتدفق ضمن الحدود المقبولة. 3- إذا ارتفع منسوب المياه بسرعة وبدأ صمام تفريغ الماء الزائد يفتح بتواتر سريع، فهذا يعني أن الغزارة الداخلة كبيرة، ويجب الحد منها. قم بتقليل الغزارة بتدوير صمام التحكم، وراقب منسوب المياه في المرجل. 4- إذا بقي منسوب الماء ضمن النطاق الأخضر، ولم يقم صمام الماء الزائد بتفريغ الماء من المرجل بتواتر مرتفع، فهذا يعني أن التدفق مناسب جدا، وبإمكانك الكف عن مراقبة المرجل لبعض الوقت.



If excess water pipe curves for any reason (like thermal expansion) it will cause the malfunction of the excess water discharge valve, and water may frequently overflow in the boiler. Keep the pipe as straight as possible.	اذا تقعر أنبوب الماء الزائد (بالحرارة أو لأي سبب آخر) فقد يسبب ذلك خللا في تصريف الصمام للمياه، وقد يؤدي ذلك إلى فيضان المياه من المفيض، وبالتالي يفضل الحفاظ على استقامة الأنبوب بقد الإمكان (مع الحفاظ على ميله باتجاه وعاء الماء الزائد)
b. adjust the flow of the raw water supply valve by monitoring the tempo of the increase/decrease of water level in the submerged pump tank, you may adjust the flow of the raw water to equalise the pumping speed. **c. comments** keep watching the water level at the boiler, submerged pump tank, and raw water tank, and many factors may affect your adjustments such as; change of water flow from supply tank (due to level decrease), changes of boiler performance due to electrical instability… etc **d. Countermeasures** - in case of power failure, proceed shut down	**ب. قم بمعايرة التغذية من وعاء الماء الخام.** تستطيع معايرة التغذية بمراقبة معدل استهلاك المضخة (ارتفاع أو انخفاض المنسوب في وعاء المضخة) وبالتالي معايرة غزارة التغذية بحيث يثبت المنسوب عند منسوب ما بين المنسوب الأدنى والأقصى أي تتعادل الغزارة الواردة مع غزارة الضخ. **ج. ملاحظات:** قم بمراقبة منسوب المياه في المرجل وفي وعاء الماء الخام على الدوام، حيث تتدخل عدة عوامل في استطاعات الوحدات المختلفة مثل عدم استقرار التيار الكهربائي، تغير معدل غزارة الماء الخام (بسبب تغيرات المنسوب في الوعاء)، حيث يتطلب الأمر التدخل يدويا من حين لآخر وضبط معد الجريان من جديد. **د. الإجراءات الاحترازية:** - في حال انقطاع التيار الكهربائي، قم بتنفيذ سلسلة إجراءات

procedures quickly - in case of critical water level decrease in the boiler, temporarily switch it off. Switch it back on after you confirm that it is possible to increase the flow to the boiler. - in case of critical increase of water level, try to shake the excess water pipe to stimulate the discharge, then, reduce the water flow to the boiler by handling the control valve	الإغلاق بسرعة - في حال انخفاض منسوب المياه في المرجل أدنى من الحد المسموح به، قم بإطفائه على الفور، ثم أعد تشغيله بعد التأكد من إمكانية زيادة التدفق الداخل إليه. - في حال زيادة منسوب الماء في المرجل أعلى من الحد المسموح به (أو بدء خروج الماء من المفيض، حاول تحفيز صمام التفريغ على تفريغ الماء الزائد وذلك بهزه، ثم قم بمعايرة التدفق الداخل إلى المرجل.
11. shutdown sequence - switch off the boiler - shut the control valve (in order not to allow the hot water to flow back to the ion exchanger) - switch off the pump - shut the supply valve - switch off the EC metre - open circulation valve to restore the water for another cycle of De-Ionizing.	11- تسلسل عملية الإغلاق - أطفئ المرجل - أغلق صمام التحكم من أجل منع الماء الساخن من الرجوع إلى وحدة نزع الشوارد حيث قد تؤدي إلى تعطيله مع الزمن - أطفئ المضخة - أغلق صمام التغذية - أطفئ مقياس الناقلية - أفتح صمام استعادة الماء الزائد لنقله إلى وعاء التغذية وإعادة استخدامه كماء خام.
12 General Comments - as the water hardness at Damascus DFEA is high, the use of tap water is not recommended as raw water since it may; • quickly consume the ion exchanging resin • cause lime deposits on the walls of the heating coil therefore, the use of distilled water is recommended - as it is not practical to wait for the supply	12- ملاحظات عامة: - حيث أن قساوة الماء الواردة من الشبكة في مديرية دمشق عالية، فلا ينصح باستخدامها مباشرة كماء خام لأن استخدامها سيؤدي إلى: 1- استهلاك وحدة التبادل الشاردي بسرعة 2- يؤدي إلى تشكل ترسبات ملحية ضمن المرجل وبالتالي ينصح باستخدام الماء المقطر عوضا عن ذلك. - بما أنه من غير العملي انتظار امتلاء وعاء الماء الخام بالماء المقطر قبل تشغيل المجموعة، فقد نضطر إلى البدء بتشغيل الوحدة بكمية ماء خام قليل. في هذه الحال، يمكن فتح صمام تدوير الماء الزائد أثناء العملية، مع مراقبة درجة حرارة الماء

tank to be filled with distilled water, the operation of De-Ionizing kit could not be escaped using any available amount, in this case, water may be allowed to be circulated during the process, but temperature of raw water should be monitored, and circulation should be stopped if the temperature of raw water exceed 40°C	الخام الذي سيسخن تدريجيا، وقطع صمام الماء الراجع إلى وعاء الماء الخام، ما أن تزيد حرارة الماء في وعاء الماء الخام عن 40 درجة.

Standard Operation Procedure (SOP)
For Calibration of Hach DR5000 Spectro-photometer
by creating User Programs using the method of
reading known concentration of Standard Solutions at a defined wave length
1- General Manual of the Method

إجراءات التشغيل القياسي(SOP)

لمعايرة جهاز السبكترو Hach DR5000 **من خلال البرامج المعدة من قبل المستخدم**

بطريقة قراءة تراكيز معروفة على طول موجة معين من محاليل نظامية واستخراج منحني المعايرة

1- الدليل العام للطريقة

Prepared by:_____ **Date:**_____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:**_____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد الكيميائي: _____ **التاريخ:**_____

مراجعة:_____ **التاريخ:**_____

مدير المخبر أو منسق ضمان الجودة

Damascus DFEA **مديرية دمشق**

Refer the "SOP for Operation of DR5000 Spectrophotometer" and SOPs of Determination the parameters using DR5000

1. Scope and Application: To carry out "made to measure" analyses. This is useful when the preparation of standard solutions of concentrations within the measurement limit of the available reagents is possible; i.e measurements are reliable. To secure all factors mentioned above, standard solutions should be of good quality; i.e valid, or prepared from good quality chemicals, reagents are valid and reliable, glassware and tools used for preparation of standard solution are clean and precise… etc. The method is particularly important when it is not possible to procure Hach reagents, or compatible. And when it is deemed to be necessary to re-calibrate the device for a different kind of reagents or when a different method is applied rather than Hach standard ones. **2. Summary of Method:** Calibration (derivation of Concentration/ Absorption Graph) of Hach DR5000 spectro-photometer by reading a series of known concentration standard solutions.. **3. Necessary Equipment and Supplies:** 1) DR 5000 Spectrophotometer 2) Standard Cells (10ml, 25 ml… etc.) 3) Glassware; pipettes, micropipettes, beakers, volumetric flasks, cylinders… volumes and precision is judged on the basis of the desired parameter type, range of measurement, and method. 4) Miscellaneous apparatus according to the	**1 . المجال والتطبيق:** **2 . ملخص الطريقة:**

method of preparation and testing of the standard solution; e.g. heater, water bath… etc. 5) Calculator 6) Registration forms	
4. Necessary Chemicals and Reagent 1- Distilled water, but preferable De-ionised water, as the process is quite sensitive. 2- Suitable reagents for the parameter / method 3- Standard Solutions of suitable concentration (within the range of measurement)	**4. إجراءات السلامة** .
5. Principle of the process: The principle of the process is the core of the concept of the spectrophotometer; i.e. linking between absorbance of the tested sample at a pre-determined wave length (visible or UV) and its concentration. To conduct this calculation, the preinstalled programmes of the spectrophotometer conduct correlation via interpolation (usually linear) using the predefined calibration curves that are suitable for Hach reagents and standard methods, however, the Hach DR5000 spectrophotometer allows the user to re-calibrate the device for any other reagents/ methods by specifying the measurement parameters; i.e. wavelength, relational absorbance values of a series of known concentration, and thus enabling the device to generate the formula that links absorbance values to concentration (the actual work the device does behind the scene) and thus to calculate the concentration of any given sample within the valid	**1. الإجراءات الطارئة لمعالجة الحروق الناجمة عن التماس مع السطوح الحارة** أ.

formula range.

This process is possible on DR5000 spectrophotometer by using the **User Programs** which enables the user to:

- Programming of user-created procedures. The user must define or determine the program sequences, calculation formulas, measurement wavelengths, factors, measuring range limits, etc.
- Specifically modified tests.
- Creation of a specific selection of methods and tests.

There are 3 possible methods to calibrate the device

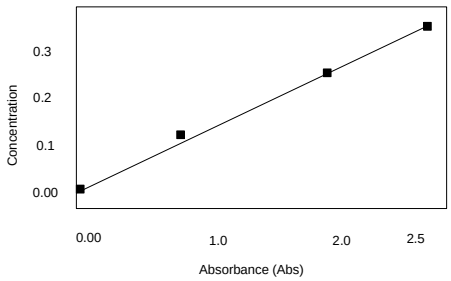
1- Entering values; i.e. filling the Concentration- Absorbance table using data provided by reagent manufacturer.
2- Reading Absorbance values of a series of known concentration of standard solution <u>(which is described in this manual)</u>
3- Entering the Concentration/ Absorbance formula provided by the method composer/ reagent manufacturer.

5. Outline of the Process:

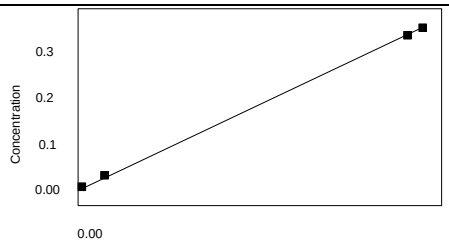
1- Identifying the parameter which the device will be calibrated to measure.
2- Studying the analyses method (as indicated by the reagent manufacturer).
3- Preparation of necessary reagents.
4- Preparation of enough quantity of standard solutions; this is governed by;

a- the measurement method (preparation of the sample, cell volume… etc.)

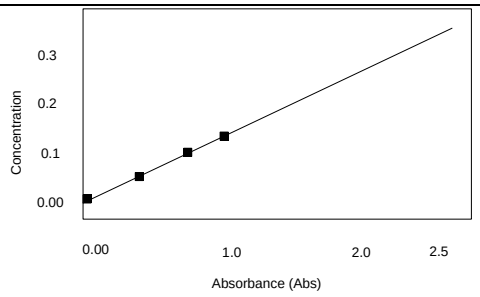
b- number of values to be used for derivation of the calibration formula **Remark:** *the bigger the number of referral points available for the device to derive the calibration formula, the higher the representation of the calibration curve to the measurement range, and especially when calibration formula is supposed to be polynomial, or 3rd order curve. Usually the curve is linear (straight), within the valid range of measurement (which is governed by the reagents specifications).* **5-** Crating the calibration table by entering the concentration values of the standard solutions and then measuring the solutions to determine the corresponding absorbance values. The absorbance values are plotted against the concentrations of the standard solutions and the calibration curve is displayed as a graph. **Note:** *In the case of most common parameters, and time-independent, single-wavelength measurements, the calibration curve is a straight, and 4 points (including (0,0) are enough to derivate the representative curve)* **Important:** *prepared standard solutions are better to be of regular increment, and equally distributed within the valid range of measurement as much as possible, in order to minimise the effect of extreme collided and values on the curve deviation.* *An exception of the case is when the user would like to create calibration curve for sub-spans of the original span for quality control of the measurements of a limited range of concentration.*	



Good referral point distribution, points are distributed evenly within the measurement span.



Bad Point Selection, Points are distinct, and no points inside the span (intermediate referral points)

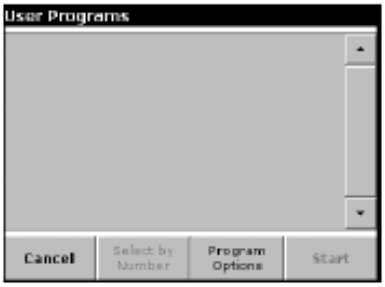
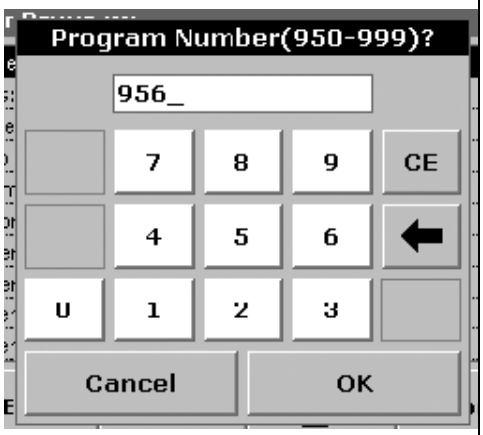


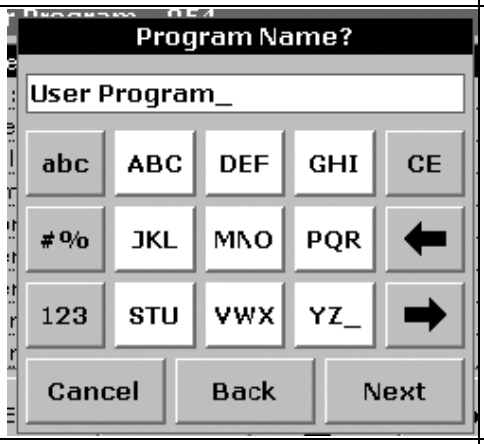
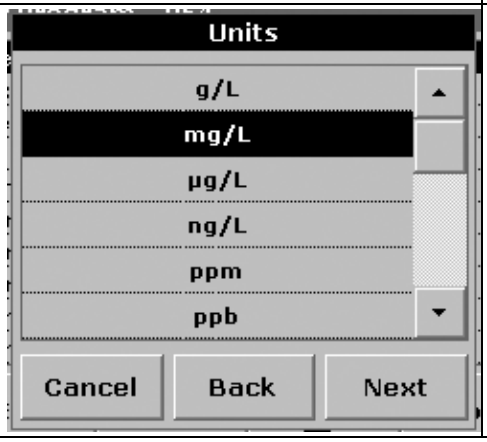
Points are congregated around a certain part of the total valid measurement span

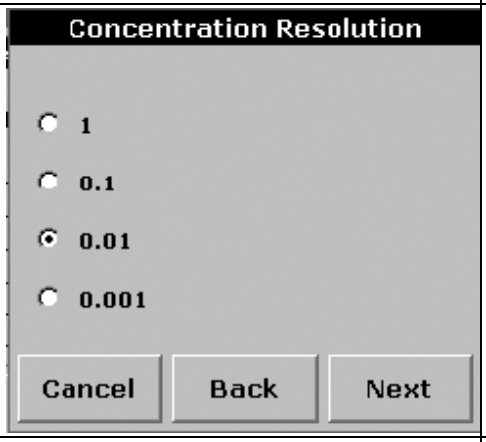
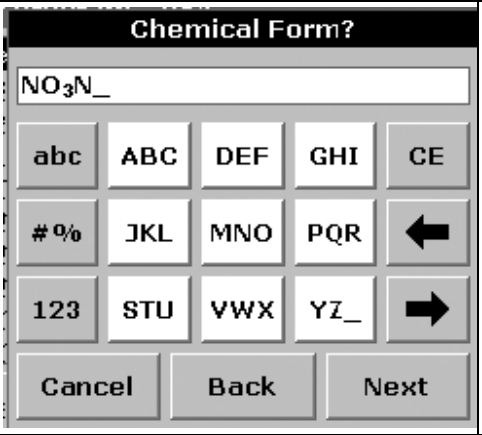
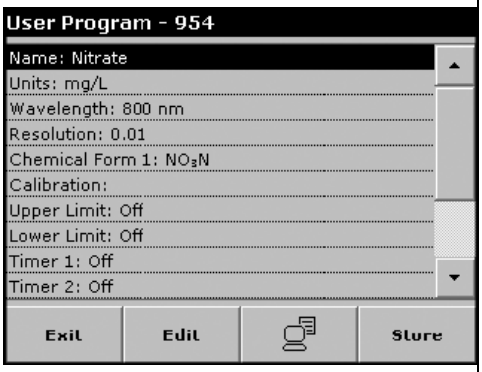
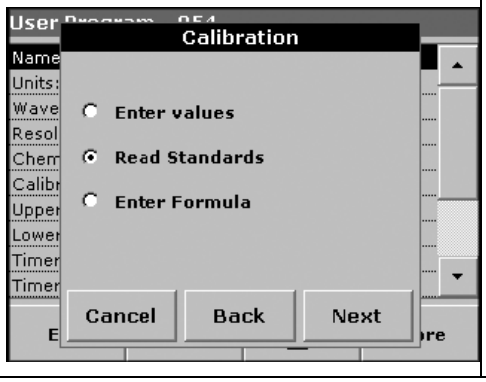
6- Entering the programming mode, and setting up the method (program)

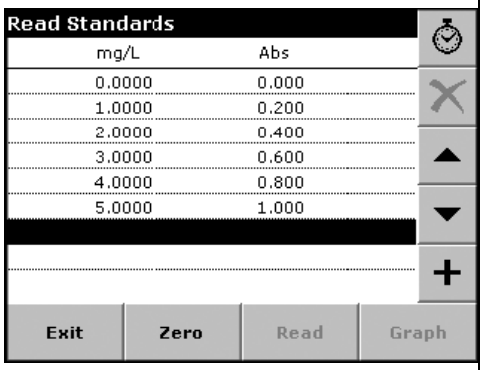
6. Quality Control:

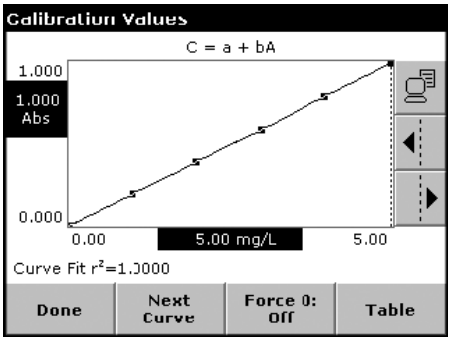
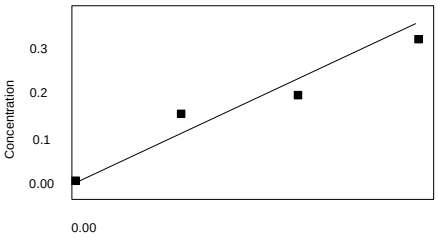
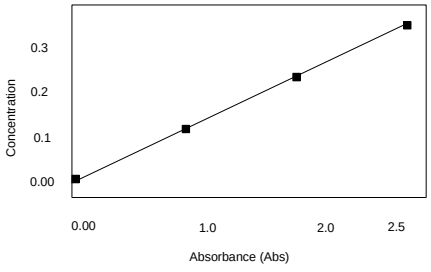
The quality control is conducted by measuring a set of other standard solutions, and thus eliminating the possibility of receiving misleading readings due to the invalidity of the standard solutions used for calibration.

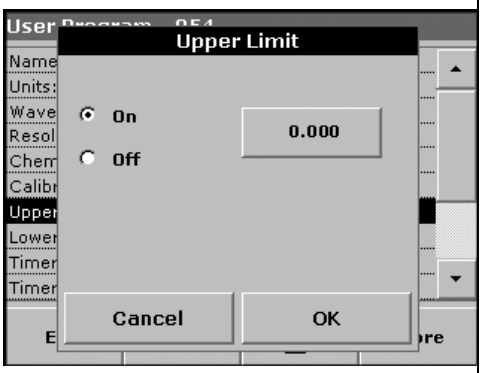
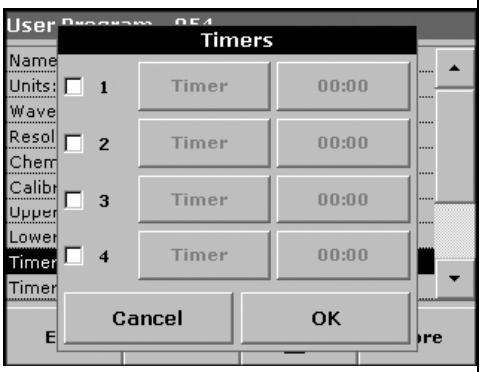
Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
1	From the Main Menu, press **USER PROGRAMS** and then **PROGRAM OPTIONS**. The Program Options menu will be displayed		
2	Select **NEW** to program a new user program. The first time **PROGRAM OPTIONS** is selected, only the **NEW** option is available. The other options remain inactive (gray) until the first program has been created.		
3	Enter a program number between 949 and 999. The lowest available number appears automatically. The program number will be displayed in the User Program and Favorite Program menu lists (if the method is stored as a favorite). Press **OK** to confirm. ***Note:*** *If the program number is already assigned to another user program, a message appears asking whether the existing program should be replaced. Press* ***OK*** *to overwrite an existing program.*		

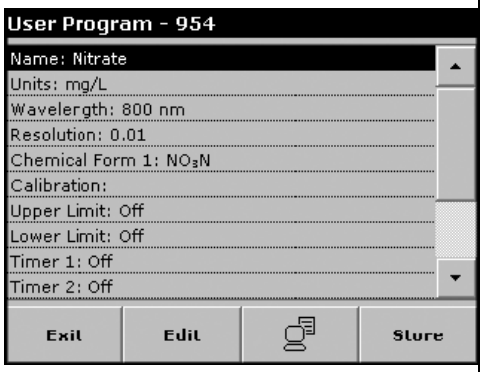
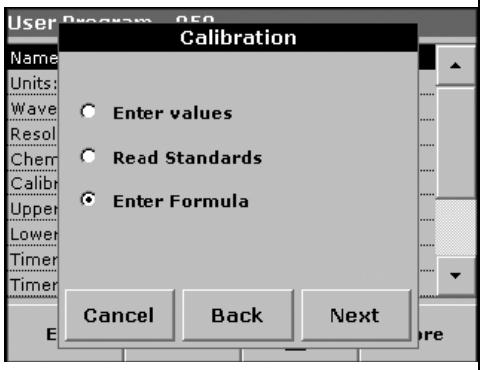
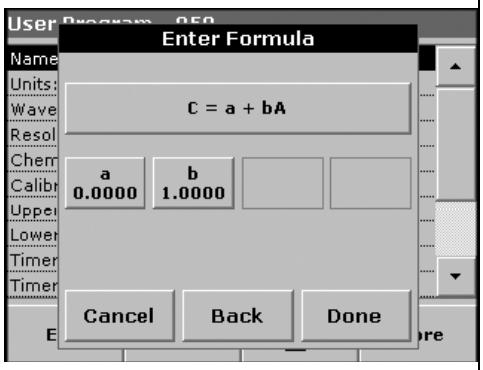
Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
4	Use the alphanumeric keypad to enter a program name. The name can be a maximum of 28 characters long. Press **BACK** to return to the previous screen or press **NEXT** to continue with the input of the program data.		
5	Select the type of program **(Single Wavelength)**, and press **NEXT** to continue.		
6	Select the required unit from the list and press **NEXT**. A user-specific unit that is not included in this list can be added in the edit program under **PROGRAM OPTIONS>EDIT**.		

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
7	Select the concentration resolution (number of decimal places) and press **NEXT**.		
8	Enter the chemical form (the chemical representation of the analysis parameter in the result display) using the alphanumeric keypad. Press **NEXT** to continue.		
9			
10	A method is calibrated by determining the absorbance values of several standard solutions of known concentration. Select **"Read Standards"** and press **NEXT**.		

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
11	**1.** Press the **+** symbol and use the alphanumeric keypad to enter the standard concentration. Press **OK**. **2.** Press the **+** symbol again and enter the next standard concentration. Repeat this sequence until all standard concentrations (maximum of 24 solutions) are entered. **3.** Activate the line with the appropriate concentration and insert the cell with the corresponding standard solution.		
	1. Prepare the zero solution and other concentrations according to the intended method (refer to other SOPs if necessary) **2.** Place the zero solution in the cell compartment. Close the compartment. Press **ZERO**. **3.** Place the first standard solution in the cell compartment and close the cell compartment. Press **READ**. **4.** Place the second standard solution in the cell compartment and close the cell	*The **TIMER** icon shown in the display helps to ensure, when necessary, that the steps of an analysis are correctly timed (e.g. reaction times, wait times, etc., can be exactly specified). When the specified time has elapsed, an acoustic signal is emitted. The use of the timer has no influence on the measurement program.*	

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
	compartment. Press **READ**. Repeat this sequence until all the standard solutions are measured (maximum of 24 solutions). **5.** The entered and measured data are displayed in the Table. To delete a standard concentration, highlight the appropriate line and press **DELETE**.		
	6. When the data are entered and the measurements are complete, press **GRAPH** to display the curve that results from plotting the entered data. **7.** The linear curve corresponds to the standard setting. Press **NEXT CURVE** to display the polynomial 2nd order curve. Press **NEXT CURVE** again to display the polynomial 3rd order curve.	 **Examples of Good and bad linear curves:**  Bad linear graph, curve fit $r^2<0.9800$  Good Graph Curve fit $r^2> 0.9900$	

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
	Upper and Lower Measuring Range Limits Enter the Upper and Lower Limits of the measuring range. An error message is displayed if a reading is above the upper limit or below the lower limit. **1.** Activate the appropriate line in the overview of the program data and press **EDIT**. **2.** Select On. Press **0.000** to enter the measuring range limit. Press **OK** to confirm.		
	Timer Intervals 1. Enter the time intervals for the timers. This function can be used to enter abbreviations for work steps and defined intervals for up to four timers. **2.** Select the appropriate program in the program data overview screen and press **EDIT**. **3.** Check the appropriate timer(s). Press the **TIMER** key to select from a list of names that describe the corresponding step. Press **00:00** to enter the times for each timer.		

Step	Operation	Remarks(ملاحظات)	التشغيل
	Store the program: Review all parameters, when it is deemed necessary to change any parameter, select it by pointing and press **EDIT** After everything is set press **Store** to store the program in DR5000 internal memory		
	Formula checkup To check the reagent blank interference you may revise the formula. 1. press calibration 2. select **Enter formula** 3. press **Next** **(a)** represents the affect of the reagent, if you're satisfied about the value, you may press **cancel** twice and exit programming mode, otherwise, you need to repeat zero concentration solution	 	

Standard Operation Procedure (SOP)
For Sampling

إجراء التشغيل القياسي (SOP)
لجهاز التقطير

Prepared by:_____ **Date:** _____
Chemist

Reviewed by:_____ **Date:** _____
Laboratory Chief or Quality Assurance Coordinator

إعداد: الكيميائي _____ **تاريخ:** _____

مراجعة:_____ **تاريخ:** _____
منسق المخبر الرئيسي أو منسق ضمان الجودة

_____**DFEA**

مديرية _____

1. Sample collection

Purpose of the environmental factory inspection is to monitor the pollution sources such as factories and industrial sectors for management of pollution sources. Sampling is the first step in water quality monitoring. Care must always be taken to ensure obtaining a sample that is truly representative. Further, the quality of the sample must be maintained from the time of collection to the time of analysis. If the sample is not representative or if the sample has changed in chemical composition between sampling and analysis the efforts in its analysis become futile.

2. Necessary Equipment and Supplies:

1) Sampling vehicle.

2) Documents for recording data.
   ① Manifest for sample receipt,
   ② Factory information sheet,
   ③ Others

1) Sampling tools
   a) Sample container/bottle (select materials and capacity depend on the parameters analyzed) (see "Sampling Guide"),
   b) Sampler/Dipper,
   c) Bucket
   d) Gloves,
   e) Rope,
   f) Icebox with refrigerant/cooling agent,
   g) Writing implements, Marker,
   h) Others

2) On-site measurement equipment (as needed)
   a) Thermometer,
   b) pH meter,
   c) EC meter,
   d) DO meter,
   e) Others

3) Chemicals and tools for sample preservation
   a) Chemicals
      (ア) Nitric acid (HNO_3),
      (イ) Sulfuric acid (H_2SO_4),
      (ウ) Hydrochloric acid (HCl),
      (エ) Sodium hydroxide (NaOH),
      (オ) Others
   b) Dropping pipet
   c) pH test paper
   d) Others

1- **المجال والتطبيق**: إنتاج الماء المقطر

2- **أجهزة ومواد ضرورية**:

3) ماء مقطر
4) حمض النمل
5) حمض الخل

3 - Procedure:

3- إجراء التشغيل :

Step (الخطوة)	Operation	Remarks (ملاحظات)	التشغيل
1	Check sampling vehicle, sampling tools and field measurement by using checklist. The works mentioned above should be completed one day before sampling.		
2	Calibrate pH meter in the site before measuring if it is possible. Otherwise, calibrate it before leaving the laboratory. And do not disconnect the electrode from the instrument. Check EC meter if it is calibrated since less than a month. Otherwise, recalibrate it. Calibrate D.O meter in the site before measuring.		
2	Collect water samples at safe place. The sample bottle should be rinsed three times with portions of sample before being filled. However, this does not apply for bacteriological samples.		

Step (الخطوة)	**Operation**	**Remarks** (ملاحظات)	**التشغيل**
3	Labeling the samples collected. Contents of label should include following contents. 1) Date and time of sampling 2) Sample code 3) Others (name of river, lake, factory etc.)	Example: 2005-10-03 09:30 RAK-I-001 Sugar Factory (I: industrial wastewater R: river L: lake R: reservoir Sp: spring Se: sewage G: groundwater)	
4	Preserve the samples collected following the "Suggested Preservation Methods" and put the sample into icebox.		
5	Conduct field measurement and observation by using "Field Record"		
6	Deliver the samples to laboratory staff.		

النهاية

The end

P: بلاستيكي (بولي إيتيلين أو ما يعادله)- G: زجاجي

يجب أن تعد خطة الاعتيان بناء على القرائن التي سيتم تحليلها

❑ Sampling Guide/Sample Preservation

Parameter	Analytical Method Adopted	Container	Preservation	Minimum Sample Volume (Preferred Volume)	Holding Time	Container No.
Oil and Grease	Solvent extraction/Infrared absorptiometry	G, wide-mouth (Washed with soap, rinsed with water, and finally rinsed with solvent to remove any residues)	H_2SO_4 (1:1) or HCl (1:1) to pH below 2. (Don't overfill the sample container and don't subdivide the sample in the laboratory. Refrigerate)	1,000 mL (1,000 mL)	28 days	1
Orthophosphate (PO_4^{3-})	Spectral photometric	P or G (Container should have been cleaned with 1:1 HCl and rinsed with Deionized water. Don't use commercial detergents containing phosphate for cleaning glassware used in phosphate analysis)	Analyze samples immediately for best results. If prompt analysis is not possible, preserve samples by filtering immediately and add 5 mL of chloroform per 1 L of sample, and storing at 4℃. The sample should be at room temperature before analysis.	100 mL	48 hrs	2
Nitrogen, Ammonia (NH_3-N)	Spectral photometric	P or G	Refrigerate at 4℃for samples to be analyzed within 24 hr. H_2SO_4 (1:1) or HCl to pH below 2. (Analyze as soon as possible, refrigerate. If chlorine is present, add one drop of 0.1 N Sodium Thiosulfate for each 0.3 mg/L Cl_2 in a 1-liter sample. Refrigerate. Warm samples to room temperature and neutralize with 5 N Sodium Hydroxide (NaOH) before analysis.	500 mL	7 days (28 days: stored sample)	3

Revised
English: July 26, 2007
Arabic:

Parameter	Analytical Method Adopted	Container	Preservation	Minimum Sample Volume (Preferred Volume)	Holding Time	Container No.
			Correct the test result for volume additions.)			
Surfactants	Spectral photometric	P or G	Store at 4℃ or less (refrigerate) Warm to room temperature before testing	(500 mL)	24 hrs	2
Chromium, Total (Cr-T)	Spectral photometric	P or G (acid-washed container)	HNO_3 to pH below 2 (Approximately 2 mL per liter of the acid. Store preserved samples at room temperature up to six months. Adjust the pH to about 4 with 5.0 N Sodium Hydroxide (NaOH) before analysis. Correct the test result for volume additions)	(300 mL)	6 months	4
Chromium, Hexavalent (VI)	Spectral photometric	P or G (Rinsed with 1:1 HNO3, Refrigerate)	Store at 4℃ in neutrality up to 24 hours. Must be analyzed within 24 hours.	300 mL	24 hrs	2
Sulfide (S^{2-})	Ion selective electrode	P or G	Fill completely and cap tightly. Avoid excessive agitation or prolonged exposure to air. Add 4 drops of 2N Zinc Acetate ($(Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O)$)solution in the sample bottle per 100 mL sample before sampling. And then adjust pH to above 9 by adding Sodium Hydroxide. Refrigerate	100 mL	7 days	5

Revised
English: July 26, 2007
Arabic:

Parameter	Analytical Method Adopted	Container	Preservation	Minimum Sample Volume (Preferred Volume)	Holding Time	Container No.
Nitrate (NO_3^-)	Ion selective electrode	P or G	H_2SO_4 (1:1) to pH below 2, Refrigerate	200 mL	48 hrs	3
Nitrite (NO_2^-)	Spectral photometric	O or G	Analyze as soon as possible. Add 1 mL of chloroform per 1 L sample. Store 4℃ in dark place.	100 mL	48 hrs	
Chloride (Cl^-)	Ion selective electrode	P or G	No special preservation	100 mL	28 days	2
Fluoride (F^-)	Ion selective electrode	P Glass bottles are satisfactory if previously they have not contained high-fluoride solutions. Always rinse bottle with a portion of sample.	No special preservation	300 mL	28 days	2
Cyanide (CN^-)	Ion selective electrode	P (Amber) or G (Amber)	NaOH to pH above 12, Refrigerate	500 mL		6
pH	Ion selective electrode	(On site measurement)				
Electric conductivity (EC)	Ion selective electrode	(On site measurement)				
Suspended solid	Filtrate weight	P or G Be provided that the material in suspension does not adhere to container walls.	Begin analysis as soon as possible because of the impracticality of preserving the sample. Refrigerate sample at 4℃ up to the time of analysis to minimize microbiological decomposition of solids. Transportation and short-term storage of sample will not normally affect the results of the test.			
Settleable solid	Still standing				Preferably do not hold samples more than 24 hr. In no case hold sample more than 7 days.	

Revised
English: July 26, 2007
Arabic:

Parameter	Analytical Method Adopted	Container	Preservation	Minimum Sample Volume (Preferred Volume)	Holding Time	Container No.
			Bring samples to room temperature before analysis.			
COD_{Cr}	Open reflux method	P or G (Preferably collect samples in glass bottles.)	H_2SO_4 (1:1) to pH below 2 Test unstable samples without delay. If delay before analysis is unavoidable, preserve sample by acidification to pH≤2 using conc. H2SO4. Preferably acidify any sample that cannot be analyzed the same day it is collected. Blend samples containing Settleable solids with a homogenizer to permit representative sampling. Make preliminary dilutions for wastes containing a high COD to reduce the error inherent in measuring small sample volume. Refrigerate	100 mL	7 days	3
Total coliform	Membrane filter technique	P or G (Should be properly sterilized, either with alcohol, or using an autoclave)	HCl (1:1) to pH below 2	100 mL	6 hrs	7
Heavy Metals	Atomic absorption photometry	G or P (Preferably collect samples in plastic bottles.)	HNO_3 to pH below 2	100 mL		8

P = Plastic (polyethylene or equivalent); G = Glass

- Sampling plan should be made based on kinds of the parameters analyzed.

Revised
English: July 26, 2007
Arabic: