

# **Annex 1:**

## **Standard Operation Procedures (SOP)**

### **For Environmental Monitoring**

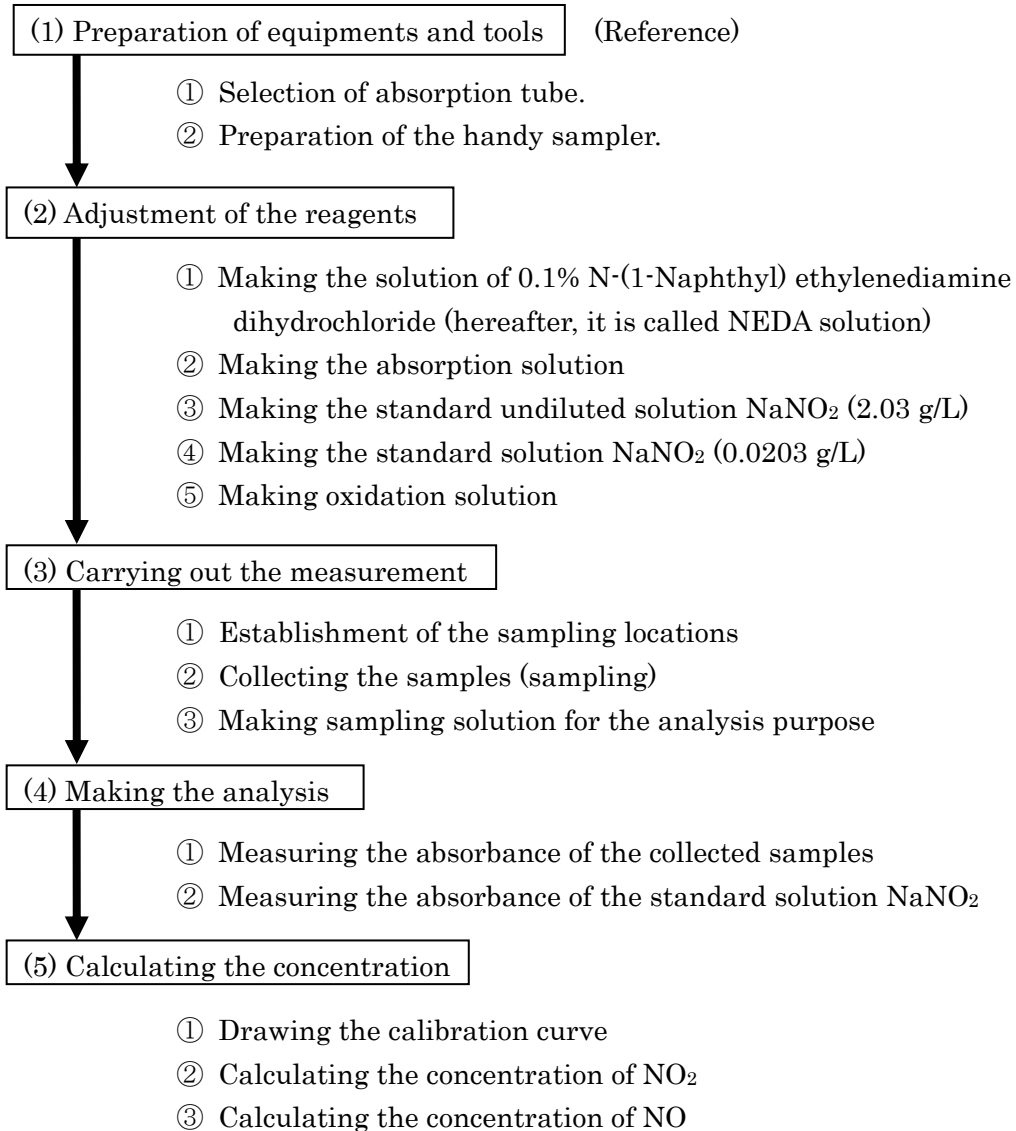
#### **1.5 Air Quality**

**Standard Operation Procedure (SOP)-01  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Nitrogen Oxide (NO<sub>x</sub>)**

**Air Quality Analysis**

Measuring substance	Nitrogen Oxide (NO <sub>x</sub> )
Measurement method	Saltzman Reaction Method

## 1 - Measurement flowchart and main items



## 2. Measurement principle

If we put the air sample which contains NO<sub>2</sub> in an absorption coloring solution (N-(1-Naphthyl) ethylenediamine dihydrochloride, Sulfanilic acid, and Acetic acid mixture solution), we will get an orange-red azo-dye (dyestuff) that is proportional to NO<sub>2</sub> amount. By measuring the absorbance of the coloring solution we can calculate NO<sub>2</sub> concentration. Because NO does not react with the absorption coloring solution, it is oxidized to NO<sub>2</sub> by using potassium permanganate (after adding sulfuric acid), then we can measure it by the same method mentioned-above.

## 3. Reagents, equipments and materials.

[Reagents]	Quantity	[Equipment and materials]	Quantity
Potassium dichromate (K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> )	small quantity	Absorption tube (bubbler)	2
sulfanilic acid (H <sub>2</sub> NC <sub>5</sub> H <sub>4</sub> SO <sub>3</sub> H)	5 g	Bubbler tube for oxidation	1
Glacial acetic acid (CH <sub>3</sub> COOH)	140 mL	Flow meter (0.4 L/min precise measurement glass flow meter)	1
N-(1-Naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride (=NEDA)	0.1 g	10 mL pipette	1
Sodium nitrite (NaNO <sub>2</sub> )	2.37 g	Rubber bulb	1
Chloroform (CHCl <sub>3</sub> )	a little	Beaker 1500 mL	1
Sulfuric acid (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	2.5g	Beaker 200 mL	1
Potassium permanganate (KMnO <sub>4</sub> )	2.5g	Brown bottle	1
Barium hydroxide (Ba(OH) <sub>2</sub> · 8H <sub>2</sub> O)	proper quantity	Volumetric flask 1 L	1
		Volumetric flask 100 mL	1
		Hole pipette 10 mL	1
		Volumetric flask 25 mL	1 set
		Vacuum gage(Vacuum meter)	1
		Vacuum pump(Pulsometer)	1
		Spectrophotometer or colorimeter (550 nm vicinity)	1

## 4. The structure of measuring equipments

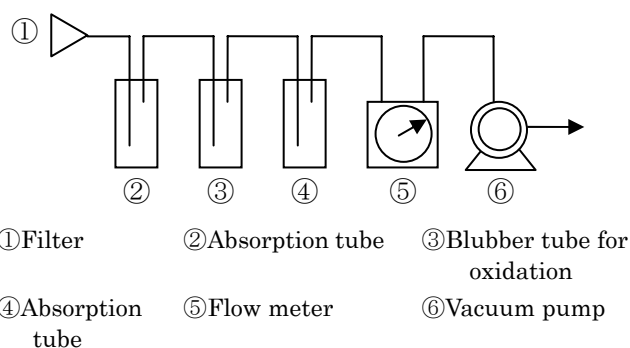
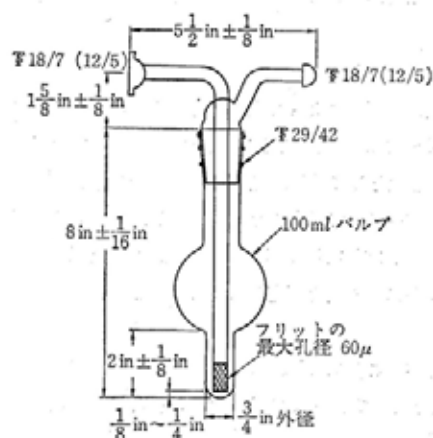


Figure (1) Measuring Equipment



Figure(2) ex. Absorption tube

## 5. Operation details

### (1) Preparation of equipments and tools

#### ① Selection of the absorption tube

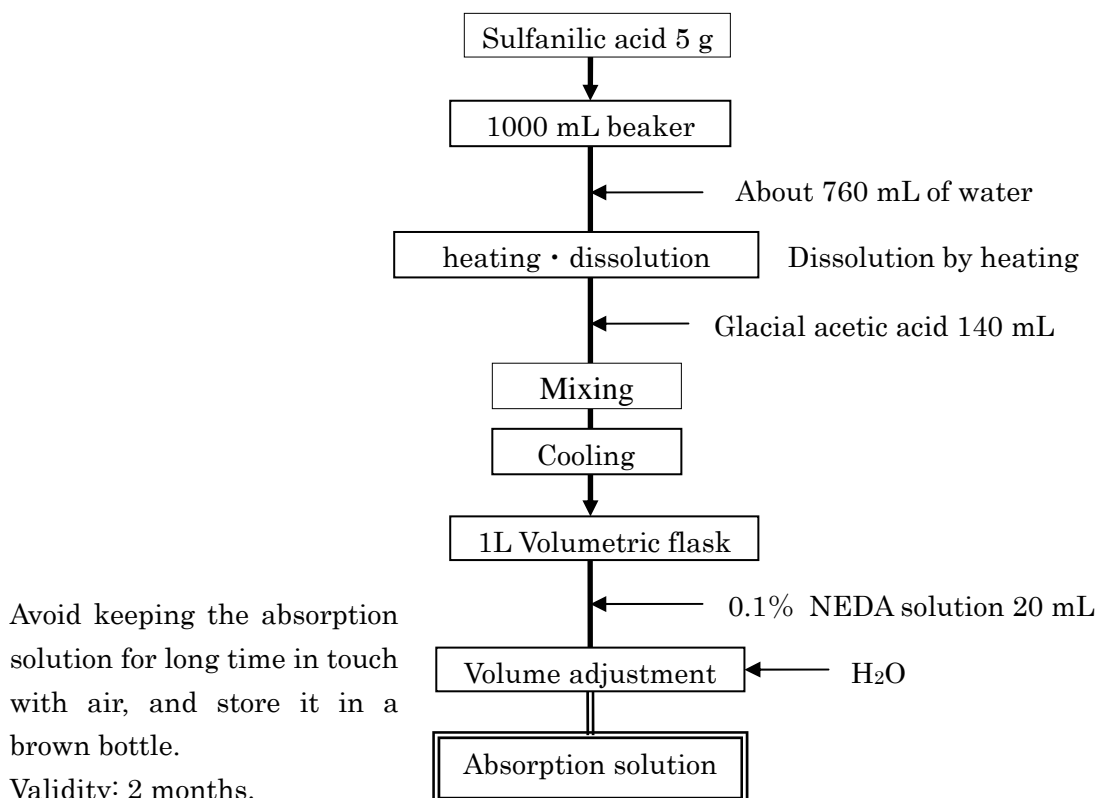
As shown in Figure (2), the absorption tube is of the bubble type and made of glass with  $60\ \mu\text{m}$  (note 1) maximum pore size of the glass filter.

### (2) Adjustment of the reagents (note 2)

#### ① Making (0.1%) of NEDA solution

Dissolve 0.1 g of the reagent NEDA in 100 mL of water (storage solution).

#### ② Making the absorption solution



#### ③ Making the standard solution of $\text{NaNO}_2$

##### [Standard solution: $10\ \mu\text{L NO}_2/\text{mL}$ ]

##### a) Making the standard undiluted solution of $\text{NaNO}_2$ (2.37 g/L)

Weigh 2.37 g of sodium nitrite (highest quality) and dry them for one hour at  $105\sim 110\ ^\circ\text{C}$ , then dissolve them in water in 1 L volumetric flask and adjust the volume up to 1 L. (for storage, add few drops of chloroform to the solution and put it in refrigerator. The stability of the solution is 90 days)

##### b) Making the standard solution of $\text{NaNO}_2$ (0.0237 g/L)

Withdraw 10 ml from the standard undiluted solution of  $\text{NaNO}_2$ , put it in 1000 ml volumetric flask, and dilute it by 100 fold of water, thus, you get 0.0237 g/L of standard solution.

Standard solution 1 ml =  $10\ \mu\text{L NO}_2$  ( $25\ ^\circ\text{C}$ , 760 mmHg)

**In case of representing the concentration in weight unit:**

**[Standard solution: 20 µg NO<sub>2</sub>/mL]**

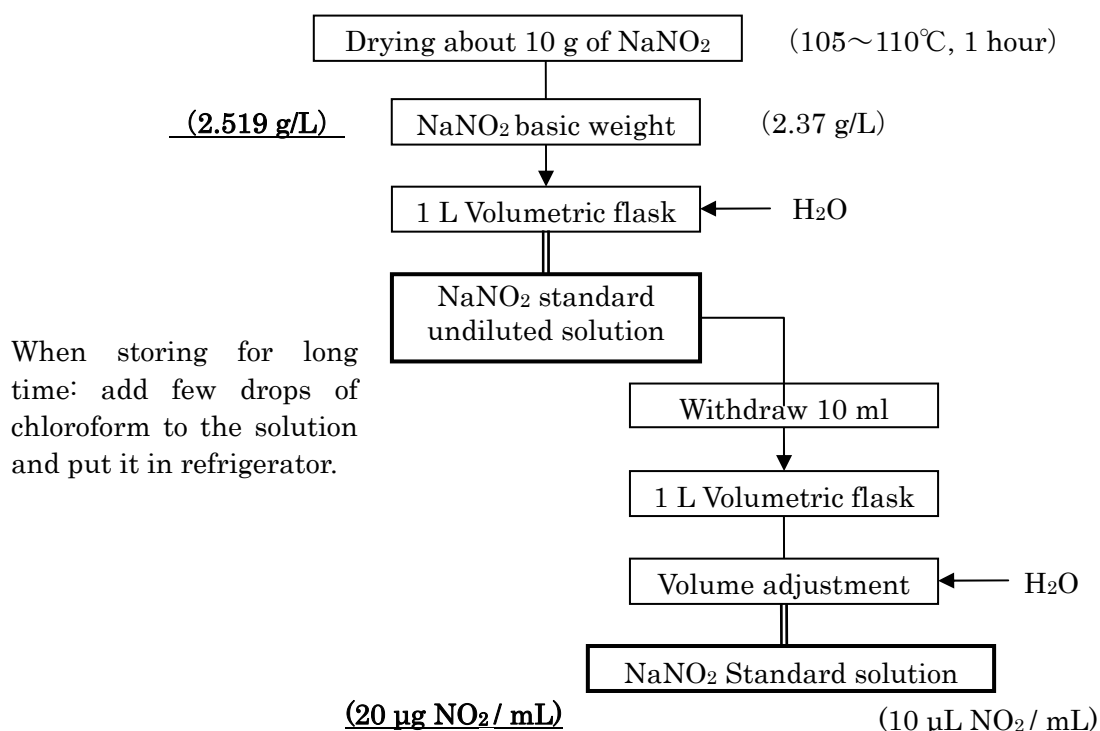
a) Making the standard undiluted solution of NaNO<sub>2</sub> (2.519 g/L)

NaNO<sub>2</sub> M.W. = 69.00g      NO<sub>2</sub> M.W. = 46.01g      Saltzman coefficient = 0.84

$$2\text{g NO}_2 = 2\text{g} \times \frac{\text{NaNO}_2}{\text{NO}_2} \times 0.84 = 2\text{g} \times \frac{69.00}{46.01} \times 0.84 = 2.519\text{ g NaNO}_2$$

b) Making the standard solution of NaNO<sub>2</sub> (0.02519 g/L)

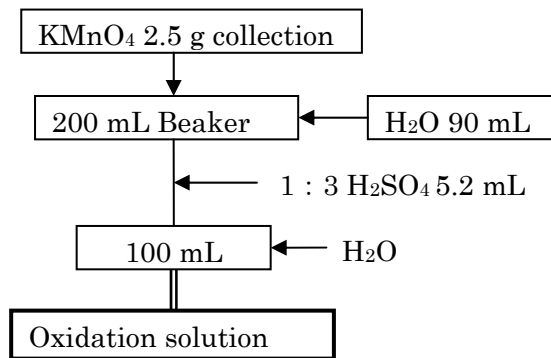
Refer to the following.



④ Preparing the oxidation solution

Dissolve about 2.5 g of potassium permanganate in 90 mL of water in 200 mL beaker, add 2.5 g of concentrated sulphuric acid (1 : 3 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5.2 mL) and adjust the volume up to 100 mL by adding distilled water. \*Quality of solution comes down during storage, so we have to make a new solution frequently.

\*Throw it away when MnO<sub>2</sub> brown precipitants form in the solution.



### (3) Carrying out the measurement.

#### ① Establishment of the sampling locations

To exclude the influences of topography and structure complexities, the measurement location should be selected in an area that represents reliability. The height of the sampling inlet from the ground is in the range 1.5 m ~ 10 m.

#### ② Collecting the samples.

The collection of the samples is achieved by the following procedure:

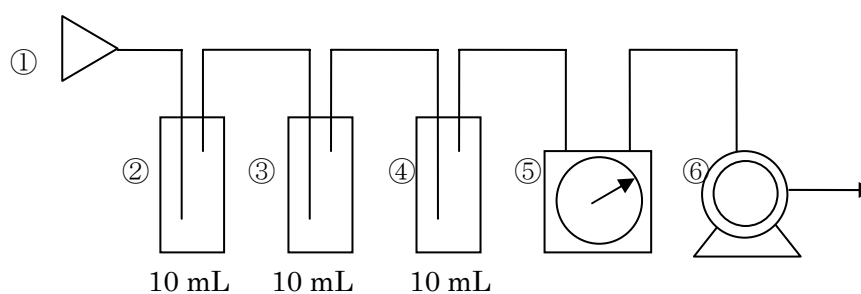
a) ①The filter, ②Absorption tube, ③Bubbler tube for oxidation

④Absorption tube, ⑤Flow meter, ⑥Sampling device with the pump assembly.

(If the handy sampler is used, the sampling setup is already done)

b) Withdraw an accurate 10 mL of absorption solution, put it in each absorption tube, and insert 10 mL of oxidation solution (can be used several times) in the oxidation bubbler tube.

c) Keep air sampling at 0.4 L/min (or less). Suction prolongs until the color of the solution changes considerably (about 10~60 minutes). (Quantity of sucked air must be recorded. Also, the values of the air temperature and pressure must be recorded if they are greatly different from 20 °C and 760 mmHg).



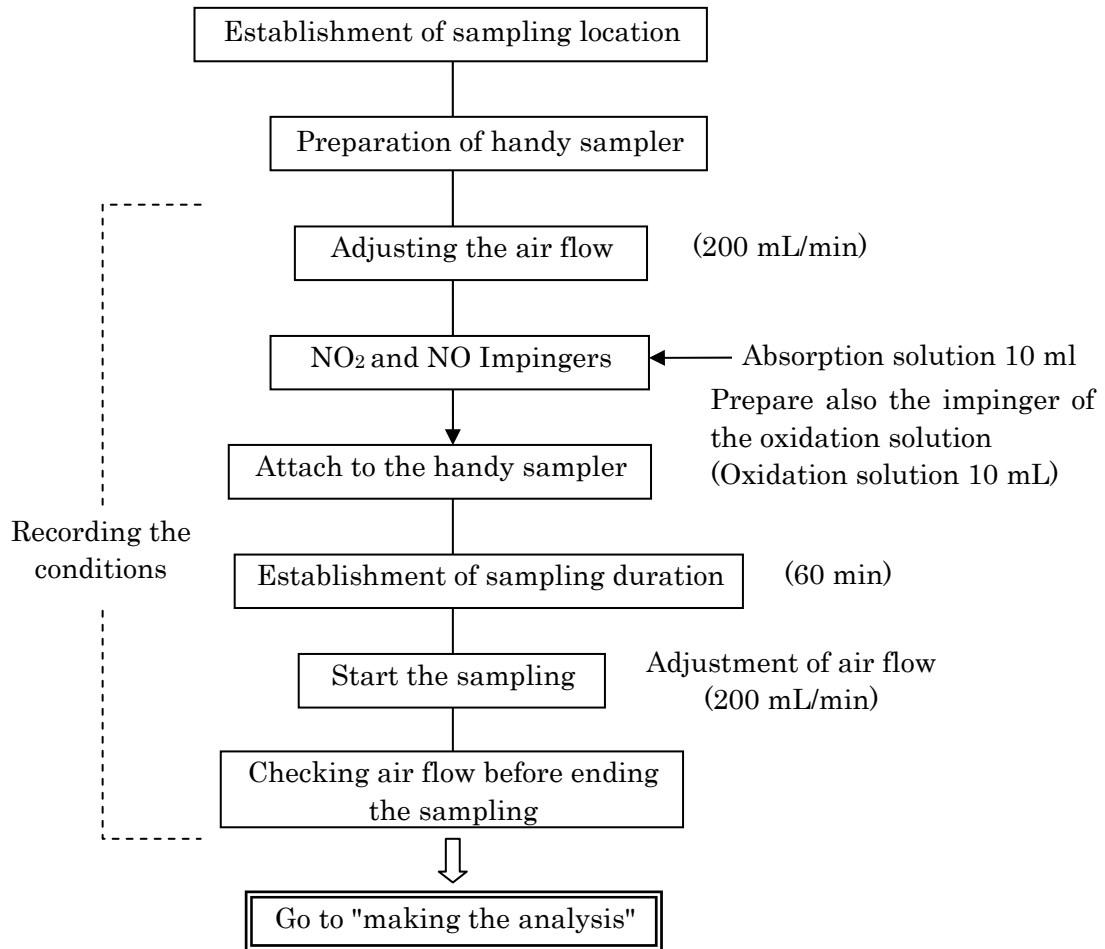
- ◆ In the absorption tube ②, NO<sub>2</sub> is absorbed and the color of the solution changes.
- ◆ In the absorption tube ④, NO, which flows through the absorption tube ②, is oxidised in the oxidation bubbler tube ③ and flows to the absorption tube ④ where it is absorbed and, as a result, the color of the solution changes.

#### ③ Making the analysis of the solution samples

The absorption solution turns to orange-red color as a result of NO<sub>2</sub> content in the air sample. At

room temperature, coloring is completed within 15 minutes.

After leaving the solution as it is for 20 ~ 30 minute, the analysis of the sample solution can be performed. Because the change of the sample solution quantity is small, the normal correction can be omitted.



#### (4) Making the analysis

##### ① Measuring the absorbance of the collected samples

Put a cover at the top of the cell after inserting sample quantity in it, and put each cell in its folder in the spectrophotometer then measure the absorbance at the wavelength 550 nm (**the blank solution is absorption solution**).

In case of tight close of the bottles, absorbance drops by the ratio 3 ~ 4 % per day. However, when carrying out the sampling process, the concentration of the oxidation gas or the reduction gas may become greater than the concentration of NO<sub>2</sub>, therefore, absorbance measurement should be done as quickly as possible.

##### ② Measuring the absorbance of the standard solution NaNO<sub>2</sub> and drawing the calibration curve

a) Arrange volumetric flasks of the size 25 mL, and put NaNO<sub>2</sub> standard solution of the amounts: 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1 mL in the flasks, respectively. Then, add absorption solution up to the marked line (up to 25 mL) for dilution.

b) Mix the solution in each volumetric flask and leave it as it is for 15 minutes so that it is

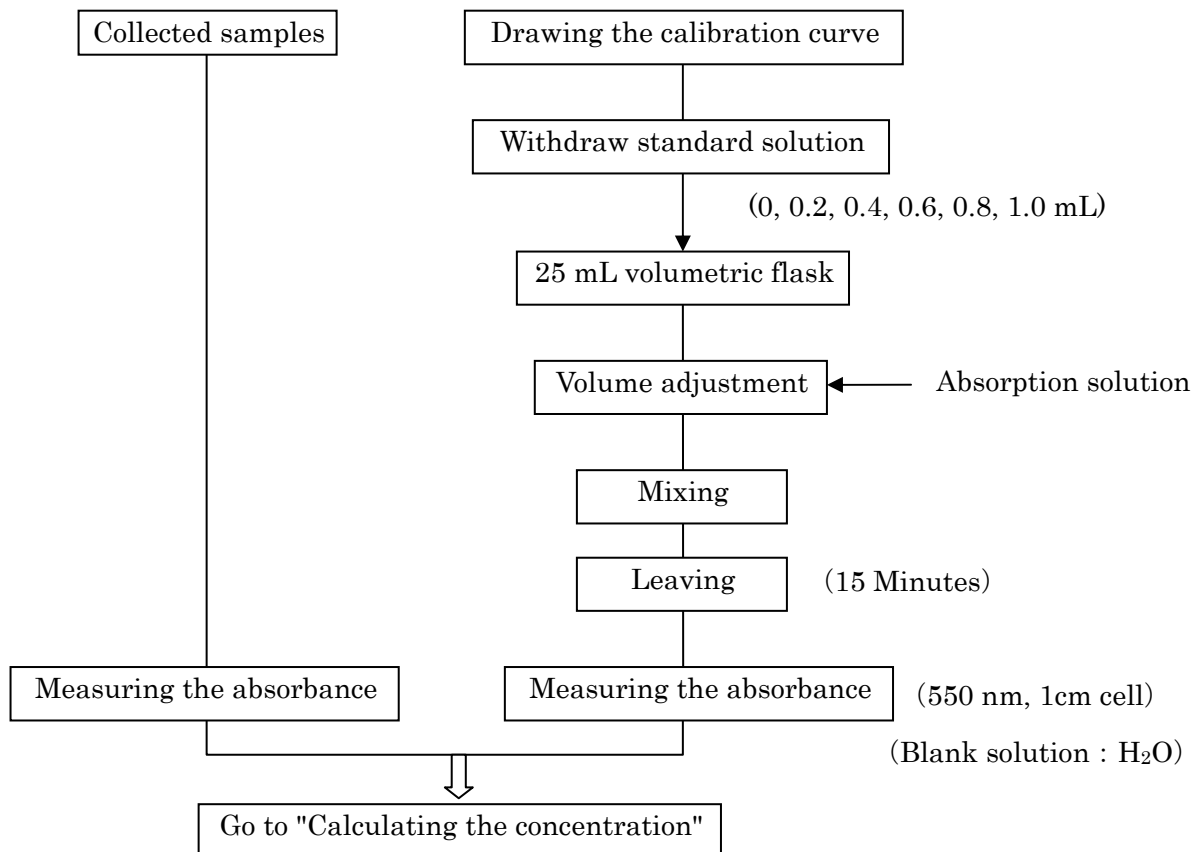


colored completely.

c) Measure the absorbance at the wavelength of 550 nm.

(the absorbance of 1 mL of the standard solution  $\text{NaNO}_2$  that is diluted to 25 mL corresponds to the absorption of 4  $\mu\text{L}$   $\text{NO}_2$  in 10 mL of the absorption solution).

d) The calibration curve is obtained by plotting the relation between the number of mL of the standard solution in each of the flasks and the corresponding absorbance values (correction values).



## (5) Calculating the concentration

### ① Calculating the concentration of $\text{NO}_2$

Measure the absorbance of the absorption solution in the absorption tube after the sampling, and with help of the value,  $\text{NO}_2$  concentration is obtained.

From the calibration curve you find the quantity of the standard solution (mL) that corresponds to an absorbance value of 1. Then, multiply the obtained value by 4 to get the parameter M.

M is the quantity of  $\text{NO}_2$  ( $\mu\text{L}$ ) corresponds to the absorbance value 1 of the 10 mL solution (after adding absorption solution).  $M = 3.65$  for a 2 cm cell ( $M = 7.30$  for a 1 cm cell).

**NO<sub>2</sub> concentration in the standard solution is: 10 μL NO<sub>2</sub>/ mL**

NaNO <sub>2</sub> standard solution	0.0 mL	0.2 mL	0.4 mL	0.6 mL	0.8 mL	1.0 mL
NO <sub>2</sub> quantity in the standard solution	0 μL 0 μg	2 μL 4 μg	4 μL 8 μg	6 μL 12 μg	8 μL 16 μg	10 μL 20 μg
NO <sub>2</sub> quantity after adding absorption solution up to 25 mL	0 μL 0 μg	2 μL 4 μg	4 μL 8 μg	6 μL 12 μg	8 μL 16 μg	10 μL 20 μg
NO <sub>2</sub> quantity in 10 mL of the above mentioned solution	0 μL 0 μg	0.8 μL 1.6 μg	1.6 μL 3.2 μg	2.4 μL 4.8 μg	3.2 μL 6.4 μg	4.0 μL 8 μg
Absorbance						

The following equation is used to calculate the concentration:

$$\text{NO}_2 \text{ concentration (ppm)} = \text{NO}_2 \text{ absorbance of absorption solution (corrected value)} \times M/V$$

In this equation:

V: Sucked quantity of air sample (L).

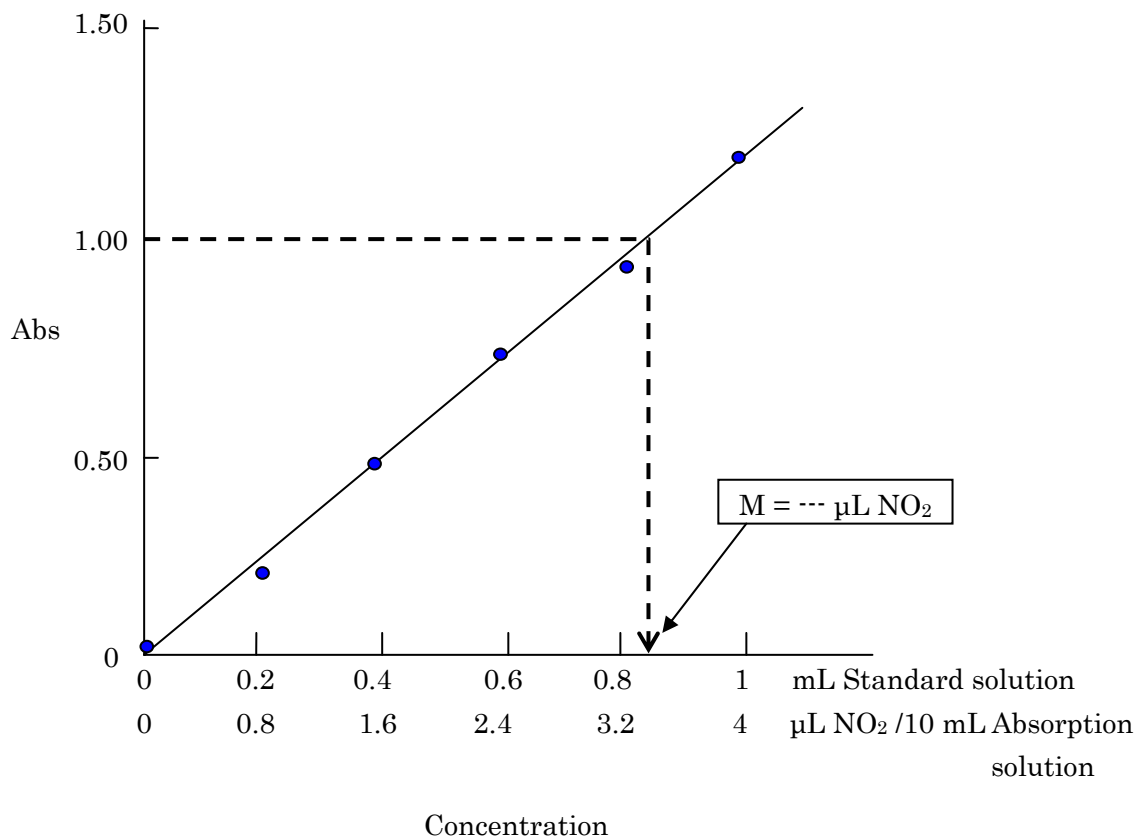
M: Absorbance factor (f), (NO<sub>2</sub> quantity in μL that corresponds to absorbance value 1)

$$\text{(Corrected value)} = \text{(Absorbance of sample solution)} - \text{(Absorbance of absorption solution)}$$

② Calculating the concentration of NO

Calculate the absorbance of the absorption solution of NO (backside of oxidation bottle) by following the same way of calculating NO<sub>2</sub> concentration, and get NO concentration from the obtained absorbance value.

- ※1 For convenience, the volume of a gas is calculated at the standard conditions of 760 mmHg, 20 °C. Therefore, the volume of 1 mol ideal gas equals 24.04 L. (The volume becomes 24.47 L if the temperature is 25 °C and at the same pressure). By expressing the quantity of the air sample in L, the collected NO<sub>2</sub> is expressed in μL).
- ※2 According to Saltzman experimental result, 0.72 mol of NaNO<sub>2</sub> and 1 mol of NO<sub>2</sub> provide the same coloring. However, this relation differs in accordance with the experimental conditions. In Japan, the value 0.84 of the Saltzman coefficient is adopted for evaluating the environmental standards. Therefore, the amount 2.37 μg of NaNO<sub>2</sub> corresponds to 1 μL of NO<sub>2</sub>.



#### Points of consideration

- (Notice1) Pore size of the glass filter of the absorption tube opened side and flow velocity of the air sample are crucial to the efficiency of the sampling process. An efficiency value of 95 % can be expected for a maximum pore size of 60 µm and 0.4 L/min air flow of.
- (Notice2) Water that is used for adjusting and preparing the reagents must not contain NO<sub>2</sub>. Put the various reagents in brown bottles, close them tightly, and put them in a refrigerator where the storage stability is for several months. Use the absorption solution at room temperature.

**Standard Operation Procedure (SOP)-02  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Sulfur Dioxide (SO<sub>2</sub>)**

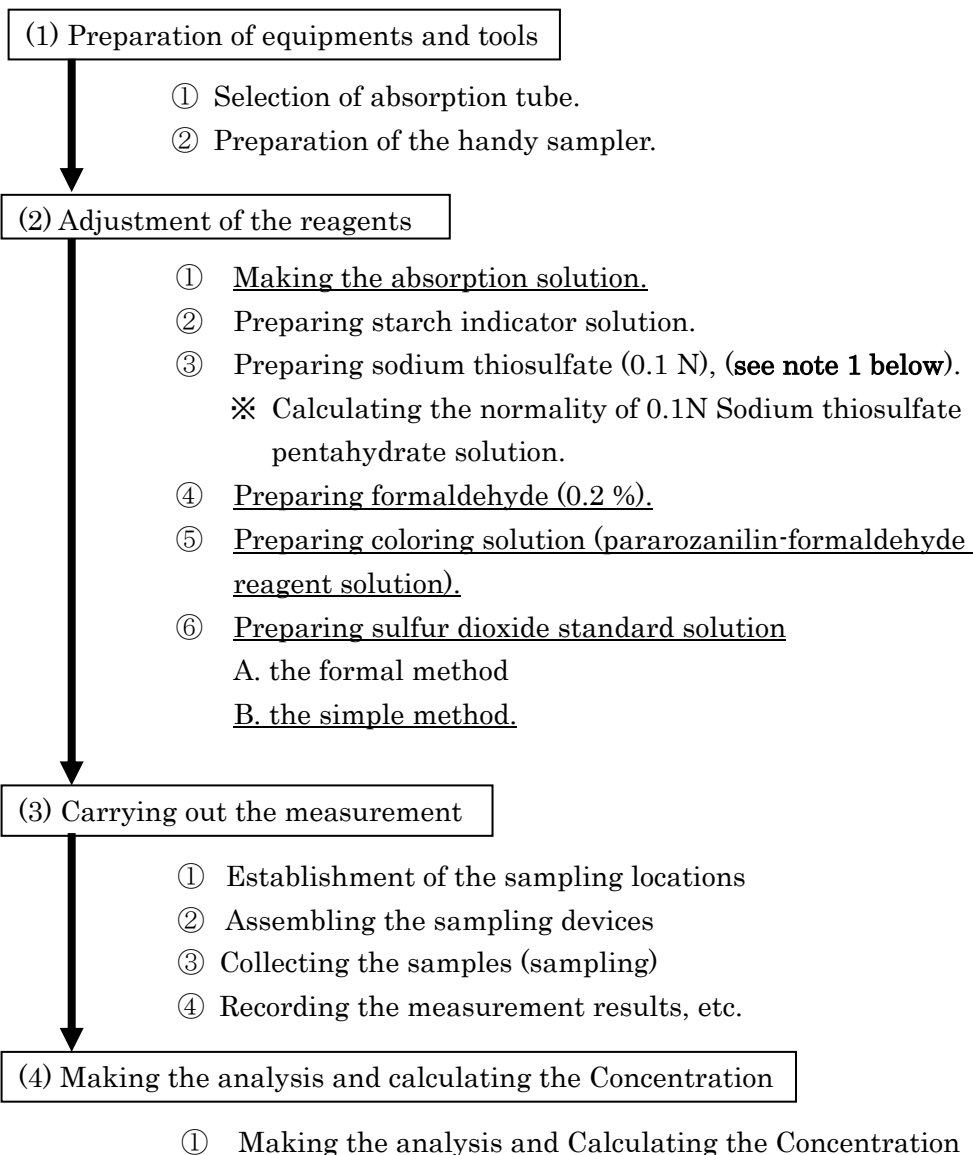
**Air Quality Analysis**

# SOP Work Sheet (Air quality)

Date of preparing

Measuring substance	Sulfur dioxide (SO <sub>2</sub> )
Measurement method	Pararozanilin Method

## 1. Measurement flowchart and main items



**Note 1:** [in chemistry] thio-: denoting replacement of oxygen by sulfur in a compound.

Ex.: thiosulfate is a salt containing the anion  $(S_2O_3)^{-2}$ .

## 2. Measurement principle

As a collection solution (absorption solution), mercury (II) chloride and Sodium chloride (Tetrachloromercurate (II) sodium acid) are used. When air sample is sucked into the absorption solution, SO<sub>2</sub> forms the stable complex of dichlorosulfite mercury (II). By adding pararozanilin-formaldehyde, the solution turns into reddish purple, therefore, the concentration of sulfur dioxide (SO<sub>2</sub>) can be obtained by measuring the solution absorbance through the spectrophotometer at the wavelength 560 nm.

## 3. Reagents , equipments and materials.

【Reagents】	Quantity	【Equipments】	Quantity
Mercury (II) chloride, (HgCl <sub>2</sub> )	27.2 g	Impinger	1
Sodium chloride, (NaCl)	11.7g	Absorption tube (nozzle)	1
Glycerin, (HOCH <sub>2</sub> CHOHCH <sub>2</sub> OH)	50 g	Manual flow controller	1
Sodium azide, (NaN <sub>3</sub> )	0.03 g	Wet gas meter or rotameter	1
Formaldehyde, (36 ~ 38 %)	105 mL	Suction pump (suction capacity 0.5 ~ 3 L/min)	1
Soluble starch, ((C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub> ) <sub>n</sub> )	0.4 g	Pipe (Teflon or glass)	as required
Mercury (II) iodide, (HgI <sub>2</sub> )	0.002 g	Connecting pipe (vinyl or rubber)	as required
Sodium thiosulfate pentahydrate (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · 5H <sub>2</sub> O)	25 g	Filter	as required
Sodium carbonate (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	0.1 g	Beaker 1000 mL	few
Potassium iodate, (KIO <sub>3</sub> )	1.5 g	Erlenmeyer Flasks 300 mL, with stopper	1
Potassium iodide, (KI)	2 g	Micro balance (0. 1 mg)	1
Hydrochloric acid 1 N, (1N-HCL)	10 mL	Volumetric Flask 500 mL	1
Pararozanilin hydrochloride, (NH <sub>2</sub> C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ClC <sub>5</sub> H <sub>4</sub> :NH · HCL)	0.2 g	Hole Pipette 50 mL	1
Hydrochloric acid, (HCL)	10 mL	Volumetric flask 500 mL (brown)	1
Sodium hydrogen sulfite, (NAHSO <sub>3</sub> )	0.5 g	Burette	1
Iodine solution (0.1 N)	15 mL	Conical beaker 200 mL	1
Sodium carbonate (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	0.1 g	300mL- Beaker	few

## 4. The structure of measuring equipment.

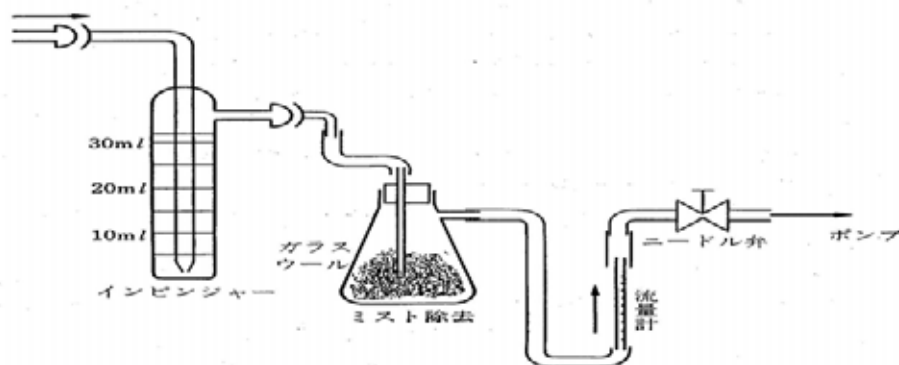


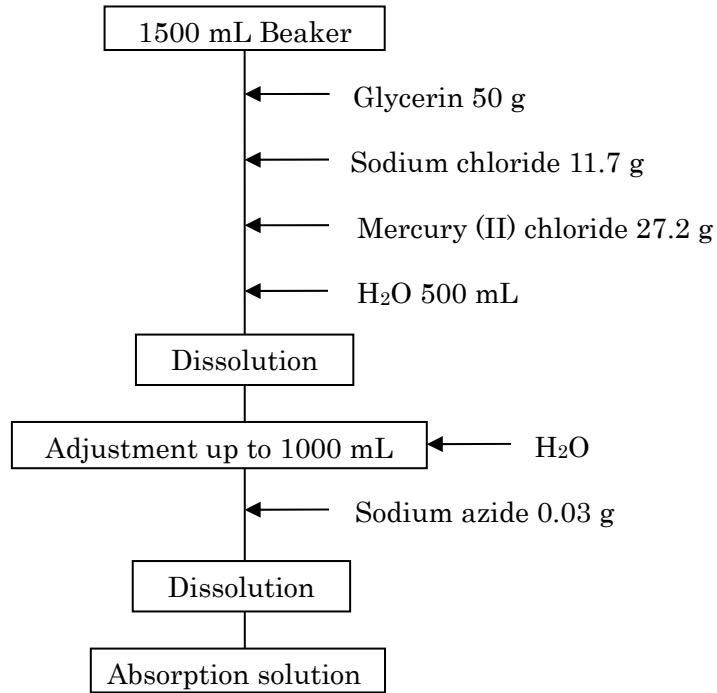
Figure 1 Measuring equipment

## 5. Operation details

### (1) Adjustment of the reagents

#### ① Making the absorption solution

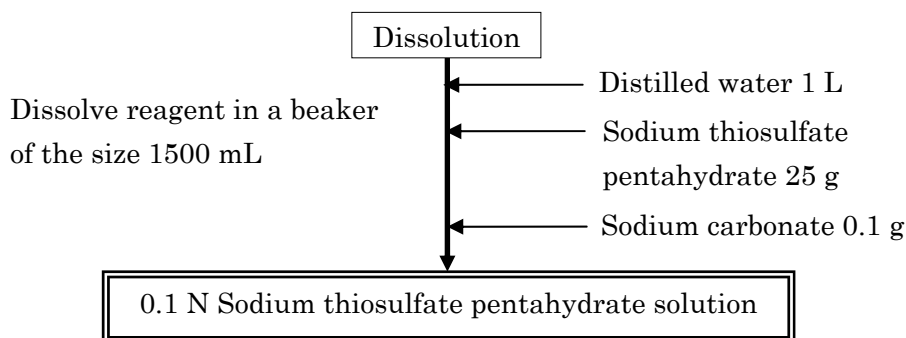
Put 27.2 g of Mercury (II) chloride in a beaker of the volume 1500 mL, then add 11.7 g of sodium chloride and 50 g of glycerin. Dissolve them in distilled water up to 1000 mL, then add 0.03 g of Sodium azide.



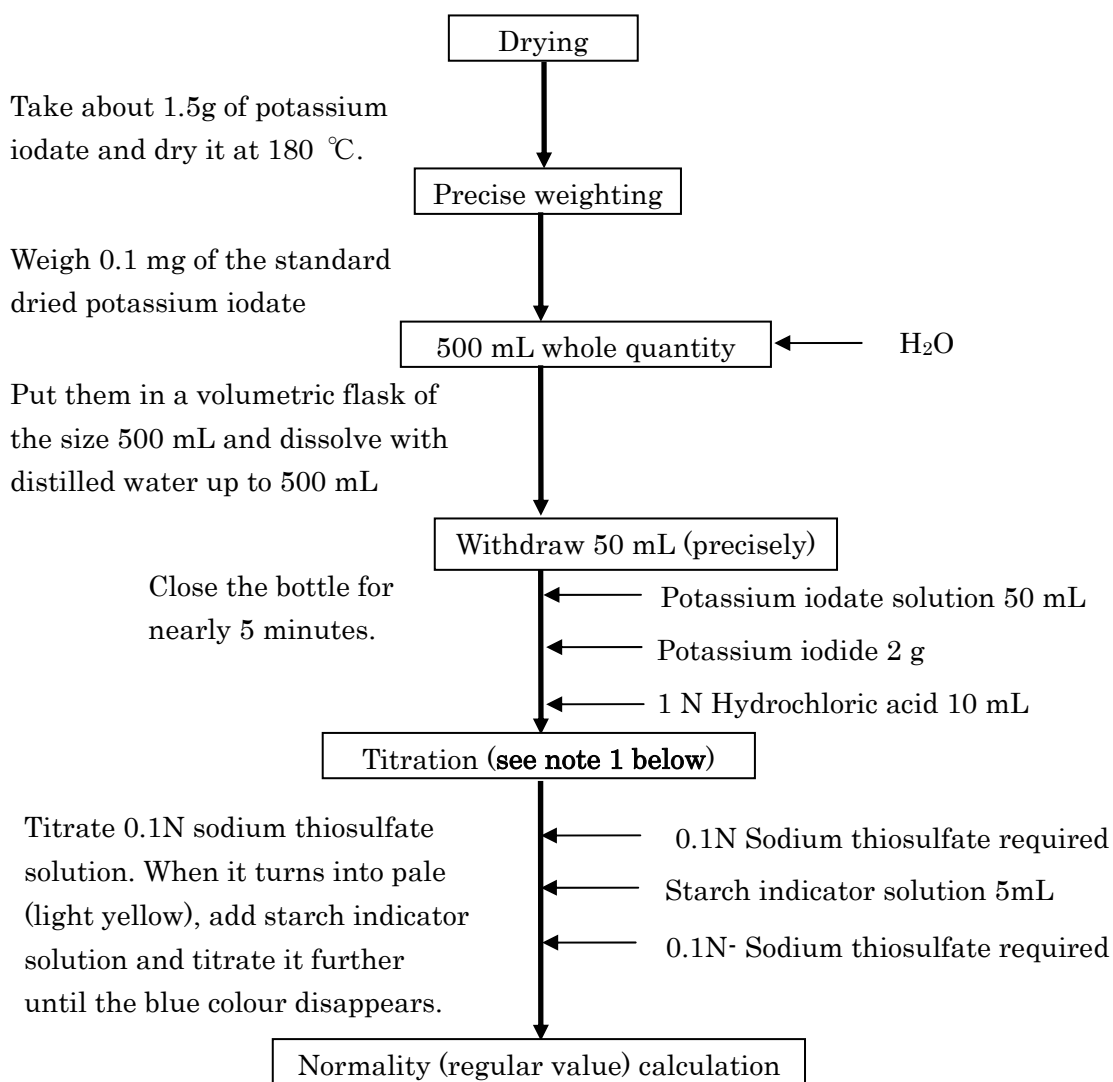
#### ② Preparing starch indicator solution

Weigh 0.4 g of soluble starch and 0.002 g of Mercury (II) iodide (preservation material) and stir them in a small quantity of water, then slowly insert the solution in 200 mL beaker filled with boiling water. Keep the boiling condition of the solution until it becomes transparent (clear), then allow it to cool and remove it to a volumetric flask 300 mL equipped with stopper.

#### ③ Preparing sodium Thiosulfate pentahydrate solution (0.1 N)



※ Calculating the normality of the solution 0.1N Sodium thiosulfate pentahydrate



$$N = \frac{W}{M} \times 2.80$$

N: Normality of sodium thiosulfate solution.

M: Titre of Sodium thiosulfate solution (mL).

W: Weight (number of grams) of potassium iodate.

$$2.80 = \frac{10^3 \times 0.1 (\text{used amount of iodate salt})}{35.67 (\text{equivalent weight of potassium iodate})}$$

**Note 1:** Titrate: ascertain the amount of a constituent in a solution by measuring the volume of a known concentration of reagent required to complete a reaction with it, typically using an indicator.

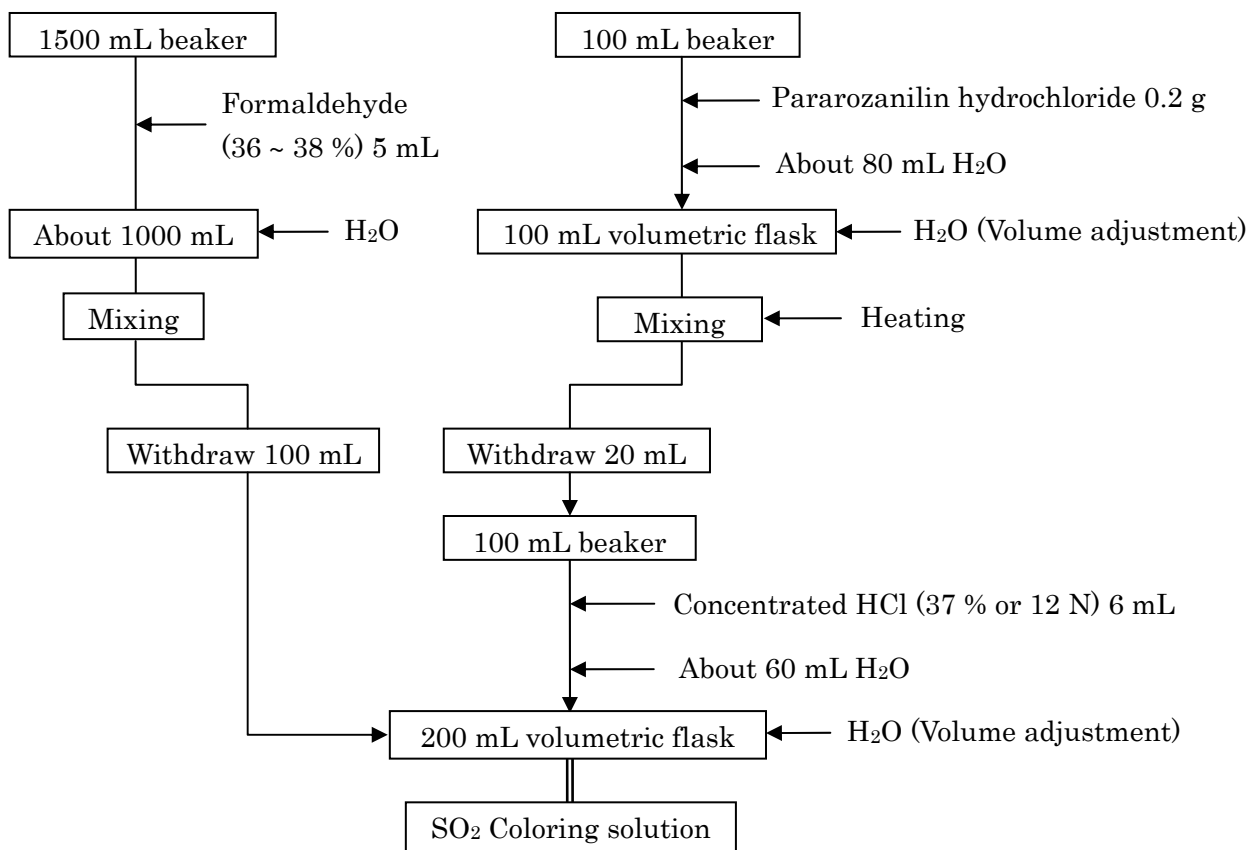


④ Preparing formaldehyde (0.2 %)

Dilute 5 mL of formaldehyde (36 ~ 38 %) with 1 L of distilled water in a beaker of the size 1500 mL. Make the solution just before usage.

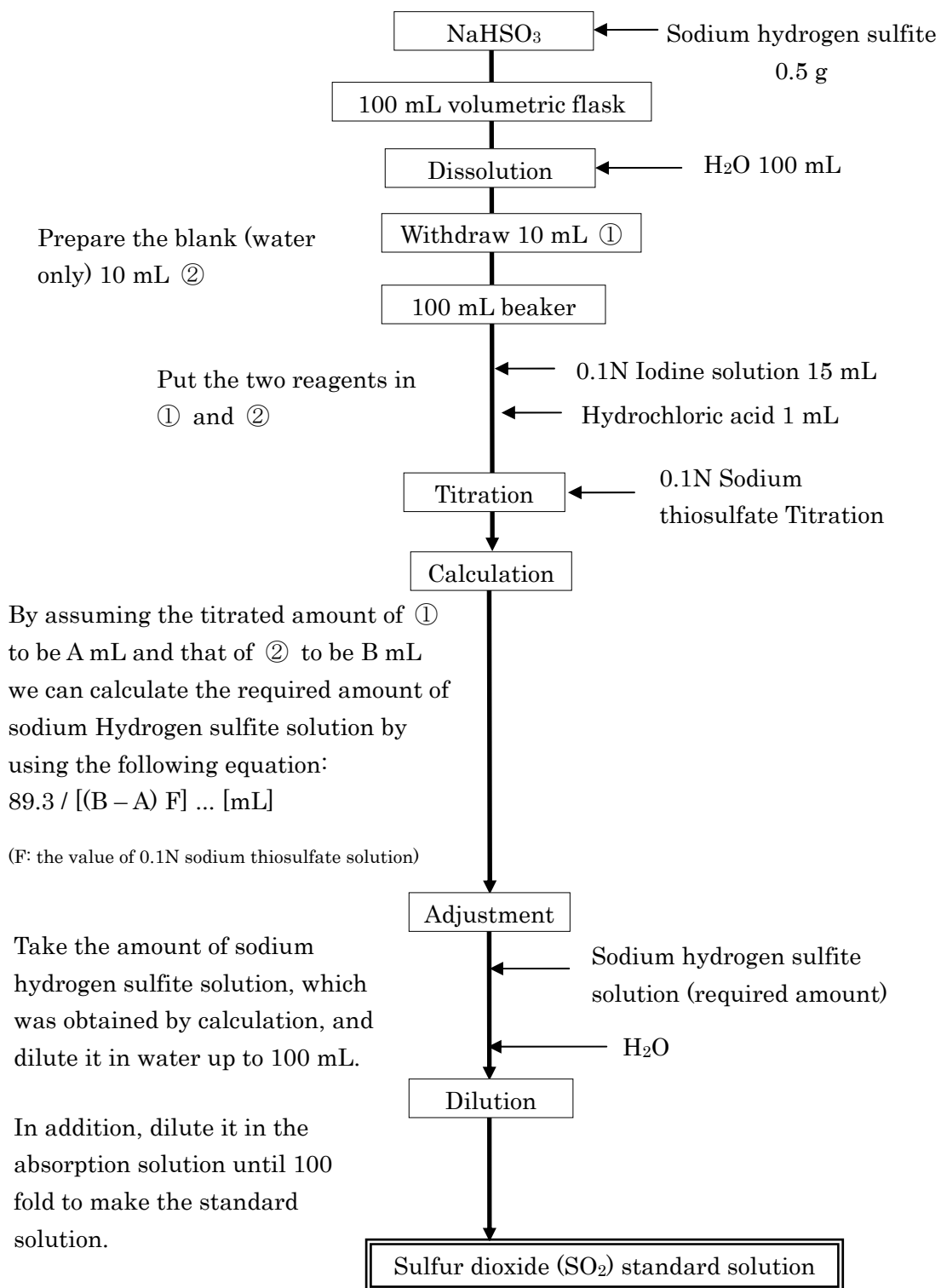
⑤ Making the colouring solution (pararozanilin-formaldehyde test solution)

Dissolve 0.2 g of pararozanilin hydrochloride in 100 mL of water, then withdraw 20 mL of this solution and add to it 6 mL of hydrochloride acid. After that, add water to the formed solution until you get the volume 100 mL. The last step is adding 100 mL of formaldehyde (0.2 %).



⑥ Making sulfur dioxide standard solution

A. The formal method



SO<sub>2</sub> concentration in the standard solution: 0.001 mL SO<sub>2</sub> / mL (at 20 °C, 760 mHg)

## B. The simple method

### Condition:

Molecular weight (M.W.) of  $\text{NaHSO}_3 = 104.06 \text{ g}$

M.W. of  $\text{SO}_2 = 64.0 \text{ g}$

Concentration of  $\text{NaHSO}_3 = 40.0 \%$

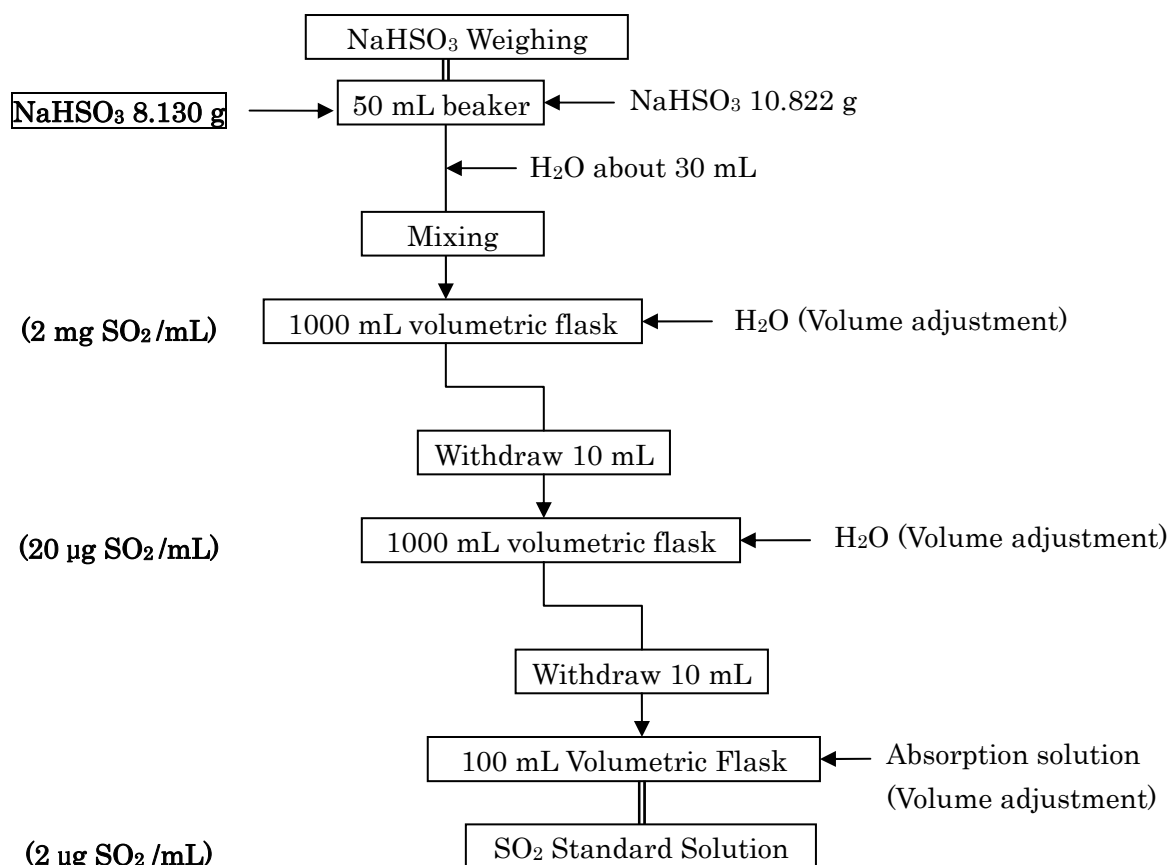
1 mol of the gas (at  $0^\circ \text{C}$ , 1 atm) has the volume of 24.04 L

### Calculation of the collected amount of $\text{NaHSO}_3$ :

$$\begin{aligned} \text{Weight of NaHSO}_3 \text{ for 1 L of SO}_2 &= \frac{\text{M.W. of NaHSO}_3}{\text{Concentration of NaHSO}_3 \times 24.04 \text{ L}} \\ &= \frac{104.06 \text{ g}}{0.40 \times 24.04 \text{ L}} = 10.822 \text{ g (equals SO}_2 \text{ Vol. 1 L)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Weight of NaHSO}_3 \text{ for 2 g of SO}_2 &= 2 \text{ g} \times \frac{\text{M.W. of NaHSO}_3}{\text{M.W. of SO}_2} \times \frac{100 \%}{\text{Concentration of NaHSO}_3} \\ &= 2 \text{ g} \times \frac{104.06 \text{ g}}{64.0 \text{ g}} \times \frac{100 \%}{40 \%} = 8.130 \text{ g (equals SO}_2 \text{ Weight 2g)} \end{aligned}$$

### Making the standard solution of $\text{SO}_2$ :



$\text{SO}_2$  concentration in the standard solution:

$2 \mu\text{g SO}_2 / \text{mL}$

$\text{SO}_2$  concentration in the standard solution:

$0.001 \text{ mL SO}_2 / \text{mL}$  (at  $20^\circ \text{C}$ , 760 mHg)

## (2) Collecting the samples

### ① Establishment of the sampling locations:

- a) Choose the sampling location so that it is not close to a local source of pollution.
- b) To avoid the effect of turbulent flow resulted from buildings, choose the sampling location so that it is at least 1 m distant from the wall.
- c) As a general rule, the height of the sampling inlet should be in the range 1.5 m ~ 10 m.
- d) With respect to the sampling pipe, use Teflon pipe or pure glass one.

### ② Assembling the sampling devices

Put 10 ~ 20 mL of absorption solution in the absorption tube, and connect the absorption tube, the trap, the gas meter, the cock and the pump in order. Fit the filter into the sampling inlet (it is assembled in the handy sampler). **(Notice1)**

### ③ Collecting the samples (sampling)

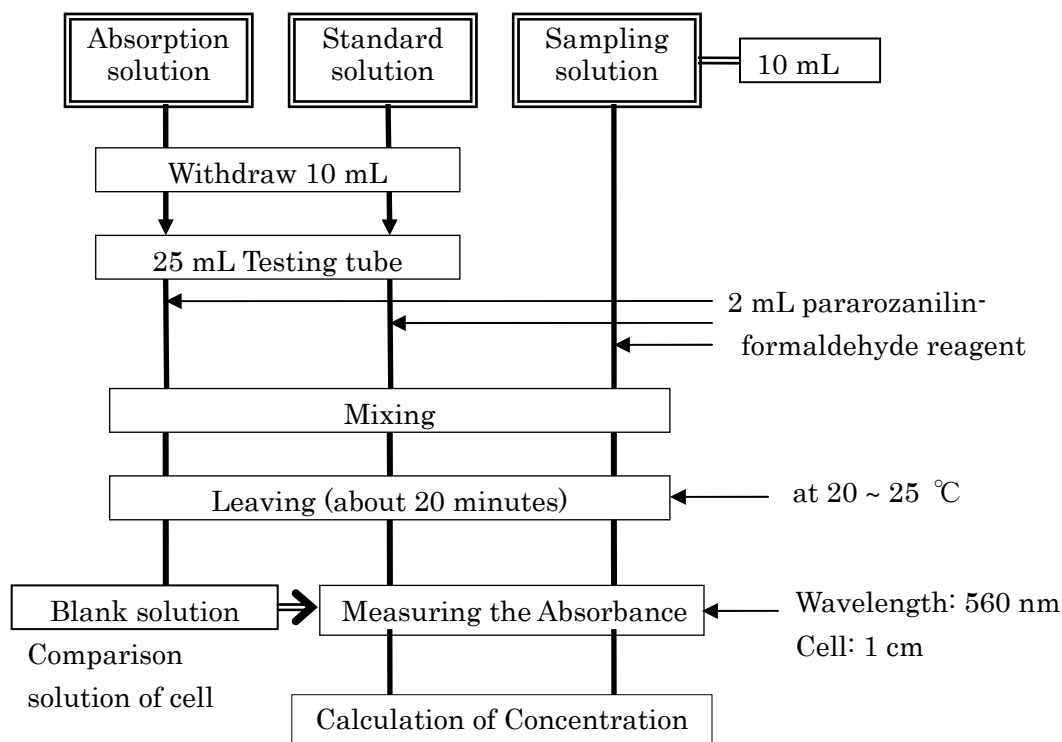
Switch on the power of the pump, adjust the cock, adjust the suction flow in the range 1 ~ 3 L/min, and allow the sampling process for one hour (sampling duration depends upon SO<sub>2</sub> concentration in the air). After finishing the sampling process, the quantity loss by evaporation is compensated by water, and the obtained solution is considered as a test solution.

Avoid the direct solar radiation during the sampling process.

### ④ Recording the measurement results, etc.

Write down in a notebook the exact date of the sampling, the surrounding conditions, and all set points values.

### (3) Making the analysis and Calculating the Concentration



Calculate the concentration of sulphur dioxide (SO<sub>2</sub>) in the air sample by using the next equation:

(at 0 °C, 760 mmHg)

$$C (\text{ppm}) = \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273}$$

$$C (\mu \text{g}/\text{m}^3) = 2 \mu \text{g} \times \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273}$$

Notes:

C (ppm): Concentration of SO<sub>2</sub> (ppm)

A: Absorbance of the testing solution

A<sub>s</sub>: Absorbance of the standard solution.

V: volume of sucked air (L)

v: Volume of the absorption solution (mL)

t: Temperature in the gas meter (°C)

M: Molecular weight of SO<sub>2</sub>

(at 20 °C, 760 mmHg)

$$C (\text{ppm}) = \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273 + 20}$$

$$C (\mu \text{g}/\text{m}^3) = 2 \mu \text{g} \times \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273 + 20}$$



$$\text{ppm} = \text{mg}/\text{m}^3 \times \frac{24.04}{M}$$

$$\text{mg}/\text{m}^3 = \text{ppm} \times \frac{M}{24.04}$$

#### Points of consideration

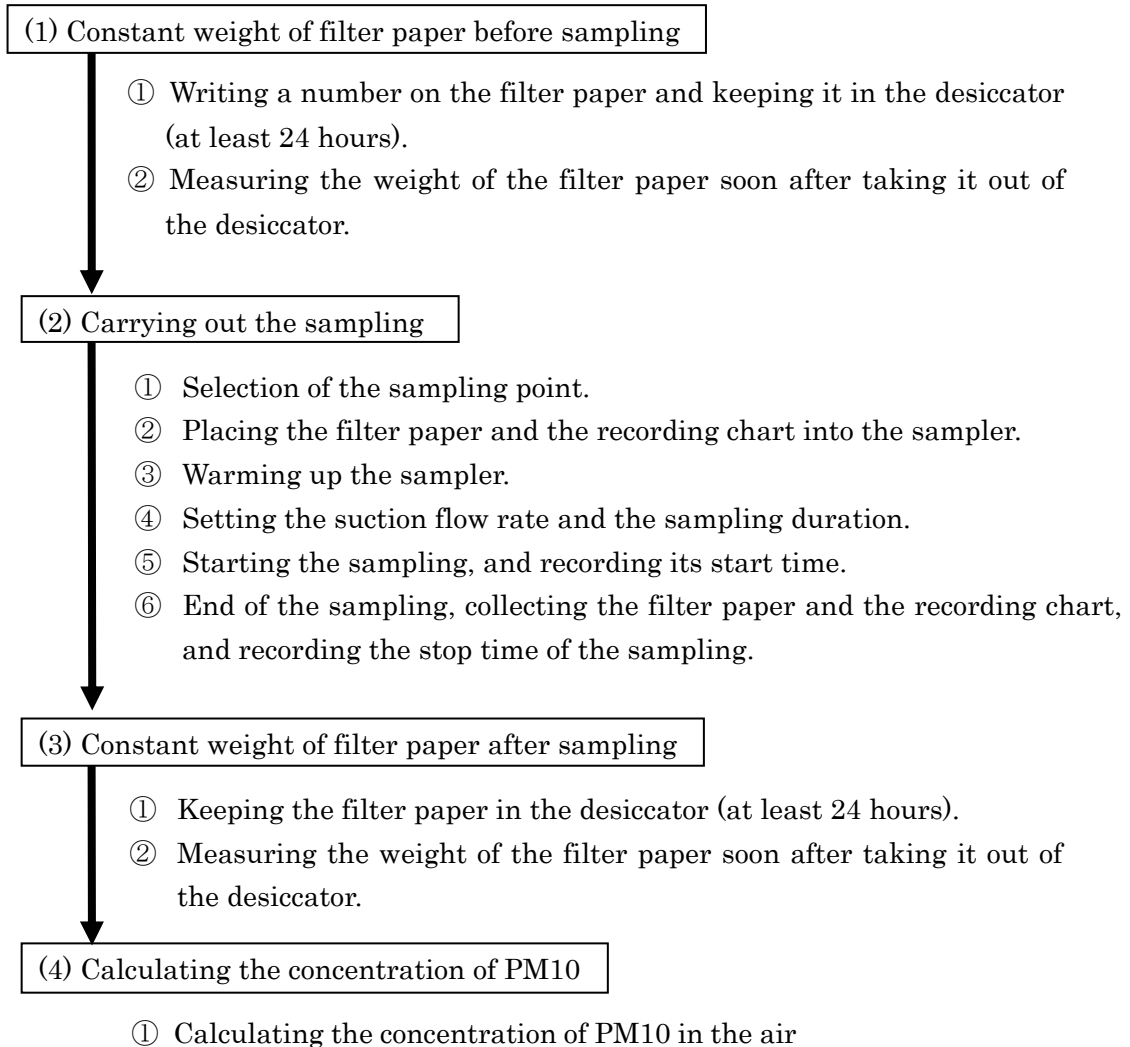
(Notice1) Because SO<sub>2</sub> adsorbs at the inner wall of the suction pipe, make the pipe as short as you can. Furthermore, bend the end of the suction pipe to prevent the rain form entering to it.

**Standard Operation Procedure (SOP)-03  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Suspended Particulate Matters (PM10)**

**Air Quality Analysis**

Measuring substance	Suspended Particulate Matter (PM10)
Measurement method	Gravimetric Method

## 1. Measurement flowchart and main items



## 2. Measurement Principle.

By using PM10 high volume air sampler to which a size separating technique is attached, the suspended particulates in the air that are equal to and less than 10  $\mu\text{m}$  in diameter are collected at the filter paper.

Through the difference in the weights of the filter paper after and before the sampling (under constant condition of temperature and relative humidity) we can calculate the concentration of PM10 (in the unit:  $\mu\text{g}/\text{m}^3_{\text{std}}$ ) by using the air flow rate and the sampling duration (std refers to the standard conditions of 20  $^{\circ}\text{C}$ , and 760 mmHg, to which the total volume of the sucked air should be referenced).

The PM10 measurement method is the same that is followed for the total suspended particulates (TSP) except for the restriction of the size of the collected particulates at the filter paper by using the separating technique.

## 3. Reagent, Equipments and Materials.

[Reagent]	Quantity	[Equipments and Materials]	Quantity
None		Glass fiber filter paper	1
		PM10 high volume air sampler (filter holder: 8 in $\times$ 10 in)	1
		Size separating technique (sizes equal to and less than 10 $\mu\text{m}$ )	1
		Balance (minimum reading: 0.1 mg)	1
		Thermometer	1
		Barometer	1
		Desiccator	1
		Filter paper holder	1

## 4. The structure of the measuring equipment

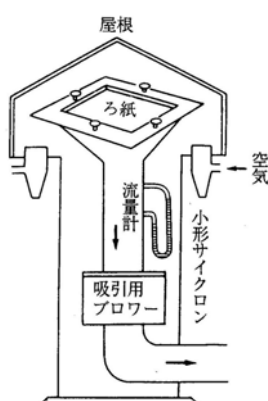


Figure 1 PM10 high volume air sampler (with shelter at the top)



## 5. Operation details

### (1) Constant weight of filter paper before sampling

#### ① Writing a number on the filter paper and keeping it in the desiccator (at least 24 hours)

Write a number at the angle of the glass fiber filter paper, and keep it inside the desiccator for at least 24 hours under the constant condition of temperature, 20 °C, and relative humidity, 50 %. Make sure that there is no cut in the filter paper.

#### ② Measuring the weight the filter paper soon after taking it out of the desiccator

Measure the weight of the filter paper after finishing the keeping time with the minimum reading of 0.1mg (i.e., we accept four digits at the right of the decimal in the unit gram, and ignore the fifth digit). Record the number and the weight on the sampling recording sheet.

### (2) Carrying out the sampling

#### (1) Selection of the sampling point

In general, select the sampling point so that it always represents an average air pollution condition, and should be far from the direct effect of emission sources and vehicles emission.

In reverse, if the objective is to grasp the effect of a source of pollution, the sampling point can be selected to satisfy this goal.

#### (2) Placing the filter paper and the recording chart into the sampler

Open the shelter of the PM10 high volume equipment and place the filter paper, which has been weighed previously. Also, put the recording chart in the chart holder. In case of bad weather conditions, care must be taken to avoid the damage of the filter paper.

#### (3) Warming up the sampler

Close the shelter of the PM10 high volume equipment and warm it up for at least 5 minutes.

#### (4) Setting the suction flow rate and the sampling duration

Put the recording chart in the chart holder and adjust the start time on the chart by using a screwdriver (make a sign on the chart indicating the exact start time). Set the suction air flow rate at nearly 1m<sup>3</sup>/min. Generally, sampling duration is 24 hours, and it can be set through the timer attached to the sampler. Record the parameters of air temperature, atmospheric pressure, weather conditions, and the name of the sampling location.

#### (5) Starting the sampling, and recording its start time

Finally, start the sampling and record the start time on the sampling recording sheet.

#### (6) End of the sampling, collecting the filter paper and the recording chart, and recording the stop time of the sampling

At the end the sampling process we must pick up the filter paper from the sampler and the recording chart from its holder. While holding the filter paper from its end, care must be taken to avoid the scatter of the collected particulates.

Write down the stop time of the sampling on the sampling recording sheet (make a sign on the chart indicating the exact stop time).

Bend the filter paper by keeping its particulates-collected surface inside, put it in the filter paper holder, and take it to the lab.

### (3) Constant weight of filter paper after sampling

- ① Keeping the filter paper in the desiccator (at least 24 hours)

Following the same procedure of that before the sampling, keep the filter paper of the collected dust inside the desiccator for at least 24 hours under the constant condition of temperature, 20 °C, and relative humidity, 50 %. Make sure that there is no cut in the filter paper and whether there is a difference, physical damage, with the filter condition before carrying out the sampling.

In case there is a partial crack, filter weight drop is possible.

- ② Measuring the weight of the filter paper soon after taking it out of the desiccator

Measure the weight of the filter paper after finishing the keeping time with the minimum reading of 0.1mg (i.e., we accept four digits at the right of the decimal in the unit gram, and ignore the fifth digit). Record the weight on the sampling recording sheet.

### (4) Calculating the concentration of PM10

- ① Calculating the concentration of PM10 in the air

The concentration of PM10 in the ambient air is calculated by using the following equation:

$$PM10 = \frac{(W_f - W_i) \times 10^6}{\dot{V}_{std} \times t}$$

In this equation:

PM10: concentration of PM10 [ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ]

$W_f$ ,  $W_i$ : Weights of the filter paper after and before sampling, respectively [g].

$10^6$ : conversion of g to  $\mu\text{g}$ .

t: sampling duration [min]

$\dot{V}_{std}$ : air flow rate [ $\text{m}^3/\text{min}$ ] at the standard conditions; 20 °C, 760 mmHg.

It can be calculated from the following equation:

$$\dot{V}_{std} = \dot{V}_{chart} \times \frac{p}{760} \times \frac{273 + 20}{273 + T}$$

In this equation:

$\dot{V}_{chart}$ : air flow rate taken from the recording chart [ $\text{m}^3/\text{min}$ ]

p: average pressure at the sampling location [mmHg]

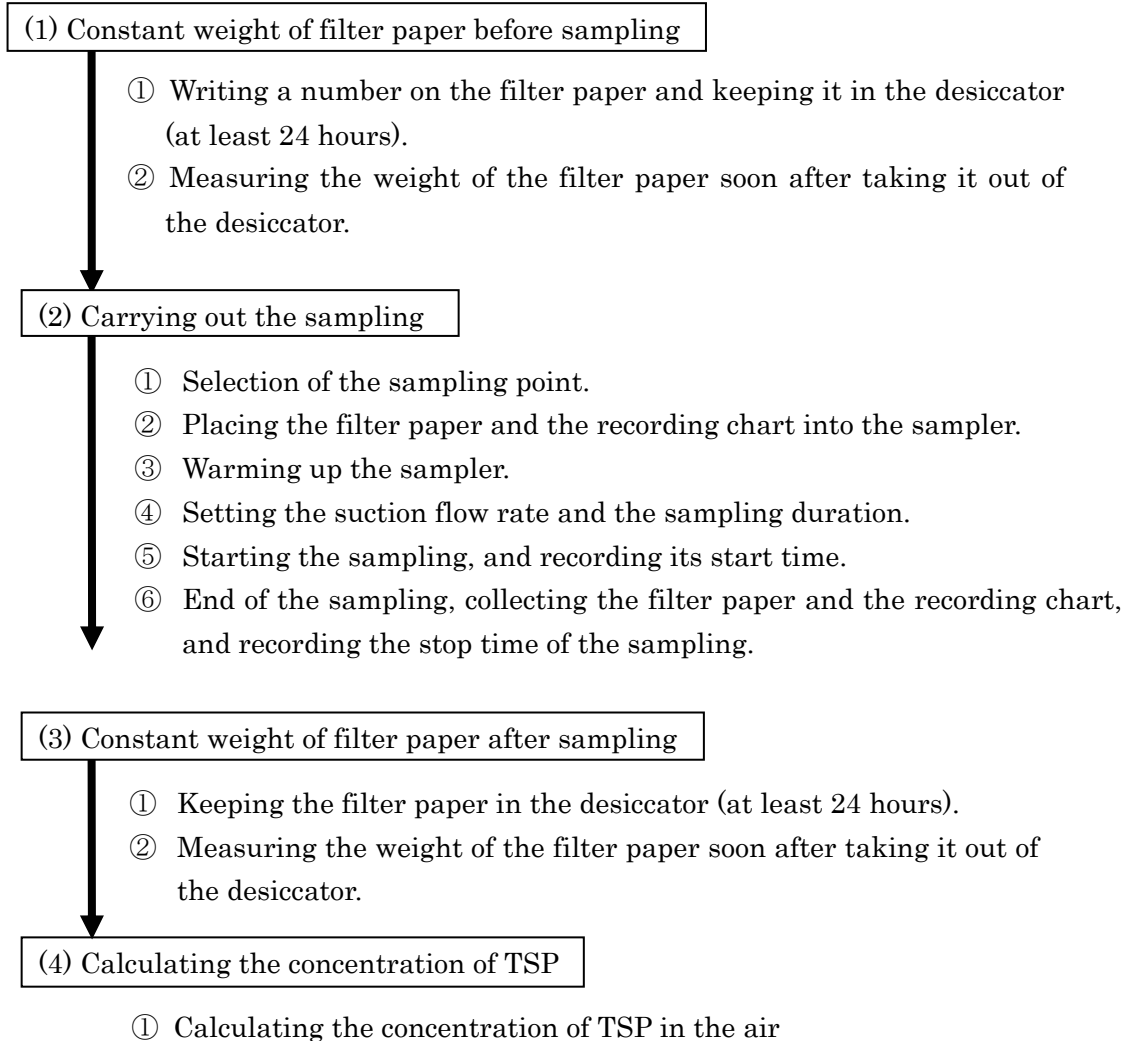
T: average air temperature during sampling [°C]

**Standard Operation Procedure (SOP)-04  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Total Suspended Particulate Matters (TSP)**

**Air Quality Analysis**

Measuring substance	Total Suspended Particulate Matter (TSP)
Measurement method	Gravimetric Method

## 1. Measurement flowchart and main items



## 2. Measurement Principle.

By using TSP high volume air sampler the total suspended particulates in the air is collected at the filter paper. Through the difference in the weights of the filter paper after and before the sampling (under constant condition of temperature and relative humidity) we can calculate the concentration of TSP (in the unit:  $\mu\text{g}/\text{m}^3_{\text{std}}$ ) by using the air flow rate and the sampling duration (std refers to the standard conditions of 20 °C, and 760 mmHg, to which the total volume of the sucked air should be referenced).

## 3. Reagent, Equipments and Materials.

[Reagent]	Quantity	[Equipments and Materials]	Quantity
None		Glass fiber filter paper	1
		TSP high volume air sampler (filter holder: 8 in × 10 in)	1
		Balance (minimum reading: 0.1 mg)	1
		Thermometer	1
		Barometer	1
		Desiccator	1
		Filter paper holder	1

## 4. The structure of the measuring equipment

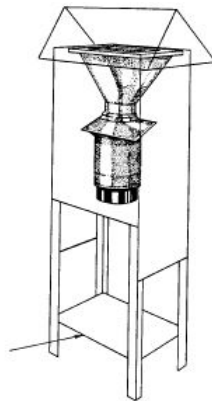


Figure 1 TSP high volume air sampler (with shelter at the top)

## 5. Operation details

### (1) Constant weight of filter paper before sampling

- ① Writing a number on the filter paper and keeping it in the desiccator (at least 24 hours)

Write a number at the angle of the glass fiber filter paper, and keep it inside the desiccator for at least 24 hours under the constant condition of temperature, 20 °C, and relative humidity, 50 %. Make sure that there is no cut in the filter paper.

- ② Measuring the weight the filter paper soon after taking it out of the desiccator

Measure the weight of the filter paper after finishing the keeping time with the minimum reading of 0.1mg (i.e., we accept four digits at the right of the decimal in the unit gram, and ignore the fifth digit). Record the number and the weight on the sampling recording sheet.

### (2) Carrying out the sampling

- (1) Selection of the sampling point

In general, select the sampling point so that it always represents an average air pollution condition, and should be far from the direct effect of emission sources and vehicles emission.

In reverse, if the objective is to grasp the effect of a source of pollution, the sampling point can be selected to satisfy this goal.

- (2) Placing the filter paper and the recording chart into the sampler

Open the shelter of the TSP high volume equipment and place the filter paper, which has been weighed previously. Also, put the recording chart in the chart holder. In case of bad weather conditions, care must be taken to avoid the damage of the filter paper.

- (3) Warming up the sampler

Close the shelter of the TSP high volume equipment and warm it up for at least 5 minutes.

- (4) Setting the suction flow rate and the sampling duration

Put the recording chart in the chart holder and adjust the start time on the chart by using a screwdriver (make a sign on the chart indicating the exact start time). Set the suction air flow rate at nearly 1m<sup>3</sup>/min. Generally, sampling duration is 24 hours. Record the parameters of air temperature, atmospheric pressure, weather conditions, and the name of the sampling location.

- (5) Starting the sampling, and recording its start time

Finally, start the sampling and record the start time on the sampling recording sheet.

- (6) End of the sampling, collecting the filter paper and the recording chart, and recording the stop time of the sampling

At the end the sampling process we must pick up the filter paper from the sampler and the recording chart from its holder. While holding the filter paper from its end, care must be taken to avoid the scatter of the collected particulates.

Write down the stop time of the sampling on the sampling recording sheet (make a sign on the chart indicating the exact stop time).

Bend the filter paper by keeping its particulates-collected surface inside, put it in the filter paper holder, and take it to the lab.

### (3) Constant weight of filter paper after sampling

- ① Keeping the filter paper in the desiccator (at least 24 hours)

Following the same procedure of that before the sampling, keep the filter paper of the collected dust inside the desiccator for at least 24 hours under the constant condition of temperature, 20 °C, and relative humidity, 50 %. Make sure that there is no cut in the filter paper and whether there is a difference, physical damage, with the filter condition before carrying out the sampling.

In case there is a partial crack, filter weight drop is possible.

- ② Measuring the weight of the filter paper soon after taking it out of the desiccator

Measure the weight of the filter paper after finishing the keeping time with the minimum reading of 0.1mg (i.e., we accept four digits at the right of the decimal in the unit gram, and ignore the fifth digit). Record the weight on the sampling recording sheet.

### (4) Calculating the concentration of TSP

- ① Calculating the concentration of TSP in the air

The concentration of TSP in the ambient air is calculated by using the following equation:

$$TSP = \frac{(W_f - W_i) \times 10^6}{\dot{V}_{cal} \times t}$$

In this equation:

TSP: concentration of TSP [ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ]

$W_f$ ,  $W_i$ : Weights of the filter paper after and before sampling, respectively [g].

$10^6$ : conversion of g to  $\mu\text{g}$ .

t: sampling duration [min]

$\dot{V}_{cal}$ : calibrated air flow rate [ $\text{m}^3/\text{min}$ ]. It can be calculated by using the equation:

$$\dot{V}_{cal} = a + b\dot{V}_{std}$$

This equation along with the constants a and b values are found in the calibration sheet that is attached to each air sampler device provided by the General Commission of Atomic Energy in Syria (**note: the constants are different for each device**).

$\dot{V}_{std}$ : air flow rate [ $\text{m}^3/\text{min}$ ] at the standard conditions; 20 °C, 760 mmHg.

It can be calculated from the following equation:

$$\dot{V}_{std} = \dot{V}_{chart} \times \frac{p}{760} \times \frac{273 + 20}{273 + T}$$

In this equation:

$\dot{V}_{chart}$ : air flow rate taken from the recording chart [ $\text{m}^3/\text{min}$ ]

p: average pressure at the sampling location [mmHg]

T: average air temperature during sampling [°C]

**Standard Operation Procedure (SOP)-05  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Lead (Pb)**

**Air Quality Analysis**

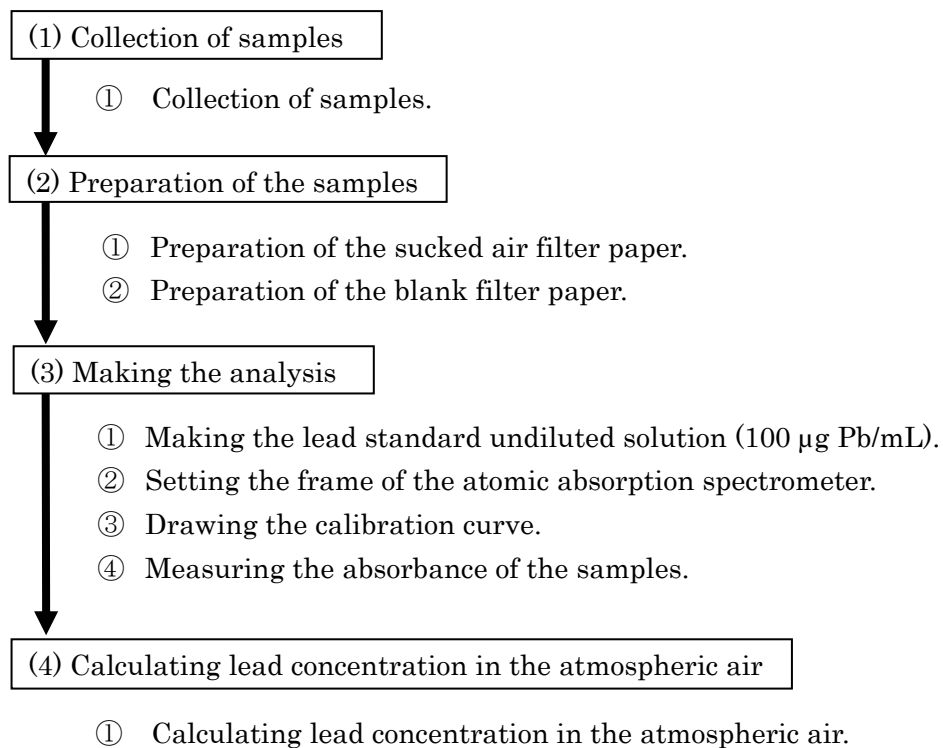


# SOP Work Sheet (Air quality)

Date of preparing

Measuring substance	Lead (Pb)
Measurement method	Collection of filter paper of high volume air sampler,...etc.
Analysis method	Acid extraction, atomic absorption spectrophotometer (AAS)

## 1. Measurement flowchart and main items



## 2. Measurement Principle.

By using high volume air sampler for 24 hours of sampling, the suspended particulate matters in the air would be collected at the glass fiber filter paper. Lead that exists inside the collected particulate matters is dissolved in an acid solution and, thus, the sample is prepared. Sample content of Pb is analyzed using the atomic absorption spectrophotometer (AAS).

## 3. Reagent, Equipments and Materials.

[Reagent]	Quantity	[Equipments and Materials]	Quantity
Nitric acid (1:1) (HNO <sub>3</sub> )	121 mL	Glass fiber filter paper	2
Hydrogen peroxide (30 %) (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	50 mL	High volume air sampler (with shelter)	1
Lead nitrate (Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )	0.160 g	Hole pipette	Various
		Beaker (300 ~ 500 mL)	1
		Volumetric flask (25 mL)	2
		Volumetric flask (100 mL)	few
		Volumetric flask (1 L)	1
		Watch dish	few
		Aspirator	1
		Filter paper (No. 5C)	few
		Hot plate (sand bath)	1
		Atomic absorption spectrophotometer	1
		Acetylene gas cylinder	1
		Air gas cylinder	1
		pH meter	1

## 4. The structure of the measuring equipment

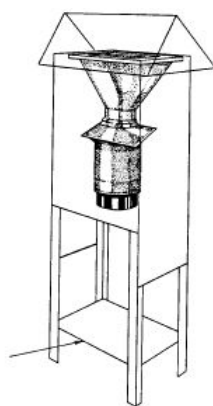


Figure 1 High volume air sampler (with shelter at the top)

## 5. Operation details

### **(1) Collection of samples (Note 1)**

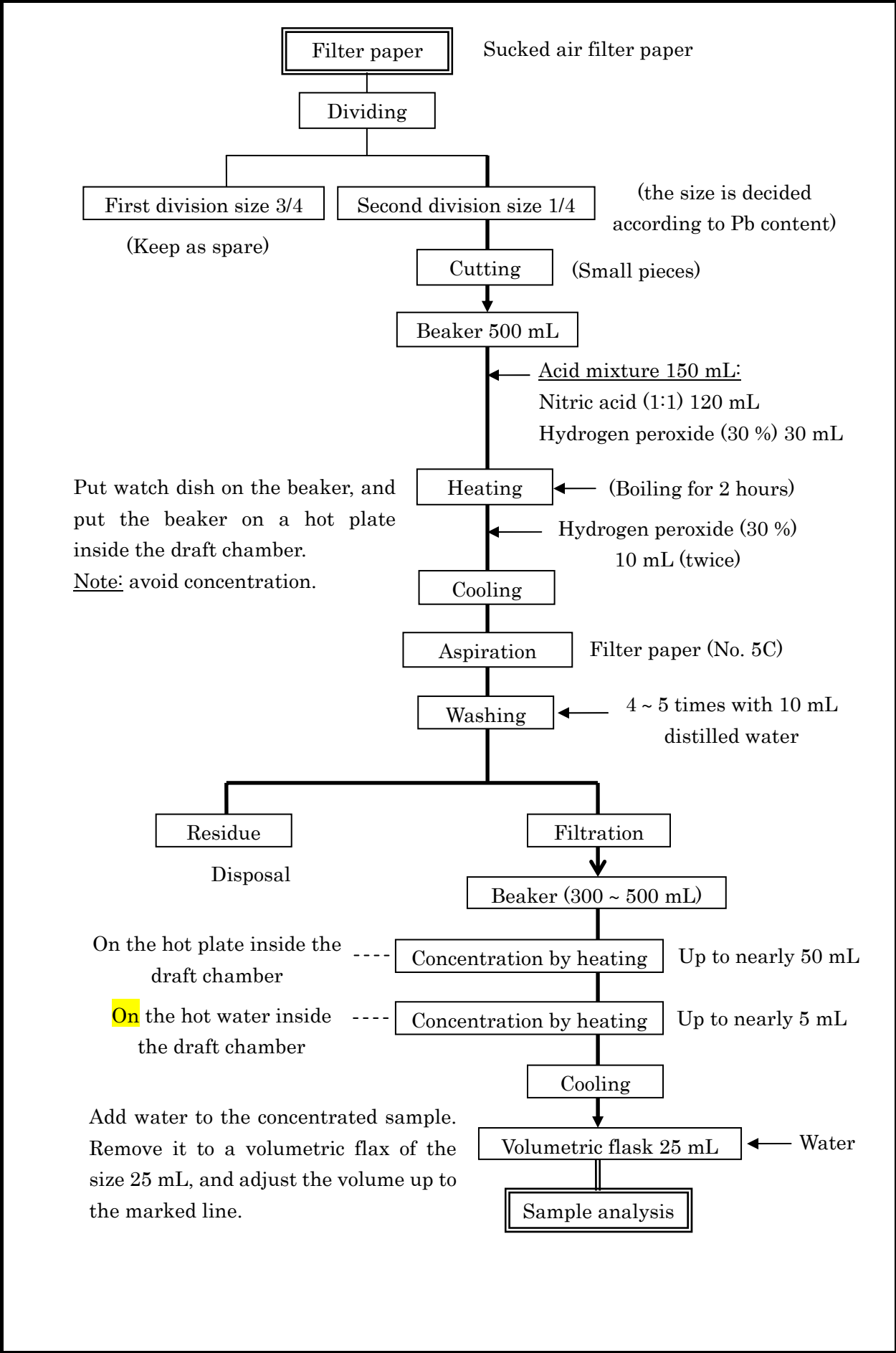
#### ① Collection of samples

Refer please to the written procedure, SOP, of the measurement of the total suspended particulates (TSP).

### **(2) Preparation of the samples (Note 2)**

#### 1) Preparation of the sucked air filter paper

The following procedure is carried out for preparing the sucked air filter paper:



## 2) Preparation of the blank filter paper

We follow the same procedure mentioned above to prepare a new filter paper as a blank test.

## (3) Making the analysis

### 1) Making the lead standard undiluted solution (100 $\mu\text{g Pb/mL}$ )

Dissolve 0.160 g of lead nitrate in water, add nitric acid (1:1) 1 mL and put it in volumetric flask of the size 1 L, then adjust the volume by adding water up to the marked line.

### 2) Setting the frame of the atomic absorption spectrometer

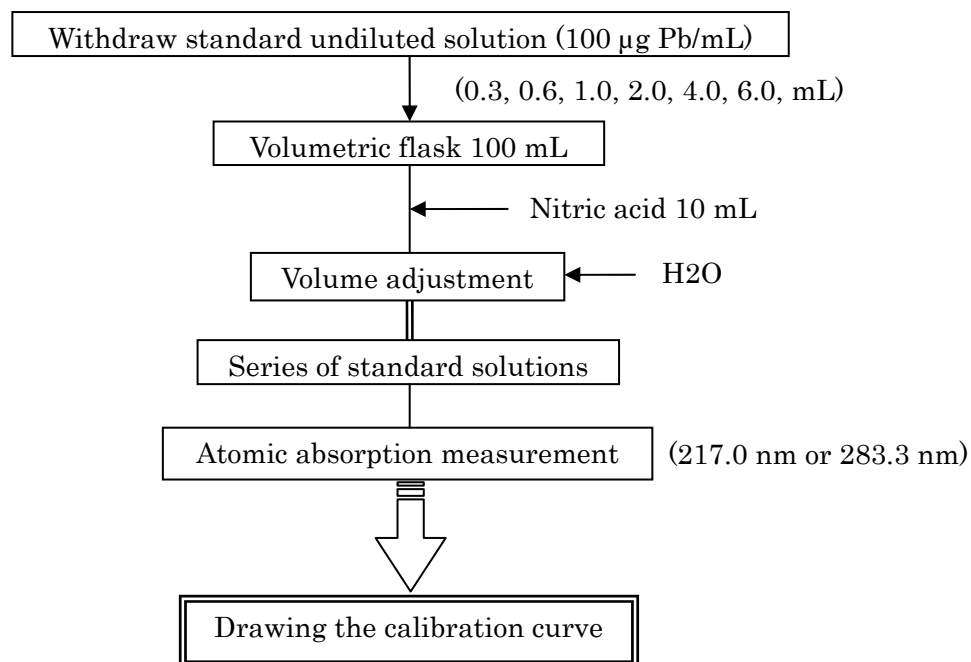
For the analytical purpose, set the following condition of the frame of the atomic absorption spectrometer:

Wavelength: 217.0 nm or 283.3 nm

Gas flow rate: acetylene (1.7 L/min), air (15 L/min)

### 3) Drawing the calibration curve

Arrange volumetric flasks of the size 100 mL, and put standard undiluted solution (100  $\mu\text{g Pb/mL}$ ) of the amounts: 0.3, 0.6, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 mL in flasks, respectively. Measure the solutions pH and once they reach a similar condition of the sample solution add nitric acid, then adjust the volume by adding water.



### 4) Measuring the absorbance of the samples

By measuring the absorbance of the blank sample solution and the sample solution, we can obtain their concentrations ( $\mu\text{g Pb/mL}$ ).

## (4) Calculating lead concentration in the atmospheric air

### ① Calculating lead concentration in the atmospheric air

The concentration of the lead in the atmospheric air is calculated by using the following

equation:

$$C = \frac{(M_s - M_b) \times E \times S}{s \times V_{20}}$$

In this equation:

C: concentration of lead in the atmospheric air [ $\mu\text{g Pb/m}^3$ ]

$M_s$ : concentration of lead in the sample solution [ $\mu\text{g Pb/m}^3$ ]

$M_b$ : concentration of lead in the blank sample solution [ $\mu\text{g Pb/m}^3$ ]

E: Quantity of the sample solution obtained as explained in the step "**(2) Preparation of the samples**" [mL]

S: area of the sample collecting filter [ $\text{cm}^2$ ]

s: area of the filter division used for analysis [ $\text{cm}^2$ ]

$V_{20}$ : total sucked air volume, during the sampling, referenced to 20 °C [ $\text{m}^3$ ]

Points of consideration:

(Notice1): Avoid the dropping of the collected dust, and make sure that there are no residues in the keeping container.

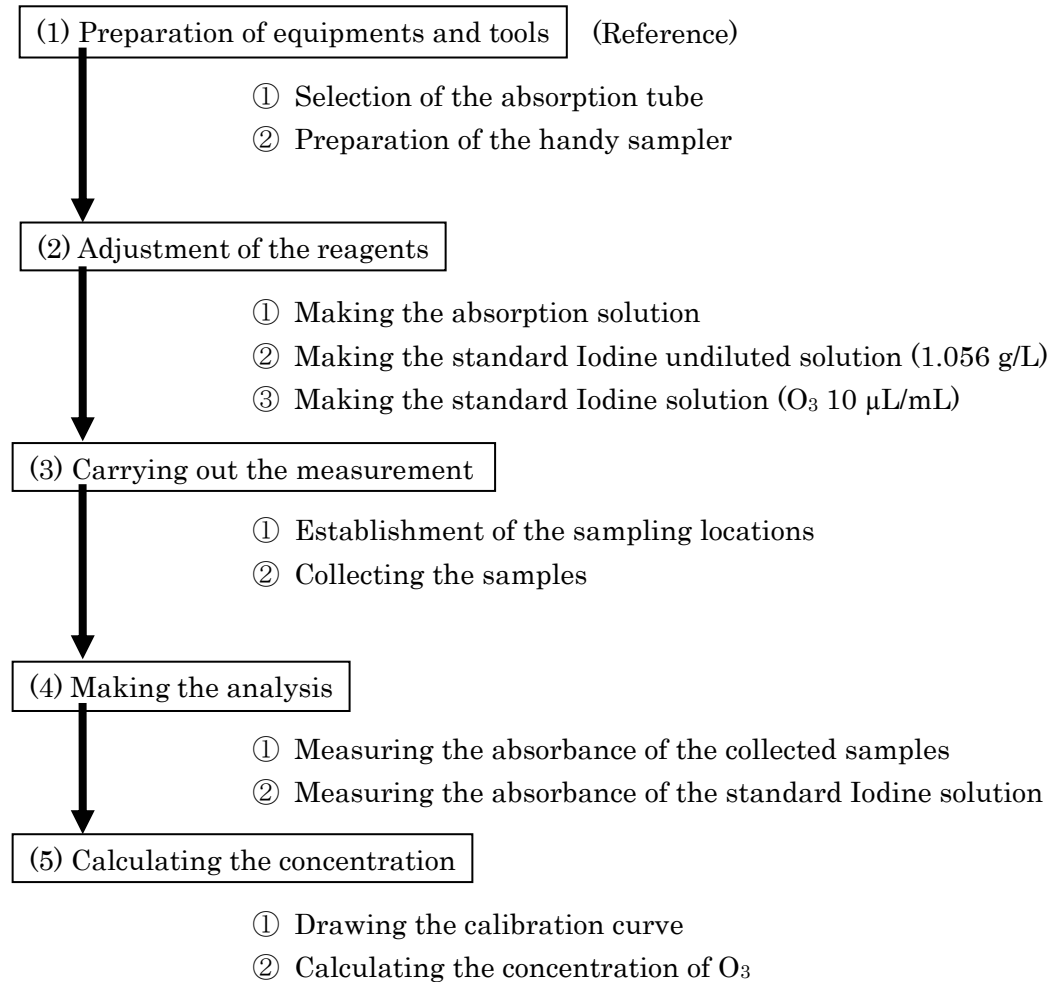
(Notice2): Wash the watch dish and the keeping container, and make sure they are not contaminated during the analysis process.

**Standard Operation Procedure (SOP)-06  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Ozone (O<sub>3</sub>)**

**Air Quality Analysis**

Measuring substance	Ozone (O <sub>3</sub> )
Measuring method	Neutral Potassium Iodide

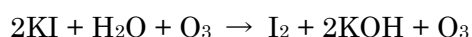
## 1. Measurement flowchart and main items





## 2. Measurement principle

In proportion to ozone quantity, Potassium Iodide (KI) releases Iodine. By measuring the absorbance of the yellow-colored Iodine, the ozone quantity can be determined. Fundamentally, for 1 mol of ozone (O<sub>3</sub>), 1 mol Iodine (I<sub>2</sub>) is released:

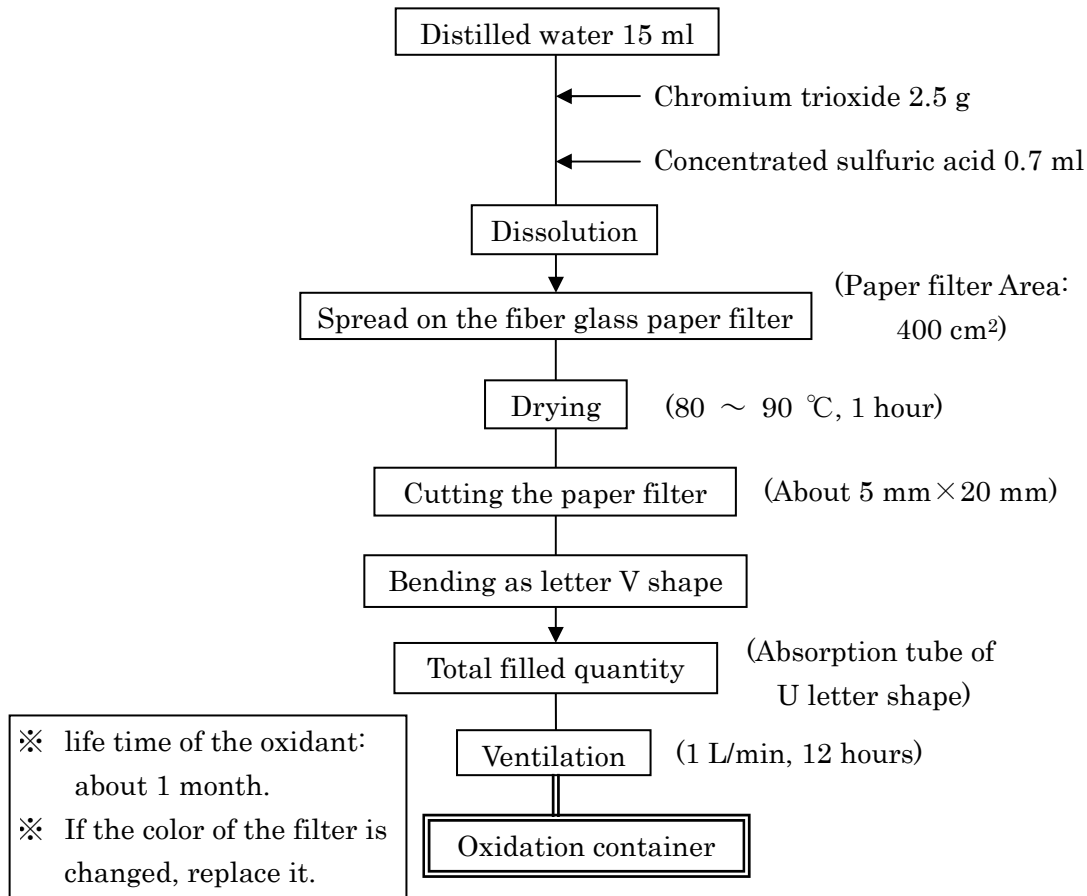


If the air samples contain SO<sub>2</sub>, the release of Iodine is reduced, therefore, firstly spreading Chromium trioxide on the filter and placing it in the oxidation container prevents the harm effect.

## 3. Reagents, equipments, and materials

【Reagents】	Quantity	【Equipments】	Quantity
Potassium dihydrogenphosphate (KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )	13.6g	Absorption tube (nozzle)	2
Disodium hydrogenphosphate (Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> · 12H <sub>2</sub> O)	14.20g	Flow meter (0.2 ~ 1 L/min precise measurement glass flow meter)	1
Potassium iodide (KI)	10.0g	Oxidation container	1
Iodine (I <sub>2</sub> )	16g	(Chromium trioxide spread paper filter)	
Chromium trioxide (CrO <sub>3</sub> )	<u>1.056g</u>	Suction pump	1
Concentrated sulfuric acid	2.5g	Beaker 500 mL	1
	0.7ml	Beaker 200 mL	1
		Volumetric flask 1 L	1
		Volumetric flask 500 mL	1
		Volumetric flask 100 mL	1
		Hole pipette 10 mL	1
		Hole pipette 5 mL	1
		Graduated pipette 1 mL	1
		Volumetric flask 25 mL	6
		Spectrophotometer or colorimeter (around 362 nm)	1





※ If the filling of the oxidant is in a cylindrical glass tube (about  $\phi$  15 mm  $\times$  300 mm), cut the filter paper into long and narrow parts and insert in the tube.

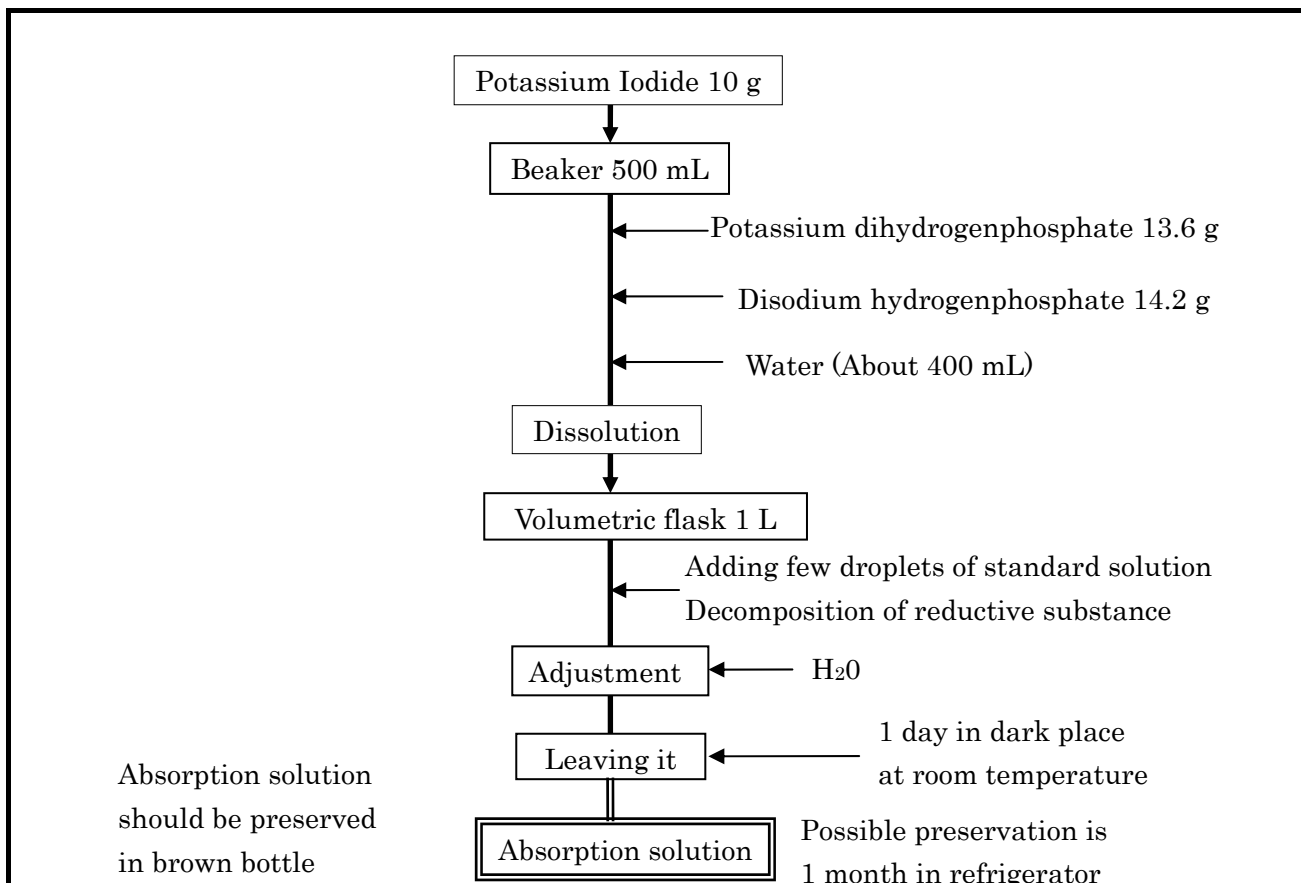
③ Preparation of the handy sampler

The arrangement of the sampler starts after completing its electrical charging (in case there is no power supply in the sampling location).

(2) Adjustment of the reagents (annotation 2)

① Making the absorption solution

Making 1 % neutral Potassium Iodide solution.



### ③ Making the standard Iodine solution

#### a) Making the standard Iodine undiluted solution (100 $\mu\text{L O}_3/\text{mL}$ )

Put 16 g of Potassium iodide in a 200 mL beaker, and add nearly 100 mL of water to dissolve it. Then, measure an accurate 1.056 g of Iodine and add it to the beaker to be dissolved. Put the obtained solution in a 1000 mL volumetric flask, and add water up to the 1000 mark. The stability of the solution is as long as 90 days.

Molecular weight of I<sub>2</sub> is 253.81 g/mol

1 mol of Iodine (I<sub>2</sub>) = 1 mol of ozone (O<sub>3</sub>) = 24.04 L (at 760 mmHg and 20 °C)

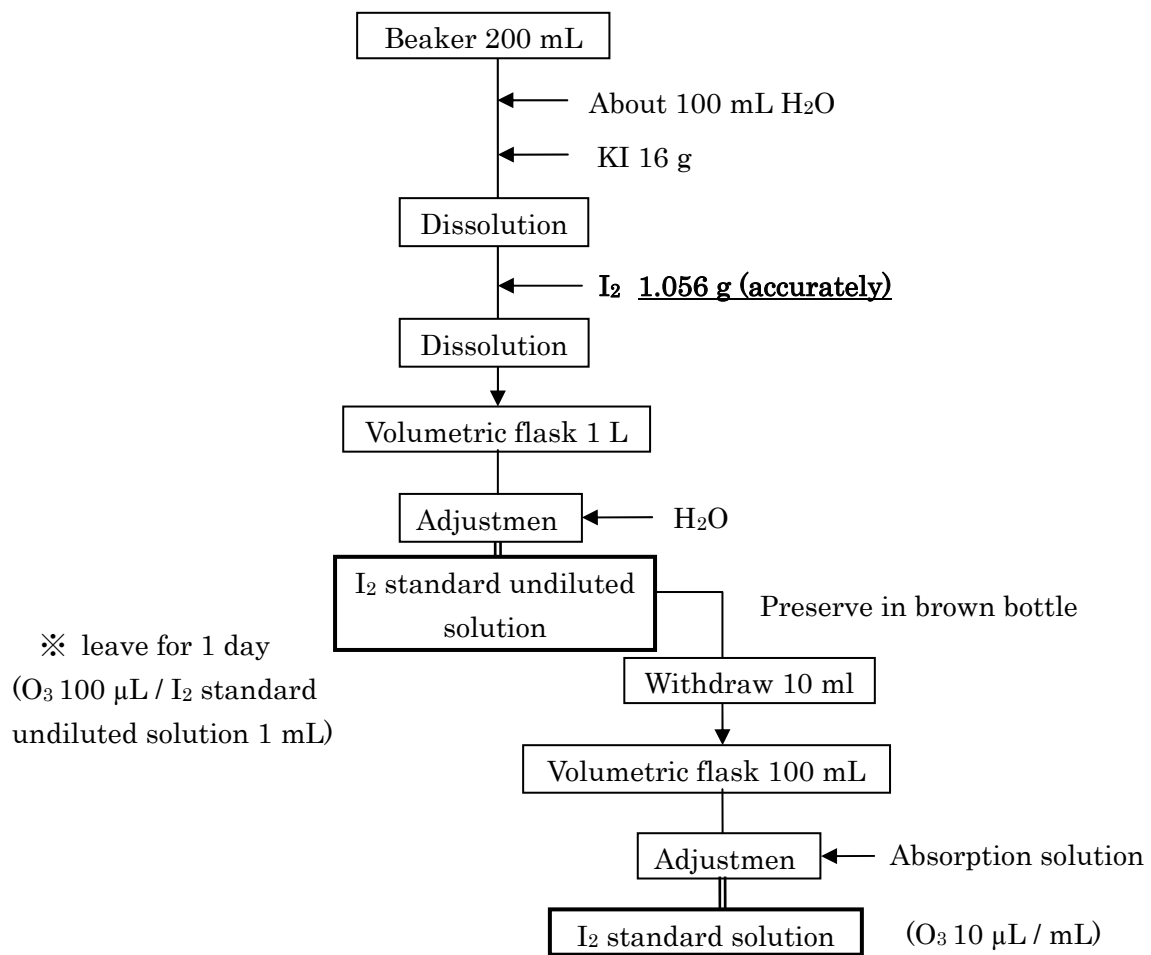
$$\frac{253.81 \text{ g} \times 10^{-1}}{24.04 \text{ L}} = 1.056 \text{ g (I}_2\text{)}$$

$$\text{Thus, } 1.056 \text{ g} / 1000 \text{ mL} = 100 \mu\text{L O}_3/\text{mL}$$

#### b) Making the standard Iodine solution (0. 1056 g/1000 mL)

Put 10 mL of standard Iodine undiluted solution in 100 mL volumetric flask, and diluted it by adding 10 times of absorption solution (100 mL), therefore we get standard Iodine solution (0. 1056 g/1000 mL).

$$\text{Standard solution } 1 \text{ mL} = 10 \mu\text{L O}_3 \text{ (20 } ^\circ\text{C, 760 mmHg)}$$



### (3) Carrying out the measurement

#### ① Establishment of the sampling locations

To exclude the influences of topography and structure complexities, the measurement location should be selected in an area that represents reliability. The height of the sampling inlet from the ground is in the range 1.5 m ~ 10 m.

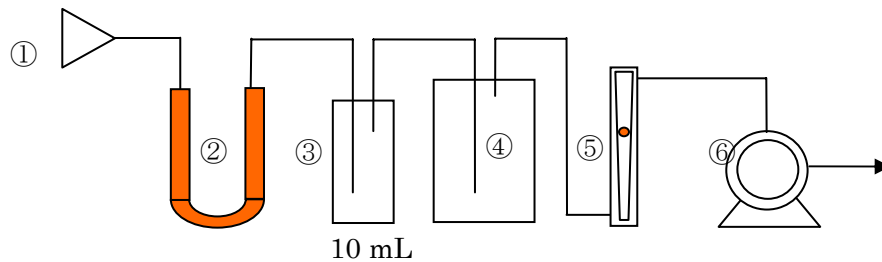
#### ② Collecting the samples

The collection of the samples is achieved by the following procedure:

- a) ① Filter, ② Oxidation container, ③ absorption tube (nozzle), ④ Protection tube, ⑤ Flow meter, ⑥ Pump. All are assembled together for sampling.

(If the handy sampler is used, the sampling setup is done)

- b) Withdraw an accurate 10 mL of absorption solution and insert it in the absorption tube.  
 c) Let the air samples flow at the rate 1 L/min. The suction process should continue until enough coloring occurs (about 60 minutes). (Quantity of sucked air must be recorded. Also, the values of the air temperature and pressure must be recorded if they are greatly different from 20 °C and 760 mmHg).

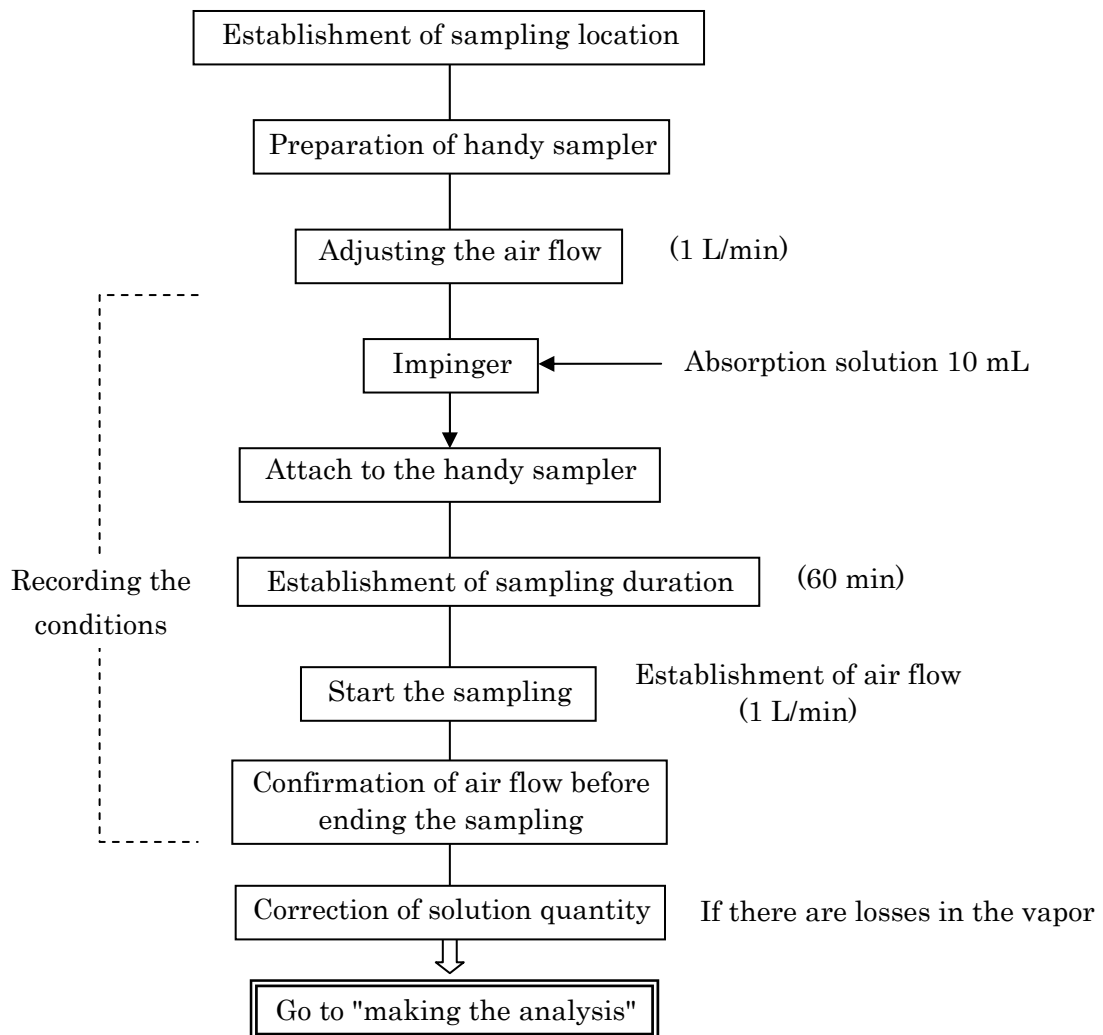


◆ Ozone is absorbed in the absorption tube therefore, color is changed into yellow.

③ Making the analysis of the solution samples

By letting the air samples flow, the color of the solution changes due to the absorption of ozone ( $O_3$ ). The coloring comes to completion quickly at normal temperature.

It is preferable to measure the absorbance less than 60 minutes after sampling. In case of change in the volume of the solution samples, adjust the volume by adding 10 mL of distilled water.



(4) Making the analysis

① Measuring the absorbance of the collected samples

Put a cover at the top of the cell after inserting sample quantity in it, and put each cell in its folder in the spectrophotometer then measure the absorbance at the wavelength 362 nm (**the blank solution is distilled water**).

② Measuring the absorbance of the standard solution I<sub>2</sub> and drawing the calibration curve

a) Arrange volumetric flasks of the size 25 mL, and put I<sub>2</sub> standard solution of the amounts: 0, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 mL in flasks, respectively. Then, add absorption solution up to the marked line (up to 25 mL) for dilution.

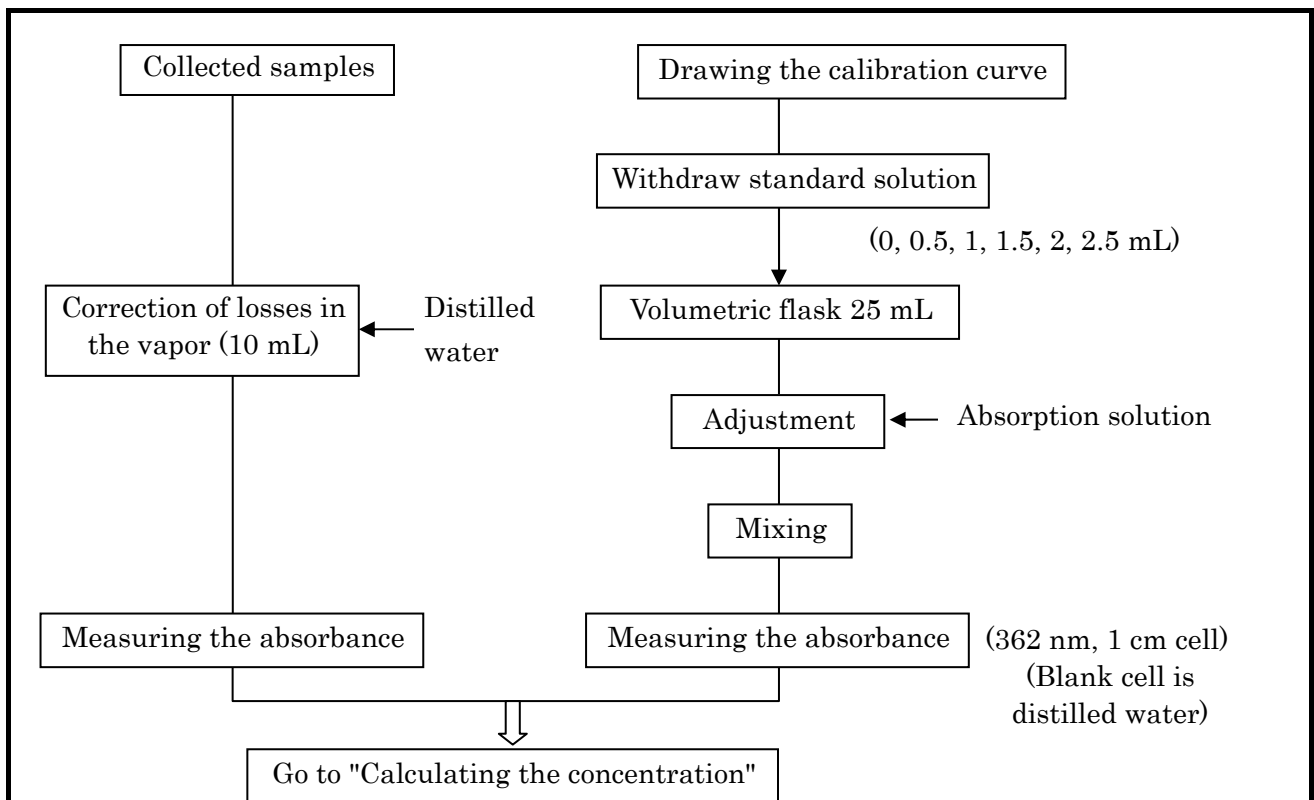
Ozone concentration: 10 µL O<sub>3</sub>/1 mL I<sub>2</sub> standard solution (20 °C, 760 mmHg)

b) Mix the solution in each flask, and measure the absorbance at the wavelength of 362 nm (it is not important to leave the solutions as they are for a certain time before absorbance measurement).

c) The calibration curve is obtained by plotting the relation between the quantity of O<sub>3</sub> (µL) in 10 mL of each solution of the flasks and the corresponding absorbance values (correction values).

**Ozone concentration in the standard solution (I<sub>2</sub>) is: 10 µL O<sub>3</sub>/1 mL**

I <sub>2</sub> standard solution	0 mL	0.5 mL	1 mL	1.5 mL	2 mL	2.5 mL
O <sub>3</sub> quantity in the standard solution	0 µL	5 µL	10 µL	15 µL	20 µL	25 µL
O <sub>3</sub> quantity after adding absorption solution up to 25 mL	0 µL	5 µL	10 µL	15 µL	20 µL	25 µL
O <sub>3</sub> quantity in 10 mL of the above mentioned solution	0 µL	2 µL	4 µL	6 µL	8 µL	10 µL
Absorbance						



#### (5) Calculating the concentration

##### ① Calculating the concentration of O<sub>3</sub>

Measure the absorbance of the absorption solution in the absorption tube after the sampling, and with help of these values O<sub>3</sub> concentration is obtained.

From the calibration curve you find the quantity of I<sub>2</sub> standard solution (mL) that corresponds to an absorbance value of 1. Then, multiply the obtained value by 4 to get the parameter M. Otherwise, instead of using the quantity of I<sub>2</sub> standard solution (mL), find the quantity of O<sub>3</sub> (μL) in the 10 mL solution (after adding absorption solution) that corresponds to an absorbance value of 1 by the direct reading from the calibration curve.

M is the quantity of O<sub>3</sub> (μL) corresponds to the absorbance value 1 of the 10 mL solution (after adding absorption solution).

$$(M = ? \mu\text{L O}_3 \text{ corresponds to Abs} = 1.000)$$

The following equation is used to calculate the concentration:

$$\text{O}_3 \text{ concentration (ppm)} = \text{absorbance of O}_3 \text{ absorption solution (correction value)} \times M/V$$

In this equation:

V: Sucked quantity of air sample (L).

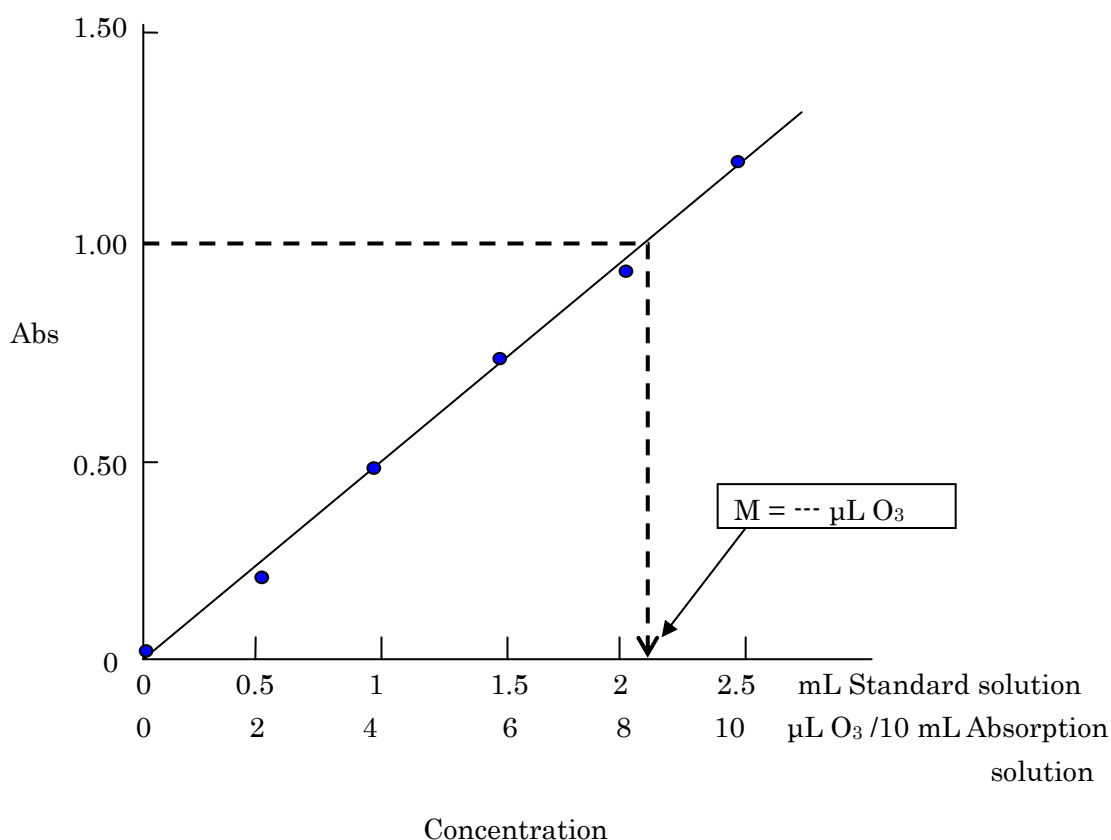
$$(\text{Correction value}) = (\text{Absorbance of sample solution}) - (\text{Absorbance of absorption solution})$$

#### [Explanation]

For convenience, the volume of a gas is calculated at the standard conditions of 760 mmHg, 20 °C. Therefore, the volume of 1 mol ideal gas equals 24.04 L. (The volume becomes 24.47 L if the temperature is 25 °C and at the same pressure). By expressing the quantity of the air



sample in L, the collected O<sub>3</sub> is expressed in μL).



#### Points of consideration

(Annotation)

- ◆ The oxidation gases O<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub>, and PAN are called O<sub>x</sub>.
- ◆ System measurement sensitivity is 0.01 ppm at the air flow of 1 L/min and sampling duration of 60 minutes.
- ◆ You do not need to standardize the Iodine standard solution if you accurately collect Iodine.

(Note 1) Using bubbler absorption tube instead of the nozzle one reduces the obtained concentration of O<sub>3</sub>.

(Note 2) Long sampling duration needs care. The maximum duration is 1 hour.

(Note3) When carrying out the sampling, avoid exposing the absorption solution to the direct sun rays.

(Note 4) In addition to O<sub>3</sub>, the absorption solution releases Cl<sub>2</sub> and PAN in addition to organic oxides iodine, even NO<sub>2</sub> causes the concentration to increase by nearly 10 %. However, by considering the effect on human body, there is a point of view that there is no difference between the above-mentioned substances.

(Note 5) If there is a direct contact between the air sample and the silicon tube, care must be taken that O<sub>3</sub> partially decomposes. Therefore, if there is no material other than silicon, use as short tube as possible (Teflon is the best).

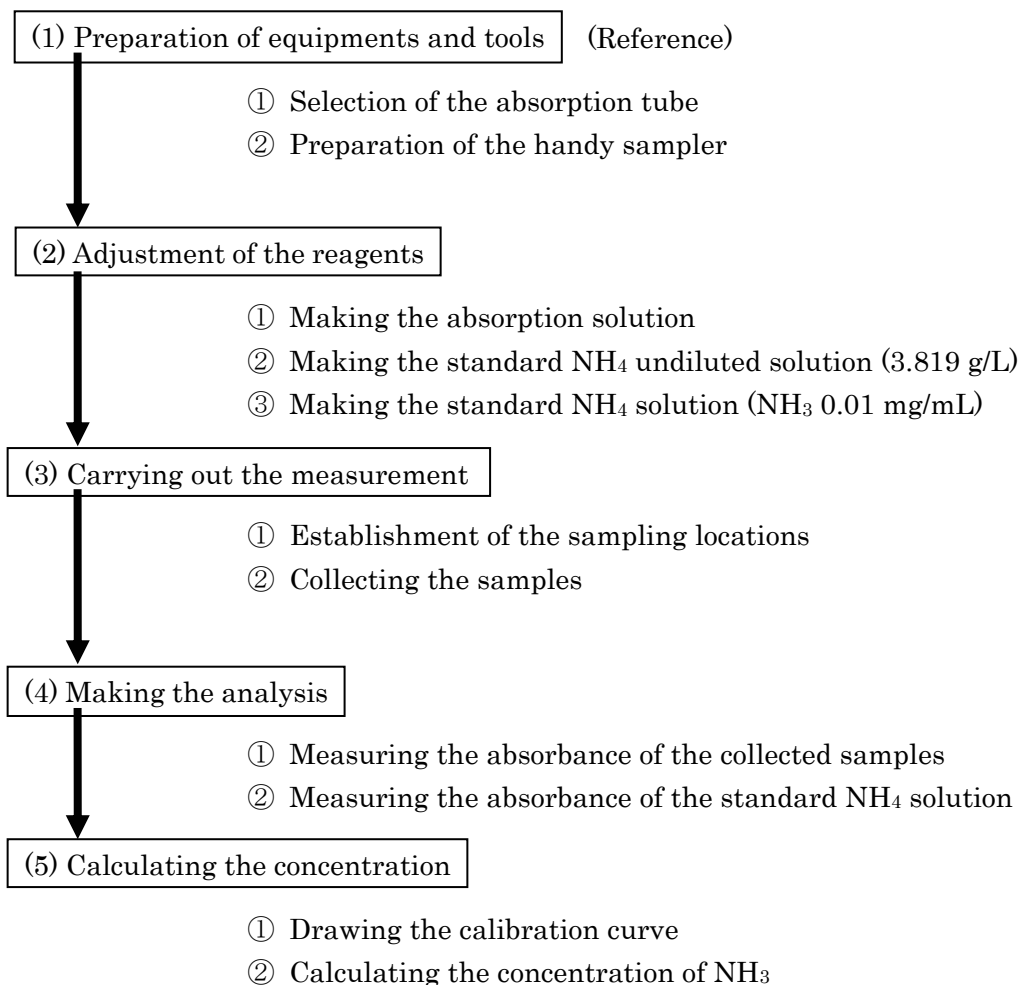
(Note 6) Add very small quantity of the standard solution, droplet by droplet, to the prepared absorption solution and stop the adding process when the smallest noticeable change of the color occurs, then leave the solution as it is for about 12 hours.

**Standard Operation Procedure (SOP)-07  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Ammonia (NH<sub>3</sub>)**

**Air Quality Analysis**

Measuring substance	Ammonia (NH <sub>3</sub> )
Measuring method	Nessler

## 1. Measurement flowchart and main items



The followings are methods used for measuring ammonia concentration:

- ① Nessler
- ② Indophenol

In the current SOP, the Nessler method is adopted.



## 5. Operation details

### (1) Preparation of equipments and tools

#### ① Selection of the absorption tube

As it is shown in Fig.2, the absorption tube is of the bubble type and made of glass. There are two absorption tubes connected in series (the air sample is sucked into the first tube and then to the second tube).

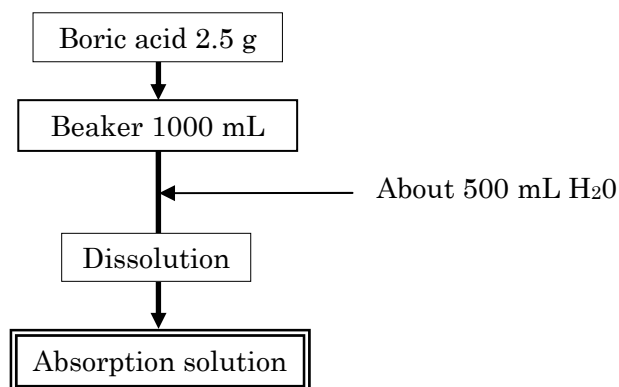
#### ② Preparation of the handy sampler

The arrangement of the sampler starts after completing its electrical charging (in case there is no power supply in the sampling location).

### (2) Adjustment of the reagents (annotation 2)

#### ① Making the absorption solution

Weigh 2.5 g of Boric acid and dissolve it in purified water up to 500 mL.



#### ③ Making the standard ammonium sulfate solution, (NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

##### a) Making the standard ammonium sulfate undiluted solution (2.745 g/L)

Dry 2.745 g of ammonium sulfate at the temperature 130 °C, and put it in a 200 mL beaker. Then add about 100 mL water for dissolution. Put the solution in 1000 mL volumetric flask, and adjust the volume by adding water. The solution is 1000 µL NH<sub>3</sub>/mL.

Molecular weight of ammonium sulfate, (NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, is 132 g/mol

1 mol of (NH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 2 mol of NH<sub>3</sub> = 24.04 L × 2 (at 760 mmHg and 20 °C)

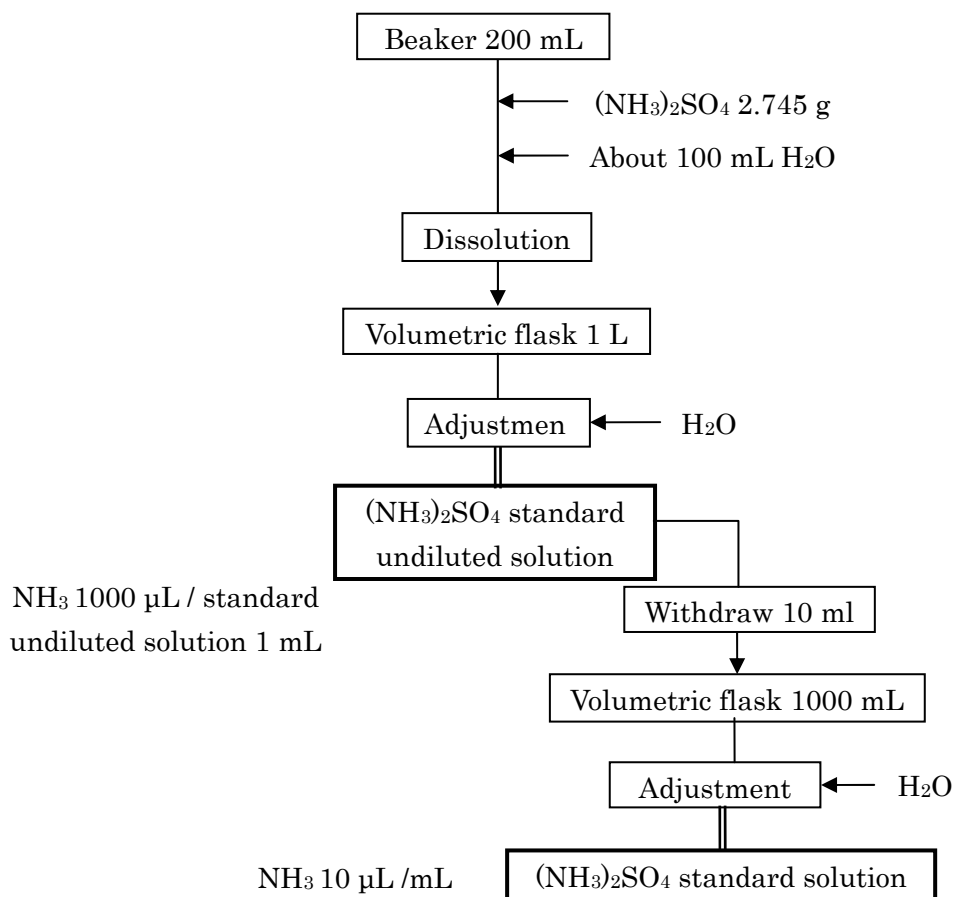
$$\frac{132 \text{ g}}{24.04 \text{ L} \times 2} = 2.745 \text{ g } ((\text{NH}_3)_2\text{SO}_4)$$

$$\text{Thus, } 2.745 \text{ g} / 1000 \text{ mL} = 1000 \text{ } \mu\text{L NH}_3/\text{mL}$$

##### b) Making the standard ammonium sulfate solution (10 µL NH<sub>3</sub>/mL)

Put 10 mL of standard ammonium sulfate undiluted solution in a volumetric flask 1000 mL, and add 100 fold of purified water to dilute it. Therefore, we obtain 10 µL NH<sub>3</sub>/mL solution.

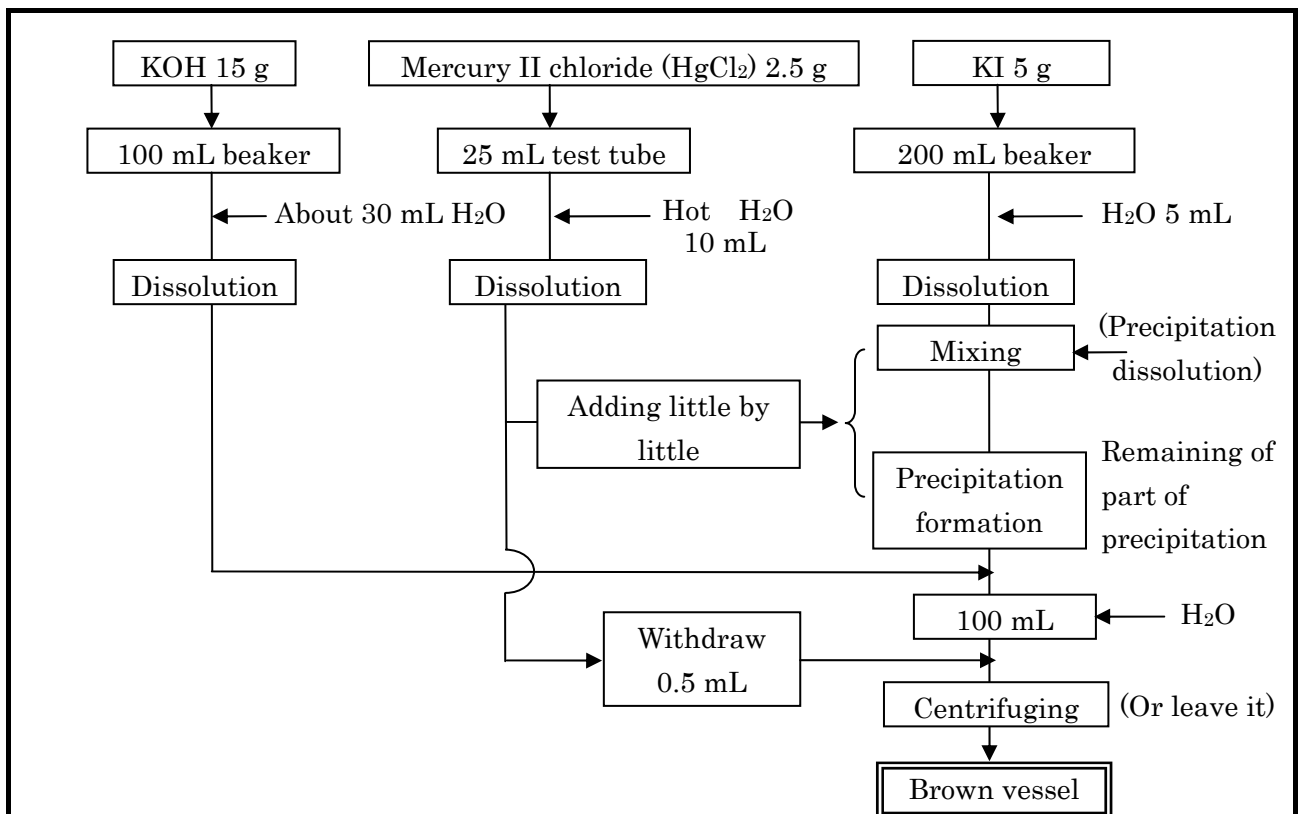
Standard solution 1 mL = 10  $\mu$ L  $\text{NH}_3$  (20  $^\circ\text{C}$ , 760 mmHg)



### ③ Making the coloring solution

#### a) Preparing the Nessler's reagent

Put 5 g of Potassium iodide in 200 mL Erlenmeyer flask (or a beaker), and add 5 mL of water for the dissolution. Dissolve 2.5 g of mercury II chloride ( $\text{HgCl}_2$ ) in 10 mL hot water, and then add little by little of it to the previously made solution. Continue adding until precipitation starts to form (until saturation takes place so that particles do not dissolve), and then cool the solution. The next step is to dissolve 15 g of potassium hydroxide in 30 mL water, and then add water until you get a solution of 100 mL. The last step is to withdraw 0.5 mL of the previously made mercury II chloride ( $\text{HgCl}_2$ ) solution, and put it in the 100 mL solution of sodium hydroxide and water, then centrifuge the obtained solution (or leave it). Preservation period is 1 month.



※ Nessler reagent can be bought for the market.

※ It is possible to preserve Nessler reagent for 1 month.

**Scientific note:**

In precipitation reactions, two soluble ionic compounds react to form an insoluble product, a precipitate. When solutions of such ions are mixed, the ions collide and stay together, and the resulting substance “comes out of solution” as a solid.

b) Rochelle salt solution

Dissolve 50.0 g of Sodium Potassium Tartarate ( $\text{COOKCHOH} \cdot \text{CHOHCOONa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) in 100 mL of water.

**(3) Carrying out the measurement**

① Establishment of the sampling locations

To exclude the influences of topography and structure complexities, the measurement location should be selected in an area that represents reliability. The height of the sampling inlet from the ground is in the range 1.5 m ~ 10 m.

② Collecting the samples

The collection of the samples is achieved by the following procedure:

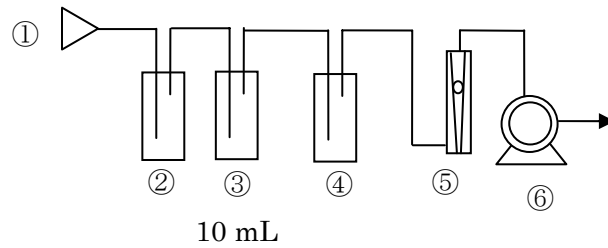
- a) ① Filter, ② absorption tube (bubbler), ③ absorption tube (bubbler), ④ Protection tube, ⑤ Flow meter, ⑥ Pump. All are assembled together for sampling process.

(If the handy sampler is used, the sampling setup is already done)

- b) Put an accurate 10 mL of absorption solution in each of the two absorption tubes.

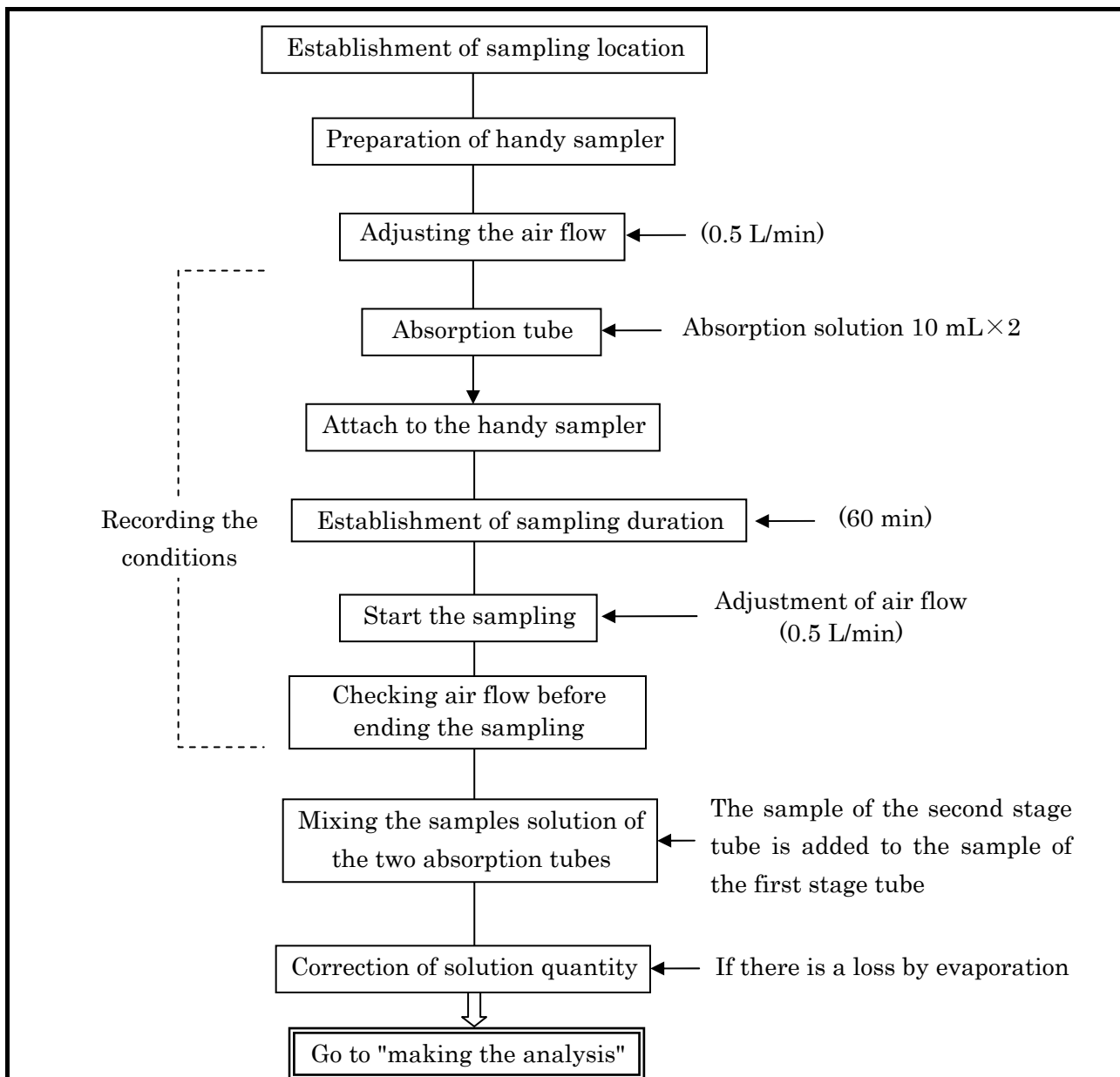


- c) Let the air samples flow at the rate 0.5 L/min. The suction process should continue until considerable coloring occurs (about 60 minutes). (Quantity of sucked air must be recorded. Also, the values of the air temperature and pressure must be recorded if they are greatly different from 20 °C and 760 mmHg).



③ Making the analysis of the solution samples

By letting the air samples flow, ammonia is captured by the absorption solution. Two absorption tubes are used. When making the analysis, the sample of the second stage tube is added to the sample of the first stage tube, therefore, the total solution sample quantity is 20 mL. If there is a loss in the total solution sample quantity by evaporation, it can be adjusted by adding purified water up to 20 mL.



#### (4) Making the analysis

##### ① Measuring the absorbance of the collected samples

Add 0.5 mL of Potassium sodium tartrate and 0.5 mL of Nessler's reagent to the 20 mL sample solution in which  $\text{NH}_3$  is collected. Wait for 10 minutes and then measure the absorbance at the wavelength of 400 nm (the blank cell contains purified water).

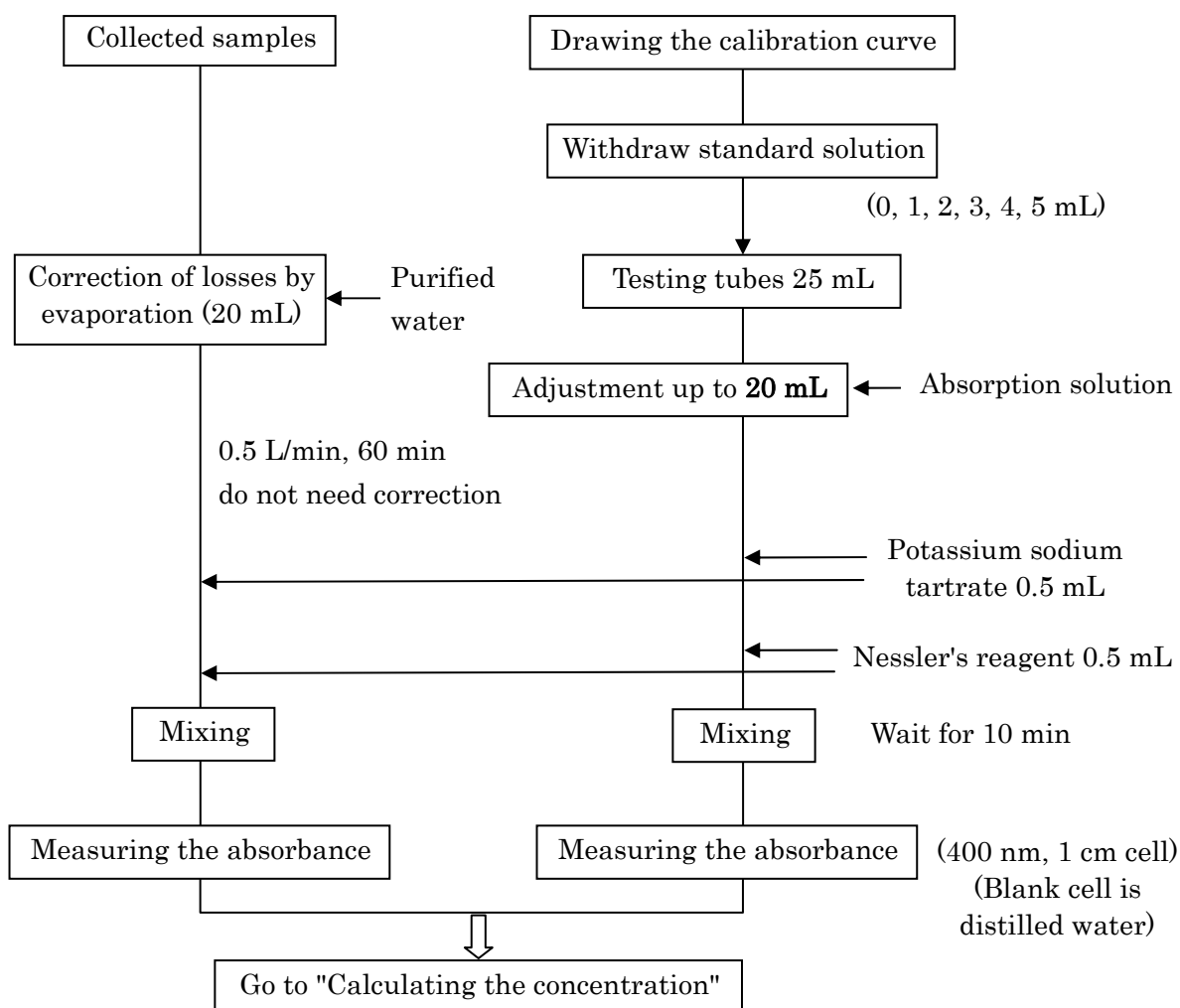
##### ② Measuring the absorbance of the standard solution $(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4$ and drawing the calibration curve

a) Arrange 6 testing tubes of the size 25 mL, and put in each of them standard solution  $(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4$  as follows: 0, 1, 2, 3, 4, 5 mL. Then, add a quantity of absorption solution in each testing tube up to 20 mL.

**1 mL of the standard solution  $(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4$  contains 10  $\mu\text{L}$  of  $\text{NH}_3$  (20°C, 760mmHg)**

- b) Mix the solution in each tube well and wait for 10 minutes. Measure the absorbance at the wavelength of 400 nm.
- c) By drawing the relation between the ammonia quantity ( $\mu\text{L NH}_3$ ) in each diluted absorption solution of the 6 testing tube, and the absorbance corresponds to each solution, we can draw the calibration curve.

Standard solution $(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4$	0 mL	1 mL	2 mL	3 mL	4 mL	5 mL
$\text{NH}_3$ quantity in the standard solution	0 $\mu\text{L}$	10 $\mu\text{L}$	20 $\mu\text{L}$	30 $\mu\text{L}$	40 $\mu\text{L}$	50 $\mu\text{L}$
$\text{NH}_3$ quantity after adding absorption solution up to 20 mL	0 $\mu\text{L}$	10 $\mu\text{L}$	20 $\mu\text{L}$	30 $\mu\text{L}$	40 $\mu\text{L}$	50 $\mu\text{L}$
Absorbance						



(5) Calculating the concentration

① Calculating the concentration of NH<sub>3</sub>

Measure the absorbance of the absorption solution in the absorption tube, and with the help of this value the concentration can be obtained.

From the calibration curve we find the quantity of NH<sub>3</sub> (μL) that corresponds to an absorbance value of 1. The obtained value represents M in the equation below.

M is the quantity of NH<sub>3</sub> (μL) corresponds to the absorbance value 1 of the absorption solution 20 mL (refer to the figure below).

$$(M = ? \mu\text{L NH}_3 \text{ corresponds to Abs} = 1.000)$$

The following equation is used to calculate the concentration:

$$\text{NH}_3 \text{ concentration (ppm)} = \text{NH}_3 \text{ absorbance of absorption solution (corrected value)} \times M/V$$

In this equation:

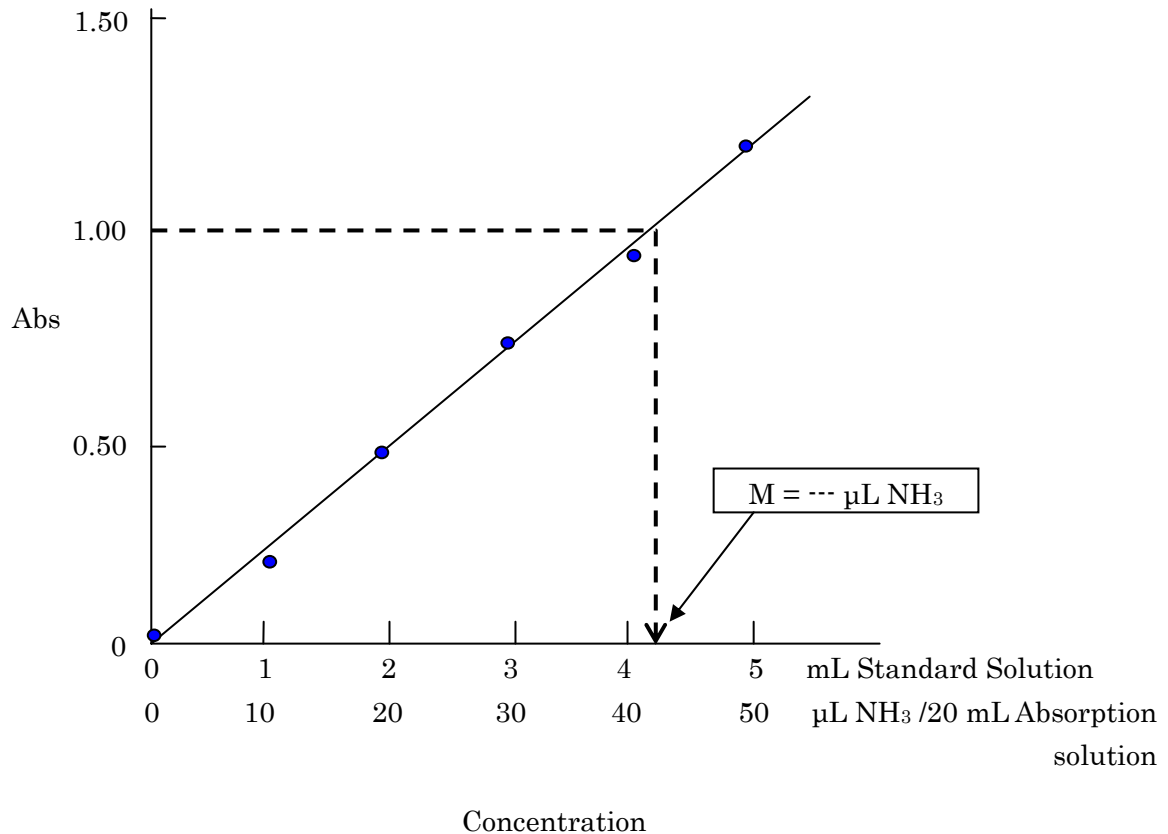
V: Sucked quantity of air sample (L).

M: Absorbance factor (f), (NH<sub>3</sub> quantity in μL that corresponds to absorbance value 1)

$$\text{(Corrected value)} = \text{(Absorbance of sample solution)} - \text{(Absorbance of absorption solution)}$$

[Explanation]

For convenience, the volume of a gas is calculated at the standard conditions of 760 mmHg, 20 °C. Therefore, the volume of 1 mol ideal gas equals 24.04 L. (The volume becomes 24.47 L if the temperature is 25 °C and at the same pressure). By expressing the quantity of the air sample in L, the collected NH<sub>3</sub> is expressed in μL).



#### Points of consideration

#### Annotation

- $NH_4^+ - N$  breaks down protein and urea [ $CO(NH_2)_2 + 2H_2O \rightarrow 2NH_3 + H_2CO_3$ ] into ammonia depending on the microorganisms.
- There are two methods for measuring ammonia concentration; Nessler and indophenole blue. Because mercury is used in Nessler method, it is better to use indophenole blue method. In the current measurement we implemented Nessler method instead of indophenole blue method because of the lack of some reagents.

(Note 1) Using bubbler absorption tube increases the absorption efficiency.

(Note 2) Long sampling duration needs care. The preferable duration is 1 hour (the decision of the sampling duration depends on the measurement region).

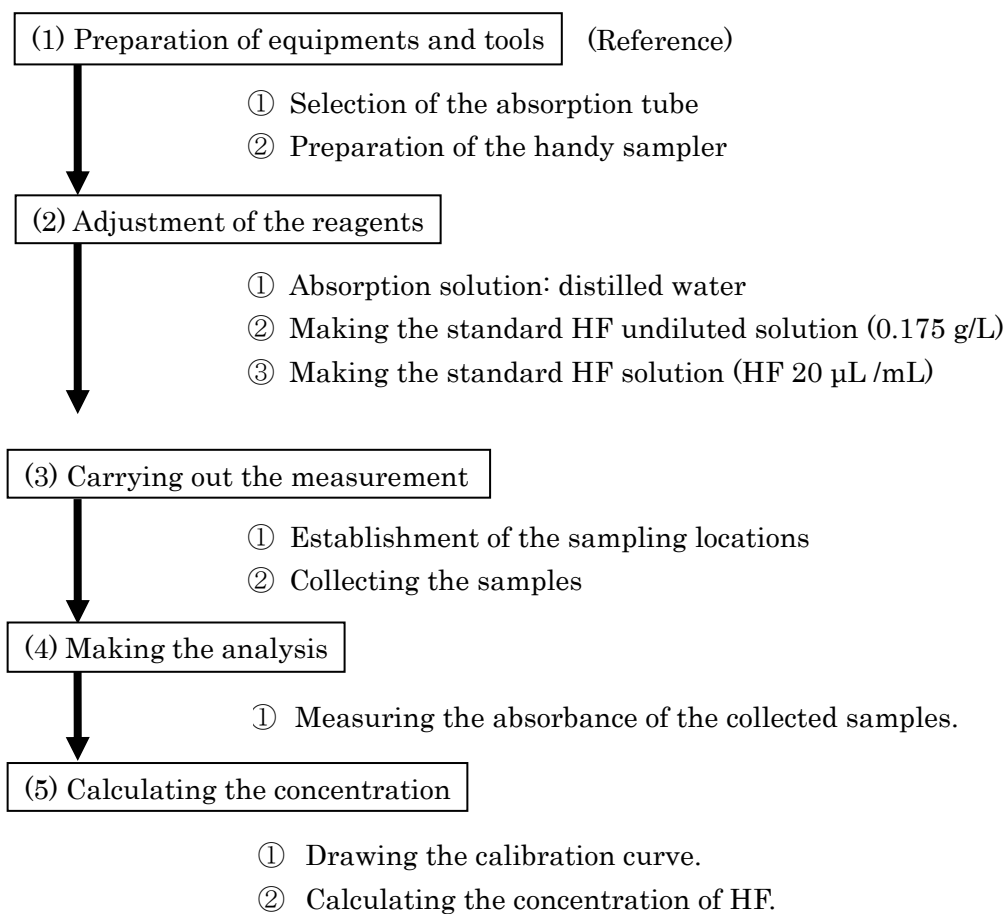
(Note 3) if more than 100 fold of nitrous acid ion or sulfide ion exist in the sample liquid solution as a mixture, they become positive interfering substances (absorbance values increases), formaldehyde becomes a negative interfering substance (absorbance values decreases). However, there is no problem in general.

**Standard Operation Procedure (SOP)-08  
Sampling and Concentration Calculation Procedure of  
Fluorine compounds (F)**

**Air Quality Analysis**

Measuring substance	Fluorine compound (F)
Measuring method	Alizarin complexone absorption photometry (ALC)

## 1. Measurement flowchart and main items

Important points:

- The chemical compound fluorine is a general term of fluoride ion, metallic fluoride and others, and it is expressed as fluoride ion.
- Usually, when carrying an analysis, aluminum, cadmium, cobalt, iron, nickel, lead, and others form interfering substances, therefore, by implementing a distillation technique prior to analysis, fluoride ion is separated.
- In the current SOP, distillation equipment which does not use gaseous fluoride is implemented for the analytical target. Therefore, care must be taken that the analysis does not provide the total quantity of the chemical compound fluorine.

## 2. Measurement principle

The ion fluoride quantity can be determined by measuring the absorbance of the blue-colored complexes that are resulted from the chemical reaction between Lanthanum (III) and the complexes of Alizarin complexone and the ion fluoride.

Determination (measurement) range: 0 ~ 50  $\mu$ L HF.

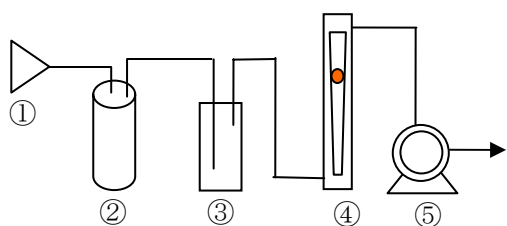
In general, because there are a lot of interfering substances, fluoride is separated in advance by means of distillation. Furthermore, in the case of gaseous fluorine, the filter collects the SPM which exist in the air samples and, therefore, prevent them from entering the absorption medium during the sampling process.

## 3. Reagents, equipments and materials

[Reagents]	Quantity	[Equipments and materials]	Quantity
Alizarin complexone dehydrate, indicator grade (C <sub>19</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>8</sub> .2H <sub>2</sub> O)	0.192 g	Absorption tube (nozzle)	1
Phenolphthalein (C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub> )	Small quantity	Flow meter	
Sodium hydroxide, pellets (NaOH)	Small quantity	(1 ~ 2 L/min precise measurement glass flow meter)	1
Hydrochloric acid (HCl)	Small quantity	Suction pump	1
Lanthanum nitrate hexahydrate [La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O]	4.33 g	Beaker 500 mL	1
Sodium acetate trihydrate (CH <sub>3</sub> COONa.3H <sub>2</sub> O)	100 g	Beaker 300 mL	2
Acetic acid (CH <sub>3</sub> COOH)	11 mL	Volumetric flask 1 L	1
Acetone (CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub> )	Large quantity	Volumetric flask 250 mL	1
Sodium fluoride (NaF)	0.175 g	Volumetric flask 100 mL	10
		Volumetric flask 50 mL	1
		Erlenmeyer flask 1 L	1
		Erlenmeyer flask 300 mL	1
		Polyethylene bottle 100 mL	1
		Hole pipette 10 mL	1
		Graduated pipette 5 mL	1
		Graduated cylinder 100 mL	1
		Spectrophotometer or colorimeter	



#### 4. The structure of measuring equipments



- ①filter  
 ②absorption tube  
 ③Protecting tube  
 ④Flow meter  
 ⑤Pump

Fig.1 Measurement setup

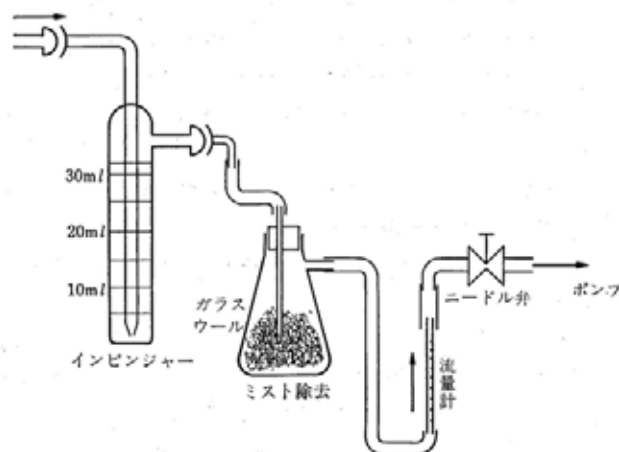


図 3-3 捕集系

Fig.2 Absorption tube (nozzle impinger)

#### 5. Operation details

##### (1) Preparation of equipments and tools

###### ① Selection of the absorption tube

As it is shown in Fig.2, the absorption tube is of the nozzle type and made of glass.

###### ② Preparation of the handy sampler

The arrangement of the sampler starts after completing its electrical charging (in case there is no power supply in the sampling location).

##### (2) Adjustment of the reagents (annotation 2)

###### ① Making the absorption solution

Absorption solution is distilled water.

###### ② Alizarin complexone (ALC) solution

- Weigh 0.192 g of Alizarin complexone dehydrate [indicator grade ( $C_{19}H_{15}NO_8 \cdot 2H_2O$ )] and suspend it, distribute it, in water of nearly 100 mL.
- Add 2 mL of 2N-Sodium hydroxide and dissolve them completely.
- Adjust the pH of N/10 hydrochloric acid at 4.5.
- Adjust the total quantity with water up to 200 mL.

###### ③ Lanthanum nitrate hexahydrate solution

Dissolve 4.33 of Lanthanum nitrate hexahydrate [ $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ ] with water up to 1000 mL.

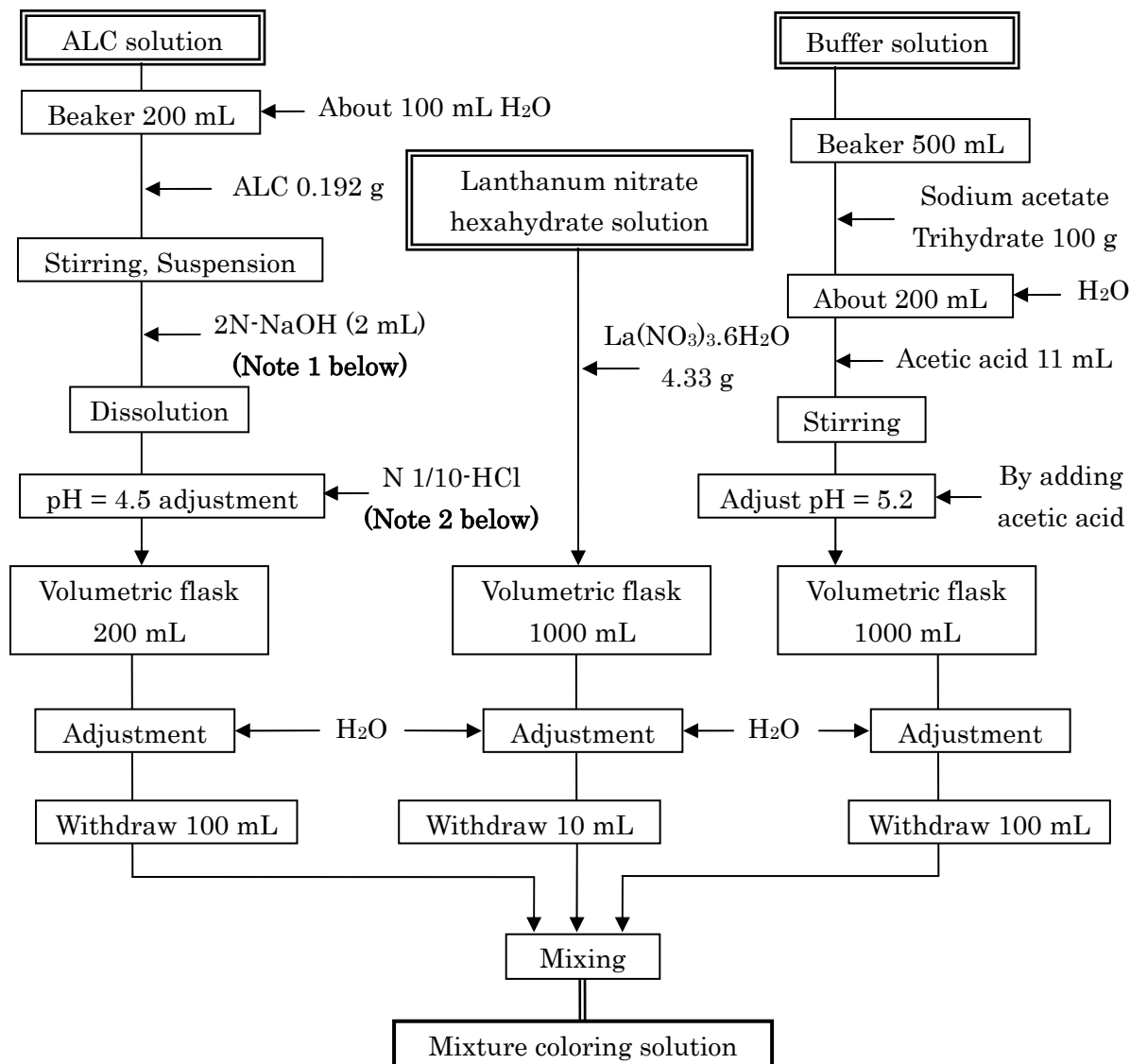
###### ④ Buffer solution (pH = 5.2)

- Dissolve 100 g of Sodium acetate trihydrate in water up to 200 mL.
- Add 11 mL of Acetic acid and stir very well.
- Adjust the pH to the value 5.2 (by using pH detector). Acetic acid and sodium hydroxide are used.
- Adjust the total quantity with water up to 1000 mL.

###### ⑤ Mixture coloring solution

Mix the following substances with the mentioned quantities: 100 mL alizarin complexone solution, 10 mL Lanthanum nitrate hexahydrate solution, and 100 mL buffer solution.

❖ 1 week of possible usage.



**Note 1:** with respect to 2N-NaOH (2 mL):

Molecular weight of NaOH is 40 g/mol, therefore 40 g/L = 1 N (1 normal)

Therefore: 4 g/100 mL = 1 N

Therefore: 8 g/100 mL = 2 N (2 normal)

Thus, we weigh 8 g of 2N-NaOH and dissolve it in 100 ml of water and then we withdraw 2 mL (the written quantity in the flowchart above).

**Note 2:** with respect to N 1/10-HCl:

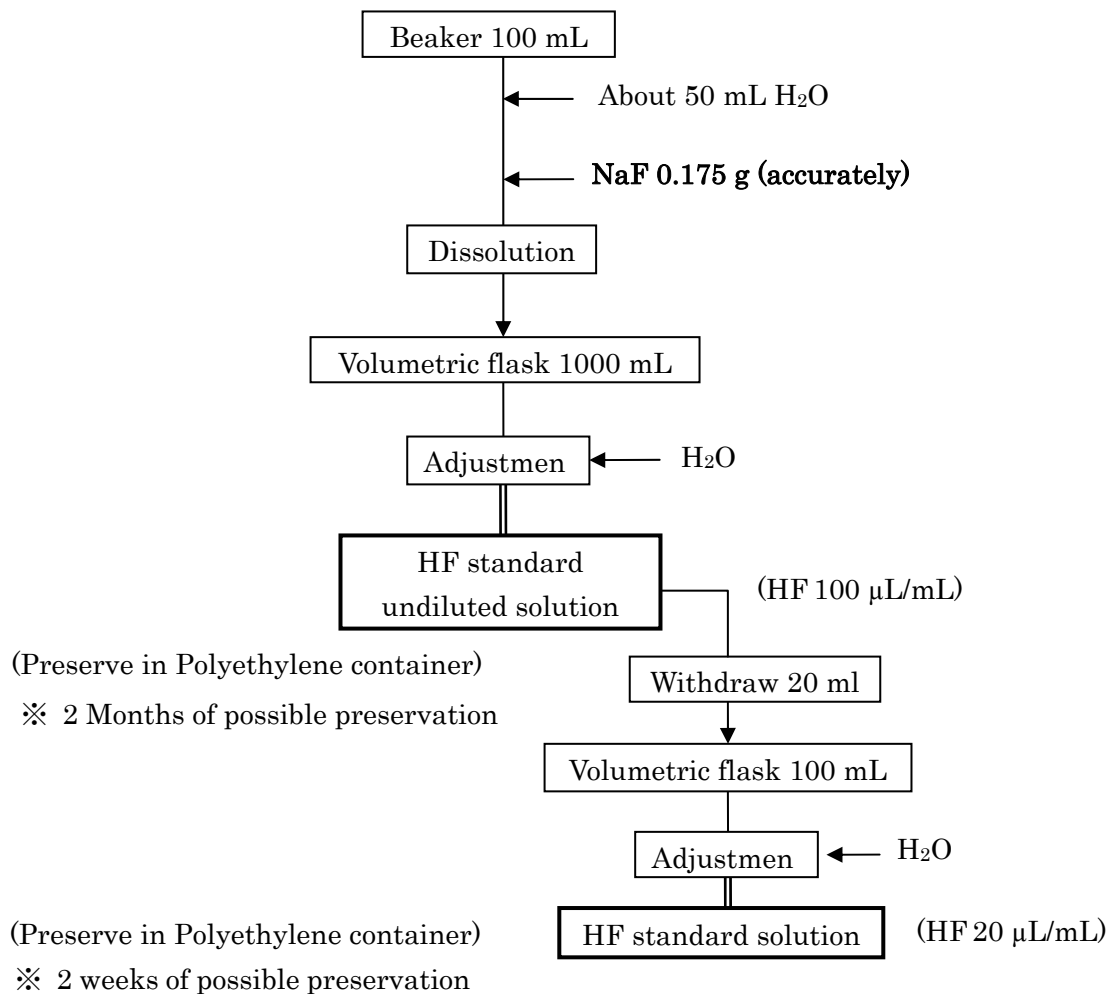
Withdraw 10 mL of HCl and add 90 mL of water to it so that you get 1/10 solution.

**Note 3:** 12 N-HCl (12 normal) means HCl 37 %

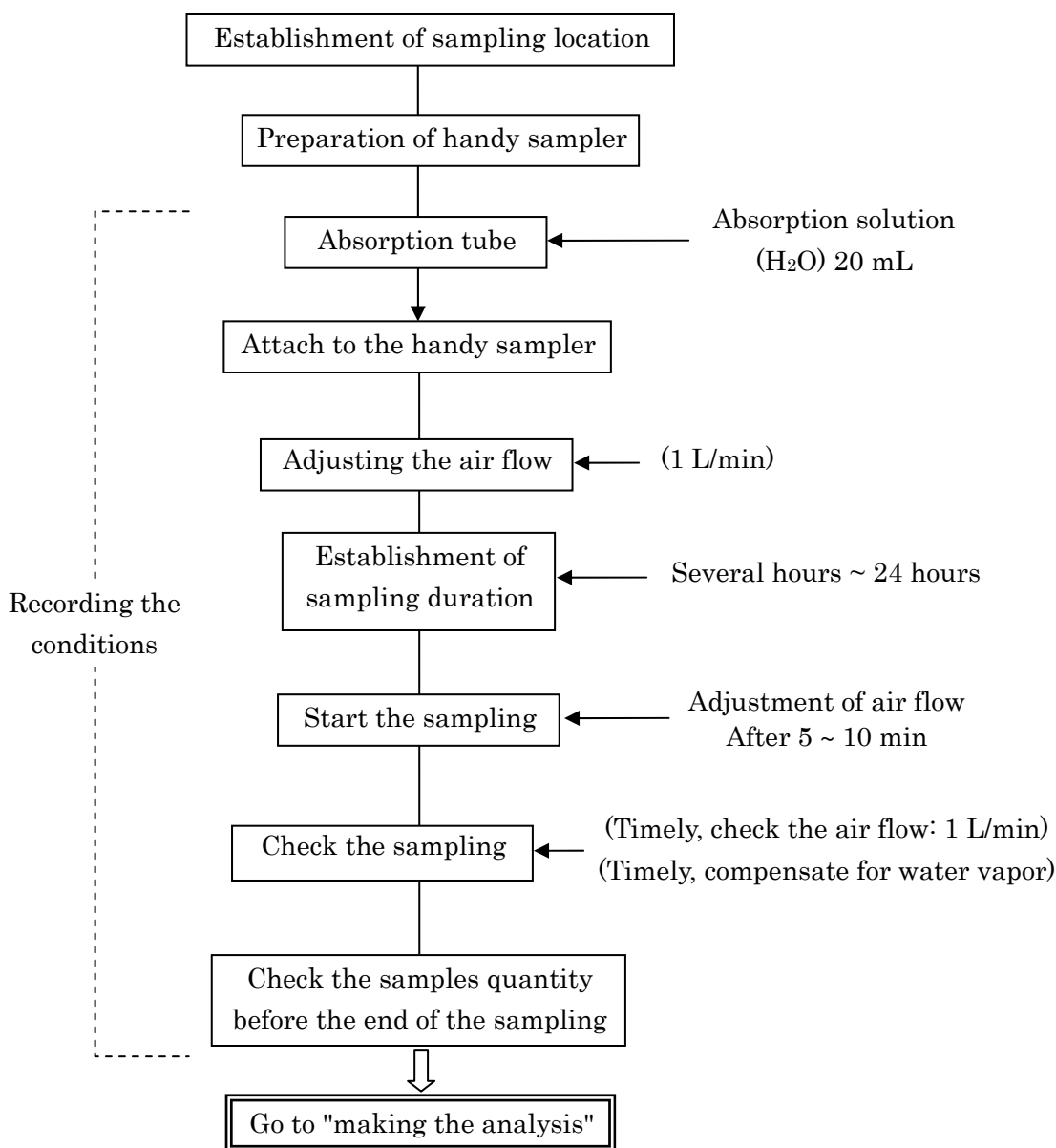
**Note 4:** sulfuric acid  $H_2SO_4 = 36 N$  (36 normal)

③ Making the standard hydrogen fluoride solution (20  $\mu\text{L}$  HF/mL)

The standard undiluted hydrogen fluoride solution is: (NaF 0.175 g/1000 mL)



### (3) Carrying out the measurement



### (4) Making the analysis

#### ① Preparation of the samples solutions

Put the sample solution of the impinger of quantity 5 mL ~ total quantity (the quantity depends on the concentration of fluorine F) in 50 mL volumetric flask. In case of using total quantity, be careful not to exceed 20 mL.

#### ② Withdraw standard solution

Pick up 6 volumetric flasks of the size 50 mL, and put in each of them standard solution as follows: 0, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 mL, respectively, and add distilled water of quantity 5 ~ 10 mL. 1 mL of HF standard solution contains 20 μL of HF (at 20 °C, 760 mmHg).

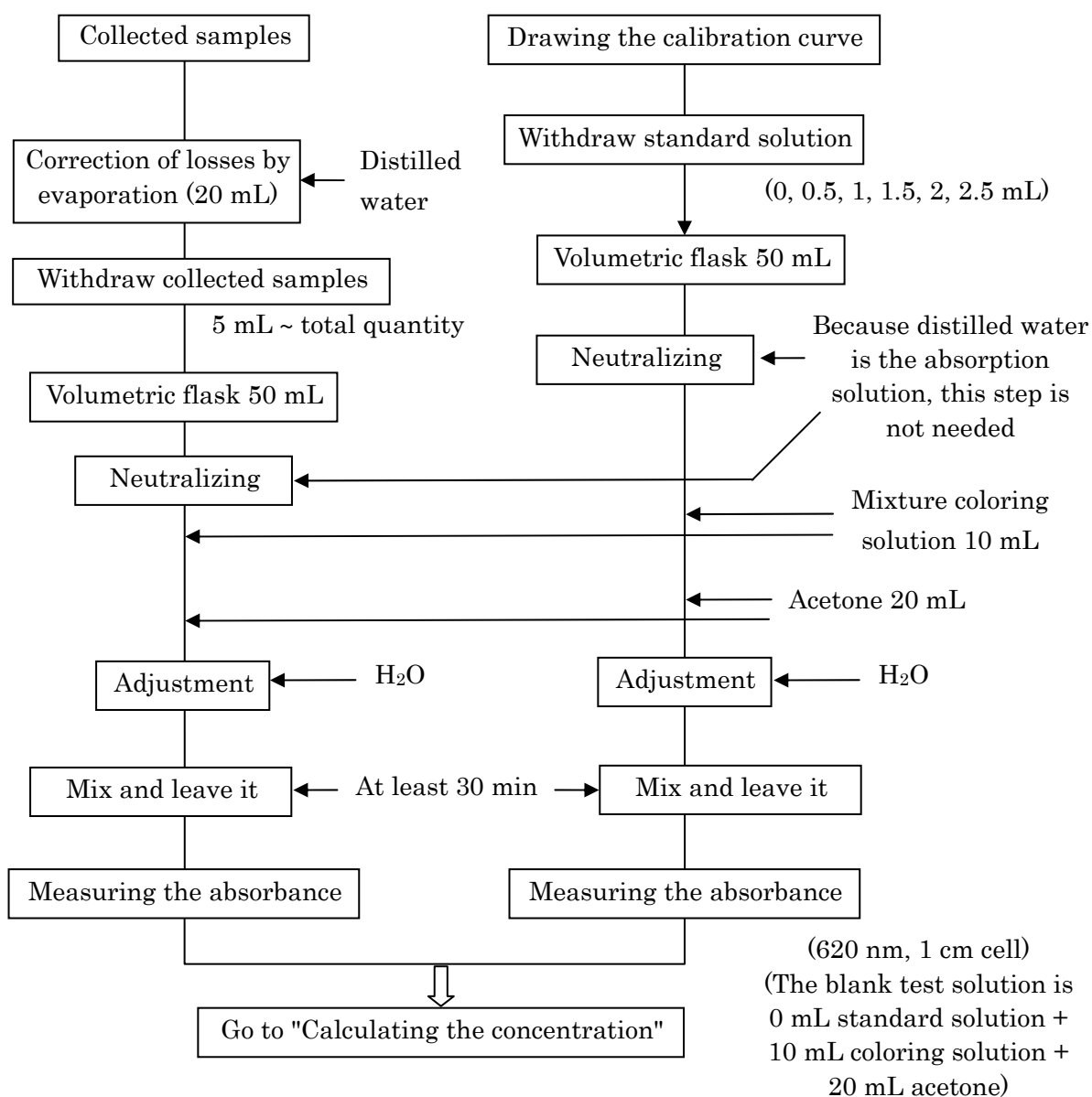
#### ③ Measuring the absorbance and drawing the calibration curve

- a) Neutralization: As an indicator, phenolphthalein is neutralized by N 1/10 hydrochloric acid. (This step is not necessary in case of using distilled water as an absorption solution).

- b) Mixture coloring solution: adding 10 mL.
- c) Acetone: adding 20 mL.
- d) Adjustment up to the marked line: distilled water.
- e) Leaving the solution: mix and then leave the solution as it is for more than 30 minutes.
- f) Measurement: wavelength of 620 nm (the targeted solution is the blank test solution).
- g) Drawing the calibration curve: Plot the relation between the series of diluted solution (HF quantity in  $\mu\text{L}$ ) and the absorbance, and then you draw the calibration curve.

**Concentration: HF 20  $\mu\text{L}/\text{mL}$**

HF standard solution	0 mL	0.5 mL	1 mL	1.5 mL	2 mL	2.5 mL
HF quantity	0 $\mu\text{L}$	10 $\mu\text{L}$	20 $\mu\text{L}$	30 $\mu\text{L}$	40 $\mu\text{L}$	50 $\mu\text{L}$
Absorbance	Targeted solution					



## (5) Calculating the concentration

### ① Calculating the concentration of HF

Measure the absorbance of HF collected samples, and with the help of these values the concentration can be obtained.

From the calibration curve we find the quantity of HF ( $\mu\text{L}$ ) that corresponds to an absorbance value of 1. The obtained value represents M in the equation below.

M is the quantity of HF ( $\mu\text{L}$ ) corresponds to the absorbance value 1 of the standard solution.

$$(M = ? \mu\text{L HF corresponds to Abs} = 1.000)$$

The following equation is used to calculate the concentration:

$$\text{HF concentration (ppm)} = \text{HF absorbance of the sample after adding coloring solution to it} \times (M/V) \times (v_1/v_2)$$

In this equation:

V: Sucked quantity of air sample (L).

$v_1$ : the total quantity of HF collected samples (mL) ... 20 mL.

$v_2$ : the withdrawn quantity of HF collected samples (mL).

Note about the correction value: because the blank test solution is considered the comparison solution, the correction is not important.

- ❖ 1) For calculating the volume of the ideal gas, standard conditions of 20 °C, 760 mmHg are assumed for convenience. Therefore, the volume of 1 mol of the ideal gas is 24.04 L. (At the conditions of 25 °C, 760 mmHg, the volume is 24.47 L) the sucked air samples are expressed in L. The collected HF is expressed in  $\mu\text{L}$ .

- ❖ 2) About calculating the concentration

For convenience, the above-mentioned equation is used to calculate the concentration of HF. The following equation that takes into account the effect of pressure and temperature can be used:

*HF concentration (ppm) = absorbance of HF sample solution after adding coloring solution to it*

$$\times \frac{M}{V} \times \frac{v_1}{v_2} \times \frac{273+t}{273+20} \times \frac{760}{p}$$

In this equation:

t: ambient temperature when carrying out the sampling (°C)

p: ambient pressure when carrying out the sampling (mmHg)

- ❖ 3) about converting the unit of the concentration:

$$\text{HF concentration}(\mu\text{g} / \text{m}^3) = \text{HF concentration}(\text{ppm}) \times \frac{\text{mol weight}}{24.04} \times 10^3$$

$$\text{HF concentration}(\mu\text{g} / \text{m}^3) = \text{HF concentration}(\text{ppb}) \times \frac{\text{mol weight}}{24.04}$$

$$\text{HF concentration}(\text{mg} / \text{m}^3) = \text{HF concentration}(\text{ppm}) \times \frac{\text{mol weight}}{24.04}$$

Points of consideration

(Annotation 1) The chemical compound fluorine has two forms; the gaseous form and the particle form (solid state).

(Annotation 2) Because there are a lot of interfering substances, when analyzing the particle form of fluorine it is necessary to separate the HF. Usually, distillation is used for the accomplishment of the separation.

Standard Operation Procedures for  
Monitoring Air Quality-09-2

Simple air sampler (passive  
sampler)

《Operations Manual》

January 2006

JICA EXPERT TEAM



Japan International Cooperation Agency  
General Commission of Environmental Affairs

**The Capacity Development of Environmental Monitoring at Directorates for  
Environmental Affairs in Governorates in the Syrian Arab Republic**

**Standard Operation Procedures for**  
**Monitoring Air Quality-09-1**

**Simple air sampler (passive sampler)**

**《Operations Manual》**

**January 2006**

**JICA EXPERT TEAM**

## Table of Contents

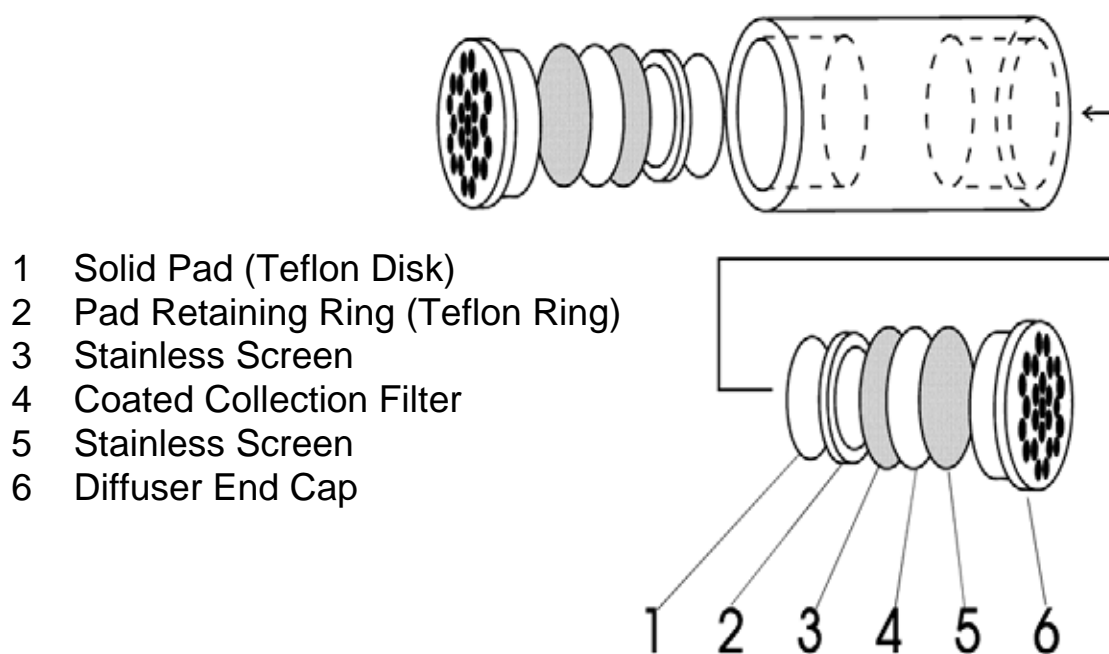
1. General Information .....	1
2. Passive Sampler Assembly .....	2
3. Transport and Storage .....	3
4. Application of the Sampler in an Outdoor Microenvironment .....	4
5. Analytical Method for NO, NO <sub>2</sub> and NO <sub>x</sub> .....	5
5.1 Preparing the Reagents.....	5
5.2 Analytical Operation .....	8
6. Calculation of Concentration for NO <sub>x</sub> , NO <sub>2</sub> and NO.....	11
6.1 Analytical Operation .....	11
6.2 Calculation of Concentration Data .....	14
7. Calculation of Concentration Conversion Coefficients for NO and NO <sub>2</sub> .....	17
8. Analytical Method for SO <sub>2</sub> .....	21
8.1 Sample (One exposed filter pad only).....	21
8.2 Analysis by Ion Chromatograph (Example).....	22
8.3 Calculation of Concentration for SO <sub>2</sub> .....	23
9. Comparison of Integrated Sampling and Real-Time Monitors .....	25
10. Blank Test Value.....	26
11. Making of collection filter 10. Blank Test Value .....	26
11.1 Making of NO <sub>2</sub> and NO <sub>x</sub> absorption liquid .....	26
11.2 Making of NO <sub>2</sub> and NO <sub>x</sub> Collection element.....	27
12. Example Calculations.....	28

## 1 . General Information

- (1) "Water", in all cases, shall mean water meeting ASTM Type I specifications. (Equal to Milli-Q by Millipore). Use Reagent grade chemicals for all applications.
- (2) "Wash", in all cases, shall mean cleaning thoroughly with water meeting ASTM Type I specifications.
- (3) Absorbing solution, for both NO<sub>x</sub> and NO<sub>2</sub> is available.
- (4) All *sampler* components should be carefully washed and dried before each use. This is an important function, and special care should be taken to do this step carefully.
- (5) *Washing*, drying, assembly of sampler, and loading with the proper pre-coated filters should be done in a clean area, free of NO<sub>x</sub> contamination. It is not necessary to use a glovebox.
- (6) Ideal exposure time is 24 hours for monitoring NO, NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub>. For SO<sub>2</sub> monitoring the exposure time is 168 hours. This amount of time will develop results from a few PPB to large quantities of PPB's. Shorter exposure times are practical where the expected concentration is known to be high. It is possible to use an exposure time as long as 30 days for low concentrations of NO<sub>2</sub> and SO<sub>2</sub>.
- (7) When the point of research is outdoors, the sampler should be given protection from the sun and rainfall. Shelter and mounting bracket was designed for that purpose.
- (8) Direct exposure of individuals can be easily measured by using the alligator clip to attach the sampler to clothing as close to the face as possible.
- (9) A concentration conversion coefficient for NO is 60, NO<sub>2</sub> is 56 and SO<sub>2</sub> is 39, assuming temperature of 20 °C, and relative humidity of 70%. Other concentration conversion coefficients based on different temperatures and humidity can be obtained from Tables 4 and 7.
- (10) Satisfactory results have been obtained with concentrations as low as 2 ppb.

## 2. Passive Sampler Assembly

The passive sampler is comprised of 2 chambers. In each chamber of the sampler, the assembly stack-up is described below. Start at the innermost position with the pad and progress outwards to the diffuser end cap.



**Figure 1 Passive Sampler Assembly**

### 3. Transport and Storage

After assembly, the loaded sampler is placed into the re-sealable plastic bag, then the bagged sampler is placed into the orange airtight container, provided, and taken to the exposure site. After exposure, the above procedure is again followed to safely seal the used sampler into the orange airtight vial. It is then taken to the laboratory for analysis.

If the sampler, once loaded, exposed or not, is to be transported by aircraft, the top of the orange airtight vial should be secured by a heavy rubber band or tape. This is necessary since the air pressure in the sealed vial remains the same as when it is sealed, while the air pressure is reduced in the aircraft cargo hold. If not secured, the vial lid may loosen or pop off.

The sampler has the following lifetime associated with the various components

**Table 1 Shelf life associated with Passive Sampler Components**

<b>Storage Method</b>	<b>Refrigerated Storage Method</b>	<b>Frozen Storage Method</b>
Sealed in glass vial pouch	90 days	1 year
Resealed in vial, after opening	90 days	
Loaded sampler in bag placed in orange vial with lid	90 days	
Exposed loaded sampler, in bag placed in orange vial with lid	14 days	
Extracted solution in water, in sealed vial	90 days	

#### 4. Application of the Sampler in an Outdoor Microenvironment

It is mandatory to protect the loaded sampler from moisture while it is being exposed. To accomplish this task, and still retain proper airflow to the device, it is necessary to use P/N PS-115 Opaque Shelter w/sampler bracket for NO-NO<sub>x</sub>, NO<sub>2</sub>, and SO<sub>2</sub>. O<sub>3</sub> requires P/N PS-116 w/sampler bracket and stainless steel mounting band clamp.



The only known method of passive simultaneous monitoring of NO & NO<sub>2</sub>.



O<sub>3</sub> Protective Shelter

#### Photo 1 Passive sampler and the installation scenery

The PS-115 mounting bracket is attached to the site using several small screws or by passing a wire through two holes on each side of the bracket and then around the pole or post.

The sampler easily clips on to the bracket and the cup slides over the bracket to protect the sampler.



#### Photo 2 Passive sampler and plastic container

The PS-106 sampler bracket, once the sampler is clipped to it, easily slips over the shelter to hold the sampler in the correct position within the shelter.

## 5. Analytical Method for NO, NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub>

### 5.1 Preparing the Reagents

While preparing the reagents always use reagent grade chemicals, or highest grade available. For the analysis of NO, NO<sub>2</sub>, and NO<sub>x</sub> you will need the following reagents:

#### ◇ Sulfanilamide Solution

The sulfanilamide solution is prepared by dissolving 80 g of reagent grade sulfanilamide in a mixture of 200 ml concentrated phosphoric acid and 700 ml water. This solution is then diluted with water to make a total of 1000 ml.

#### ◇ NEDA Solution

The NEDA solution is prepared by dissolving 0.56 g N-(1-Naphthyl)-ethylenediamine dihydrochloride into 100 ml water. Store in a refrigerator.

#### ◇ Color Producing Reagent

Prepare color-producing reagent immediately before use. Mix the sulfanilamide solution and the NEDA solution in a 10:1 ratio. (10 parts Sulfanilamide solution to 1 part NEDA solution).

Figure 2 shows the flow of Preparation Procedure of Coloring Reagent. Moreover, Figure 3 showed another technique referring.

## Preparation Procedure of Coloring Reagent

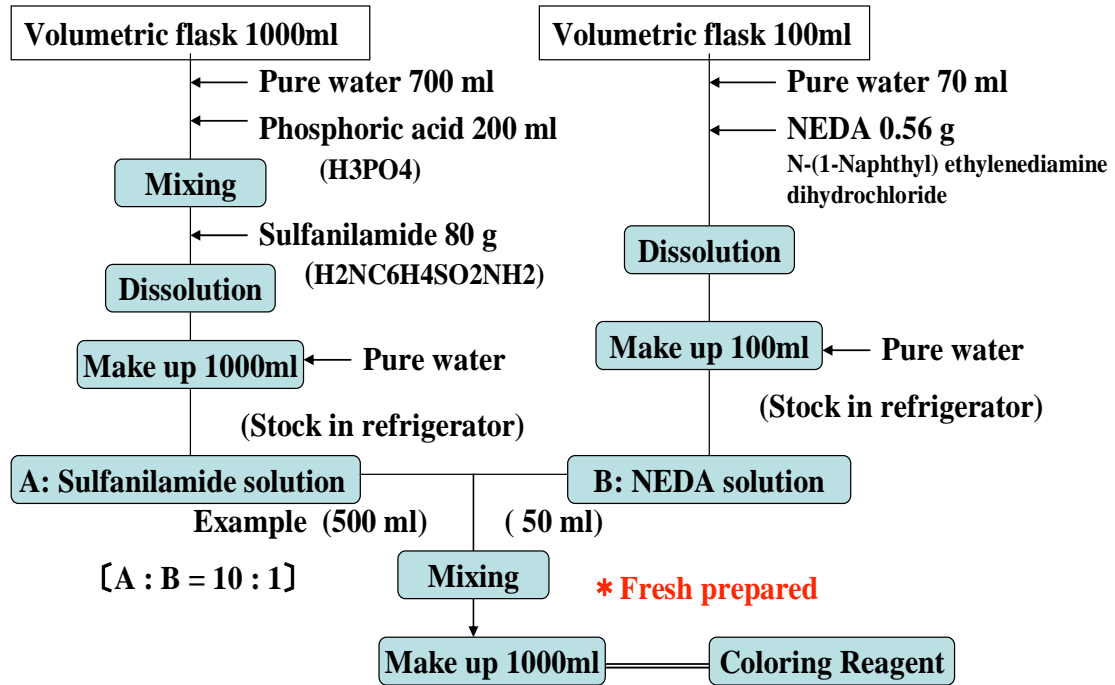


Figure 2 Preparation Procedure of Coloring Reagent



### ◇ Nitrite Standard Stock Solution

Dry Sodium Nitrite, for over 4 hours, at a temperature of 105-110 °C. Dissolve 1.5 g of this dried Sodium Nitrite in 1-liter water. A 1 ml sample of this solution contains 1000µg of Nitrite.

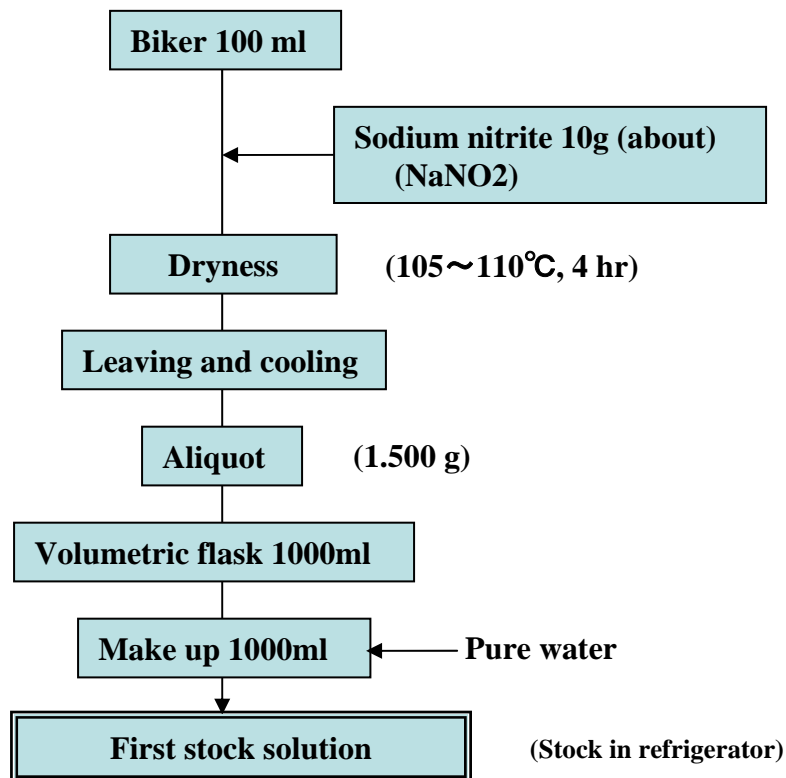


Figure 3 Making flow of Standard Stock Solution

### ◇ Nitrite Working Standard Solution

Dilute the Nitrite standard stock solution by 100 times with water. Then, 0, 2, 4, 6, 8, and 10 ml samples are each diluted with water to make 100 ml solutions. This produces working standard solutions of 0 - 1.0 µg nitrite/ml.

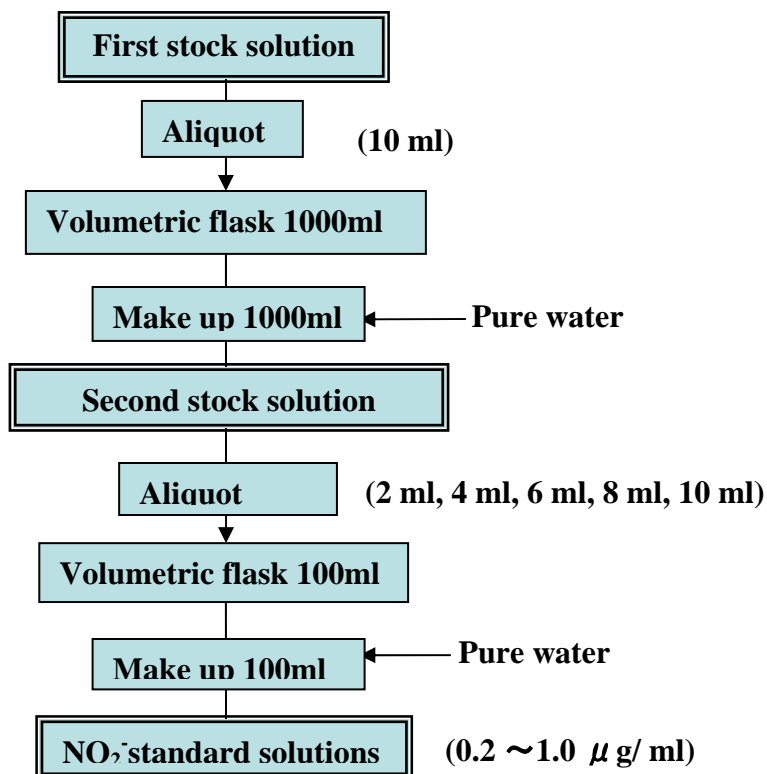


Figure 4 Making flow of Working Standard Stock Solution

## 5.2 Analytical Operation

### (1) Samples

After exposure to the test environment, the stainless screens and cellulose fiber filter are put into a 25 ml glass vial, containing 8ml water, and then shake immediately. Use separate glass vials for NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub> elements. Vials should be stoppered, per accepted laboratory practice.

Over the next 30 minutes, occasional shaking of the vials is recommended.

At the end of the first 30 minute period, vials are cooled to 2-6 °C, and 2 ml of color producing reagent are added. Shake quickly, after adding the color-producing reagent, and continue to keep vials cool for an additional 30 minutes.

Vials are then allowed to equilibrate at room temperature, for about 20 minutes, and the amount of colored derivative is determined with a spectrophotometer at a wavelength of 545 nm.

Unexposed elements are put through the same procedure to obtain a blank value determination.

## (2) Standard Solutions

From the previously prepared nitrite working standard solutions, (those containing 0 - 1.0 µg nitrite/ml), mix 8 ml of each of the nitrite working standards with 2 ml of color reagent, shaking immediately, to prepare a standard curve. Chill standard solution, like samples, before adding color reagent.

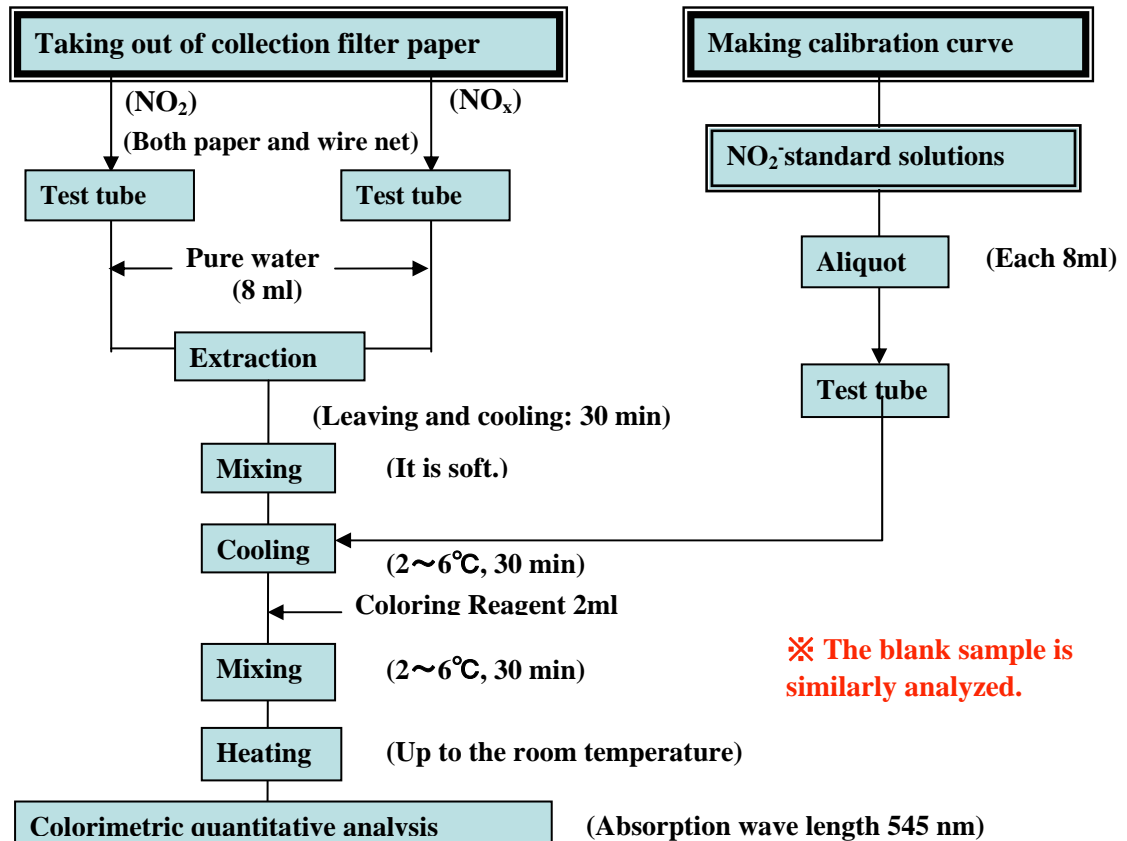


Figure 5 Analytical operation flows

## (3) Supplement

It is strongly recommended that separate pipettes be used for nitrite standard stock solution from those used for preparing nitrite working standard solutions.

When the exposed NO<sub>x</sub> element is placed in a vial with 8 ml of water, nitrite ion is produced. When 2 ml of the color producing reagent is added, and the reaction is allowed to take place at 2-6 °C, the amount of colored derivative produced is proportional to the amount of original nitrite. If the reaction takes place at warmer temperatures the amount of color derivative produced is not consistent.

It is recommended to use at least 3 blanks for each lot analyzed.

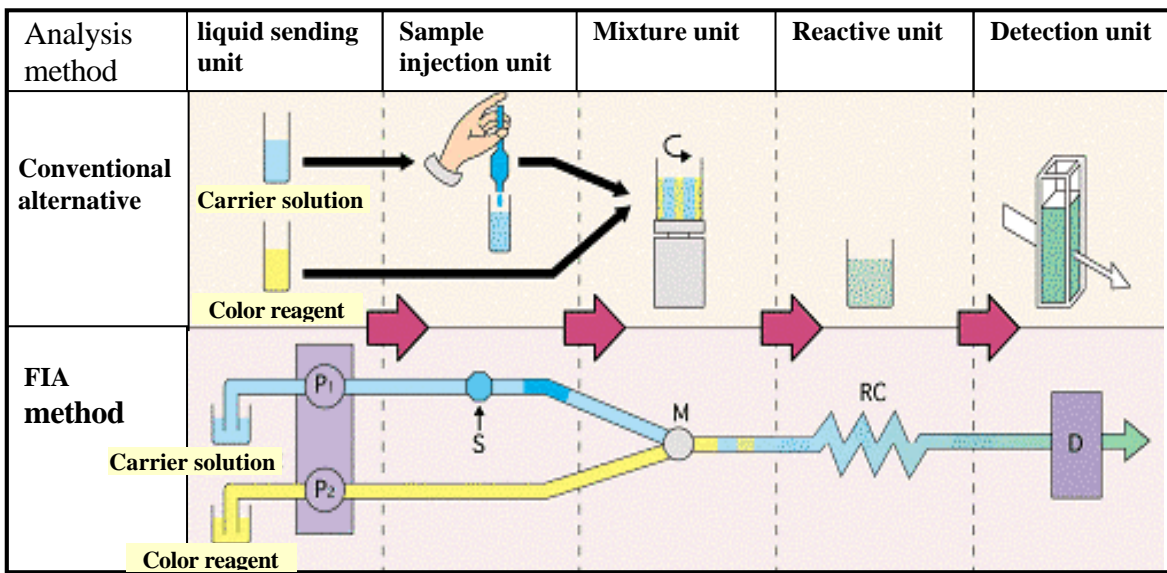
Procedures that help secure accurate analysis results include:

1. Screens and/or filter pads should be added to vials already containing a solution, never into a dry vial.
2. Vials must be shaken immediately after adding color reagent.
3. Cooling must be done according to the protocol.

#### (4) Flow Injection Method

The flow injection Analysis (FIA) method is a method using analyzing equipment available.

This new method is very useful where the analysis of large numbers of samples is required. It is a very simple and accurate method, minimizing deviations caused by elapsed time, temperature, and other variables. The results, using this method, have high precision.



Color reagent: Color-producing reagent

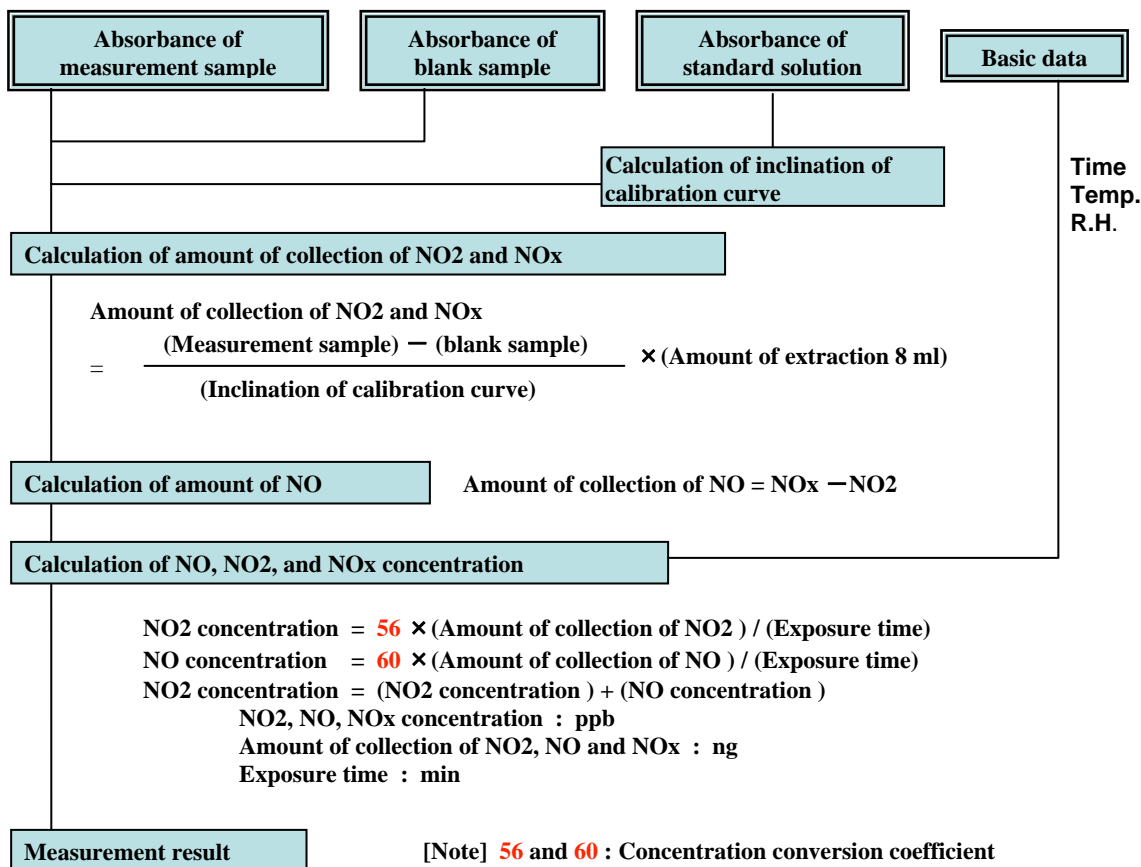
Figure 6 Comparison of measuring principle of FIA method and conventional alternative in Governorates in the Syrian Arab Republic

## 6. Calculation of Concentration for NO<sub>x</sub>, NO<sub>2</sub> and NO

In order to do the calculation you need to do the following steps:

1. Preparing the Standard Curve
2. Calculation of Concentration Data

Figure 7 showed Outline of calculation of NO, NO<sub>2</sub>, and and NO<sub>x</sub> concentration.



**Figure 7 Outline of calculation of NO, NO<sub>2</sub>, and NO<sub>x</sub> concentration**

### 6.1 Preparing the Standard Curve

In this procedure we will establish the Slope of the standard curve. You will need access to a spectrometer or a colorimeter and you will measure the absorbance of 6 standard samples.

1. Refer to Table 2 on the following page. The first two columns refer to values related to the concentration of the standard NO<sub>2</sub> solution. The next three columns refer to values related to the absorbance. The last column refers to

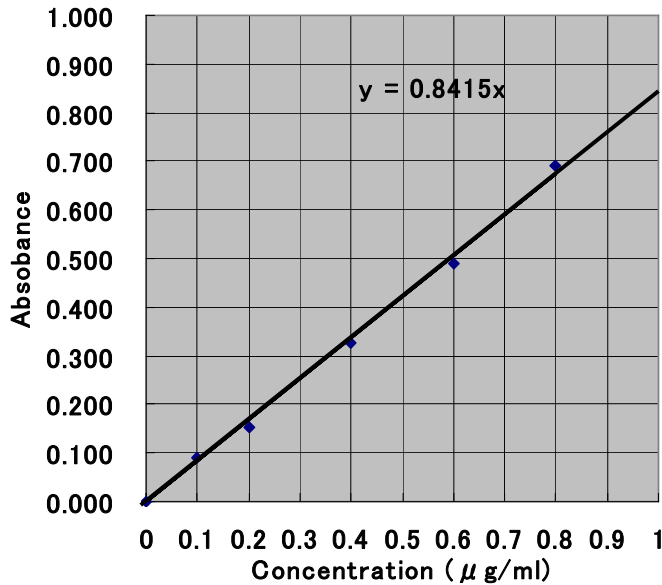
the calculation of the Slope of the standard curve. Begin at the top left and proceed by filling in values in the different cells. Those cells which have been “grayed out” do not require a numerical value. When you finally enter a value at the bottom right cell you have completed the computation procedure.

2. Make sure that you have access to six standard samples. Make sure that the standard samples are of 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6 and 0.8 µg/ml NO<sub>2</sub> solutions.
3. The first column requires the concentration of the standard sample (x). Enter the values if they do not exist on the table.
4. The second column requires the calculation of x<sup>2</sup>. Enter the values if they do not exist on the table.
5. Compute  $\Sigma x^2$  (sum of all x<sup>2</sup>) and enter the value in cell (8).
6. Using your colorimeter or spectrometer to measure the absorbance (y) of each sample. Enter the corresponding values in cell (2) through (7).
7. Cell (2) represents the blank absorbance y<sub>0</sub> (i.e. absorbance when the concentration is 0.0 µg/ml). Using this value calculate (y - y<sub>0</sub>) and enter the net absorbance A for the various standard samples.
8. The next row represents the product between the concentration and the absorbance. Fill in the values of x (y - y<sub>0</sub>).
9. Compute  $\Sigma x(y - y_0)$  and enter the sum in cell (9).
10. Compute the Slope by calculating  $\frac{\Sigma x(y - y_0)}{\Sigma x^2}$  (cell (9) divided by (8) and enter the value in cell G.

**Table 2: Preparing the Standard Curve for NO, NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub>**

Concentration of Standard NO <sub>2</sub> Solution (µg/ml)		Absorbance			Slope
x	x <sup>2</sup>	y	y - y <sub>0</sub>	x (y - y <sub>0</sub> )	$\frac{\sum x(y - y_0)}{\sum x^2}$
(1)	(1) x (1)	*****	A	(1) x A	(9) / (8)
0	0	(2)	/	/	/
0.1	0.01	(3)	(3) - (2)	/	/
0.2	0.04	(4)	(4) - (2)	/	/
0.4	0.16	(5)	(5) - (2)	/	/
0.6	0.36	(6)	(6) - (2)	/	/
0.8	0.64	(7)	(7) - (2)	/	/
*****	Σx <sup>2</sup>	*****	*****	Σx(y - y <sub>0</sub> )	(9) / (8)
/	(8) 1.21	/	/	(9)	G

**(Example)**



x	y	y - y <sub>0</sub>
0	0.012	0.000
0.1	0.104	0.092
0.2	0.165	0.153
0.4	0.339	0.327
0.6	0.502	0.490
0.8	0.704	0.692

※ Slope can be obtained by using the spreadsheet program of Excel etc.

**Figure 8 Standard Curve for NO, NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub>**

## 6.2 Calculation of Concentration Data

After the Slope for the standard curve has been prepared, you will calculate the concentration. You will need access to a spectrometer or a colorimeter and you will measure the absorbance of the sample that you have collected. Here are the steps:

1. Refer to Table 3 on the following page. Each calculation has to be repeated several times depending upon the samples which you have.
2. Enter the location (descriptive term) for each site.
3. Enter the exposure time associated with each site. Enter values in row (3).

### (1) NO<sub>x</sub> Calculation

4. Using your spectrometer or colorimeter measure the absorbance for the sample associated with each site. Enter the values in row (4).
5. Measure the absorbance associated with a blank sample (0 µg/ml). Enter the values in row (1).
6. Calculate the absorbance for each sample. Enter the values in row (5) by taking the difference between rows (4) and (1).
7. Calculate the solution concentration in row 4. This is done by taking the absorbance in row (5) and dividing it by G – the Slope of the standard curve. Note, G was computed previously using Table 2.
8. Calculate the collected weight in ng and enter the value in row (7). This value is obtained by taking a product of the solution concentration (6) and the abstract amount (usually 8 ml) and a factor of 1000 (for converting from ppm to ppb).

### (2) NO<sub>2</sub> Calculation

9. Using your spectrometer or colorimeter measure the absorbance for the sample associated with each site. Enter the values in row (9).
10. Measure the absorbance associated with a blank sample (0 µg/ml). Enter the values in row (2).
11. Calculate the absorbance for each sample. Enter the values in row (10) by taking the difference between rows (9) and (2).



12. Calculate the solution concentration in row (11). This is done by taking the absorbance in row (10) and dividing it by G – the Slope of the standard curve. Note, G was computed previously using Table 2.
13. Calculate the collected weight in ng and enter the value in row (12). This value is obtained by taking a product of the solution concentration (11) and the abstract amount (usually 8 ml) and a factor of 1000 (for converting from PPM to PPB).
14. Next calculate the concentration in row (13). This value is obtained by multiplying the concentration conversion coefficient  $\alpha_{\text{NO}_2}$  by the collected weight (12) and dividing by the exposure time (3). At 20°C and 70% relative humidity  $\alpha_{\text{NO}_2} = 56$ . For other values of temperature and relative humidity please refer to the following section for calculation of  $\alpha_{\text{NO}_2}$ .

### **(3) NO Calculation**

15. Calculate the collected weight in ng and enter the value in row (14). This value is obtained by taking a difference of the NO<sub>x</sub> weight (7) and the NO<sub>2</sub> weight (12).
16. Next calculate the concentration in row (13). This value is obtained by multiplying the concentration conversion coefficient  $\alpha_{\text{NO}}$  by the collected weight (12) and dividing by the exposure time (3). At 20°C and 70% relative humidity  $\alpha_{\text{NO}} = 60$ . For other values of temperature and relative humidity please refer to the following section for calculation of  $\alpha_{\text{NO}}$ .

### **(4) NO<sub>x</sub> Calculation**

17. Calculate the concentration of NO<sub>x</sub> in row (8) by adding the concentration of NO<sub>2</sub> (13) and NO (15).

**Table 3: Calculation of Concentration Data For NO<sub>x</sub> , NO<sub>2</sub> and NO****(Calculation of basic data)**

Compound	Blank Absorbance			Average	Slope of the Standard Curve	Temperature (°C)	Relative Humidity (%)	Concentration Conversion Coefficient (ppb·min/ ng)	
	B1	B2	B3					$\alpha_{NO_2}$	$\alpha_{NO}$
NO <sub>x</sub>				(1)=	G =	(20°C)	(70%)	$\alpha_{NO_2} = (56)$	$\alpha_{NO} = (60)$
NO <sub>2</sub>				(2)=				$\alpha_{NO_2} =$	$\alpha_{NO} =$

$\alpha_{NO_2} = 56$  and  $\alpha_{NO} = 60$  when Temperature = 20°C and Relative Humidity = 70%. For other combinations of temperature and relative humidity please refer to the discussion provided in following section.

**(Calculation of NO<sub>x</sub>, NO<sub>2</sub>, and NO concentration)**

	Specification		Samples			
	Sample Number		1	2	3	4
	Sample Location					
	Sampling Time (min)	(3) = (3)				
NO <sub>x</sub>	Sample Absorbance	(4) = (4)				
	Absorbance	(5) = (4) - (1)				
	Solution Concentration (µg/ml)	(6) = (5) / G				
	Collected Weight (ng)	(7) = (6) x 8 x 1000				
	Concentration (PPB)	(8) = (13) + (15)				
NO <sub>2</sub>	Sample Absorbance	(9) = (9)				
	Absorbance	(10) = (9) - (2)				
	Solution Concentration (µg/ml)	(11) = (10) / G				
	Collected Weight (ng)	(12) = (11) x 8 x 1000				
	Concentration (PPB)	(13) = $\alpha_{NO_2} \times (12) / (3)$				
NO	Collected Weight (ng)	(14) = (7) - (12)				
	Concentration (PPB)	(15) = $\alpha_{NO} \times (14) / (3)$				

## 7. Calculation of Concentration Conversion Coefficients for NO and NO<sub>2</sub>

Typical values of  $\alpha_{NO}$  and  $\alpha_{NO_2}$  are provided in Table 4.

For a combination of temperature and relative humidity which does not exist in Table 4 you can calculate  $\alpha_{NO}$  and  $\alpha_{NO_2}$  using the following formulas:

**[T] = Ambient temperature in degree Centigrade**

**[RH] = Relative humidity in %**

**$P_N = 17.535$  (water vapor pressure in mm Hg at 20 degC)**

**$P_T =$  Vapor pressure of water at the ambient temperature [T]**

*(see Table 5 for typical values)*

$$[P] = \left\{ \frac{2P_N}{P_T + P_N} \right\}^{2/3}$$

*(see Table 5 for typical values)*

$$\alpha_{NO} = \frac{10000}{(-0.78x[P]x[RH]) + 220}$$

$$\alpha_{NO_2} = \frac{10000}{(0.677x[P]x[RH]) + (2.009x[T]) + 89.8}$$

**Example Calculation for  $\alpha_{NO}$  and  $\alpha_{NO_2}$** 

Let us calculate  $\alpha_{NO}$  and  $\alpha_{NO_2}$  at 9 °C and 60% Relative Humidity.

Looking at Table 4 we have  $\alpha_{NO} = 61$  and  $\alpha_{NO_2} = 64$ .

Let us now use the formulas provided earlier:

$$[T] = 9$$

$$[RH] = 60$$

$$P_N = 17.535$$

$$P_T = 8.609 \text{ (see Table 5)}$$

$$\begin{aligned} [P] &= \left\{ \frac{2P_N}{P_T + P_N} \right\}^{2/3} \\ &= \left\{ \frac{2 \times 17.535}{8.609 + 17.535} \right\}^{2/3} \\ &= 1.216 \text{ (see Table 5)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \alpha_{NO} &= \frac{10000}{(-0.78 \times [P] \times [RH]) + 220} \\ &= \frac{10000}{(-0.78 \times 1.216 \times 60) + 220} \\ &= 61.32 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \alpha_{NO_2} &= \frac{10000}{(0.677 \times [P] \times [RH]) + (2.009 \times [T]) + 89.8} \\ &= \frac{10000}{(0.677 \times 1.216 \times 60) + (2.009 \times 9) + 89.8} \\ &= 63.58 \end{aligned}$$

**Table 4:  $\alpha_{NO}$  and  $\alpha_{NO_2}$  as a function of temperature and relative humidity**

Temperature (°C)	R. H. (%)	$\alpha_{NO_2}$	$\alpha_{NO}$	Temperature (°C)	R. H. (%)	$\alpha_{NO_2}$	$\alpha_{NO}$
-10	50	84	61	16	70	58	62
-9	50	83	61	17	70	57	62
-8	50	81	61	18	70	57	61
-7	50	80	61	19	70	57	61
-6	50	79	61	20	70	56	60
-5	50	78	61	21	70	56	60
-4	50	77	61	22	70	56	60
-3	50	76	60	23	70	55	59
-2	50	75	60	24	70	55	59
-1	50	74	60	25	80	53	61
0	50	74	60	26	80	52	61
1	60	68	64	27	80	52	60
2	60	68	63	28	80	52	60
3	60	67	63	29	80	52	59
4	60	66	63	30	80	52	59
5	60	66	63	31	80	52	58
6	60	65	62	32	80	51	58
7	60	65	62	33	80	51	57
8	60	64	62	34	80	51	57
9	60	64	61	35	80	50	57
10	60	63	61	36	80	50	56
11	60	63	61	37	80	50	56
12	60	62	60	38	80	50	56
13	60	62	60	39	80	49	55
14	60	61	60	40	80	49	55
15	70	58	63				

**Note** R.H. : Relative Humidity

**Table 5: Water Vapor Coefficients as a function of Temperature**

Temperature [T] degC	Water Vapor Pressure [P <sub>T</sub> ] mmHg	Vapor Pressure Coefficient [P] dimensionless	Temperature [T] degC	Water Vapor Pressure [P <sub>T</sub> ] mmHg	Vapor Pressure Coefficient [P] dimensionless
-10	2.149	1.4697	16	13.634	1.0818
-9	2.326	1.4609	17	14.530	1.0615
-8	2.514	1.4518	18	15.477	1.0411
-7	2.715	1.4421	19	16.477	1.0206
-6	2.931	1.4320	20	17.535	1.0000
-5	3.163	1.4213	21	18.650	0.9794
-4	3.410	1.4101	22	19.827	0.9587
-3	3.673	1.3984	23	21.068	0.9380
-2	3.956	1.3861	24	22.377	0.9174
-1	4.258	1.3732	25	23.756	0.8969
0	4.579	1.3599	26	25.209	0.8764
1	4.926	1.3459	27	26.739	0.8561
2	5.294	1.3314	28	28.349	0.8360
3	5.685	1.3164	29	30.043	0.8160
4	6.101	1.3009	30	31.824	0.7962
5	6.543	1.2849	31	33.695	0.7767
6	7.013	1.2685	32	35.663	0.7575
7	7.513	1.2515	33	37.729	0.7385
8	8.045	1.2341	34	39.898	0.7198
9	8.609	1.2163	35	42.175	0.7013
10	9.209	1.1980	36	44.563	0.6832
11	9.844	1.1794	37	47.067	0.6655
12	10.518	1.1605	38	49.692	0.6480
13	11.231	1.1412	39	52.442	0.6309
14	11.987	1.1217	40	55.324	0.6142
15	12.788	1.1018			

...Table continued on next page

## 8. Analytical Method for SO<sub>2</sub>

### 8.1 Sample (One exposed filter pad only)

After exposure to the test environment, the stainless screens and cellulose fiber filter are put into a 25 ml glass vial, containing 8ml water, and then shake immediately. Vials should be stoppered, per accepted laboratory practice.

Over the next 30 minutes, occasional shaking of the vials is recommended.

Add 0.2 ml of Hydrogen Peroxide solution (1.75% solution), and shake slowly for 10 minutes.

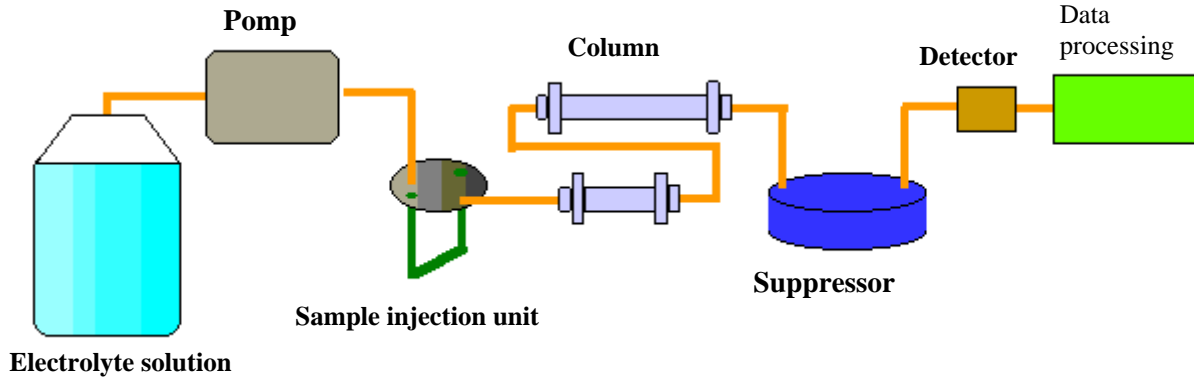
Vials are then allowed to equilibrate at room temperature, for about 20 minutes, then sent for IC analysis

Unexposed elements are put through the same procedure to obtain a blank value determination.

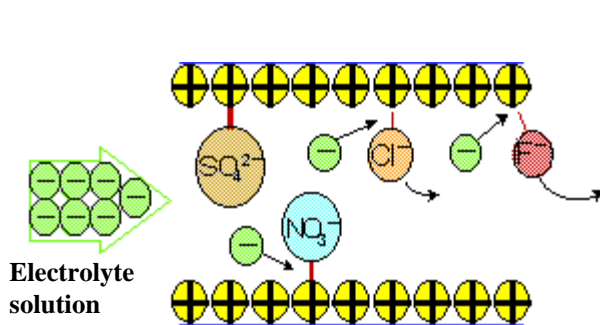
### 8.2 Analysis by Ion Chromatograph (Example)

**Table 6 Setting of condition of Ion Chromatograph**

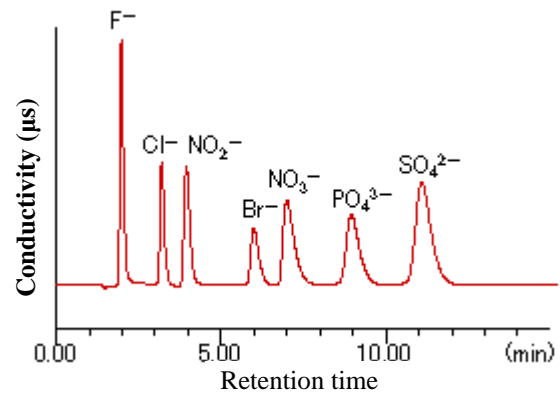
Analyzer	Dionex Ion Chromatograph 4000i or Equal analyzer
Columns	AS4A Separation Columns
Flow Rate	1.7 ml/min
Detector Range	30 $\mu$ s, 10 $\mu$ s, 1 $\mu$ s
Eluant	1.8 mM Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + 1.7 mM NaHCO <sub>3</sub>
Regenerant	0.25 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Sample Loop	100 $\mu$ l



**Figure 9 Block diagram of Ion chromatograph**



**Figure 10 Separation of ion component (In column for anion)**



**Figure 11 Anion chromatogram**

### 《Ion chromatograph (IC)》

- ◆ As for IC, in one kind of high performance liquid chromatograph, separating the ion component in the aqueous solution, it is the device which you analyze.
- ◆ With IC analysis, the eluant (mobile phase) the column which fills up the ion exchange resin is used to stationary phase making use of the electrolytic aqueous solution. It separates the various ion components in the sample solution which was filled in the eluant, strength of the affinity for the ion exchange resin entering the column, due to the number and ionic radius etc. of values of the ion. The ion component which it separates is recorded with the eluant the suppressor, entering the detector, as the ion chromatogram.
- ◆ In many cases, the electric conductivity detector is used to the detector, but because as for IC eluant it has high electric conductivity, the ion component is detected in high sensitivity by jointly using the device which makes the background decrease which is called the suppressor.



- ◆ As for IC sensitivity, general loop (capacity; Several dozen μ l) in case of fill method, the ion component of several dozen ppb levels it can measure, ppb - ppt level (as for the lower limit value differs) to it is possible with the ion component, but at this corporation with the concentrated fill method which uses the 「concentrated column」, to measure.

### 8.3 Calculation of Concentration for SO<sub>2</sub>

$$\text{SO}_2 \text{ concentration (ppb)} = \alpha_{\text{SO}_2} \times \frac{\text{WSO}_2}{t}$$

where :

**WSO<sub>2</sub>** is the sulfate quantity (in ng) collected on the SO<sub>2</sub> elements, determined using the standard curve.

**α<sub>SO<sub>2</sub></sub>** is the ppb concentration conversion coefficients (ppb - min/ng). At 20 °C the value of α<sub>SO<sub>2</sub></sub> = 39.

**t** is sample collection time in minutes

If you have sample conditions other than 20 °C please refer to Table 6 which provides α<sub>SO<sub>2</sub></sub> at various commonly encountered values.

**Table 7 Conversion Coefficient  $\alpha_{SO_2}$  for SO<sub>2</sub> as a function of Temperature**

Temp. T °C	Diffusion Coefficient $D_T$ cm <sup>2</sup> /sec	Ratio of Diffusion Coefficients $D_{20}/D_T$ dimensionless	Conversion Coefficient $\alpha_{SO_2}$ PPB-min/ng	Temp. T °C	Diffusion Coefficient $D_T$ cm <sup>2</sup> /sec	Ratio of Diffusion Coefficients $D_{20}/D_T$ dimensionless	Conversion Coefficient $\alpha_{SO_2}$ PPB-min/ng
-10	0.1068	1.22	47.5	16	0.1269	1.03	40.0
-9	0.1076	1.21	47.2	17	0.1277	1.02	39.8
-8	0.1083	1.20	46.9	18	0.1286	1.01	39.5
-7	0.1091	1.19	46.5	19	0.1294	1.01	39.2
-6	0.1098	1.19	46.2	20	0.1302	1.00	39.0
-5	0.1106	1.18	45.9	21	0.1310	0.99	38.8
-4	0.1113	1.17	45.6	22	0.1318	0.99	38.5
-3	0.1121	1.16	45.3	23	0.1326	0.98	38.3
-2	0.1129	1.15	45.0	24	0.1334	0.98	38.1
-1	0.1136	1.15	44.7	25	0.1343	0.97	37.8
0	0.1144	1.14	44.4	26	0.1351	0.96	37.6
1	0.1151	1.13	44.1	27	0.1359	0.96	37.4
2	0.1159	1.12	43.8	28	0.1367	0.95	37.1
3	0.1167	1.12	43.5	29	0.1376	0.95	36.9
4	0.1175	1.11	43.2	30	0.1384	0.94	36.7
5	0.1182	1.10	43.0	31	0.1392	0.94	36.5
6	0.1190	1.09	42.7	32	0.1401	0.93	36.2
7	0.1198	1.09	42.4	33	0.1409	0.92	36.0
8	0.1206	1.08	42.1	34	0.1418	0.92	35.8
9	0.1214	1.07	41.8	35	0.1426	0.91	35.6
10	0.1222	1.07	41.5	36	0.1435	0.91	35.4
11	0.1230	1.06	41.3	37	0.1443	0.90	35.2
12	0.1237	1.05	41.0	38	0.1452	0.90	35.0
13	0.1245	1.05	40.8	39	0.1460	0.89	34.8
14	0.1253	1.04	40.5	40	0.1469	0.89	34.6
15	0.1261	1.03	40.3				

## 9. Comparison of Integrated Sampling and Real-Time Monitors

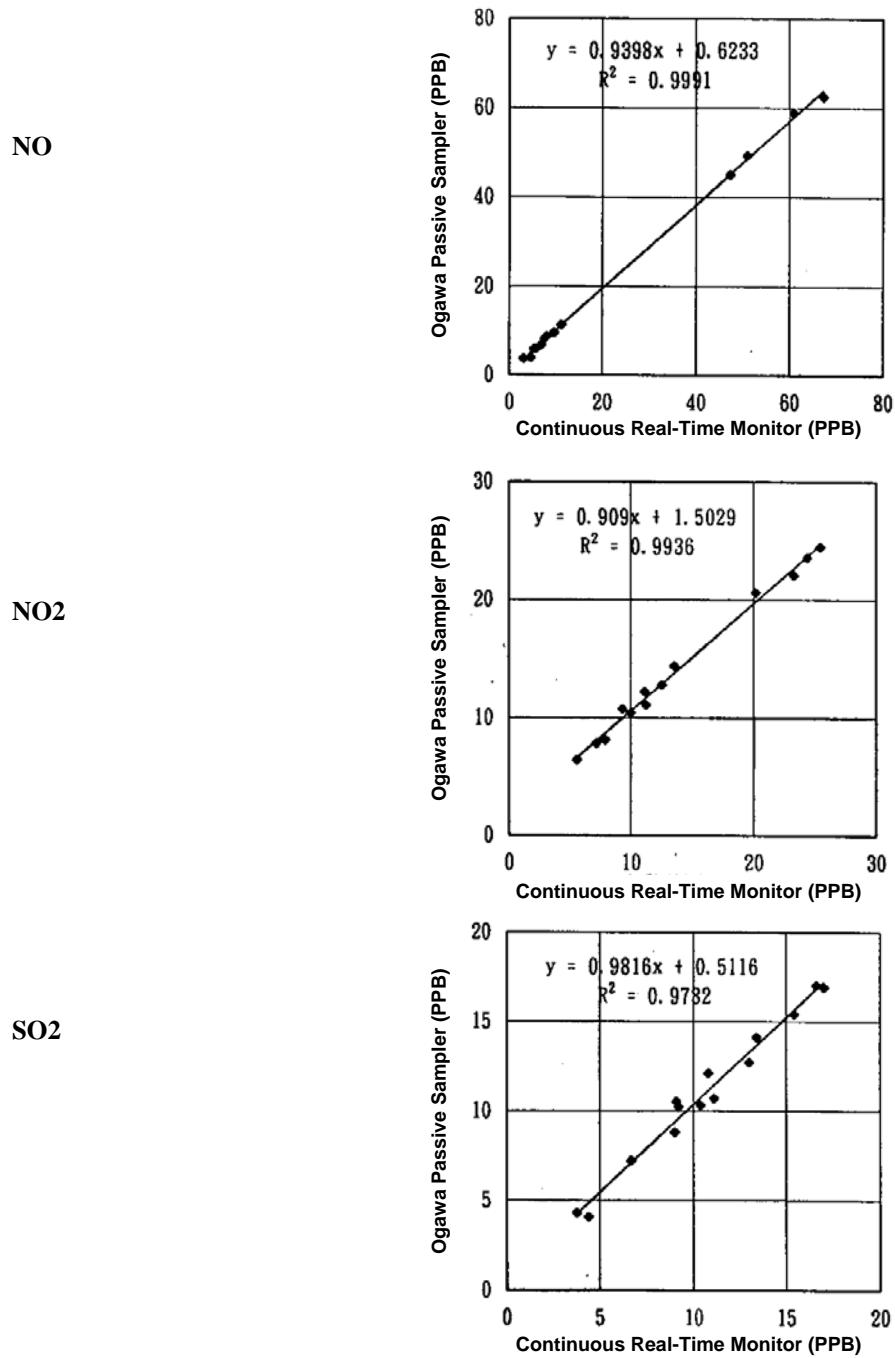


Figure 12 Comparison of Integrated Sampling and Real-Time Monitors

### Reference:

Yokohama City Research Institute of Environmental Science, Yokohama, Japan, Report No. 128, March 1997

## 10. Blank Test Values

Below is the obtained absorbance for 3 unexposed filters coated for NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub>.

<u>NO<sub>2</sub> Absorbance</u>	<u>NO<sub>x</sub> Absorbance</u>
0.009	0.155
0.009	0.142
0.008	0.149
0.009	0.149
Average 0.009	Average 0.149

The higher blank test for NO<sub>x</sub> compared to that of NO<sub>2</sub> is due to PTIO also reacting when color producing is being done. This makes the produced material absorbing wavelength stay near the determining wave length. But, as the NO<sub>x</sub> collection element holds a fixed quantity of 1.5mg PTIO, the blank value will be stable if the analytical operation is done in a short time. Blank values can also be made lower by taking away PTIO by extracting with ethyl ether.

## 11. Making of collection filter

### 11.1 Making of NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub> absorption liquid

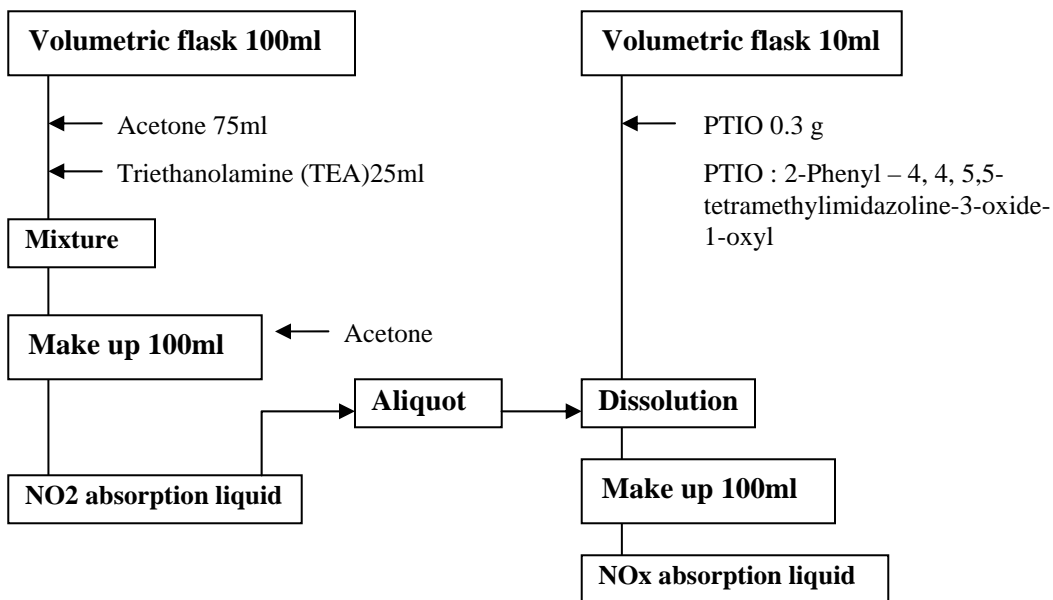
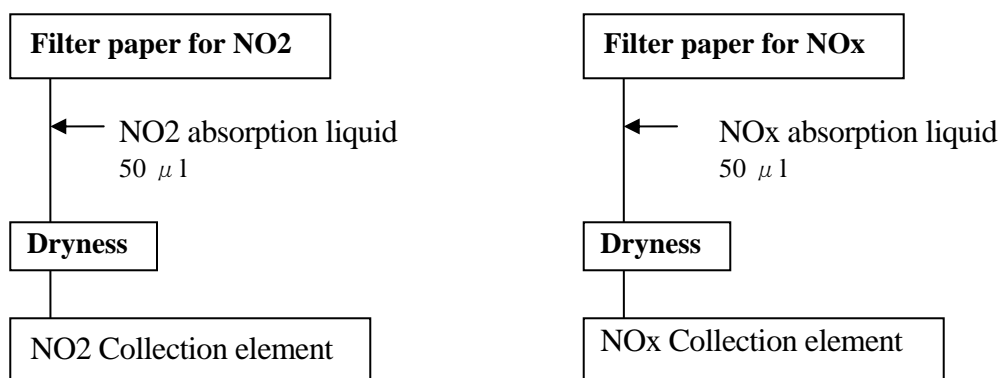


Figure 13 Flow of making of NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub> absorption liquid

## 11.2 Making of NO<sub>2</sub> and NO<sub>x</sub> Collection element



- ※ Cellulose fiber filter of 14.5mm in diameter
- ※ The filter is put on the teflon net or the teflon filter.
- ※ When it dries, Filter paper promptly puts the airtight container.

**Figure 14** Flow of making collection element (filter)

## 12. Example Calculations

Exposure was made in the ambient air at roadside for 1432 minutes, from 10:32 hrs. August 4th to 10:24 hrs. August 5th. The samplers determined NO<sub>x</sub> at 0.343 and NO<sub>2</sub> at 0.094. The collected NO<sub>x</sub> quantity is determined as follows:

$$WNO_x = \frac{SABNO_x - BABNO_x}{S} \times V$$

Where: WNO<sub>x</sub> is in ug of nitrite.

SABNO<sub>x</sub> is absorbance of NO<sub>x</sub> sample.

BABNO<sub>x</sub> is absorbance of NO<sub>x</sub> blank.

S= Slope (for this calculation assume it is 0.8415)

V= volume of extract in ml.

$$= \frac{0.343-0.149}{.8415} (8) = 1.844 \text{ ug nitrite} = 1844 \text{ ng nitrite.}$$

Collected NO<sub>2</sub> Quantity Is Converted to NO<sub>2</sub> Quantity as follows:

$$WNO_2 = \frac{SABNO_2 - BABNO_2}{S} \times V$$

Where: WNO<sub>2</sub> is in ug of nitrite.

SABNO<sub>2</sub> is absorbance of NO<sub>2</sub> sample.

BABNO<sub>2</sub> is absorbance of NO<sub>2</sub> blank.

S= Slope (for this calculation assume it is 0.8415)

V= Volume of extract in ml.

$$= \frac{0.094-.009}{.8415} (8) = 0.808 \text{ ug nitrite} = 808 \text{ ng nitrite}$$

From the WNO<sub>x</sub> and WNO<sub>2</sub> values, using equation (5) we can calculate the PPB of NO in the air sample:

$$\begin{aligned} \text{NO (PPB)} &= \alpha_{NO} (WNO_x - WNO_2) / t \\ &= 60 (1844 - 808) / 1432 \\ &= 43 \text{ PPB} \end{aligned}$$

Using equation (6) we can calculate the PPB of NO<sub>2</sub>:

$$\begin{aligned} \text{NO}_2(\text{PPB}) &= \alpha_{NO_2} (WNO_2) / t \\ &= 56 (808) / 1432 \\ &= 32 \text{ PPB} \end{aligned}$$

Since the NO<sub>x</sub> concentration is the sum of the NO<sub>x</sub> and NO<sub>2</sub>:

$$\text{NO}_x (\text{PPB}) = 43 + 32 = 75 \text{ PPB}$$

**Notice**

This sampling manual was arranged referring to the material of Ogawa company Ltd., Ogawa & Company, USA, Inc. and Yokohama City Institute of Environmental Sciences. This manual displayed the work procedure by the flow chart, and added amplification.

This passive sampler System was developed by Yokohama City Research Institute of Environmental Science, Yokohama, Japan, Report No. 128, March 1997

**Standard Operation Procedure (SOP)-10**  
**Basis of the Air Quality Sampling Method**

**November 18, 2006**

**JICA Expert for Air Quality Analysis**



## 1 . Attention in sampling

### 1.1 General note of sampling

- (1) Decision of sampling point
  - a) Decide on according to the purpose of the investigation. (Road, factory, and general ambient air)
  - b) Consideration of position with source (Wind direction, height of source, and distance from source)
  - c) The tree and the building influence
  - d) Exclusion of local influence (When there are sources other than the purpose near measurement station)
  - e) In the measurement of a general ambient air, measurement station is arranged in the place where the region can be represented.

- (2) Installation height
  - a) In general, about 1.5m in height of the ground (Gaseous matter)
  - b) When you target the rolling up dust of the car : About 1.5m in height of the ground
  - c) When you do not target the rolling up dust of the car : 3m or more in height of the ground (The 2-4th floor rooftop level)

※ The particle measurement height by the committee of the measurements of air pollution method of the United States is shown as follows as the recommendation value.

Measuring instrument	Measurement height
High Volume Air Sampler	17m or less
Dust fall	2.7~17m

Low Volume Air Sampler is also similar to High Volume Air Sampler.

- ※ In Japan, to prevent the rolling up dust from influencing, the height of 5-15m on the ground and about 10m assumes suitability.
- (3) Measurement interval etc.
    - a) It at least measures every season. If possible, every month is better.
    - b) The industrial activity etc. differ in Sunday to Thursday and Friday or Saturday. It is necessary to note a day of the week.
    - c) The dust fall executes as a rule every month and evaluates the annual change.
  - (4) Grasp of meteorological condition

The relation between the meteorological condition and the air quality concentration can be analyzed by accumulating the measured data.

**Meteorological condition** : Wind direction, wind velocity, humidity, atmospheric stability, and weather, etc.

※ Metrological data collects the nearby meteorological measurement station data.

## 1.2 Note in SPM sampling

SPM Sampling should note it more than the gas Sampling.

### (1) Common matter

#### ① Selection of dust collection filter

An appropriate filter is selected according to the analysis item.

a) It doesn't care with Grass Fiber Filter when the analysis is TSP and PM10 alone.

b) When the heavy metals etc. are analyzed in addition to TSP and PM10, Quartz Fiber Filter is good.

※ Quartz Fiber Filter hardly contains the heavy metal in Filter. But Quartz Fiber Filter is several times as expensive as Grass Fiber Filter.

#### ② Gravimetry of filter

Usually, the filter dries in air-conditioned room (25°C and 50% in humidity). However, it is dried with desiccator when there is no air-conditioned room in the laboratory.

When humidity is high (>50%), the dust is moisture absorption.

### (2) High Volume Air Sampler

#### ① Sampling period

The sampling period is a day (for 24 hours) usually. (Sampling of 8 hours and 12 hours might be done according to the investigation purpose.)

(1 m<sup>3</sup>/min, 24 hr, 100μg/m<sup>3</sup> = Dust 2.88 mg ←The measurement of SPM is possible enough.)

#### ② Sampling point etc.

As shown in a “general note of the sampling”.

### (3) Low Volume Air Sampler

#### ① Sampling period

The sampling period is a one month from one week usually. (An enough dust can be gathered for the dust collection period in a day (24 hours) when measuring it in the vicinity of the source.)

(20 L/min, 24 hr, 100μg/m<sup>3</sup> = Dust 2.88 mg ←In view of the measurement accuracy, it is a problem.)

#### ② Sampling point etc.

As shown in a “general note of the sampling”.

## 1.3 Purpose and note of dust fall (dust jar) measurement

### ① Sampling period

The sampling period is a one month.

(30 days  $\mp$  2 days、 It will convert in one month.)

② Sampling point etc.

As shown in a “general note of the sampling”.

③ Collection of rainfall data during month

Dust fall increases according to the amount of the rainfall.

④ Data is used as an index of Change month and the district comparison.

⑤ The dissolubility material gross weight and the insoluble matter gross weight are measured.

⑥ The analysis of ions in a dissolubility material and the heavy metal and the tar in the insoluble matter are analyzed if necessary.

#### 1.4 Note of gaseous matter sampling

(1) Selection of tube for sampling

Especially, when the tube is long, the problem grows.

① Ozone (O<sub>3</sub>)

a) The teflon tube or the glass tube is the best.

b) The polyethylene pipe is a little inferior.

c) The polyvinyl chloride tube and the silicone rubber tube cannot be used.

② Sulfur dioxide (SO<sub>2</sub>)

a) The teflon, the glass, the polypropylene, and the stainless steel tube are the best.

b) High concentration SO<sub>2</sub> is passed beforehand for several hours and the polyvinyl chloride tube is processed.

③ Carbon mono oxide (CO)

a) All the above-mentioned tubes can be used.

④ Nitrogen dioxide (NO<sub>2</sub>)

a) The teflon tube or the glass tube is the best.

b) A long silicone rubber tube is undesirable.

⑤ Ammonia (NH<sub>3</sub>)

Teflon, the glass, and the stainless steel tube can be used.

⑥ Hydrogen fluoride (HF)

It is not an obstacle in the hard glass tube though the teflon tube is desirable.

⑦ Chlorine gas (Cl<sub>2</sub>)

The teflon, the glass, and the polyvinyl chloride tube can be used.

(2) Selection of impinger when gas is sampled

① Nozzle type : O<sub>3</sub>、 SO<sub>2</sub>、 HF、 Cl<sub>2</sub>

② Bubbler type : NO<sub>2</sub>、 NH<sub>3</sub>

(3) Note of sampling result

① Ozone (O<sub>3</sub>)

- a) In the KI method, there is a possibility of giving high price a little because O<sub>3</sub> and the peroxide are measured.
- b) Because the reducing materials such as SO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub>S are obstructed to the minus, SO<sub>2</sub> is removed with the chromium trioxide impregnation filter paper.

② Hydrogen fluoride (HF)

- a) This time, a gassy fluorine compound is targeted.
- b) The fluorine compound of the particulate is not included.

## 2. Air Quality Environmental Standard and Emission Standard

It is convenient to know the value for 1 hour or 24 hours when there are two or more criteria values in measuring time.

**Air Quality Standards**

Item	Concentration ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	Concentration (ppm)
SO <sub>2</sub> (10 min)	500 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.188 ppm
SO <sub>2</sub> (1 hr)	350 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.132 ppm
SO <sub>2</sub> (24 hrs)	125 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.047 ppm
SO <sub>2</sub> (1 yr)	50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.019 ppm
NO <sub>2</sub> (1 hr)	200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.105 ppm
NO <sub>2</sub> (1 yr)	40 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.021 ppm
O <sub>3</sub> (1 hr)	160 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.08 ppm
O <sub>3</sub> (8 hrs)	120 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	0.06 ppm
CO (30 min)	60 $\text{mg}/\text{m}^3$	51.5 ppm
CO (1 hr)	30 $\text{mg}/\text{m}^3$	25.8 ppm
CO (8 hrs)	10 $\text{mg}/\text{m}^3$	8.6 ppm
TSP (24 hrs)	240 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	—
TSP (1 yr)	150 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	—
SPM <sub>10</sub> (24 hrs)	100 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	—
SPM <sub>10</sub> (1 yr)	50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	—
Pb (1 yr)	1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	—
Benzene (1 yr)	20 $\mu\text{g}/\text{m}^3$	—

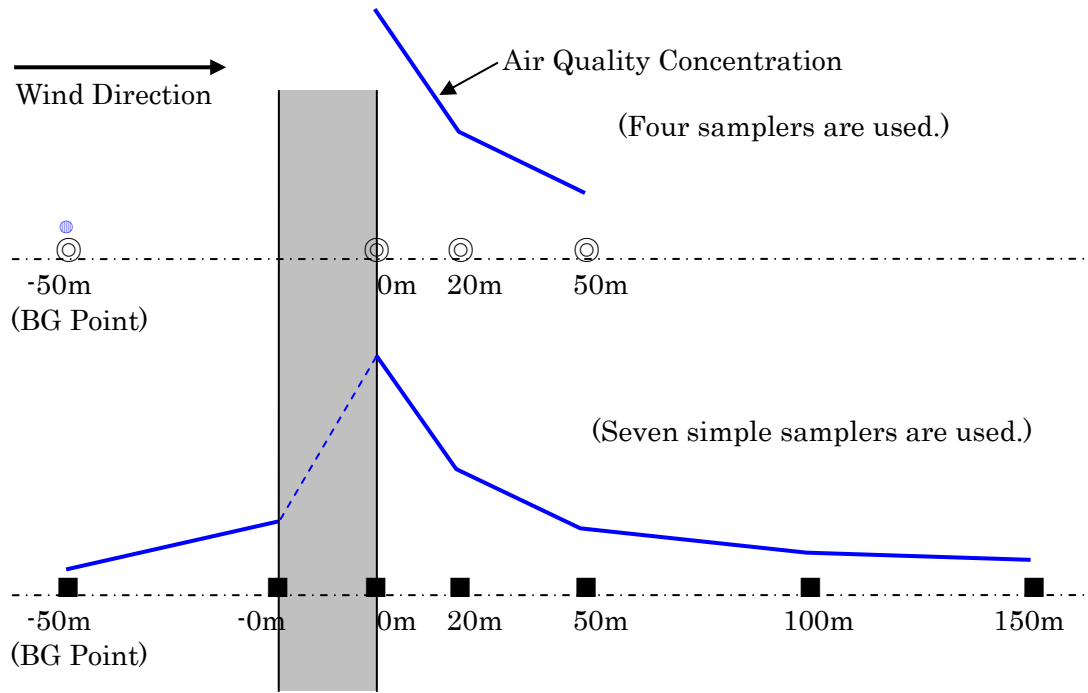
**Air Quality Emission Standards**

Item	Concentration
SO <sub>2</sub>	1,000-3,000 $\text{mg}/\text{m}^3$
NO <sub>x</sub>	300-3,000 $\text{mg}/\text{m}^3$
CO	250-500 $\text{mg}/\text{m}^3$
TSP	50-200 $\text{mg}/\text{m}^3$
Pb	2-20 $\text{mg}/\text{m}^3$
Cd	1-5 $\text{mg}/\text{m}^3$

### 3. Investigation Method

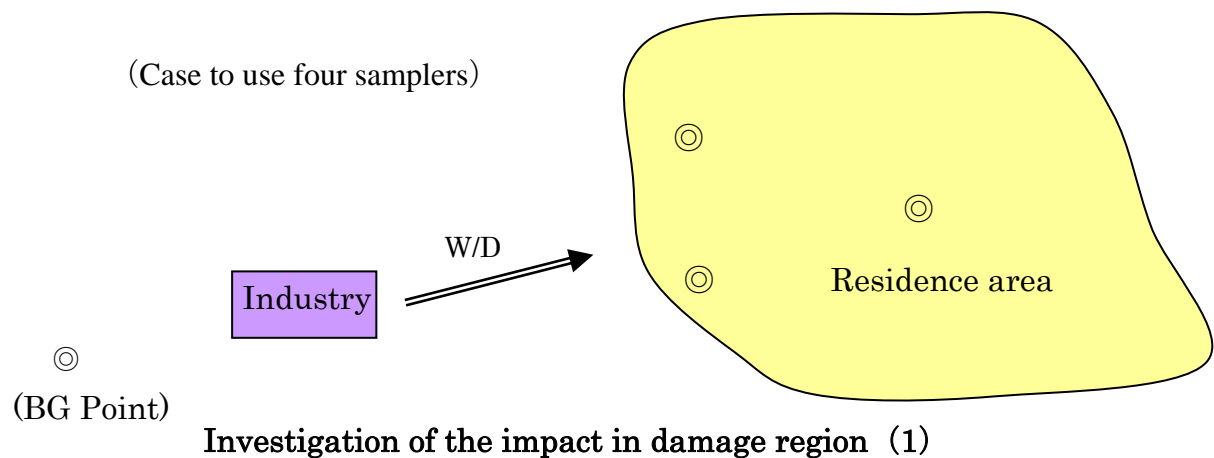
#### 3.1 Case intended for road

Case to use four samplers and many use simple sampler.

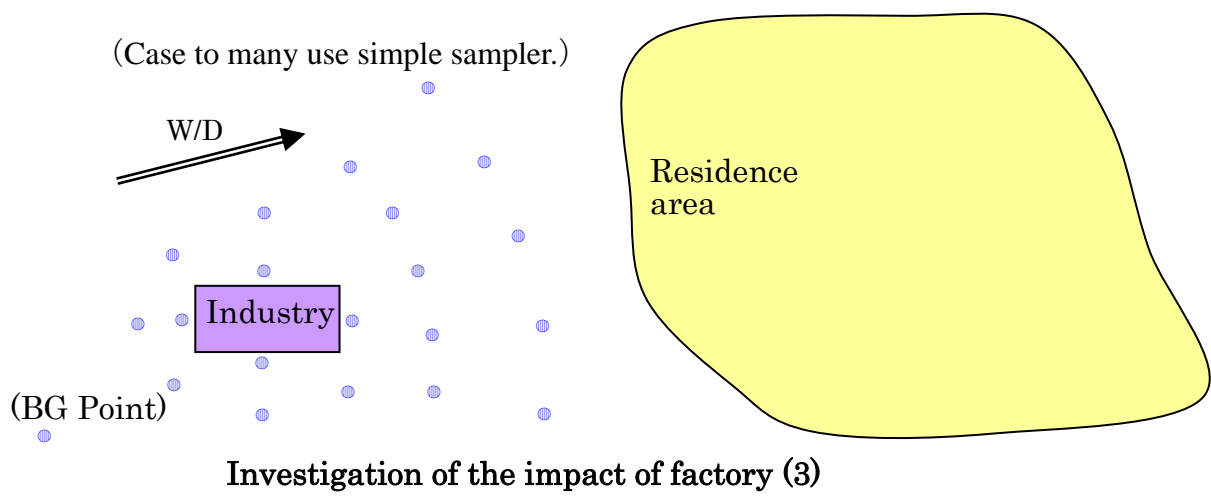
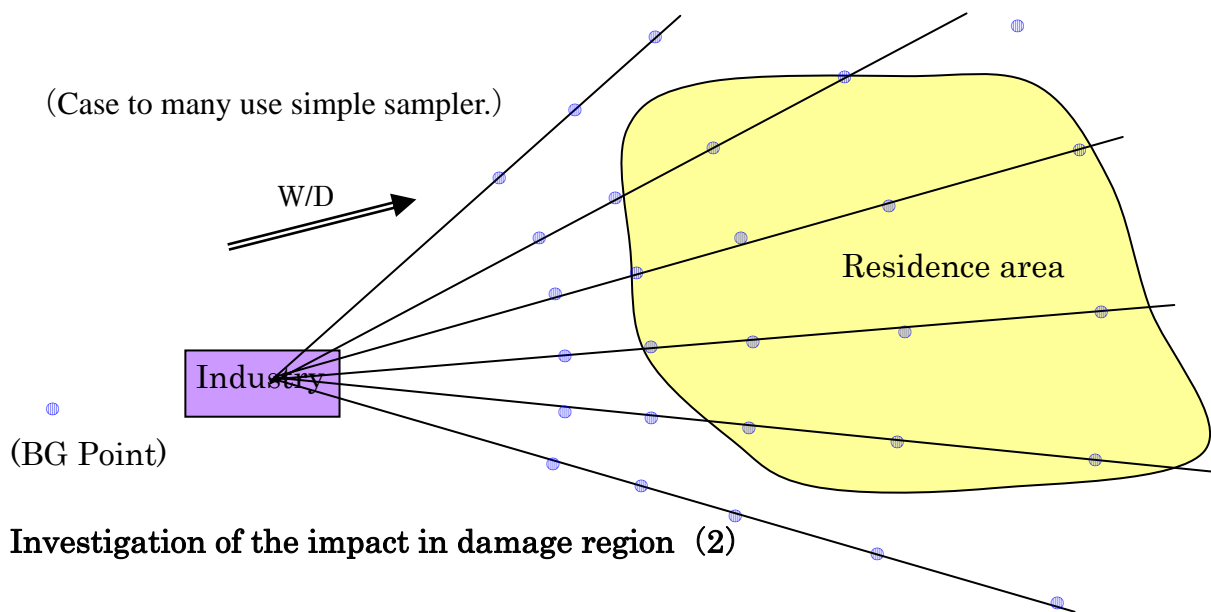
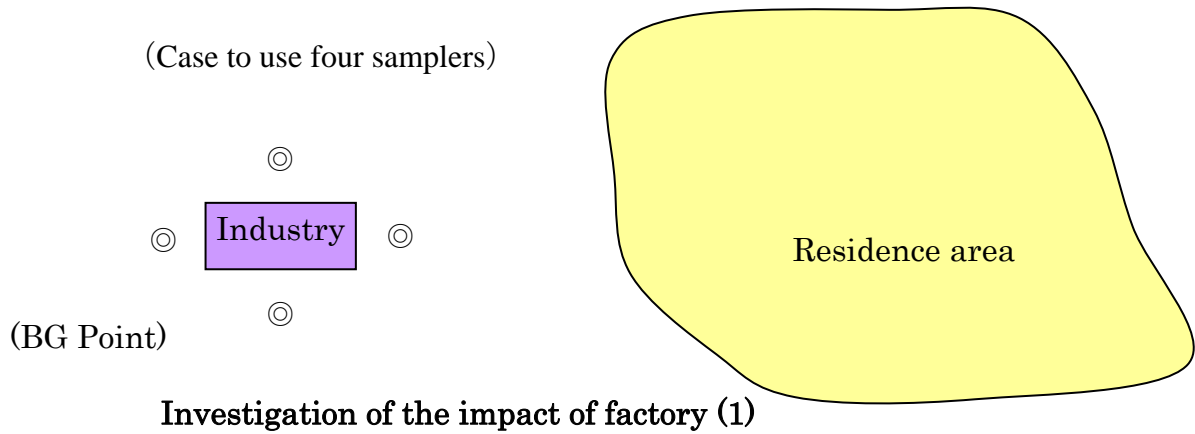


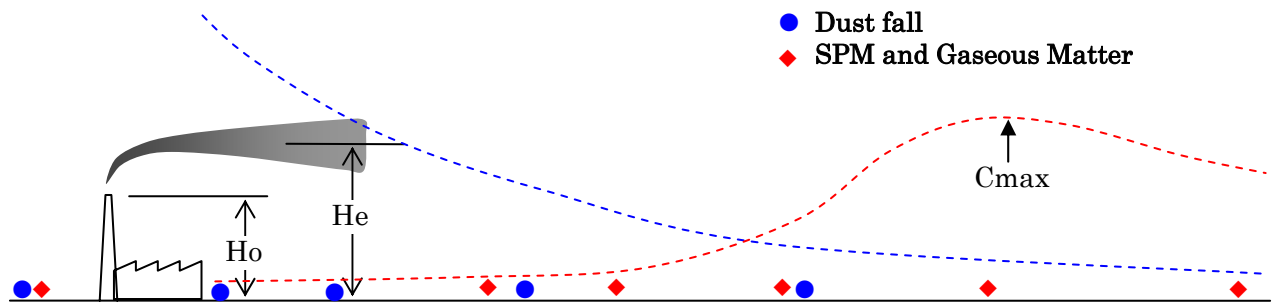
Decrease Investigation of Air Quality Concentration from Roadside (Image)

#### 3.2 Case intended for Industry



Investigation of the impact in damage region (1)





**Difference between object substance and sampling points**

$$C_{\max} \text{ Point (m)} \approx He \text{ (m)} \times 10$$

※  $C_{\max}$  point and  $C_{\max}$  changes greatly depending on the meteorological condition.



**Arabic**



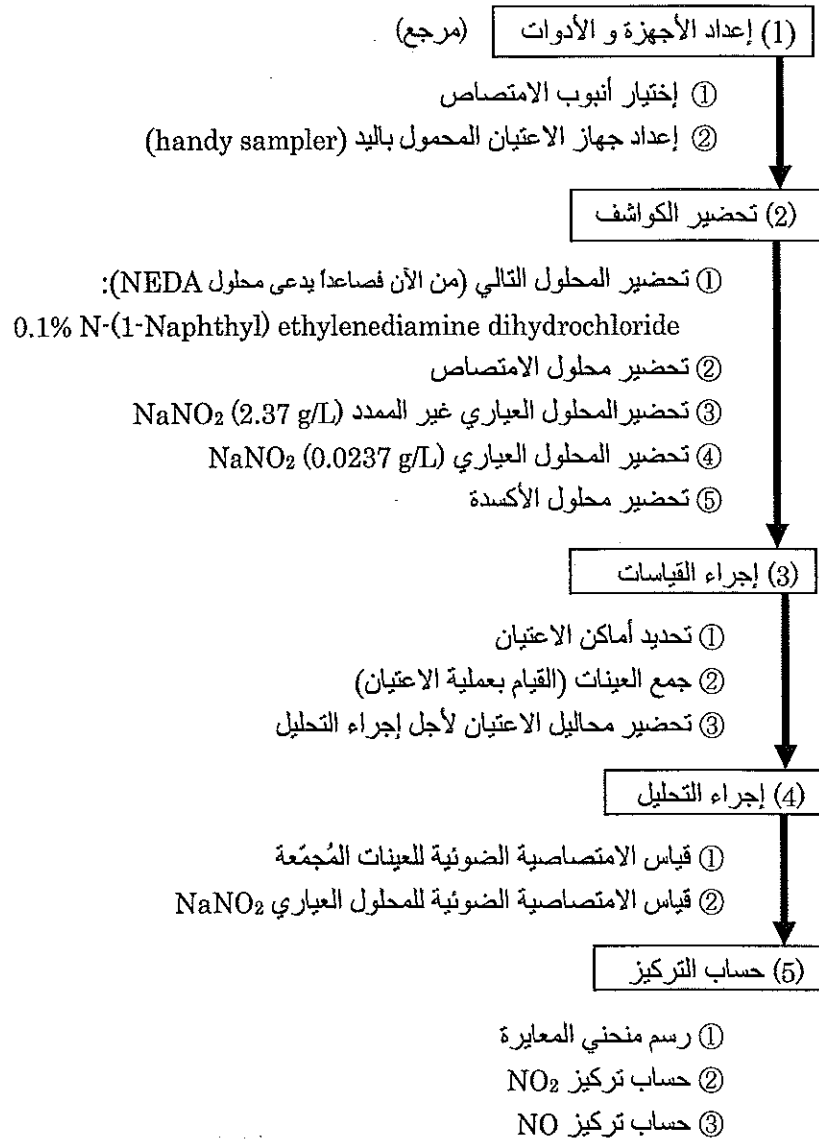
إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-01  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
أكاسيد الأزوت ( $\text{NO}_x$ )

تحليل جودة الهواء

تاريخ الإعداد	إجراءات التشغيل القياسية (SOP) (جودة الهواء)
---------------	--

المركب موضوع القياس	أكاسيد الآزوت ( $NO_x$ )
طريقة القياس	تفاعل Saltzman

1- مخطط القياس و البنود الرئيسية



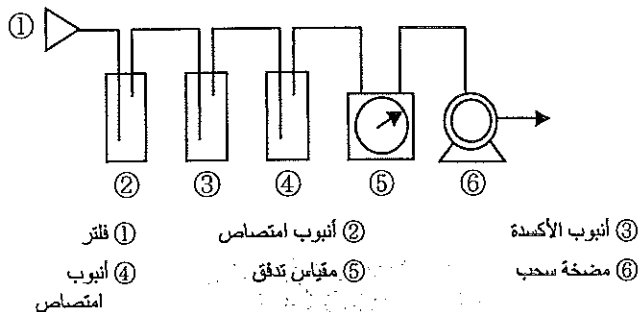
2- مبدأ القياس

إذا قمنا بتمرير هواء الاعتيان الذي يحتوي على  $\text{NO}_2$  ضمن محلول الامتصاص الملون (N-(1-Naphthyl) azo-dye بلون أحمر-برتقالي يتناسب مع كمية  $\text{NO}_2$ . من خلال قياس الامتصاصية الضوئية لمحلول التلوين يمكن حساب تركيز  $\text{NO}_2$ . بما أن  $\text{NO}$  لا يتفاعل مع محلول الامتصاص الملون فتتم أكسدته إلى  $\text{NO}_2$  باستخدام برمنغنات البوتاسيوم (بعد إضافة حمض الكبريت)، ثم يمكننا قياس تركيزه بإتباع نفس الطريقة المشروحة أعلاه.

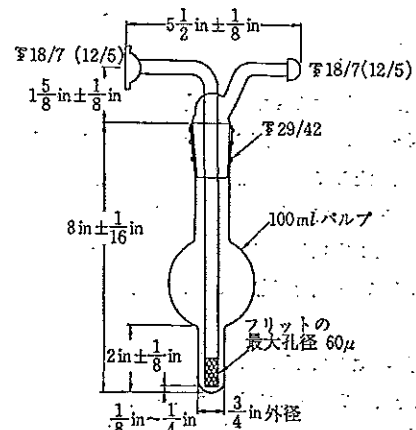
3- الكواشف، الأجهزة و المواد

الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية	[الكواشف]
2	أنبوب امتصاص ذي النوع الفقاعي (bubbler)	كمية قليلة	ثنائي كرومات البوتاسيوم ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )
1	أنبوب ذي النوع الفقاعي لأجل عملية الأكسدة	5 غ	حمض السلفانيليك ( $\text{H}_2\text{NC}_5\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$ )
1	مقياس تدفق (0.4 لتر/د)	140 مل	حمض الخل الثلجي ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )
1	ماصّة 10 مل	0.1 غ	N-(1-Naphthyl) ethylenediamine dihydrochloride (NEDA)
1	Rubber bulb	2.37 غ	نترت الصوديوم ( $\text{NaNO}_2$ )
1	بيشر 1500 مل	كمية قليلة	كلوروفورم ( $\text{CHCl}_3$ )
1	بيشر 200 مل	2.5 غ	حمض الكبريت ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
1	قارورة بنية اللون	2.5 غ	بيرمنغنات البوتاسيوم ( $\text{KMnO}_4$ )
1	بالون معايرة حجمي 1 لتر	كمية مناسبة	هيدروكسيد الباريوم ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ )
1	بالون معايرة حجمي 100 مل		
1	ماصّة ذات انتفاخ 10 مل		
مجموعة	بالون معايرة حجمي 25 مل		
1	مضخة سحب		
1	مقياس الطيف الضوئي (طول موجة 550 نانومتر) (spectrophotometer)		

4- بنية جهاز الاعتيان



الشكل (1) جهاز الاعتيان



الشكل (2) أنبوب الامتصاص الفقاعي

(1) إعداد الأجهزة و الأدوات

① إختيار أنبوب الامتصاص

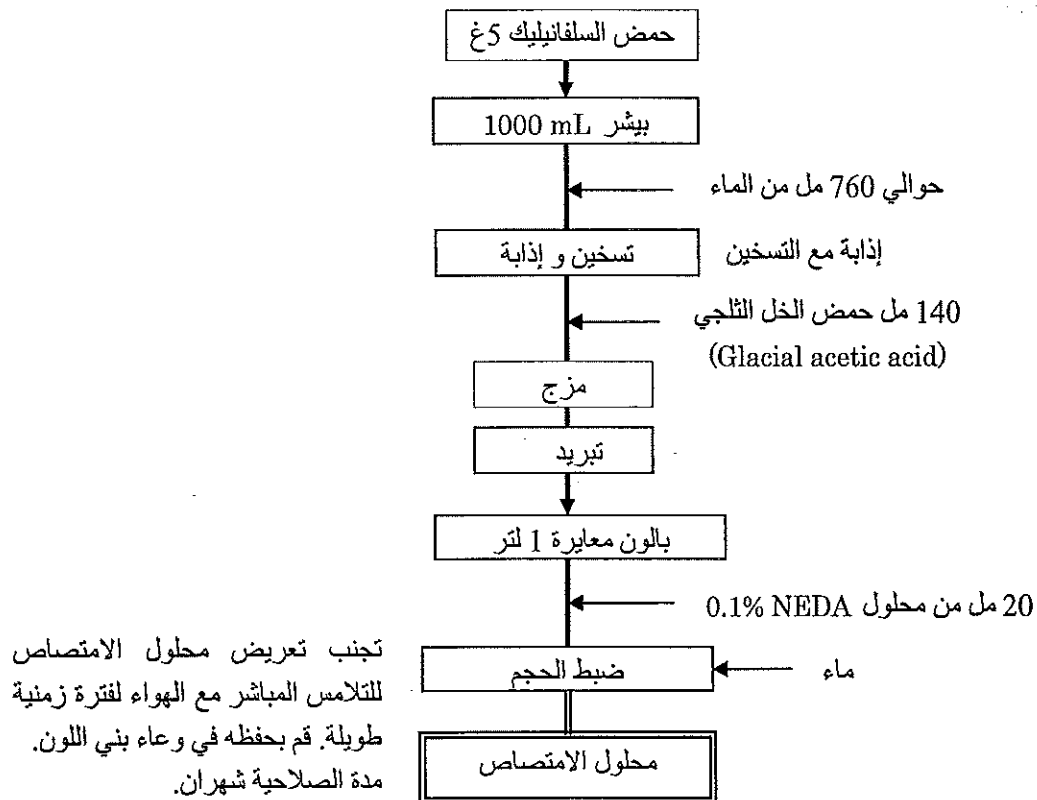
كما هو مبين في الشكل (2) فإن أنبوب الامتصاص I من النوع الفقاعي (bubbler) و مصنوع من الزجاج حيث أن قياس المسامات الأعظمي للفلتر الزجاجي هو  $60 \mu\text{m}$ .

(2) تحضير الكواشف

① تحضير محلول NEDA (تركيز 0.1%)

يتم إذابة 0.1 غ من الكاشف NEDA في 100 مل من الماء (يتم تخزينه)

② تحضير محلول الامتصاص

③ تحضير المحلول العياري  $\text{NaNO}_2$ تركيز المحلول العياري:  $10 \mu\text{L NO}_2/\text{mL}$ (a) تحضير المحلول العياري غير المُمدد  $\text{NaNO}_2$  (2.37 g/L)

يتم وزن 2.37 غ من نترات الصوديوم (sodium nitrite) (أجود نوعية) و تجفيفها لمدة ساعة عند درجة حرارة ضمن المجال  $105 \sim 110^\circ\text{C}$ ، ثم إذابتها في الماء ضمن بالون معايرة حجمي 1 لتر، و أخيراً ضبط الحجم لغاية 1 لتر بإضافة الماء المقطر. (لأجل تخزين المحلول يتم إضافة بضع قطرات من الكلوروفورم (chloroform) إليه ثم وضعه في البراد. إن استقرارية المحلول تمتد إلى 90 يوماً).

(b) تحضير المحلول العياري  $\text{NaNO}_2$  (0.0237 g/L)

يتم سحب 10 مل من المحلول العياري غير المُمدد  $\text{NaNO}_2$  و وضعه في بالون معايرة حجمي 1 لتر، ثم إضافة مائة

ضعف من الماء و بذلك تحصل على محلول عياري بتركيز 0.0237 g/L.

Standard solution 1 ml = 10 µL NO<sub>2</sub> (25 °C, 760 mmHg) (محلول عياري)

في حال التعبير عن التركيز بوحدة الكتلة

تركيز المحلول العياري: 20 µg NO<sub>2</sub>/mL

(a) تحضير المحلول العياري غير المُمدد (NaNO<sub>2</sub> 2.519 g/L):

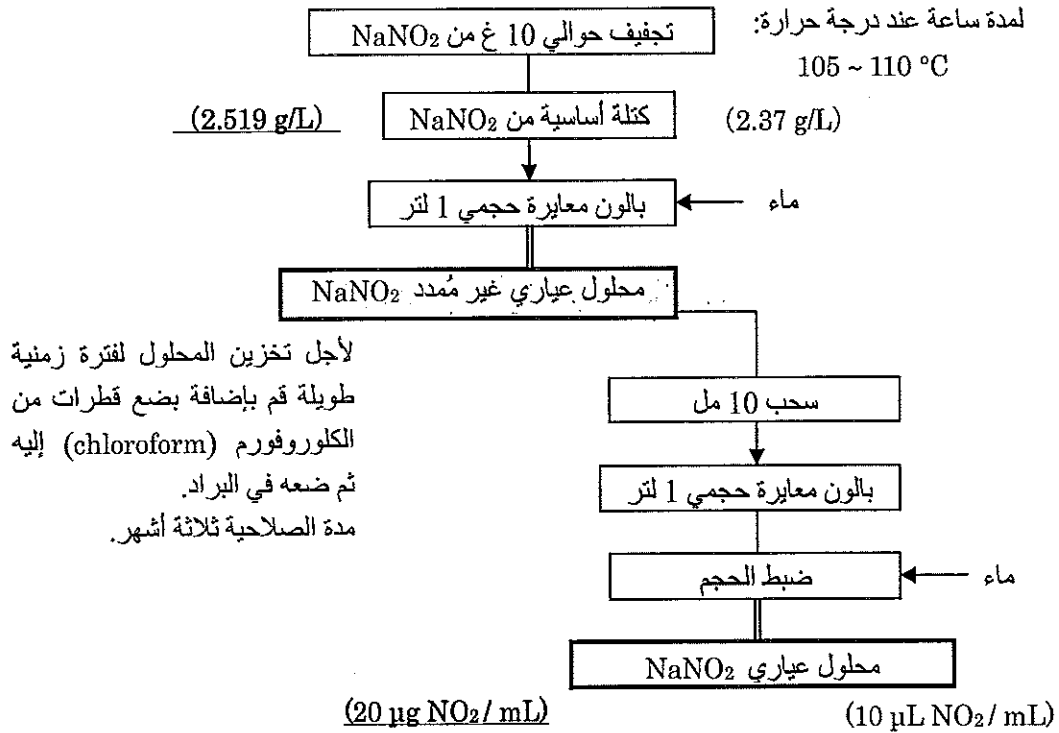
الوزن الجزيئي لـ NaNO<sub>2</sub>: 69 غرام/مول

الوزن الجزيئي لـ NO<sub>2</sub>: 46.01 غرام/مول

معامل Saltzman: 0.84

$$2 \text{ g NO}_2 = 2 \text{ g} \times \frac{\text{NaNO}_2}{\text{NO}_2} \times 0.84 = 2 \text{ g} \times \frac{69.00}{46.01} \times 0.84 = 2.519 \text{ g NaNO}_2$$

(b) تحضير المحلول العياري (NaNO<sub>2</sub> 2.519 g/L):

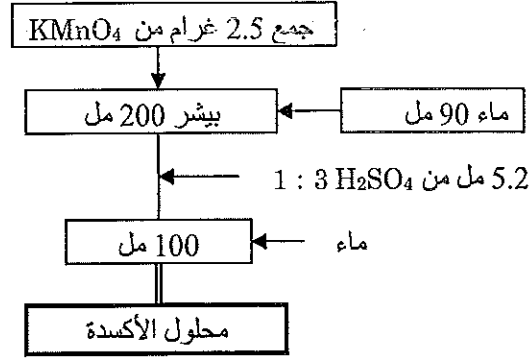


#### ④ تحضير محلول الأكسدة

يتم إذابة 2.5 غ من برمنغنات البوتاسيوم في 90 مل من الماء ضمن بيشر حجم 200 مل، و إضافة 2.5 غ من حمض الكبريت المركز (5.2 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:3) و ضبط الحجم لغاية 100 مل بإضافة ماء مقطر.

\* إن نوعية (جودة) المحلول تتناقص مع الزمن، لذلك يجب صنع المحلول بشكل دوري.

\* رمي المحلول حالما تتصلب جزيئات MnO<sub>2</sub> البنية اللون (precipitants) ضمنه.



### (3) إجراء القياسات

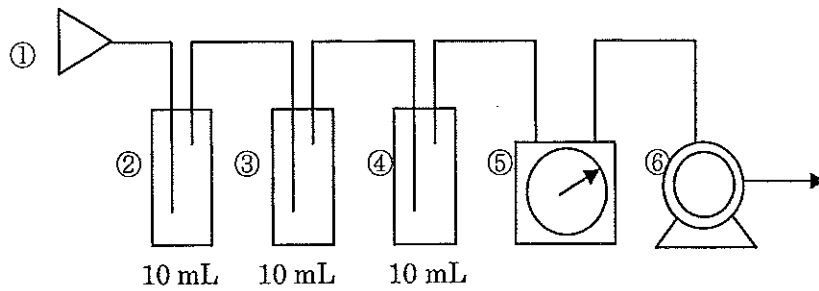
#### ① تحديد أماكن الاعتيان

لكي نتجنب التأثير الطبرغرافي و التطبيقات الإنشائية يجب أن يتم إختيار موقع القياس (الاعتيان) بحيث يضمن وثوقية العمل. يجب أن يكون مدخل الاعتيان على ارتفاع 1.5 ~ 10 م من سطح الأرض.

#### ② جمع العينات (القيام بعملية الاعتيان)

يتم جمع العينات من خلال الترتيب التالي:

- (a) ① الفلتر، ② أنبوب الامتصاص، ③ الأنبوب ذي النوع الفقاعي لأجل الأوكسدة، ④ أنبوب الامتصاص، ⑤ مقياس التدفق، ⑥ مجموعة جهاز الاعتيان مع المضخة.
- (في حال استخدام جهاز الاعتيان المحمول باليد فإن أجزاء الجهاز تكون مُجمعة).
- (b) يتم سحب 10 مل من محلول الامتصاص بشكل دقيق، و وضعها في وعاء الامتصاص (كرر العملية لوعائين) ثم يتم وضع 10 مل من محلول الأوكسدة (يمكن استخدامه لعدة مرات) في وعاء الأوكسدة.
- (c) ضبط تدفق هواء الاعتيان على القيمة 0.4 لتر/د (أو أقل). تستمر عملية الاعتيان حتى يتغير لون المحلول بشكل ملحوظ (حوالي 10 ~ 60 دقيقة). (يجب تسجيل حجم الهواء المسحوب. أيضاً يجب تسجيل قيمتي درجة حرارة الهواء و الضغط في حال كانتا مختلفتين بشكل كبير عن  $20^\circ C$ , 760 mmHg).



- ❖ يتم امتصاص  $NO_2$  في وعاء الامتصاص ② و بالتالي يتغير لون المحلول.
- ❖ يتدفق  $NO$  من خلال أنبوب الامتصاص ② إلى أنبوب الأوكسدة ③ حيث يتأكسد ليتدفق بعدها إلى أنبوب الامتصاص ④ حيث يتم امتصاصه مما يؤدي إلى تغير لون المحلول.

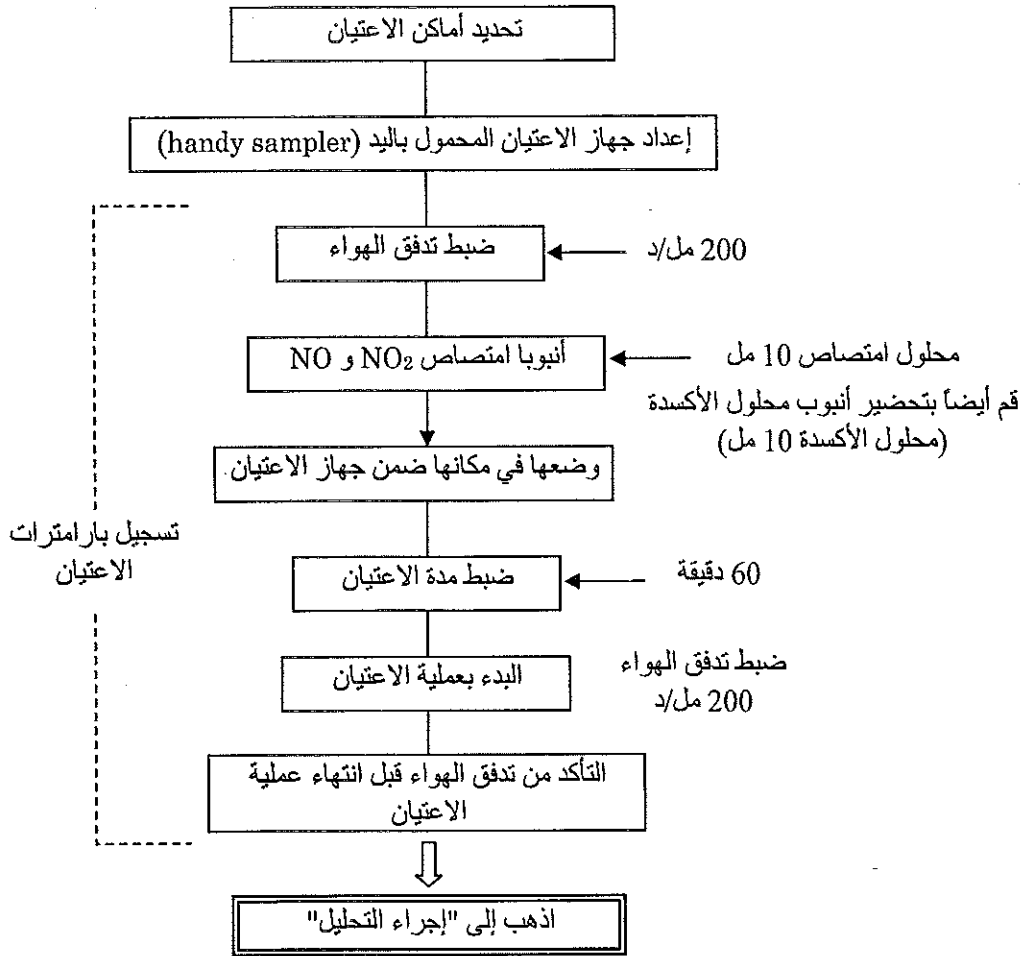
#### ③ تحضير محاليل الاعتيان لأجل التحليل (إجراء التحليل لمحاليل العينات)

يتغير لون محلول الامتصاص إلى البرتقالي-الأحمر كنتيجة لوجود  $NO_2$  في الهواء المسحوب خلال الاعتيان. عند درجة حرارة الغرفة تتم عملية تغير اللون في غضون 15 دقيقة.

تترك المحلول لمدة 20 ~ 30 دقيقة و بعدها يمكن إنجاز التحليل لمحاليل العينات. بما أن التغير في كمية محلول العينة بسيط،



لذا يمكن إهمال عملية التصحيح العادية (إضافة ماء).



#### (4) إجراء التحليل

##### ① قياس الامتصاصية الضوئية للعينات المُجمعة

يتم وضع غطاء على كل خلية بعد إدخال كمية من محلول العينة فيها، ثم وضع كل خلية في المكان الحامل المخصص لها في جهاز مقياس الطيف الضوئي، ثم يتم قياس الامتصاصية الضوئية عند طول موجة قدره 550 نانومتر (المحلول الشاهد هو الماء المقطر).

في حال الإغلاق المحكم للقوارير (bottles) فإن قيمة الامتصاصية الضوئية تتناقص بنسبة 3 ~ 4 % في اليوم. على كل حال، عند إجراء عملية الاعتيان فإن تركيز غاز الأكسدة (oxidation gas) أو غاز الإرجاع (reduction gas) قد يصبح أكبر من تركيز  $NO_2$ ، لذلك يجب قياس الامتصاصية الضوئية بأسرع ما يمكن.

##### ② قياس الامتصاصية الضوئية للمحلول العياري $NaNO_2$ و رسم منحنى المعايرة

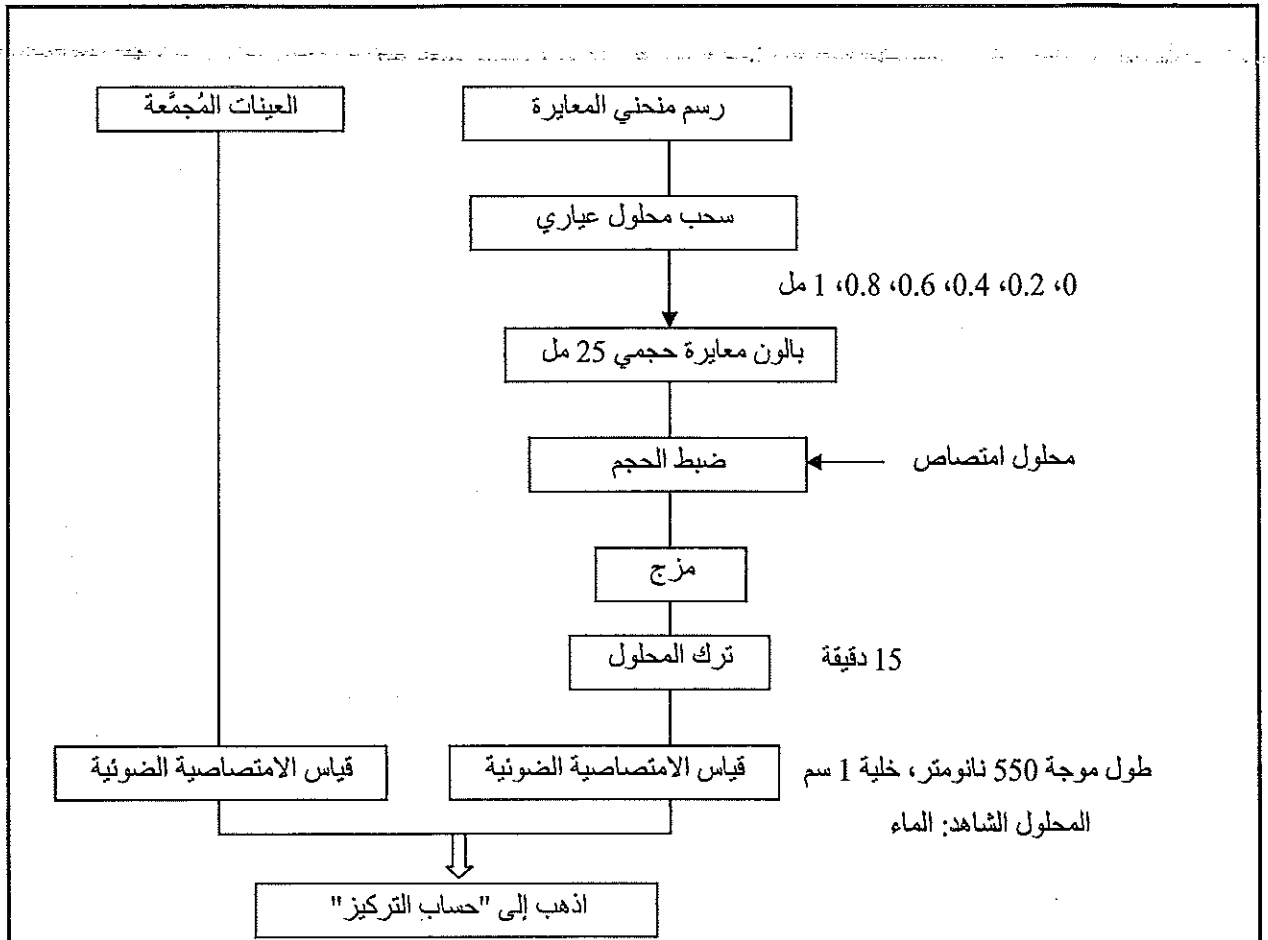
(a) يتم ترتيب بالونات معايرة حجمية 25 مل، و وضع كمية من المحلول العياري  $NaNO_2$  فيها وفق الترتيب التالي: 0، 0.2، 0.4، 0.6، 0.8، 1 مل. تتم إضافة كمية من محلول الامتصاص في كل بالون معايرة حتى الحجم 25 مل.

(b) يتم مزج المحلول في كل بالون معايرة على حدة، و تركه لمدة 15 دقيقة حتى يتلون بشكل كامل و مستقر.

(c) يتم قياس الامتصاصية الضوئية عند طول موجة قدره 550 نانومتر

(إن الامتصاصية الضوئية لـ 1 مل من المحلول العياري  $NaNO_2$  الذي تم تمديده إلى الحجم 25 مل تتوافق مع امتصاص كمية  $4 \mu L$  من  $NO_2$  في 10 مل من محلول الامتصاص).

(d) يتم الحصول على منحنى المعايرة من خلال رسم العلاقة بين كمية المحلول العياري بالواحدة mL في كل بالون معايرة و قيمة الامتصاصية الضوئية الموافقة (قيم مُصححة).



(5) حساب التركيز

① حساب تركيز  $\text{NO}_2$

يتم قياس الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص الموجود في أنبوب الامتصاص بعد عملية الاعتيان، و بمساعدة القيمة المقاسة يمكن الحصول على تركيز  $\text{NO}_2$ .  
 من خلال منحنى المعايرة نجد كمية المحلول العياري (بالواحدة mL) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1، نقوم بضربها بالرقم 4 لنحصل على البارامتر M. إن البارامتر M يعبر عن كمية  $\text{NO}_2$  (بالواحدة  $\mu\text{L}$ ) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1 للمحلول 10 مل (بعد إضافة محلول امتصاص كما هو مشروح بالفقرة 2 من البند (4)). إن قيمة M هي 3.65 في حال خلية 2 سم (و هي 7.30 في حال خلية 1 سم).

تركيز  $\text{NO}_2$  في المحلول العياري هو:  $10 \mu\text{L NO}_2 / \text{mL}$

المحلول العياري $\text{NaNO}_2$	0.0 مل	0.2 مل	0.4 مل	0.6 مل	0.8 مل	1 مل
كمية $\text{NO}_2$ في المحلول العياري	0 $\mu\text{L}$	2 $\mu\text{L}$	4 $\mu\text{L}$	6 $\mu\text{L}$	8 $\mu\text{L}$	10 $\mu\text{L}$
	0 $\mu\text{g}$	4 $\mu\text{g}$	8 $\mu\text{g}$	12 $\mu\text{g}$	16 $\mu\text{g}$	20 $\mu\text{g}$
كمية $\text{NO}_2$ في المحلول العياري بعد إضافة محلول امتصاص لإغاية 25 مل	0 $\mu\text{L}$	2 $\mu\text{L}$	4 $\mu\text{L}$	6 $\mu\text{L}$	8 $\mu\text{L}$	10 $\mu\text{L}$
	0 $\mu\text{g}$	4 $\mu\text{g}$	8 $\mu\text{g}$	12 $\mu\text{g}$	16 $\mu\text{g}$	20 $\mu\text{g}$
كمية $\text{NO}_2$ في 10 مل من المحلول المذكور أعلاه	0 $\mu\text{L}$	0.8 $\mu\text{L}$	1.6 $\mu\text{L}$	2.4 $\mu\text{L}$	3.2 $\mu\text{L}$	4.0 $\mu\text{L}$
	0 $\mu\text{g}$	1.6 $\mu\text{g}$	3.2 $\mu\text{g}$	4.8 $\mu\text{g}$	6.4 $\mu\text{g}$	8 $\mu\text{g}$
الامتصاصية الضوئية						

تستخدم المعادلة التالية لحساب التركيز:

$$\text{تركيز NO}_2 \text{ (ppm)} = \frac{M}{V} \times (\text{القيمة المُصحَّحة})$$

في هذه المعادلة:

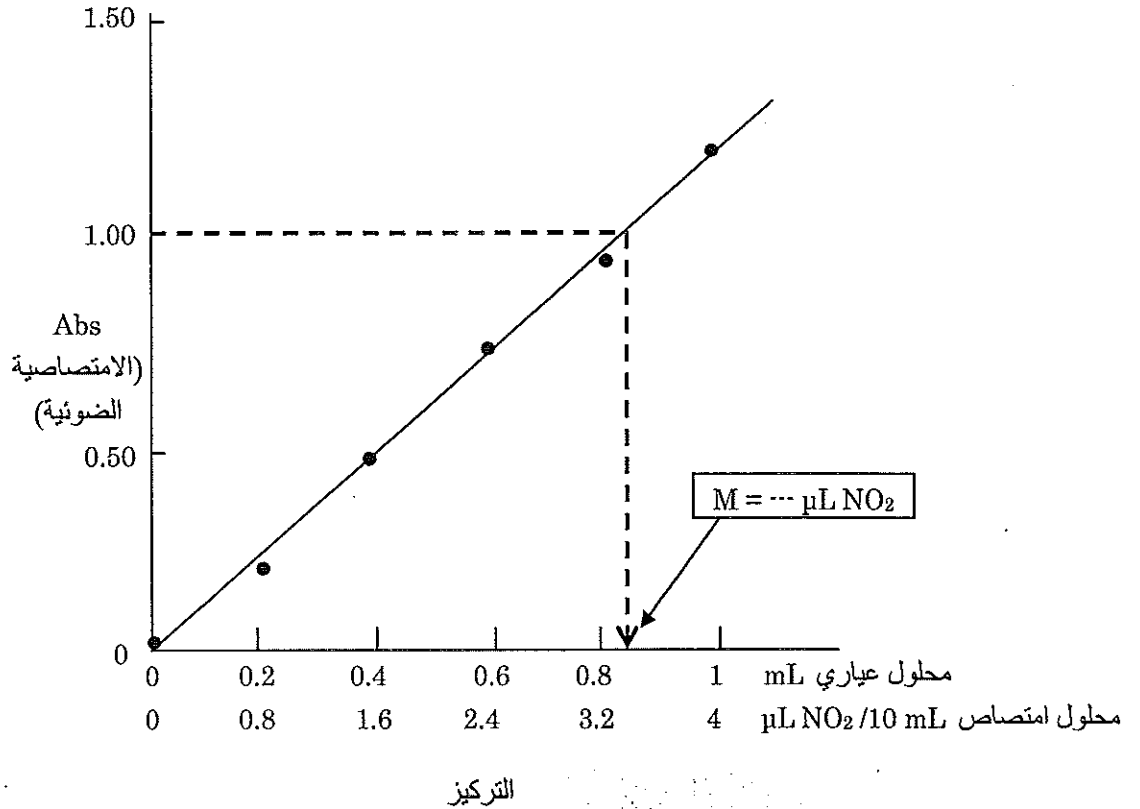
V: حجم الهواء المسحوب خلال عملية الاعتيان (لتر).

M: معامل الامتصاصية الضوئية (f): كمية NO<sub>2</sub> (بالواحدة µL) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1.  
القيمة المُصحَّحة = (الامتصاصية الضوئية لمحلول العينة) - (الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص)

## ② حساب تركيز NO

يتم قياس الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص الذي تم فيه اعتيان NO (الأنبوب الموجود بعد أنبوب مرحلة الأكسدة) بإتباع نفس خطوات حساب تركيز NO<sub>2</sub>، وبمساعدة القيمة المُقاسة يمكن الحصول على تركيز NO.

- ❖ لأجل السهولة (convenience) يتم حساب حجم الغاز عند الشروط النظامية (ضغط 760 mmHg، ودرجة حرارة 20 °C). بناءً عليه، فإن حجم 1 مول من الغاز المثالي يعادل 24.04 لتر. (يصبح الحجم 24.47 لتر عند درجة حرارة 25 °C، ونفس الضغط). بالتعبير عن حجم هواء الاعتيان بالواحدة لتر، فإن الكمية المُجمَّعة من NO<sub>2</sub> يُعبر عنها بالواحدة µL.
- ❖ وفق نتائج تجربة Saltzman، فإن 0.72 مول من NaNO<sub>2</sub> و 1 مول من NO<sub>2</sub> يعطيان نفس درجة التلون. على كل حال فإن هذه العلاقة تختلف باختلاف ظروف التجربة. في اليابان تم اعتماد القيمة 0.84 لمعامل Saltzman من أجل تقييم المعايير البيئية. لذلك فإن كمية 2.37 µg من NaNO<sub>2</sub> تتوافق مع 1 µL من NO<sub>2</sub>.



نقاط اعتبارية:

(ملاحظة 1) إنَّ قياس مسامات الفلتر الزجاجي لأنبوب الامتصاص و تدفق هواء الاعتيان هما بارامتران أساسيان لفعالية عملية الاعتيان. إنَّ فعالية قدرها 95 % لعملية الاعتيان يمكن توقعها عند قياس مسامات أعظمي قدره 60  $\mu\text{m}$  و تدفق هواء قدره 0.4 لتر/دقيقة.

(ملاحظة 2) إنَّ الماء المُستخدَم في ضبط و تحضير الكواشف يجب أن لا يحتوي على  $\text{NO}_2$ . يتم وضع الكواشف المتنوعة في قوارير بنية اللون و إحكام إغلاقها، ثم وضعها في البراد. مدة صلاحية الاستخدام (الاستقرارية) هي لعدة أشهر. يتم استخدام محلول الامتصاص عند درجة حرارة الغرفة.

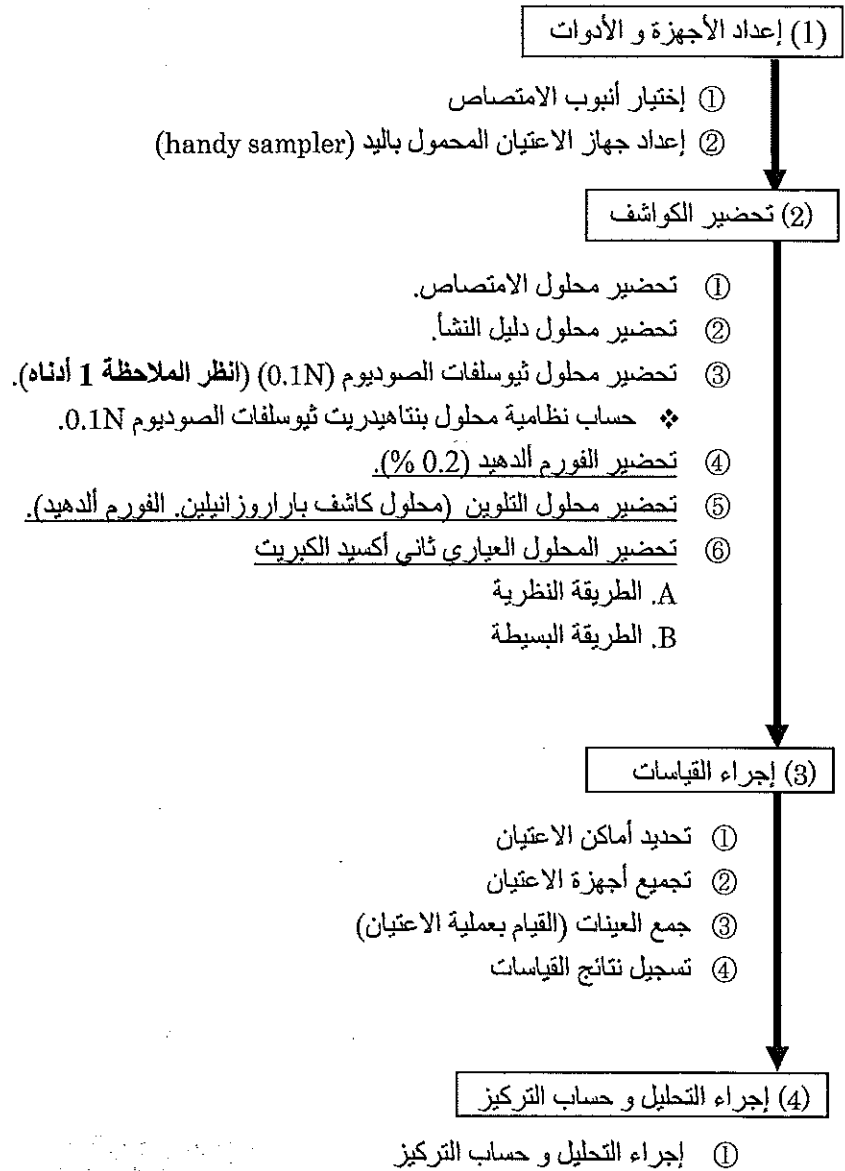
إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-02  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
ثاني أكسيد الكبريت ( $SO_2$ )

تحليل جودة الهواء

إجراءات التشغيل القياسية (SOP) (جودة الهواء)	تاريخ الإعداد
--	---------------

المركب موضوع القياس	ثاني أكسيد الكبريت (SO <sub>2</sub> )
طريقة القياس	باراروزانيلين (Pararozanilin)

### 1- مخطط القياس و البنود الرئيسية



ملاحظة 1: ثيو- تعني استبدال الأوكسجين بالكبريت في مركب ما.

مثال: الثيوسلفات هو الأملاح التي تحتوي على شوارد  $(S_2O_3)^{-2}$ .

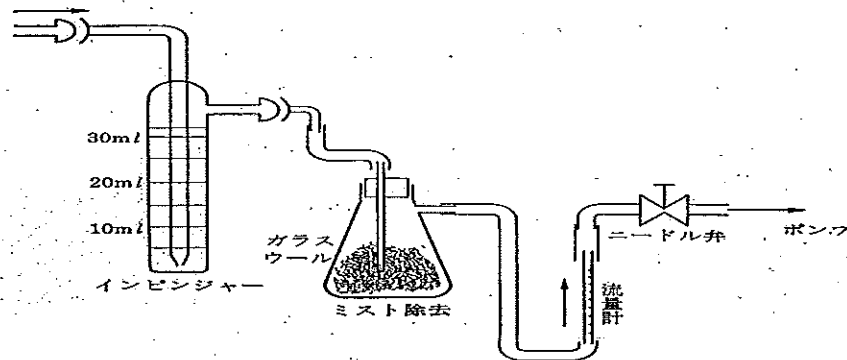
2- مبدأ القياس

يستخدم كلور الزئبق و Sodium chloride (Tetrachloromercurate (II) sodium acid) كمحلول امتصاص. عندما يتم تمرير هواء الاعتيان داخل محلول الامتصاص، يقوم SO<sub>2</sub> بتشكيل المعقد المستقر dichlorosulfite mercury (II). بإضافة pararozanilin-formaldehyde يتحول لون المحلول إلى بنفسجي مائل للأحمر، و لذلك يمكن معرفة تركيز SO<sub>2</sub> بقياس الامتصاصية الضوئية للمحلول بواسطة spectrophotometer عند طول موجة 560 نانومتر.

3- الكواشف، الأجهزة و المواد

[الكواشف]	الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية
كلور الزئبق (HgCl <sub>2</sub> )	غ 27.2	أنبوب امتصاص ذي الفوهة (nozzle)	1
كلور الصوديوم (NaCl)	غ 11.7	مقياس تدفق (0.5 ~ 3 ل/د)	1
جليسيرين (HOCH <sub>2</sub> CHOHCH <sub>2</sub> OH)	غ 50	مضخة سحب	1
أزيد الصوديوم (NaN <sub>3</sub> )	غ 0.03	أنبوب (تفلون أو زجاج)	المرغوبة
الفورم ألدهيد (HCHO) (36 ~ 38 %)	مل 105	أنبوب توصيل (فينيل أو مطاط)	المرغوبة
النشأ المنحل ((C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub> ) <sub>n</sub> )	غ 0.4	فلتر	المرغوبة
يود الزئبق (HgI <sub>2</sub> )	غ 0.002	بيشر 1000 مل	عدد قليل
بنناهدريت ثيوسلفات الصوديوم (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> · 5H <sub>2</sub> O)	غ 25	بيشر 300 مل	عدد قليل
كربونات الصوديوم (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	غ 0.1	بيشر مخروطي 200 مل	1
يودات البوتاسيوم (KIO <sub>3</sub> )	غ 1.5	بالون إيرلنماير 300 مل مع سدادة	1
يود البوتاسيوم (KI)	غ 2	مقياس كتلة (0.1 ملغ)	1
حمض كلور الماء 1 نظامي (1N-HCL)	مل 10	بالون معايرة حجمي 500 مل	1
Pararozanilin hydrochloride, ((NH <sub>2</sub> C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> CIC <sub>5</sub> H <sub>4</sub> ):NH · HCL)	غ 0.2	بالون معايرة حجمي (بني) 500 مل	1
حمض كلور الماء (HCL)	مل 10	ماصّة ذات انتفاخ 50 مل	1
سلفيت الصوديوم الهيدروجيني (NAHSO <sub>3</sub> )	غ 0.5	سحّاحة	1
محلول اليود (0.1 نظامي)	مل 15		
كربونات الصوديوم (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	غ 0.1		

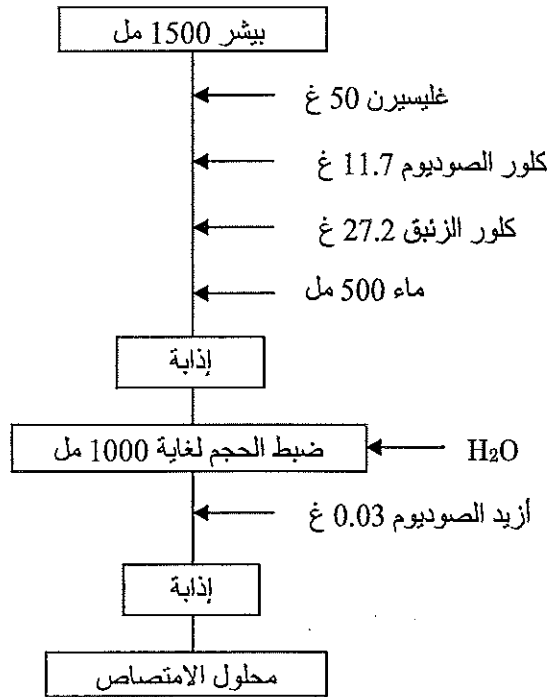
4- بنية جهاز الاعتيان



الشكل (1) جهاز الاعتيان

## ① تحضير محلول الامتصاص

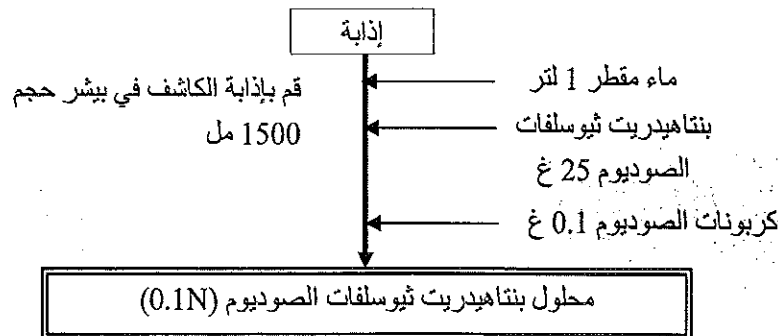
يتم وضع 27.2 غ من كلور الزئبق في بيشر 1500 مل، ثم إضافة 11.7 غ من كلور الصوديوم و 50 غ من الغليسرين. تتم إذابتها في ماء مقطر لغاية الحجم 1000 مل، ثم إضافة 0.03 غ من أزيد الصوديوم.



## ② تحضير محلول دليل النشا

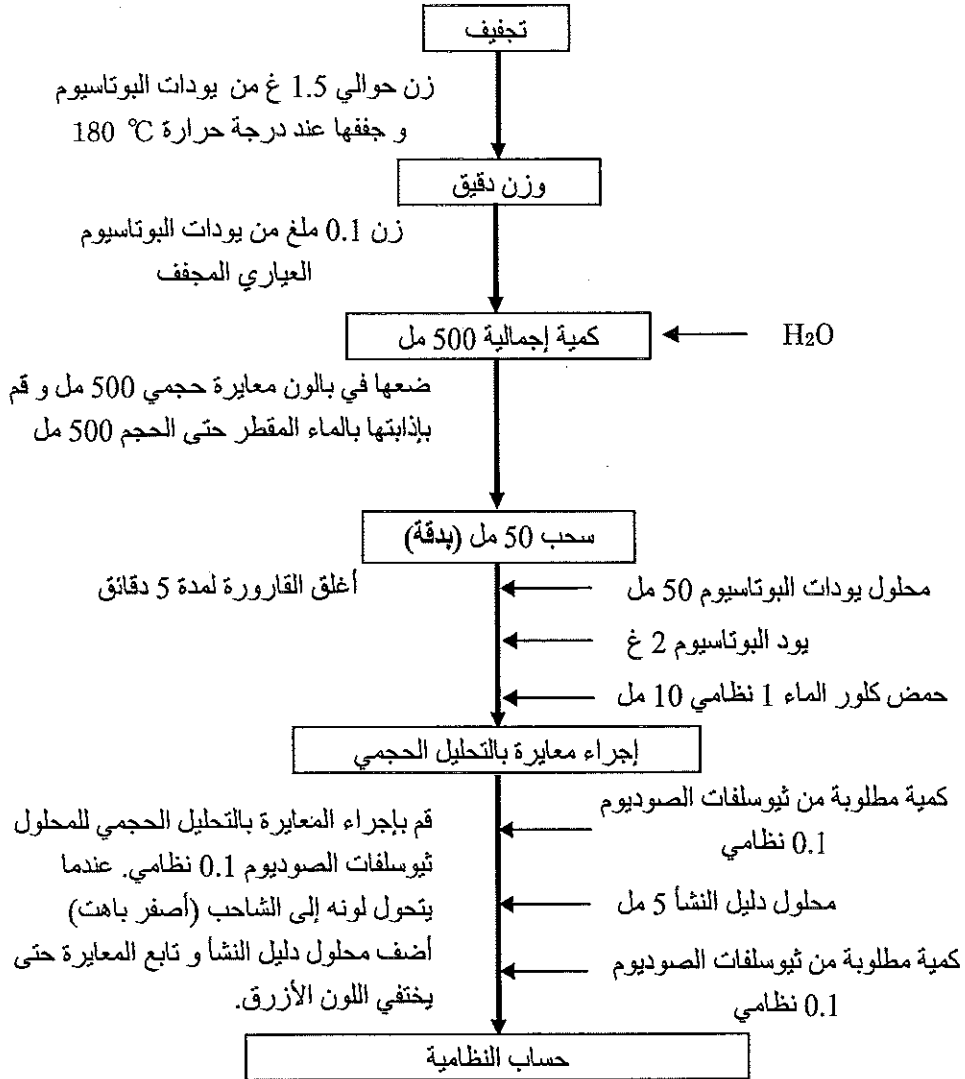
يتم وزن 0.4 غ من النشا المنحل و 0.002 غ من يود الزئبق (مادة حافظة)، ثم يُضاف كمية من الماء و يتم التحريك. بعد ذلك، أفرغ هذا المحلول ببطء في ماء مغلي ضمن بيشر 200 مل. يتم الحفاظ على المحلول في حالة الغليان حتى يصبح شفافاً (صافياً)، ثم يتم تبريده و وضعه في بالون معايرة حجمي 300 مل مزود بسدادة.

## ③ تحضير محلول بنتاهيدريت ثيوسلفات الصوديوم (0.1N)





✳ حساب نظامية محلول بنتاهيدريت ثيوسلفات الصوديوم (0.1N)



$$N = \frac{W}{M} \times 2.80$$

N: نظامية محلول ثيوسلفات الصوديوم

M: العيار الحجمي لمحلول ثيوسلفات الصوديوم (مل)

W: كتلة يودات البوتاسيوم (عدد الغرامات)

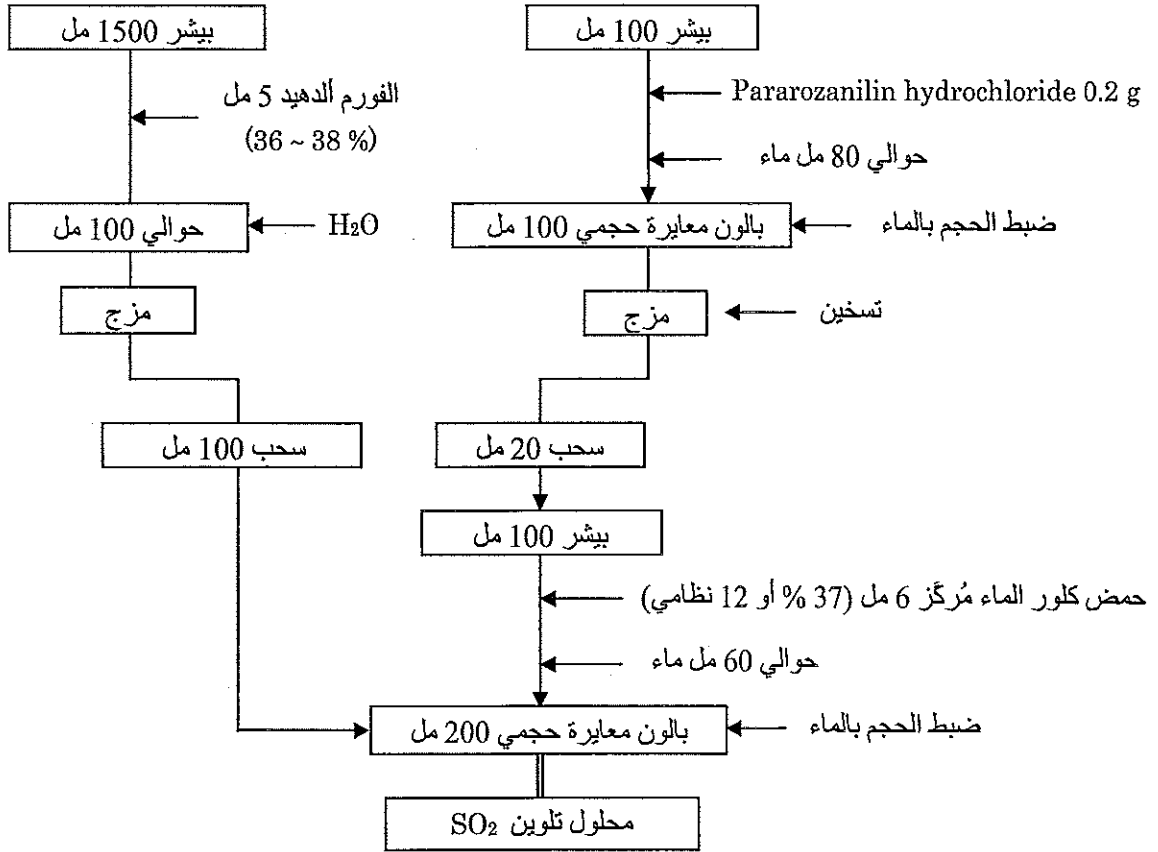
$$2.80 = \frac{10^3 \times 0.1 (\text{used amount of iodate salt})}{35.67 (\text{equivalent weight of potassium iodate})}$$

④ تحضير محلول فورمالديهيد (0.2 %)

يتم تمديد 5 مل من الفورم ألدهيد (36 ~ 38 %) في 1 لتر من الماء المقطر ضمن بيشر 1500 مل. يجب تحضير هذا المحلول مباشرة قبل الاستخدام (بكلمات أخرى، يفضل استخدام المحلول بعد التحضير مباشرة).

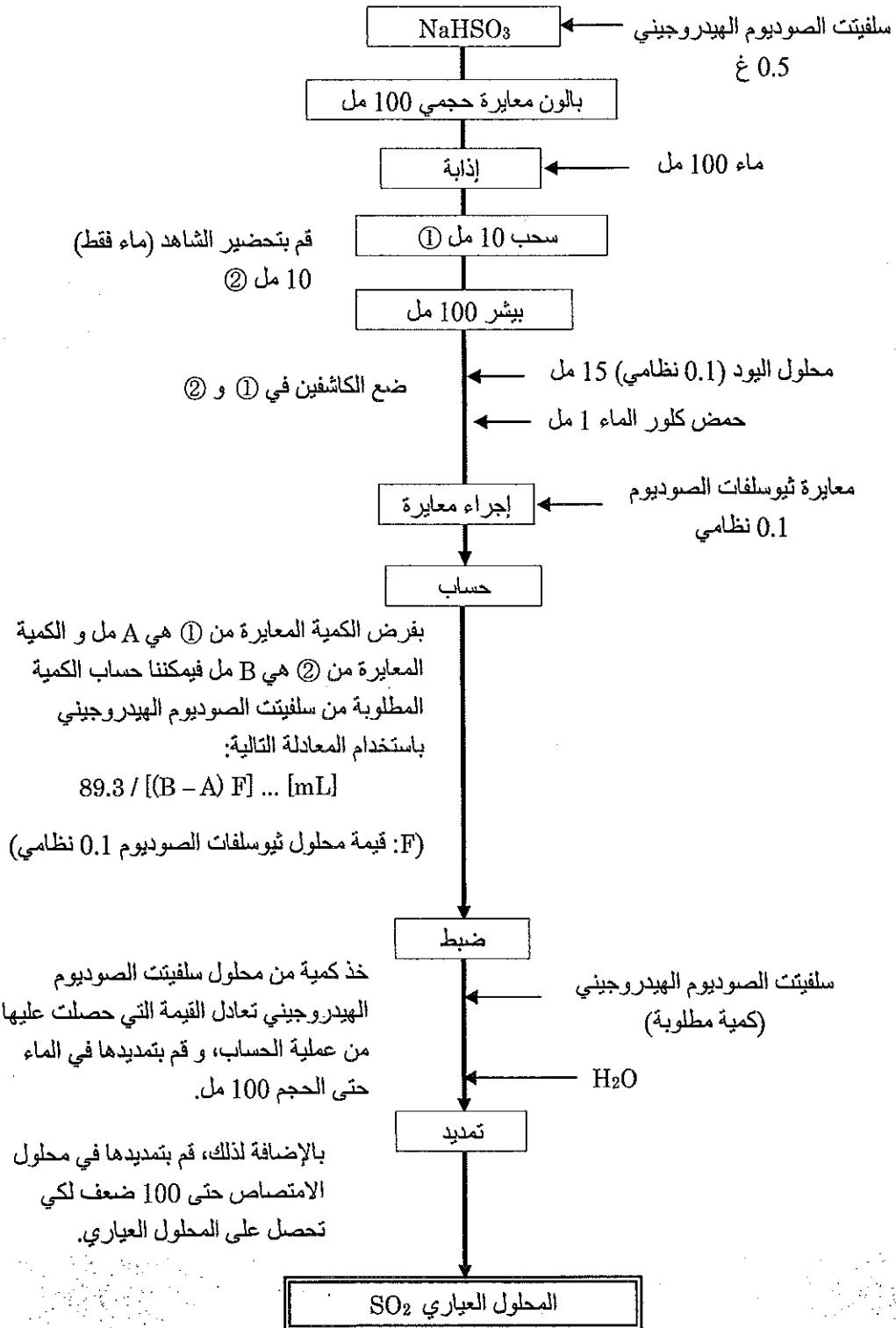
⑤ تحضير محلول التلوين (pararozanilin-formaldehyde test solution)

تتم إذابة 0.2 غ من pararozanilin.formaldehyde في 100 مل من الماء، ثم سحب 20 مل منه و إضافة 6 مل من حمض كلور الماء إليه. أضف بعد ذلك ماء إلى المحلول المتشكل لغاية الحجم 100 مل. الخطوة الأخيرة هي إضافة 100 مل من الفورم ألدهيد (0.2%).



⑥ تحضير المحلول العياري SO<sub>2</sub>

A. الطريقة النظرية



تركيز SO<sub>2</sub> في المحلول العياري: 0.001 mL SO<sub>2</sub>/ mL (at 20 °C, 760 mHg)

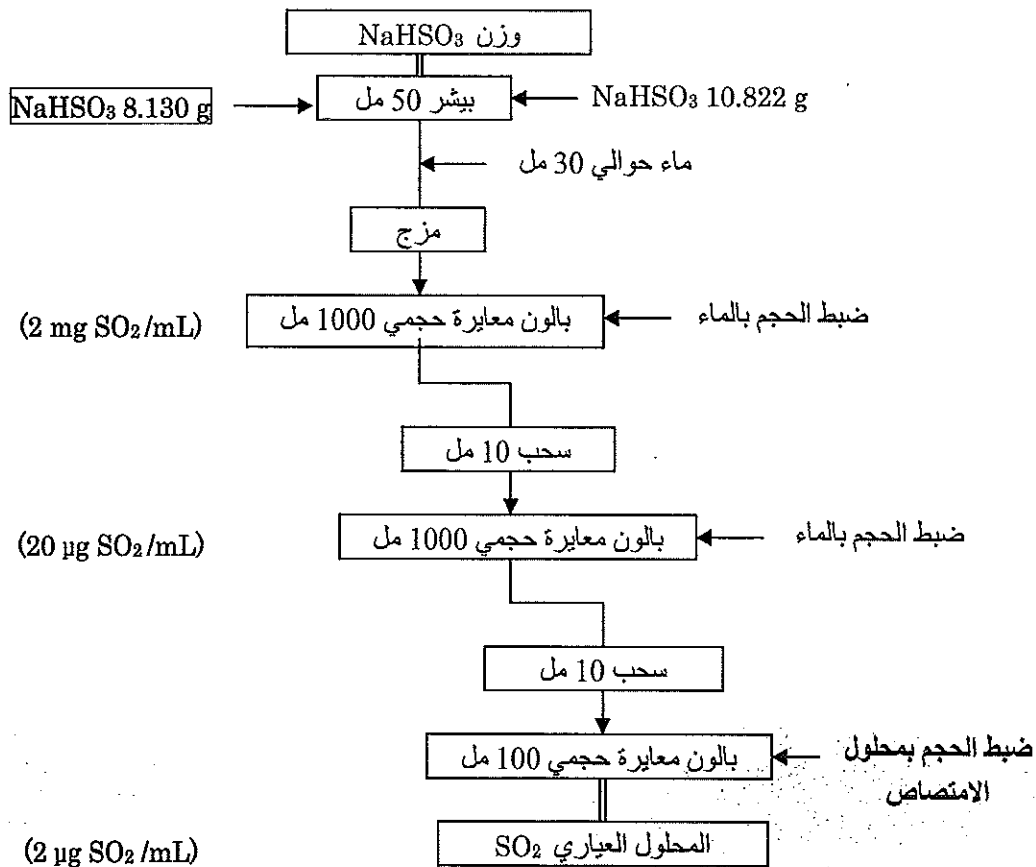
Condition:Molecular weight (M.W.) of NaHSO<sub>3</sub> = 104.06 gM.W. of SO<sub>2</sub> = 64.0 gConcentration of NaHSO<sub>3</sub> = 40.0 %

1 mol of the gas (at 0 °C, 1 atm) has the volume of 24.04 L

Calculation of the collected amount of NaHSO<sub>3</sub>:

$$\begin{aligned} \text{Weight of NaHSO}_3 \text{ for 1 L of SO}_2 &= \frac{\text{M.W. of NaHSO}_3}{\text{Concentration of NaHSO}_3 \times 24.04 \text{ L}} \\ &= \frac{104.06 \text{ g}}{0.40 \times 24.04 \text{ L}} = 10.822 \text{ g (equals SO}_2 \text{ Vol. 1 L)} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Weight of NaHSO}_3 \text{ for 2 g of SO}_2 &= 2 \text{ g} \times \frac{\text{M.W. of NaHSO}_3}{\text{M.W. of SO}_2} \times \frac{100 \%}{\text{Concentration of NaHSO}_3} \\ &= 2 \text{ g} \times \frac{104.06 \text{ g}}{64.0 \text{ g}} \times \frac{100 \%}{40 \%} = 8.130 \text{ g (equals SO}_2 \text{ Weight 2g)} \end{aligned}$$

تحضير المحلول العياري SO<sub>2</sub>

تركيز SO<sub>2</sub> في المحلول العياري:  
2 µg SO<sub>2</sub> / mL

تركيز SO<sub>2</sub> في المحلول العياري:  
0.001 mL SO<sub>2</sub> / mL (at 20 °C, 760 mHg)

(2) جمع العينات

(1) تحديد أماكن الاعتيان:

- يتم اختيار مكان الاعتيان بحيث لا يكون قريباً من مصدر التلوث.
- لكي تتجنب تأثير تيارات الهوار المضطربة الناتجة عن وجود الأبنية، يتم اختيار مكان الاعتيان بحيث يبعد مسافة 1 م على الأقل من الجدار.
- كقاعدة عامة، يجب أن يرتفع مدخل أنبوب الاعتيان بمسافة 1.5 م ~ 10 م عن سطح الأرض.
- يتم استخدام أنبوب اعتيان من مادة التفلون أو الزجاج النقي.

(2) تجميع أجهزة الاعتيان

يتم وضع 10 إلى 20 مل من محلول الامتصاص في أنبوب الامتصاص، و توصيل الأنبوب و الفلتر و المضخة. (الملاحظة 1).

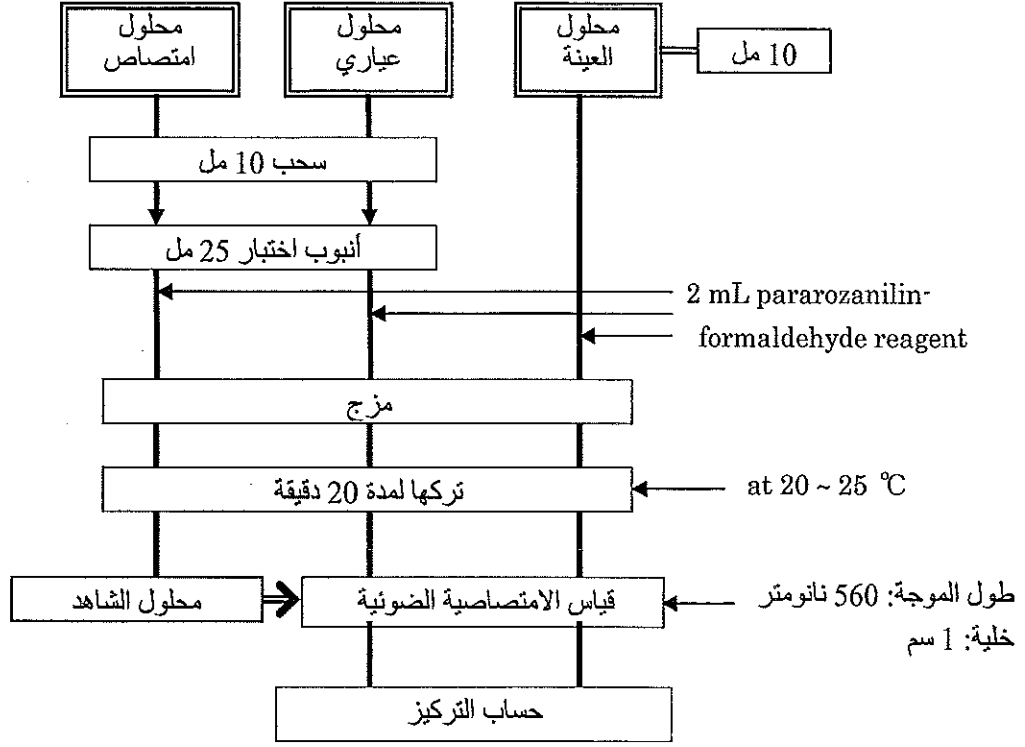
(3) جمع العينات (القيام بعملية الاعتيان)

يتم تشغيل جهاز الاعتيان المحمول باليد و ضبط تدفق الهواء و مدة الاعتيان التي تعتمد على تركيز  $SO_2$  في الهواء. بعد الانتهاء من الاعتيان يتم تعويض نقصان كمية المحلول بسبب التبخر بإضافة ماء. يجب تجنب تعريض محلول العينة للشعاع الشمسي المباشر.

(4) تسجيل نتائج القياسات

يتم تسجيل بيانات الاعتيان و ظروف الوسط المحيط في ورقة عمل خاصة بذلك.

(3) إجراء التحليل و حساب التركيز



يتم حساب تركيز ثاني أكسيد الكبريت (SO<sub>2</sub>) باستخدام المعادلة التالية:

(at 0 °C, 760 mmHg)

$$C(\text{ppm}) = \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273}$$

$$C(\mu\text{g}/\text{m}^3) = 2\mu\text{g} \times \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273}$$

(at 20 °C, 760 mmHg)

$$C(\text{ppm}) = \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273 + 20}$$

$$C(\mu\text{g}/\text{m}^3) = 2\mu\text{g} \times \frac{A \times v}{A_s \times V} \times \frac{273 + t}{273 + 20}$$

ملاحظات:

C: تركيز SO<sub>2</sub> (ppm)

A: الامتصاصية الضوئية لمحلولة العينة

A<sub>s</sub>: الامتصاصية الضوئية للمحلولة العياري

V (L): حجم الهواء المسحوب خلال الاعتيان

v (mL): حجم محلولة الامتصاص

t (°C): درجة الحرارة في مقياس الغاز

M (g/mol): الوزن الجزيئي للمركب SO<sub>2</sub>



$$\text{ppm} = \text{mg}/\text{m}^3 \times \frac{24.04}{M}$$

$$\text{mg}/\text{m}^3 = \text{ppm} \times \frac{M}{24.04}$$

نقاط اعتبارية:

(ملاحظة 1) بما أنه يتم امتزاز المركب SO<sub>2</sub> على السطح الداخلي لأنبوب السحب، لذلك عليك أن تجعل الأنبوب قصيراً قدر الإمكان. إضافة إلى ذلك، عليك أن تحني أنبوب السحب بحيث تمنع دخول المطر إلى داخله.

إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-03  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
الجزينات العالقة (PM10)

تحليل جودة الهواء

تاريخ الإعداد	إجراءات التشغيل القياسية (SOP) (جودة الهواء) :
---------------	--

المادة موضوع القياس	الجزينات العالقة (PM10)
طريقة القياس	الطريقة المثقالية (التحليل الوزني)

1- مخطط القياس و البنود الرئيسية





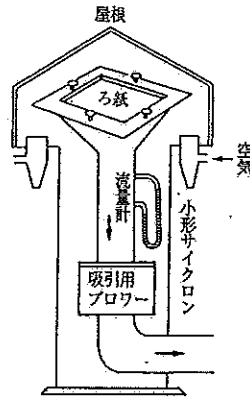
## 2- مبدأ القياس

باستخدام جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير (PM10 high volume air sampler) الذي تم تزويده بتقنية خاصة لفصل الجزيئات يمكن تجميع الجزيئات العالقة في الهواء التي أقطارها تساوي  $10 \mu\text{m}$  و أقل على الفلتر الورقي. من خلال الفرق بين وزني الفلتر بعد و قبل الاعتيان (عند شروط ثابتة لدرجة الحرارة و الرطوبة النسبية) يمكننا حساب تركيز PM10 (بالوحدة  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) باستخدام قيمتي معدل تدفق الهواء و مدة الاعتيان (std تشير إلى الشروط النظامية لدرجة الحرارة  $20^\circ\text{C}$  و الضغط  $760 \text{ mmHg}$  ، و التي يتم اعتبارها عند حساب الحجم الإجمالي المسحوب من الهواء). إن طريقة قياس PM10 هي نفسها المتبعة لقياس TSP باستثناء تحديد حجم الجزيئات المتجمعة على الفلتر من خلال تقنية الفصل.

## 3- الكواشف، الأجهزة و المواد

الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية	[الكواشف]
1	فلتر ورقي ذي ألياف زجاجية		لا يوجد
1	جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير (PM10) (حامل الفلتر: 8 أنش × 10 أنش)		
1	ميزان كتلة (القراءة الدنيا 0.1 ملغ)		
1	ميزان حرارة		
1	مقياس ضغط جوي		
1	مجفف تلقائي التجفيف (desiccator)		
1	حامل الفلتر الورقي		

## 4- بنية جهاز الاعتيان



الشكل 1 جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير PM10 (مع وافي أعلى الجهاز)

## (1) الوزن الثابت للفلتر الورقي قبل الاعتيان

(1) كتابة رقم على الفلتر الورقي ووضعه في المجفف التلقائي (24 ساعة على الأقل) تتم كتابة رقم على زاوية فلتر الألياف الزجاجية الورقي (glass fiber filter paper) و يُوضع في المجفف لمدة لا تقل عن 24 ساعة في شروط ثابتة لدرجة الحرارة، 20 °م، و للرطوبة النسبية، 50 %، تأكد من عدم وجود أي تمزق في الفلتر الورقي.

(2) قياس وزن الفلتر الورقي حالاً بعد أخذه من المجفف

يتم قياس وزن الفلتر الورقي بعد انقضاء مدة حفظه في المجفف بحيث تكون القراءة الدنيا للميزان هي 0.1 ملغ (بمعنى آخر، نعتمد أربعة أرقام بعد الفاصلة بواحدة غرام، و يُهمل الرقم الخامس). ثم يتم تسجيل رقم الفلتر و وزنه في ورقة تسجيل الاعتيان.

## (2) القيام بعملية الاعتيان

(1) اختيار موقع الاعتيان

بشكل عام، يتم اختيار موقع الاعتيان بحيث يمثل دائماً ظروف تلوث هواء وسطية، و يجب أن يكون بعيداً عن التأثير المباشر لمصادر الانبعاثات الغازية و انبعاثات السيارات. بالمقابل، إذا كان الهدف من القياس هو تفصي تأثير مصدر التلوث بالذات، فيتم اختيار موقع الاعتيان بحيث يحقق الهدف المنشود.

(2) وضع الفلتر الورقي و مخطط التسجيل في جهاز الاعتيان

يتم فتح (رفع) و اقي جهاز الاعتيان ذي تدفق الهواء الكبير PM10 (أعلى الجهاز) و وضع الفلتر الورقي الذي تم قياس وزنه مسبقاً. يتم وضع مخطط التسجيل في المكان الخاص به. في حال الظروف الجوية السيئة، يجب الانتباه لتجنب ضرر الفلتر الورقي.

(3) إحماء جهاز الاعتيان

بعد إغلاق الواقي يتم إحماء جهاز الاعتيان لمدة لا تقل عن 5 دقائق.

(4) ضبط تدفق الهواء و مدة الاعتيان

يتم وضع مخطط التسجيل في المكان الخاص به، ثم يتم ضبط زمن البدء على المخطط باستخدام مفك براغي (يتم رسم علامة على الزمن الدال بدقة على بدء الاعتيان على المخطط). ثم يتم ضبط تدفق الهواء على القيمة التقريبية 1 م<sup>3</sup>/د. بشكل عام تكون مدة الاعتيان 24 ساعة التي يمكن ضبطها بواسطة عنصر التحكم الموجود في جهاز الاعتيان. يتم تسجيل البارامترات التالية: درجة الحرارة، و الضغط الجوي، و الظروف الجوية، و اسم موقع الاعتيان.

(5) بدء الاعتيان، و تسجيل زمن البدء

أخيراً يمكن البدء بالاعتيان و تسجيل زمن البدء في ورقة تسجيل الاعتيان.

(6) انتهاء الاعتيان، و سحب الفلتر الورقي و مخطط التسجيل من الجهاز، و تسجيل زمن الانتهاء

بعد انتهاء الاعتيان يجب سحب الفلتر الورقي و مخطط التسجيل. عند حمل الفلتر من أحد أطرافه يجب الانتباه إلى منع تطاير الجزيئات المُجمعة عليه.

يتم تسجيل زمن الانتهاء في ورقة تسجيل الاعتيان (يتم رسم علامة على الزمن الدال بدقة على انتهاء الاعتيان على المخطط).

بعد ذلك يتم حني الفلتر الورقي بحيث يكون السطح الذي تجمعت عليه الجزيئات إلى الداخل، و يتم وضعه في حامل الفلتر و أخذه إلى المخبر.

## (3) الوزن الثابت للفلتر الورقي بعد الاعتيان

(1) وضع الفلتر الورقي في المجفف (24 ساعة على الأقل)

تُتبع في هذه المرحلة نفس الخطوات التي تمت ضمن إجراءات قبل الاعتيان. يُوضع الفلتر في المجفف لمدة لا تقل عن 24 ساعة في شروط ثابتة لدرجة الحرارة، 20 °م، و للرطوبة النسبية، 50 %، تأكد من عدم وجود أي تمزق

في الفلتر الورقي و فيما إذا كان هناك اختلاف، تشوه فيزيائي، للفلتر مقارنة مع حالته قبل الاعتيان.  
إذا كان هناك تمزق جزئي فإن احتمال نقصان وزن الفلتر ممكن.

(2) قياس وزن الفلتر الورقي حالاً بعد أخذه من المجفف

يتم قياس وزن الفلتر الورقي بعد انقضاء مدة حفظه في المجفف بحيث تكون القراءة الدنيا للميزان هي 0.1 ملغ (بمعنى آخر، نعتمد أربعة أرقام بعد الفاصلة بوحدة غرام، و يُهمل الرقم الخامس). ثم يتم تسجيل وزن الفلتر في ورقة تسجيل الاعتيان.

#### (4) حساب تركيز PM10

(1) حساب تركيز الجزيئات العالقة الكلية (TSP) في الهواء  
يتم حساب تركيز الجزيئات العالقة الكلية (TSP) في الهواء باستخدام المعادلة التالية:

$$PM10 = \frac{(W_f - W_i) \times 10^6}{\dot{V}_{std} \times t}$$

في هذه المعادلة:

PM10 تركيز [μg/m<sup>3</sup>]

W<sub>f</sub>, W<sub>i</sub>: وزنا الفلتر الورقي بعد و قبل الاعتيان، على التوالي، [g]

10<sup>6</sup>: للتحويل من g إلى μg

t: مدة الاعتيان (min)

$\dot{V}_{std}$ : تدفق الهواء [m<sup>3</sup>/min] عند الشروط النظامية: 760 mmHg, 20 °C

يتم حساب  $\dot{V}_{std}$  من المعادلة التالية:

$$\dot{V}_{std} = \dot{V}_{chart} \times \frac{p}{760} \times \frac{273 + 20}{273 + T}$$

حيث:

$\dot{V}_{chart}$ : تدفق الهواء المأخوذ من مخطط التسجيل [m<sup>3</sup>/min]

p: قيمة الضغط الوسطية عند موقع الاعتيان [mmHg]

T: درجة الحرارة الوسطية أثناء الاعتيان [°C]

إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-04  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
الجزيئات العالقة الكلية (TSP)

تحليل جودة الهواء

إجراءات التشغيل القياسية (SOP) (جودة الهواء)	تاريخ الإعداد
الجزينات العالقة الكلية (TSP)	المادة موضوع القياس
الطريقة المتقالية (التحليل الوزني)	طريقة القياس

1- مخطط القياس و البنود الرئيسية

(1) الوزن الثابت للفلتر الورقي قبل الاعتيان

① كتابة رقم على الفلتر الورقي و وضعه في المجفف (24 ساعة على الأقل).  
 ② قياس وزن الفلتر الورقي حالا بعد أخذه من المجفف.

(2) القيام بعملية الاعتيان

① اختيار موقع الاعتيان.  
 ② وضع الفلتر الورقي و مخطط التسجيل في جهاز الاعتيان.  
 ③ إحماء جهاز الاعتيان.  
 ④ ضبط تدفق الهواء و مدة الاعتيان.  
 ⑤ بدء الاعتيان، و تسجيل زمن البدء.  
 ⑥ انتهاء الاعتيان، و سحب الفلتر الورقي و مخطط التسجيل من الجهاز، و تسجيل زمن الانتهاء.

(3) الوزن الثابت للفلتر الورقي بعد الاعتيان

① وضع الفلتر الورقي في المجفف (24 ساعة على الأقل).  
 ② قياس وزن الفلتر الورقي حالا بعد أخذه من المجفف.

(4) حساب تركيز TSP

① حساب تركيز الجزينات العالقة الكلية (TSP) في الهواء.

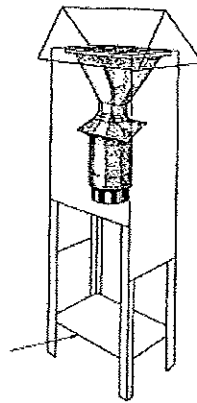
2- مبدأ القياس

باستخدام جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير (TSP high volume air sampler) يتم تجميع الجزيئات العالقة الكلية في الهواء على الفلتر الورقي. من خلال الفرق بين وزني الفلتر بعد و قبل الاعتيان (عند شروط ثابتة لدرجة الحرارة و الرطوبة النسبية) يمكننا حساب تركيز TSP (بالوحدة  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ) باستخدام قيمتي معدل تدفق الهواء و مدة الاعتيان (std تشير إلى الشروط النظامية لدرجة الحرارة  $20^\circ\text{C}$  و الضغط  $760\text{ mmHg}$  ، و التي يتم اعتبارها عند حساب الحجم الإجمالي المسحوب من الهواء).

3- الكواشف، الأجهزة و المواد

[الكواشف]	الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية
لا يوجد		فلتر ورقي ذي ألياف زجاجية	1
		جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير (TSP) (حامل الفلتر: 8 أنش × 10 أنش)	1
		ميزان كتلة (القراءة الدنيا 0.1 ملغ)	1
		ميزان حرارة	1
		مقياس ضغط جوي	1
		مجفف تلقائي التجفيف (desiccator)	1
		حامل الفلتر الورقي	1

4- بنية جهاز الاعتيان



الشكل 1 جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير TSP (مع وافي أعلى الجهاز)

## (1) الوزن الثابت للفلتر الورقي قبل الاعتيان

- (1) كتابة رقم على الفلتر الورقي و وضعه في المجفف التلقائي (24 ساعة على الأقل)
- تتم كتابة رقم على زاوية فلتر الألياف الزجاجية الورقي (glass fiber filter paper) و يُوضع في المجفف لمدة لا تقل عن 24 ساعة في شروط ثابتة لدرجة الحرارة، 20 °م، و للرطوبة النسبية، 50 %، تأكد من عدم وجود أي تمزق في الفلتر الورقي.
- (2) قياس وزن الفلتر الورقي حالاً بعد أخذه من المجفف
- يتم قياس وزن الفلتر الورقي بعد انقضاء مدة حفظه في المجفف بحيث تكون القراءة الدنيا للميزان هي 0.1 ملغ (بمعنى آخر، نعتمد أربعة أرقام بعد الفاصلة بوحدة غرام، و يُهمل الرقم الخامس). ثم يتم تسجيل رقم الفلتر و وزنه في ورقة تسجيل الاعتيان.

## (2) القيام بعملية الاعتيان

- (1) اختيار موقع الاعتيان
- بشكل عام، يتم اختيار موقع الاعتيان بحيث يمثل دائماً ظروف تلوث هواء وسطية، و يجب أن يكون بعيداً عن التأثير المباشر لمصادر الانبعاثات الغازية و انبعاثات السيارات.
- بالمقابل، إذا كان الهدف من القياس هو تقصي تأثير مصدر التلوث بالذات، فيتم اختيار موقع الاعتيان بحيث يحقق الهدف المنشود.
- (2) وضع الفلتر الورقي و مخطط التسجيل في جهاز الاعتيان
- يتم فتح (رفع) و اقي جهاز الاعتيان ذي تدفق الهواء الكبير (أعلى الجهاز) و وضع الفلتر الورقي الذي تم قياس وزنه مسبقاً. يتم وضع مخطط التسجيل في المكان الخاص به. في حال الظروف الجوية السيئة، يجب الانتباه لتجنب ضرر الفلتر الورقي.
- (3) إخفاء جهاز الاعتيان
- بعد إغلاق الواقي يتم إخفاء جهاز الاعتيان لمدة لا تقل عن 5 دقائق.
- (4) ضبط تدفق الهواء و مدة الاعتيان
- يتم وضع مخطط التسجيل في المكان الخاص به، ثم يتم ضبط زمن البدء على المخطط باستخدام مفك براغي (يتم رسم علامة على الزمن الدال بدقة على بدء الاعتيان على المخطط). ثم يتم ضبط تدفق الهواء على القيمة التقريبية 1 م<sup>3</sup>/د. بشكل عام تكون مدة الاعتيان 24 ساعة. يتم تسجيل البارامترات التالية: درجة الحرارة، و الضغط الجوي، و الظروف الجوية، و اسم موقع الاعتيان.
- (5) بدء الاعتيان، و تسجيل زمن البدء
- أخيراً يمكن البدء بالاعتيان و تسجيل زمن البدء في ورقة تسجيل الاعتيان.
- (6) انتهاء الاعتيان، و سحب الفلتر الورقي و مخطط التسجيل من الجهاز، و تسجيل زمن الانتهاء
- بعد انتهاء الاعتيان يجب سحب الفلتر الورقي و مخطط التسجيل. عند حمل الفلتر من أحد أطرافه يجب الانتباه إلى منع تطاير الجزيئات المُجمّعة عليه.
- يتم تسجيل زمن الانتهاء في ورقة تسجيل الاعتيان (يتم رسم علامة على الزمن الدال بدقة على انتهاء الاعتيان على المخطط).
- بعد ذلك يتم حني الفلتر الورقي بحيث يكون السطح الذي تجمعت عليه الجزيئات إلى الداخل، و يتم وضعه في حامل الفلتر و أخذه إلى المخبر.

## (3) الوزن الثابت للفلتر الورقي بعد الاعتيان

- (1) وضع الفلتر الورقي في المجفف (24 ساعة على الأقل)
- تُتبع في هذه المرحلة نفس الخطوات التي تمت ضمن إجراءات قبل الاعتيان. يُوضع الفلتر في المجفف لمدة لا تقل عن 24 ساعة في شروط ثابتة لدرجة الحرارة، 20 °م، و للرطوبة النسبية، 50 %، تأكد من عدم وجود أي تمزق في الفلتر الورقي و فيما إذا كان هناك اختلاف، تشوه فيزيائي، للفلتر مقارنة مع حالته قبل الاعتيان.

إذا كان هناك تمزق جزئي فإن احتمال نقصان وزن الفلتر ممكن.

(2) قياس وزن الفلتر الورقي حالاً بعد أخذه من المجفف

يتم قياس وزن الفلتر الورقي بعد انقضاء مدة حفظه في المجفف بحيث تكون القراءة الدنيا للميزان هي 0.1 ملغ (بمعنى آخر، نعتد أربعة أرقام بعد الفاصلة بوحدة غرام، ويُهمل الرقم الخامس). ثم يتم تسجيل وزن الفلتر في ورقة تسجيل الاعتيان.

#### (4) حساب تركيز TSP

(1) حساب تركيز الجزيئات العالقة الكلية (TSP) في الهواء

يتم حساب تركيز الجزيئات العالقة الكلية (TSP) في الهواء باستخدام المعادلة التالية:

$$TSP = \frac{(W_f - W_i) \times 10^6}{\dot{V}_{cal} \times t}$$

في هذه المعادلة:

TSP: تركيز TSP [ $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ]

$W_i, W_f$ : وزنا الفلتر الورقي بعد و قبل الاعتيان، على التوالي، [g]

$10^6$ : للتحويل من g إلى  $\mu\text{g}$

t: مدة الاعتيان (min)

$\dot{V}_{cal}$ : تدفق الهواء المُعَيَّر [ $\text{m}^3/\text{min}$ ]. يمكن حسابه باستخدام المعادلة التالية:

$$\dot{V}_{cal} = a + b\dot{V}_{std}$$

إن هذه المعادلة و قيمتي ثابتيها a و b موجودان في ورقة المعايرة المُلحقة بجهاز أعتيان الهواء المُقَدَّم من قبل الهيئة العامة للطاقة الذرية في سورية (هام: هذان الثابتان يختلفان باختلاف الجهاز).

$\dot{V}_{std}$ : تدفق الهواء [ $\text{m}^3/\text{min}$ ] عند الشروط النظامية: 760 mmHg, 20 °C

يتم حساب  $\dot{V}_{std}$  من المعادلة التالية:

$$\dot{V}_{std} = \dot{V}_{chart} \times \frac{p}{760} \times \frac{273 + 20}{273 + T}$$

حيث:

$\dot{V}_{chart}$ : تدفق الهواء المأخوذ من مخطط التسجيل [ $\text{m}^3/\text{min}$ ]

p: قيمة الضغط الوسطية عند موقع الاعتيان [mmHg]

T: درجة الحرارة الوسطية أثناء الاعتيان [°C]



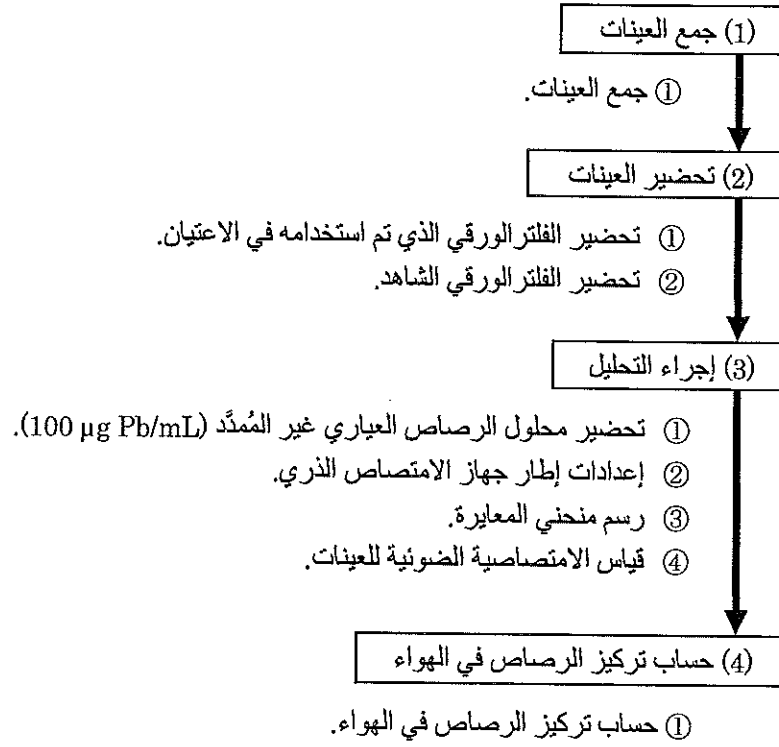
إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-05  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
الرصاص (Pb)

تحليل جودة الهواء

تاريخ الإعداد	إجراءات التشغيل القياسية (SOP) (جودة الهواء)
---------------	--

المادة موضوع القياس	الرصاص (Pb)
طريقة القياس	جمع الفلتر الورقي المُستخدم في جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير، ... الخ.
طريقة التحليل	استخلاص الأسيد، جهاز الامتصاص الذري

1- مخطط القياس و البنود الرئيسية



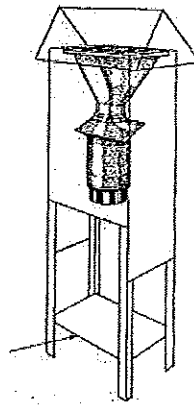
## 2- مبدأ القياس

باستخدام جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير (high volume air sampler) لمدة اعتيان 24 ساعة، يتم تجميع الجزيئات العالقة في الهواء على الفلتر الورقي ذي الألياف الزجاجية. تتم إذابة الرصاص الموجود ضمن الجزيئات العالقة في محلول حمضي و بالتالي تصبح العينة جاهزة للتحليل. يتم تحليل محتوى العينة من الرصاص باستخدام جهاز الامتصاص الذري.

## 3- الكواشف، الأجهزة و المواد

[الكواشف]	الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية
حمض الأزوت (1:1) (HNO <sub>3</sub> )	121 مل	فلتر ورقي ذي ألياف زجاجية	2
بيروكسيد الهيدروجين (30%) (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	50 مل	جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير (مع وافي)	1
نترات الرصاص (Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )	0.160 غ	ماصّة ذات انتفاخ	متنوعة
		بيشر (300 ~ 500 مل)	1
		بالون معايرة حجمي 25 مل	2
		بالون معايرة حجمي 100 مل	قليلة
		بالون معايرة حجمي 1 ل	1
		صحن زجاجي	قليلة
		مصاصة (سقاط)	1
		فلتر ورقي (رقم 5C)	قليلة
		سخان كهربائي (حمام زمني)	1
		جهاز الامتصاص الذري	1
		اسطوانة غاز الأستيلين	1
		اسطوانة الهواء	1
		مقياس pH	1

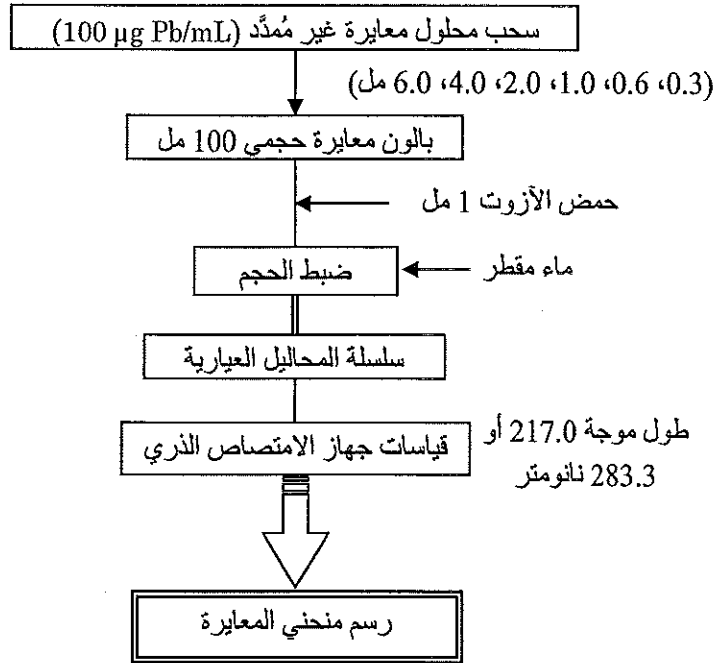
## 4- بنية جهاز الاعتيان



الشكل 1 جهاز اعتيان الهواء ذي التدفق الكبير (مع وافي أعلى الجهاز)

### (3) إجراء التحليل

- (1) تحضير محلول الرصاص العياري غير المُمدّد (100 µg Pb/mL) يتم إذابة 0.160 غ من نترات الرصاص في الماء، وإضافة حمض الأزوت (1:1) 1 مل، ثم يوضع المحلول في بالون معايرة حجمي 1 ل. أخيراً يتم ضبط الحجم حتى 1 ل بإضافة الماء.
- (2) إعدادات إطار جهاز الامتصاص الذري لأغراض التحليل يتم ضبط إعدادات جهاز الامتصاص الذري كما يلي:  
طول الموجة: 217.0 نانومتر أو 283.3 نانومتر  
معدّل تدفق الغاز: الأستيلين (1.7 ل/د)، و الهواء (15 ل/د)
- (3) رسم منحنى المعايرة يتم ترتيب بالونات معايرة حجمية 100 مل، و وضع محلول معايرة غير مُمدّد (100 µg Pb/mL) بالكميات التالية: 0.3، 0.6، 1.0، 2.0، 4.0، 6.0 مل، على التوالي. يتم قياس pH للمحاليل و حالما تصل إلى شروط مشابهة لمحلول العينة يتم إضافة حمض الأزوت ثم ضبط الحجم بإضافة الماء.



- (4) قياس الامتصاصية الضوئية للعينات يمكن الحصول على تركيز كل من محلول الشاهد و محلول العينة (µg Pb/mL) بعد قياس الامتصاصية الضوئية لكل منها.

### (4) حساب تركيز الرصاص في الهواء

#### ① حساب تركيز الرصاص في الهواء

يتم حساب تركيز الرصاص في الهواء باستخدام المعادلة التالية:

$$C = \frac{(Ms - Mb) \times E \times S}{s \times V_{20}}$$

في هذه المعادلة:

C: تركيز الرصاص في الهواء (µg Pb/mL)

Ms: تركيز الرصاص في محلول العينة ( $\mu\text{g Pb/mL}$ )  
Mb: تركيز الرصاص في محلول الشاهد ( $\mu\text{g Pb/mL}$ )  
E: كمية محلول العينة الناتجة بطريقة التحضير المشروحة في الفقرة "(2) تحضير العينات" (mL)  
S: مساحة الفلتر الورقي الذي تم استخدامه أثناء الاعتيان ( $\text{cm}^2$ )  
s: مساحة الجزء من الفلتر الورقي، فلتر الاعتيان، الذي تم استخدامه لغرض التحليل ( $\text{cm}^2$ )  
V<sub>20</sub>: الحجم الإجمالي للهواء المسحوب أثناء الاعتيان، عند الشروط النظامية: 760 mmHg, 20 °C ( $\text{m}^3$ )

نقاط اعتبارية:

(ملاحظة 1): تجنب سقوط الغبار المتجمع على الفلتر، و تأكد من عدم وجود مخلفات في وعاء الحفظ.  
(ملاحظة 2): يجب تنظيف wash dish و وعاء الحفظ، و تأكد من عدم تلوثها خلال عملية التحليل.

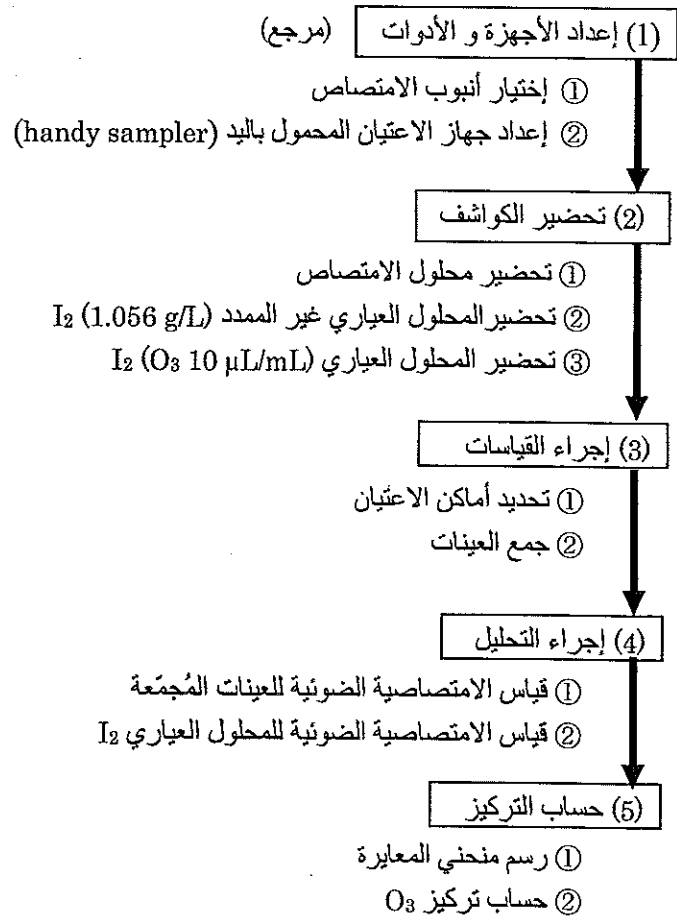
إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-06  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
الأوزون (O<sub>3</sub>)

تحليل جودة الهواء

إجراءات التشغيل القياسية (SOP) (جودة الهواء)	تاريخ الإعداد
--	---------------

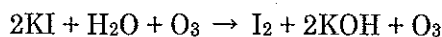
المركب موضوع القياس	الأوزون ( $O_3$ )
طريقة القياس	يود البوتاسيوم المعتدل (Neutral Potassium Iodide)

1- مخطط القياس و البنود الرئيسية



2- مبدأ القياس

إن يود البوتاسيوم (potassium iodine (KI) يطلق اليود ( $I_2$ ) بالتناسب مع تركيز الأوزون ( $O_3$ ). يمكن معرفة كمية الأوزون من خلال قياس الامتصاصية الضوئية لليود الأصفر اللون. بشكل أساسي، يتم إطلاق 1 مول من اليود لأجل 1 مول من الأوزون:

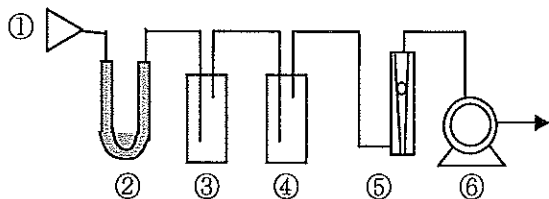


إذا كان هواء العتيان يحتوي على  $SO_2$ ، فإن إطلاق اليود سوف ينقص، لذلك، نقوم بنشر ثلاثي أكسيد الكروم على فلتر ورقي و نضعه في وعاء الأكسدة، و بالتالي نضمن التخلص من التأثير السلبي لـ  $SO_2$ .

3- الكواشف، الأجهزة و المواد

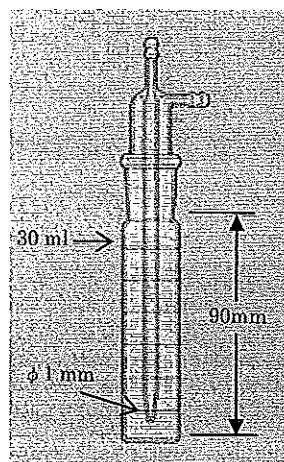
[الكواشف]	الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية
Potassium dihydrogenphosphate ( $KH_2PO_4$ )	13.6 غ	أنبوب امتصاص ذي الفوهة (nozzle)	2
Disodium hydrogenphosphate ( $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ )	14.20 غ	مقياس تدفق (1~2 ل/د)	1
يود البوتاسيوم (KI)	10.0 غ	وعاء أكسدة (فلتر ورقي يُنشر عليه ثلاثي أكسيد الكروم)	1
يود ( $I_2$ )	16 غ	مضخة سحب	1
ثلاثي أكسيد الكروم ( $CrO_3$ )	<u>1.056 غ</u>	بيشر 500 مل	1
حمض الكبريت (مُرَكَّز) ( $H_2SO_4$ )	0.7 مل	بيشر 200 مل	1
		بالون معايرة حجمي 1 ل	1
		بالون معايرة حجمي 500 مل	1
		بالون معايرة حجمي 100 مل	1
		بالون معايرة حجمي 25 مل	1
		ماصّة ذات انتفاخ 10 مل	6
		ماصّة ذات انتفاخ 5 مل	1
		ماصّة مُدرّجة 1 مل	1
		مقياس الطيف الضوئي (طول موجة 362 نانومتر) (spectrophotometer)	1

4- بنية جهاز العتيان



- ① فلتر  
② وعاء الأكسدة  
③ أنبوب الامتصاص  
④ أنبوب الحماية  
⑤ مقياس تدفق  
⑥ مضخة

الشكل (1) جهاز العتيان



الشكل (2) أنبوب الامتصاص نوع الفوهة



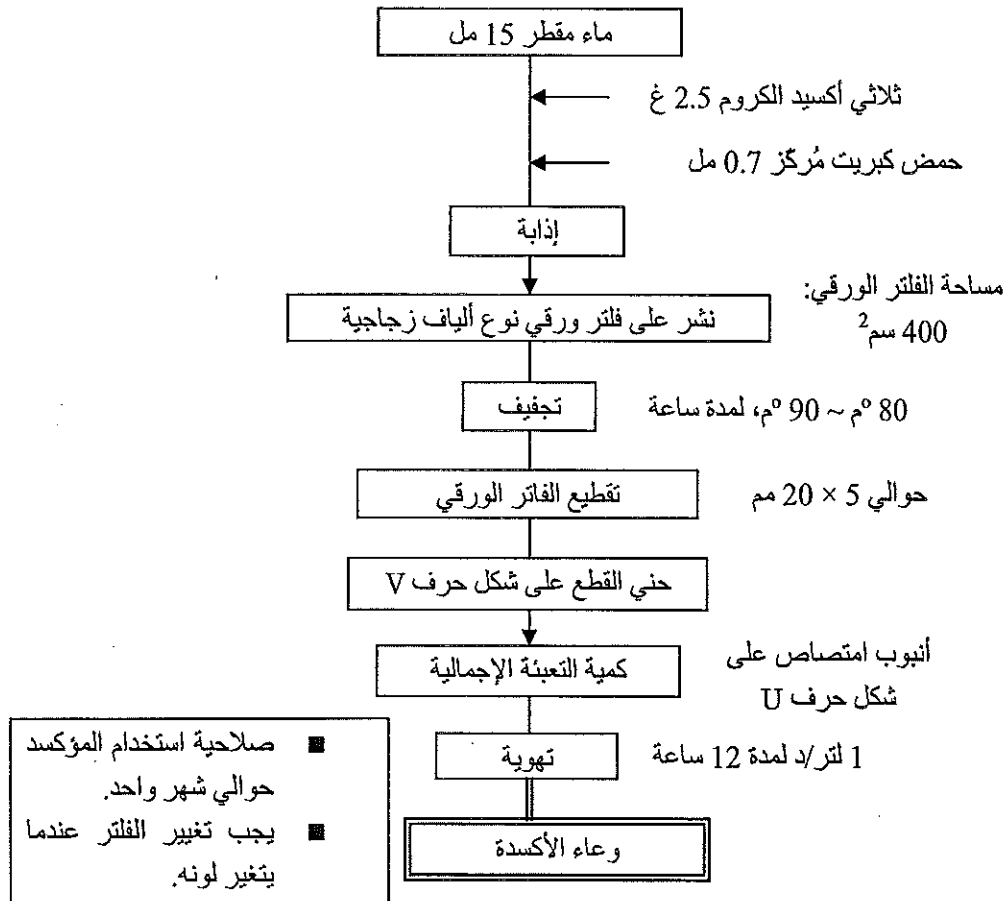
(1) إعداد الأجهزة و الأدوات

① إختيار أنبوب الامتصاص

كما هو مبين في الشكل (2) فإن أنبوب الامتصاص من نوع الفوهة (nozzle) و مصنوع من الزجاج. إن غطاء أنبوب الامتصاص مصنوع من رقائق الألمنيوم.

② إعداد وعاء الأكسدة (نشر ثلاثي أكسيد الكروم على فلتر الورقي)

إن غازاً حمض الكبريتي ( $H_2SO_3$ )، بالإضافة إلى مركبات أخرى، يسبب الإرجاع (مادة مرجعة) ، أي أنها تؤدي إلى تخفيض تركيز الأوزون. لذلك يتم التخلص من تأثير غاز حمض الكبريتي باستخدام وعاء الأكسدة. يتم إشباع فلتر ورقي من نوع الألياف الزجاجية (fiber glass filter) بمادة ثلاثي أكسيد الكروم، ثم يوضع الفلتر في وعاء الأكسدة. الترتيب المثالي هو وضع المؤكسد في وعاء على شكل حرف U و بحجم 140 مل. للسهولة، يمكن استخدام أنبوب زجاجي على شكل سلندر (قطر 15 مم و طول 300 مم) كوعاء أكسدة.

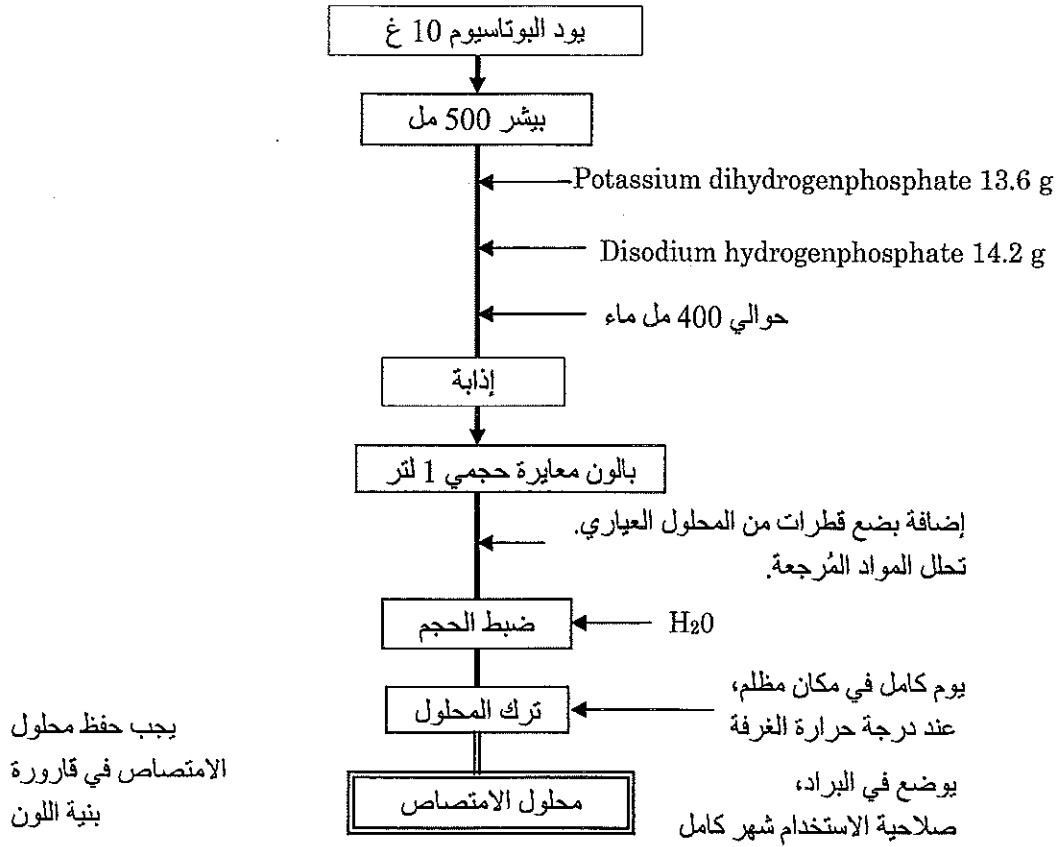


• في حال استخدام أنبوب زجاجي على شكل سلندر لتعبئة المؤكسد (قطر 15 مم و طول 300 مم) فيتم تقطيع الفلتر الورقي إلى قطع طويلة و ضيقة ثم توضع في السلندر.

③ إعداد جهاز الاعتيان المحمول باليد

يبدأ إعداد جهاز الاعتيان بعد الانتهاء من شحنه كهربائياً (في حال عدم توفر مصدر كهربائي في موقع الاعتيان).

(2) تحضير الكواشف (ملاحظة 2) -  
 ① تحضير سائل الامتصاص  
 تحضير محلول يود البوتاسيوم المعتدل 1 %



② تحضير محلول اليود العياري

(a) تحضير محلول اليود العياري غير الممدد (100 µL O<sub>3</sub>/mL)

يتم وضع 16 غ من يود البوتاسيوم في بيشر 200 مل و إضافة حوالي 100 مل من الماء لأجل الإذابة. بعد ذلك نقوم بوزن 1.056 غ (بدقة) من اليود ثم نضيفها إلى البيشر لأجل الإذابة. يتم وضع المحلول الناتج في بالون معايرة حجمي 1000 مل و ضبط الحجم (لغاية 1000 مل) بإضافة الماء. إنَّ استقرارية المحلول هي لمدة 90 يوم.

Molecular weight of I<sub>2</sub> is 253.81 g/mol

1 mol of Iodine (I<sub>2</sub>) = 1 mol of ozone (O<sub>3</sub>) = 24.04 L (at 760 mmHg and 20 °C)

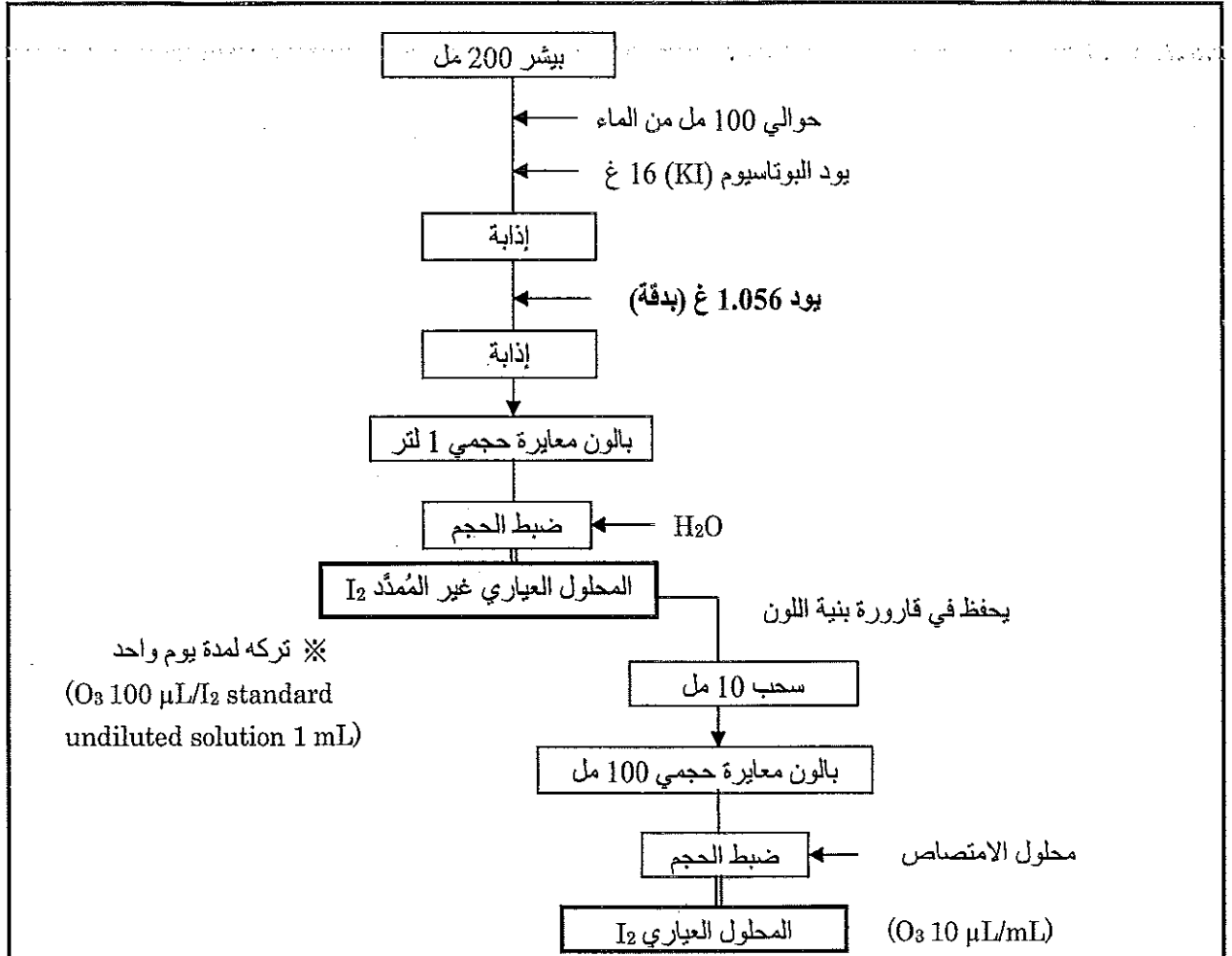
$$\frac{253.81 \text{ g} \times 10^{-1}}{24.04 \text{ L}} = 1.056 \text{ g (I}_2\text{)}$$

$$\text{Thus, } 1.056 \text{ g} / 1000 \text{ mL} = 100 \text{ } \mu\text{L O}_3\text{/mL}$$

(b) تحضير محلول اليود العياري (0.1056 g/1000 mL)

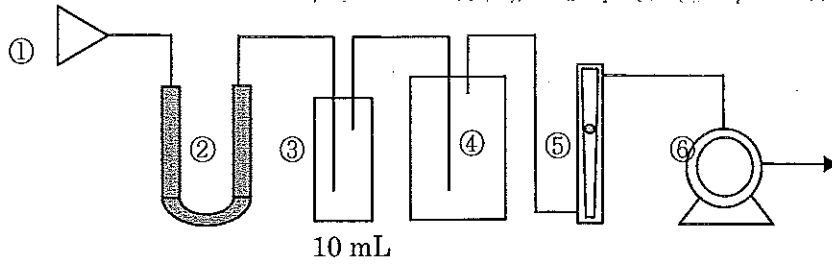
يتم وضع 10 مل من محلول اليود العياري غير الممدد في بالون معايرة حجمي 100 مل، و يُمدد بإضافة عشرة أمثاله من محلول الامتصاص (100 مل)، فنحصل على المحلول العياري.

Standard solution 1 mL = 10 µL O<sub>3</sub> (20 °C, 760 mmHg)



### (3) إجراء القياسات

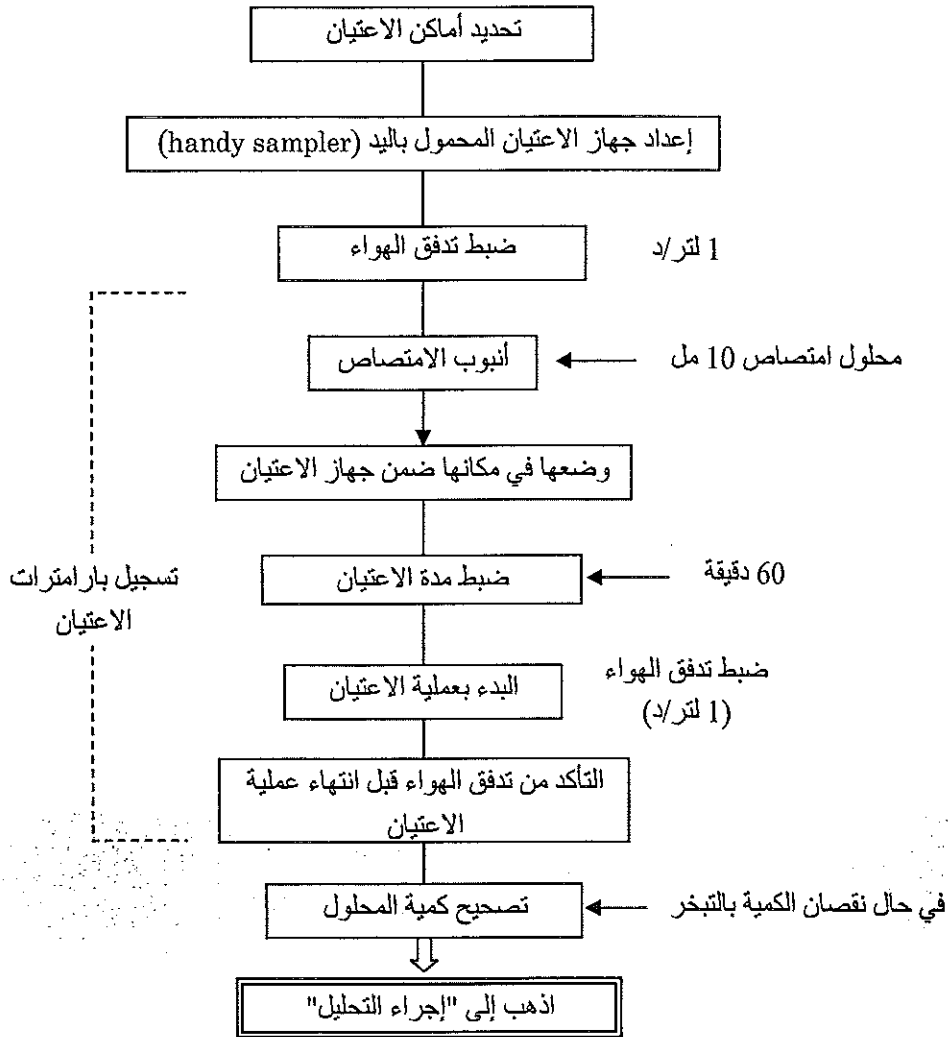
- ① تحديد أماكن الاعتيان  
لكي تتجنب التأثير الطبرغرافي و التطبيقات الإنشائية يجب أن يتم إختيار موقع القياس (الاعتيان) بحيث يضمن وثوقية العمل.  
يجب أن يكون مدخل الاعتيان على ارتفاع 1.5 ~ 10 م من سطح الأرض.
- ② جمع العينات (القيام بعملية الاعتيان)  
يتم جمع العينات من خلال الترتيب التالي:  
(a) ① الفلتر، ② وعاء الأكسدة، ③ أنبوب الامتصاص (الفوهة)، ④ أنبوب الحماية، ⑤ مقياس التدفق، ⑥ مضخة السحب.  
(في حال استخدام جهاز الاعتيان المحمول باليد فإن أجزاء الجهاز تكون مُجمعة).  
(b) يتم وضع مقدار 10 مل (بدقة) من محلول الامتصاص في كل من أنبوبي الامتصاص.  
(c) اضبط تدفق هواء الاعتيان على القيمة 1 لتر/د. تستمر عملية الاعتيان حتى يتغير لون المحلول بشكل ملحوظ (حوالي 60 دقيقة). (يجب تسجيل كمية الهواء المسحوبة كما يجب تسجيل درجة حرارة الهواء و الضغط في حال كانتا مختلفتين بشكل كبير عن 20 °C, 760 mmHg).



■ يتم امتصاص الأوزون في أنبوب الامتصاص، و نتيجة لذلك يتحول لون المحلول إلى الأصفر.

### ③ إجراء تحليل لمحاليل العينات

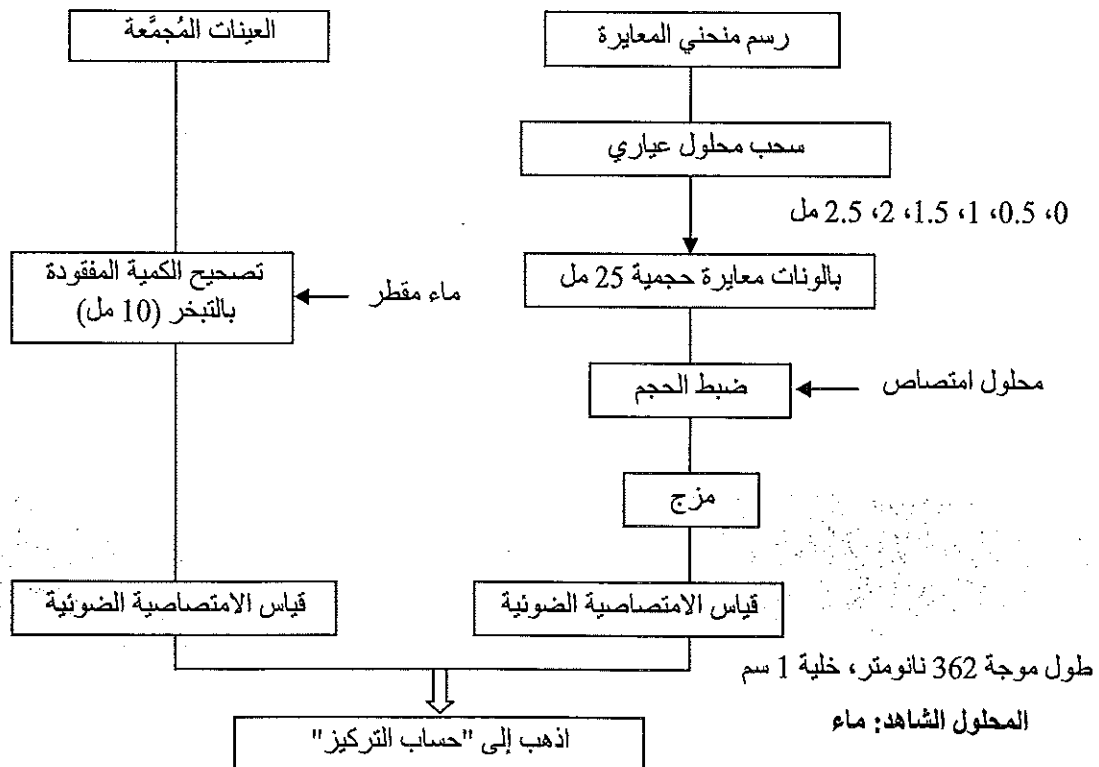
أثناء عملية الاعتيان و مرور الهواء ضمن محلول الامتصاص يتغير اللون إلى الأصفر نتيجة لامتصاص الأوزون. تتم عملية تحول اللون بسرعة عند درجة الحرارة الطبيعية.  
يُفضل قياس الامتصاصية الضوئية خلال مدة أقل من 60 دقيقة بعد الانتهاء من عملية الاعتيان. في حال نقصان كمية محلول العينة بسبب التبخر، يمكن تعويضها بإضافة ماء مقطر (10 مل).



#### (4) إجراء التحليل

- ① قياس الامتصاصية الضوئية للعينات المُجمّعة
- يجب وضع أغطية على الخلايا التي توضع فيها كميات من محلول العينات، ثم توضع كل خلية في مكانها ضمن حامل الخلايا في جهاز مقياس الطيف الضوئي (spectrophotometer). بعدها نقوم بقياس الامتصاصية الضوئية عند طول موجة 362 نانومتر (الخلية الشاهد تحوي ماء مقطر).
- ② قياس الامتصاصية الضوئية للمحلول العياري  $I_2$  و رسم منحنى المعايرة
- (a) قم بترتيب بالونات معايرة حجمية 25 مل، و ضع كمية من المحلول العياري  $I_2$  فيها وفق الترتيب التالي: 0، 0.5، 1، 1.5، 2، 2.5 مل. ثم أضف كمية من محلول الامتصاص في كل بالون معايرة حتى الحجم 25 مل.
- 1 مل من المحلول العياري  $I_2$  يحتوي على 10 ميكرو لتر من  $O_8$  ( $20^\circ C$ , 760mmHg)
- (b) قم بمزج المحلول جيداً في كل بالون معايرة على حدة. قم بعدها بقياس الامتصاصية الضوئية عند طول موجة 362 نانومتر. (لا توجد ضرورة لترك المحاليل فترة من الزمن قبل قياس الامتصاصية الضوئية).
- (c) يتم الحصول على منحنى المعايرة من خلال رسم العلاقة بين كمية الأوزون بالواحدة ميكرو لتر في 10 مل من كل محلول من المحاليل الموجودة في بالونات المعايرة و قيمة الامتصاصية الضوئية الموافقة لكل محلول.

المحلول العياري $I_2$	0 مل	0.5 مل	1 مل	1.5 مل	2 مل	2.5 مل
كمية $O_8$ في المحلول العياري	0 $\mu L$	5 $\mu L$	10 $\mu L$	15 $\mu L$	20 $\mu L$	25 $\mu L$
كمية $O_8$ في المحلول العياري بعد إضافة محلول امتصاص لغاية 25 مل	0 $\mu L$	5 $\mu L$	10 $\mu L$	15 $\mu L$	20 $\mu L$	25 $\mu L$
كمية $O_8$ في 10 مل من المحلول المذكور أعلاه	0 $\mu L$	2 $\mu L$	4 $\mu L$	6 $\mu L$	8 $\mu L$	10 $\mu L$
الامتصاصية الضوئية						



(5) حساب التركيز

① حساب تركيز  $O_3$

يتم قياس الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص الموجود في أنبوب الامتصاص بعد عملية الاعتيان، و بمساعدة القيمة المقاسة يمكن الحصول على تركيز  $O_3$ .

من خلال منحنى المعايرة نجد كمية المحلول العياري  $I_2$  (mL) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1. نضرب القيمة التي نحصل عليها بـ 4 لنحصل على البارامتر M في المعادلة أدناه. بدلاً من استخدام كمية المحلول العياري  $I_2$  يمكن كحل آخر أن نجد كمية  $O_3$  ( $\mu\text{L}$ ) في 10 مل من المحلول (بعد إضافة محلول الامتصاص) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1 من خلال القراءة المباشرة من منحنى المعايرة.

إن البارامتر M يعبر عن كمية  $O_3$  ( $\mu\text{L}$ ) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1 لكمية 10 مل من محلول الامتصاص (انظر الشكل أدناه).

$$(M = ? \mu\text{L } O_3 \text{ corresponds to Abs} = 1.000)$$

تستخدم المعادلة التالية لحساب التركيز:

$$\text{تركيز } O_3 \text{ (ppm)} = \text{الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص (القيمة المُصححة)} \times \frac{M}{V}$$

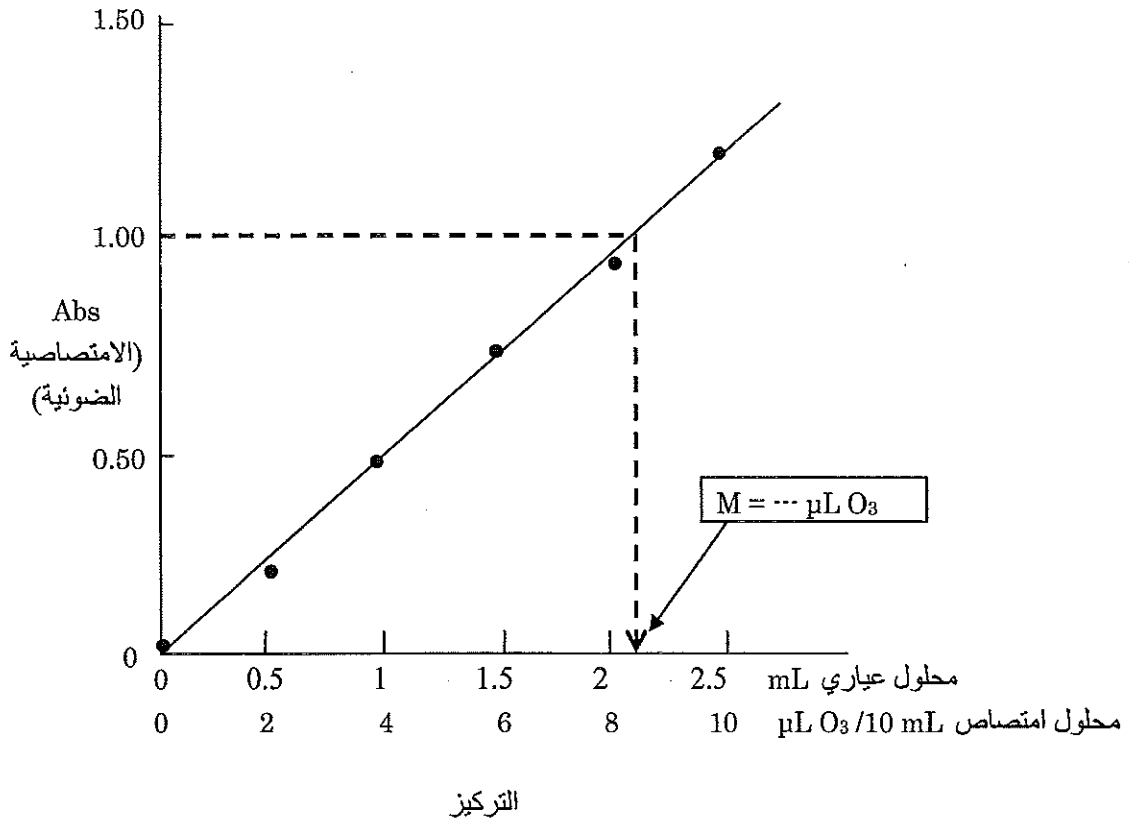
في هذه المعادلة:

V: كمية الهواء المسحوبة خلال عملية الاعتيان (لتر).

القيمة المُصححة = (الامتصاصية الضوئية لمحلول العينة) - (الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص)

(شرح):

لأجل السهولة (convenience) يتم حساب حجم الغاز عند الشروط النظامية (ضغط 760 mmHg، و درجة حرارة  $20^\circ\text{C}$ ). بناءً عليه، فإن حجم 1 مول من الغاز المثالي يعادل 24.04 لتر. (يصبح الحجم 24.47 لتر عند درجة حرارة  $25^\circ\text{C}$ ، و نفس الضغط). بالتعبير عن كمية هواء الاعتيان بالواحدة لتر، فإن الكمية المُجمعة من  $O_3$  يُعبر عنها بالواحدة  $\mu\text{L}$ .



#### نقاط اعتبارية:

شرح و ملاحظات:

- إنَّ غازات الأوكسدة O<sub>3</sub>, NO<sub>2</sub>, PAN تدعى O<sub>x</sub>.
- إنَّ حساسية (دقة) نظام القياس هي 0.01 ppm عند تدفق هواء قدره 1 لتر/د و زمن اعتيان قدره 60 دقيقة.
- You do not need to standardize the iodine standard solution if you accurately collect iodine.
- (ملاحظة 1) استخدام أنبوب الامتصاص الفقاعي (bubbler) عوضاً عن أنبوب الامتصاص ذي الفوهة (Nozzle) يؤدي إلى تخفيض تركيز O<sub>3</sub> بعد الانتهاء من الاعتيان.
- (ملاحظة 2) يجب الانتباه إلى مدة الاعتيان الطويلة. مدة الاعتيان المفضلة هي ساعة واحدة.
- (ملاحظة 3) عند القيام بعملية الاعتيان تجنب تعريض محلول الامتصاص لأشعة الشمس المباشرة.
- (ملاحظة 4) بالإضافة إلى O<sub>3</sub>، يطلق محلول الامتصاص كل من Cl<sub>2</sub> و PAN و أكسيد اليود العضوي. إنَّ المركب NO<sub>2</sub> يؤدي إلى تخفيض التركيز في حدود 10 %. على كل حال، بالأخذ بعين الاعتبار إلى التأثير على جسم الإنسان فهناك وجهة نظر بأن لا فارق بين المواد المذكورة أعلاه.
- (ملاحظة 5) إذا كان هناك اتصال مباشر بين هواء الاعتيان و أنبوب السيلكون، فيجب الانتباه إلى أنَّ الأوزون يتحلل بشكل جزئي. لذلك، إذا لم يكن هناك مادة أخرى غير السيلكون فيجب أن يكون الأنبوب قصيراً قدر الإمكان (مادة التفلون هي الأفضل).
- (ملاحظة 6) تتم إضافة كمية قليلة جداً من المحلول العياري، قطرة قطرة، إلى محلول الامتصاص المُحضّر. يجب أن تتوقف عملية الإضافة حالما يحدث أقل تغير ملحوظ في اللون، و بعدها اترك المحلول لمدة 12 ساعة تقريباً.

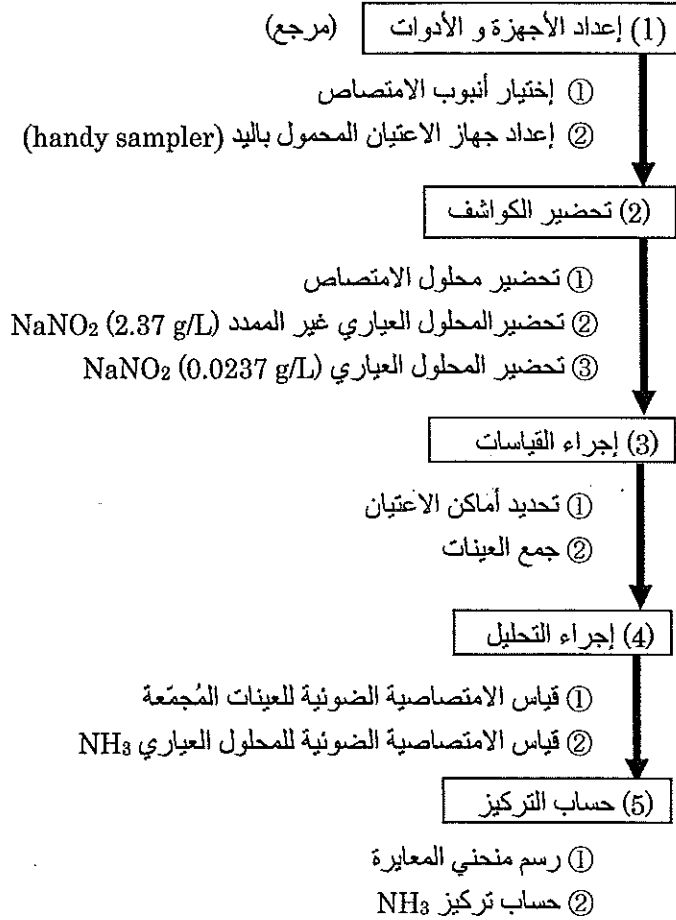
إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-07  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
الأمونيا (NH<sub>3</sub>)

تحليل جودة الهواء



المركب موضوع القياس	الأمونيا (NH <sub>3</sub> )
طريقة القياس	نسلر (Nessler)

## 1- مخطط القياس و البنود الرئيسية



الطريقتان التاليتان تستخدمان لقياس تركيز الأمونيا:

① نسلر (Nessler)

② اندوفينول (Indophenol)

تم اعتماد طريقة Nessler في إجراءات التشغيل القياسية (SOP) الحالية.

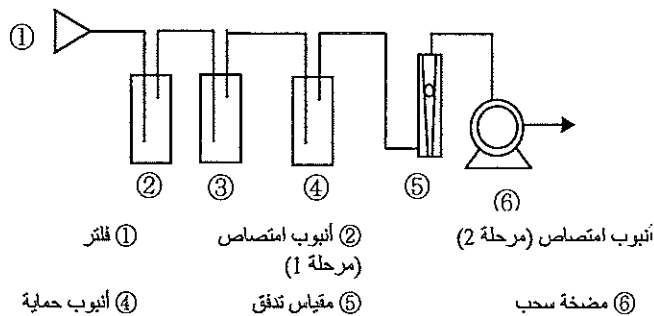
2- مبدأ القياس

تتفاعل الأمونيا مع الكاشف نسلر، و بالتالي يتحول لون المحلول إلى الأصفر متناسبا مع التركيز. بقياس الامتصاصية الضوئية للمحلول الذي تلون بالأصفر يمكن معرفة تركيز الأمونيا. إذا امتزج مع محلول العينة 100 ضعف أو أكثر من Nitrous acid ion أو sulfide ion، فإن الامتصاصية الضوئية للأمونيا تصبح كبيرة. في حال وجود الفورم ألدهيد (formaldehyde)، فإن الامتصاصية الضوئية للأمونيا تصبح صغيرة. إذا تمت عملية الاعتيان في منطقة لا تتواجد فيها هذه المواد، لن تظهر أية مشكلة.

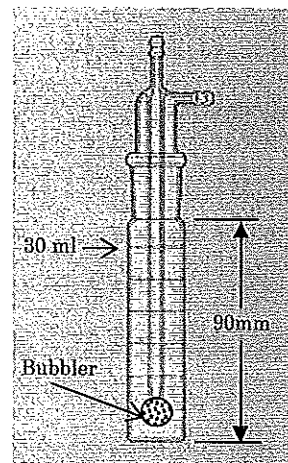
3- الكواشف، الأجهزة و المواد

[الكواشف]	الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية
يود البوتاسيوم (KI)	5 غ	أنبوب امتصاص ذي النوع الفقاعي (bubbler)	2
كلور الزئبق ( $HgCl_2$ )	2.5 غ	مقياس تدفق (0.2 ~ 1 ل/د)	1
هيدروكسيد البوتاسيوم (KOH) (أو كاشف نسلر)	15 غ	مضخة سحب	1
طرطرات الصوديوم و البوتاسيوم ( $COOKCHOH \cdot CHOHCOONa \cdot 4H_2O$ )	50 غ	بيشر 1000 مل	1
حمض البور ( $H_3BO_3$ )	2.5 غ	بيشر 200 مل	3
		بيشر 50 مل	1
		بالون معايرة حجمي 1 ل	2
		ماصّة ذات انتفاخ 10 مل	1
		ماصّة مُدرّجة 10 مل	1
		ماصّة مُدرّجة 5 مل	1
		أنبوب اختبار 25 مل	6
		مقياس الطيف الضوئي (طول موجة 400 نانومتر) (spectrophotometer)	1

4- بنية جهاز الاعتيان



الشكل (1) جهاز الاعتيان



الشكل (2) أنبوب الامتصاص الفقاعي

(1) إعداد الأجهزة و الأدوات

① إختيار أنبوب الامتصاص

كما هو مبين في الشكل (2) فإن أنبوب الامتصاص من النوع الفقاعي (bubble) و مصنوع من الزجاج. يوجد أنبوبا امتصاص متصلان على التسلسل (يتم سحب هواء الاعتيان إلى داخل الأنبوب الأول ليتابع طريقه إلى الأنبوب الثاني).

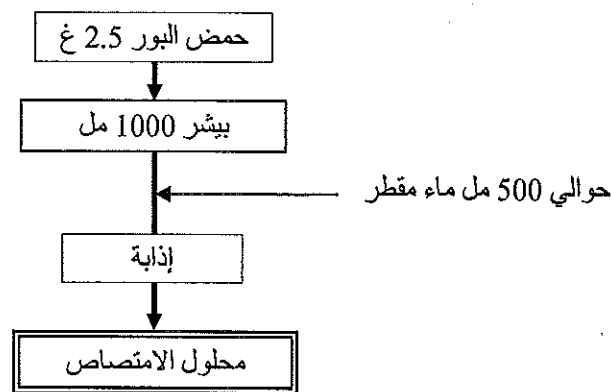
② إعداد جهاز الاعتيان المحمول باليد

يبدأ إعداد جهاز الاعتيان بعد الانتهاء من شحنه كهربائياً (في حال عدم توفر مصدر كهربائي في موقع الاعتيان).

(2) تحضير الكواشف (ملاحظة 2)

① تحضير محلول الامتصاص

يتم وزن 2.5 غ من حمض البور (boric acid) و إذابته في ماء مقطر لغاية الحجم 500 مل.

② تحضير المحلول العياري كبريتات الأمونيوم  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 

(a) تحضير المحلول العياري غير الممدد كبريتات الأمونيوم (2.745 g/L)

يتم تجفيف 2.745 غ من كبريتات الأمونيوم عند درجة حرارة  $130^\circ\text{C}$ ، و توضع في بيشر حجمه 200 مل. ثم تتم إذابتها في 100 مل (تقريباً) من الماء المقطر. بعد ذلك يتم وضع المحلول في بالون معايرة حجمي 1000 مل و يضبط الحجم لغاية 1000 مل بإضافة الماء المقطر. تركيز المحلول الناتج هو:  $1000 \mu\text{L NH}_3/\text{mL}$ .

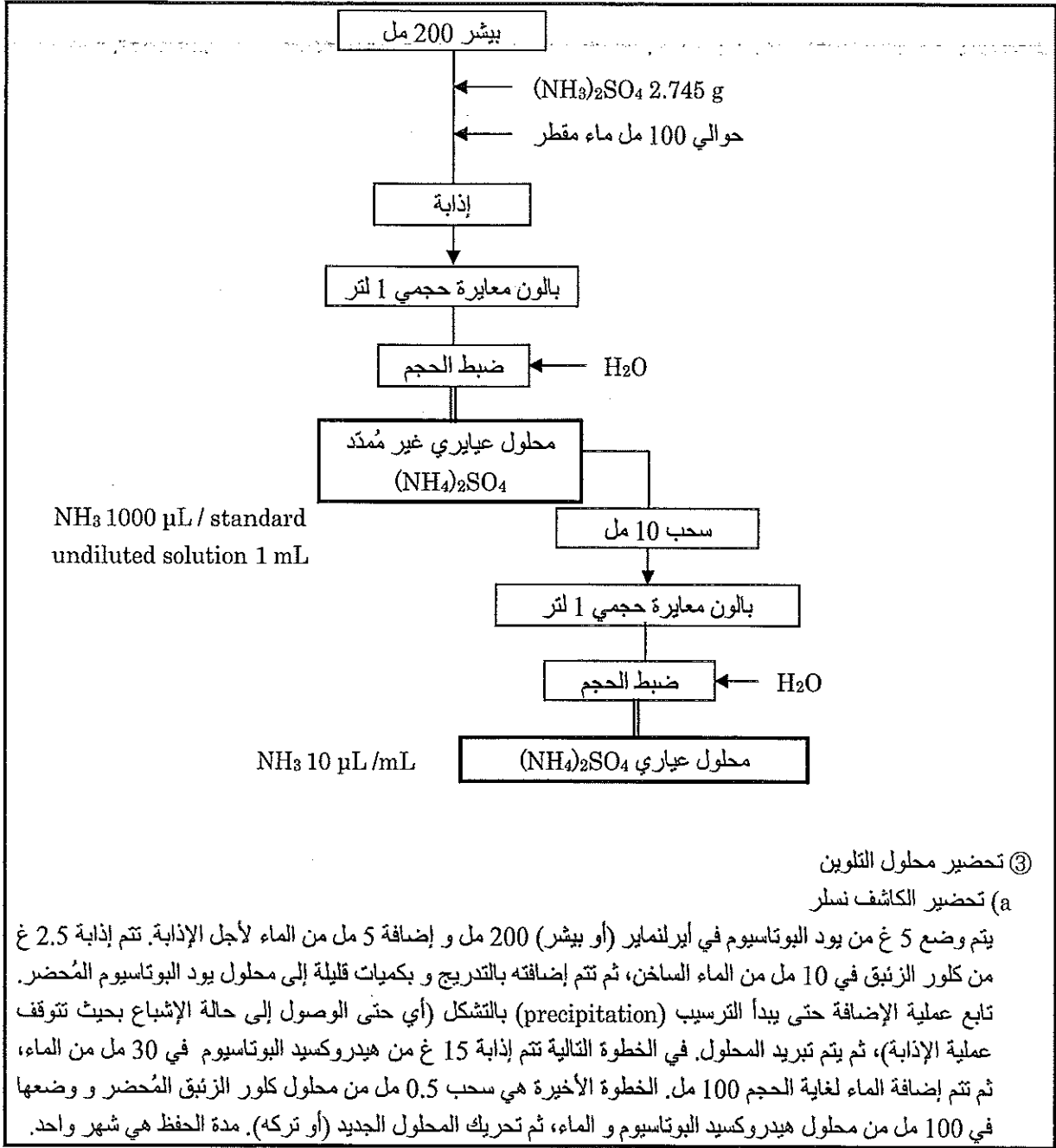
Molecular weight of ammonium sulfate,  $(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4$ , is 132 g/mol1 mol of  $(\text{NH}_3)_2\text{SO}_4 = 2 \text{ mol of NH}_3 = 24.04 \text{ L} \times 2$  (at 760 mmHg and  $20^\circ\text{C}$ )

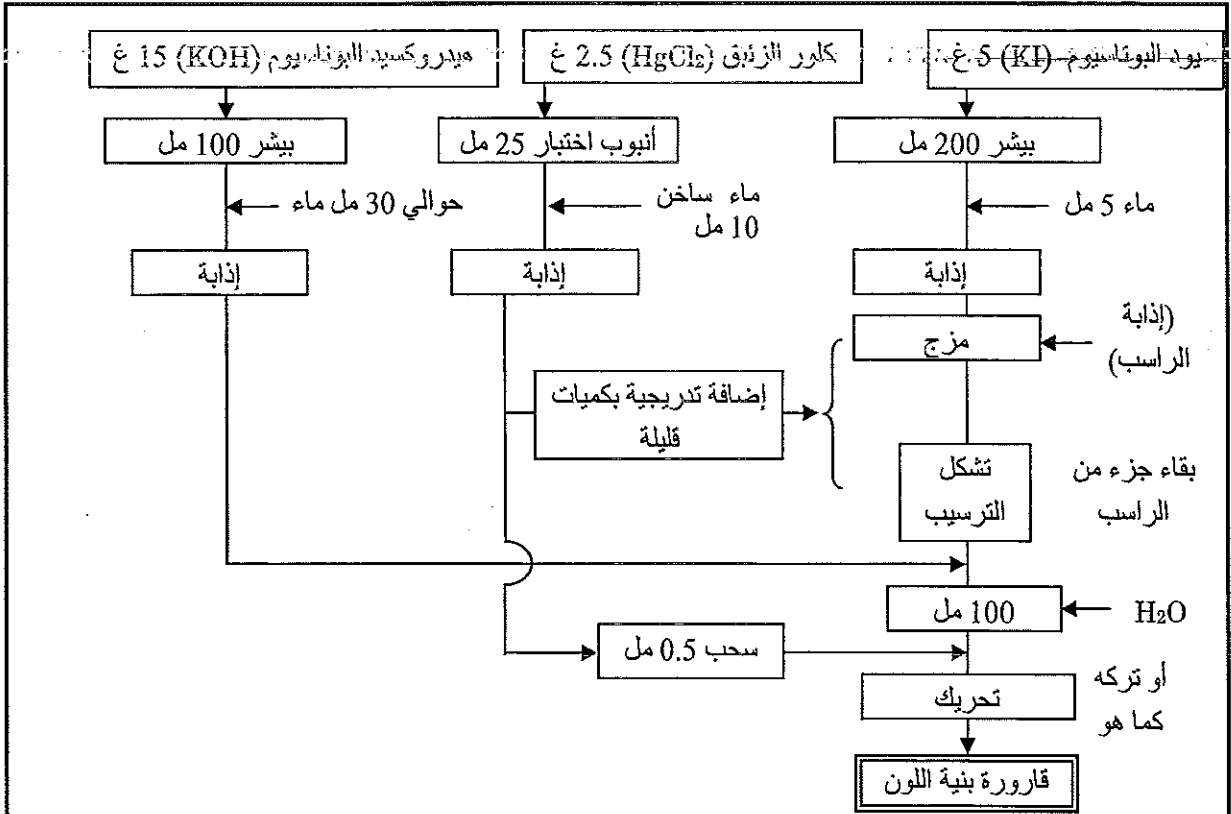
$$\frac{132 \text{ g}}{24.04 \text{ L} \times 2} = 2.745 \text{ g } ((\text{NH}_3)_2\text{SO}_4)$$

Thus,  $2.745 \text{ g} / 1000 \text{ mL} = 1000 \mu\text{L NH}_3/\text{mL}$ (b) تحضير المحلول العياري كبريتات الأمونيوم ( $10 \mu\text{L NH}_3/\text{mL}$ )

يتم وضع 10 مل من المحلول العياري غير الممدد كبريتات الأمونيوم في بالون معايرة حجمي 1000 مل، ثم يُضاف 100 ضعف من الماء المقطر لأجل عملية التمديد. نحصل بالتالي على محلول عياري ذي التركيز  $10 \mu\text{L NH}_3/\text{mL}$ :

Standard solution 1 mL =  $10 \mu\text{L NH}_3$  ( $20^\circ\text{C}$ , 760 mmHg)





- ❖ يمكن شراء الكاشف نسلر من السوق المحلية.
- ❖ يمكن حفظ الكاشف نسلر لمدة شهر واحد.

#### ملاحظة علمية:

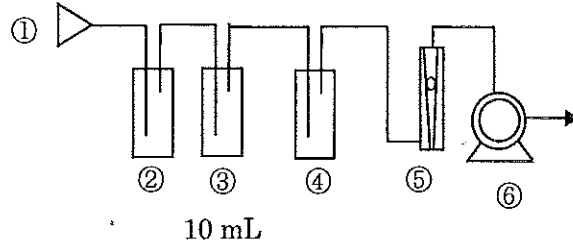
في تفاعلات الترسيب، يتفاعل مركبان شارديان قابلان للإنحلال و يشكلان مركباً غير قابل للإنحلال يدعى راسب (precipitant). عندما يتم مزج محاليل من هذا النوع الشاردي، تتصادم الأيونات و تلتصق معاً بحيث تظهر على شكل جسم صلب ضمن المحلول.

(b) محلول أملاح روشيل (Rochelle salt solution) يتم إذابة 50 غ من طرطرات الصوديوم و البوتاسيوم في 100 مل من الماء.

#### (3) إجراء القياسات

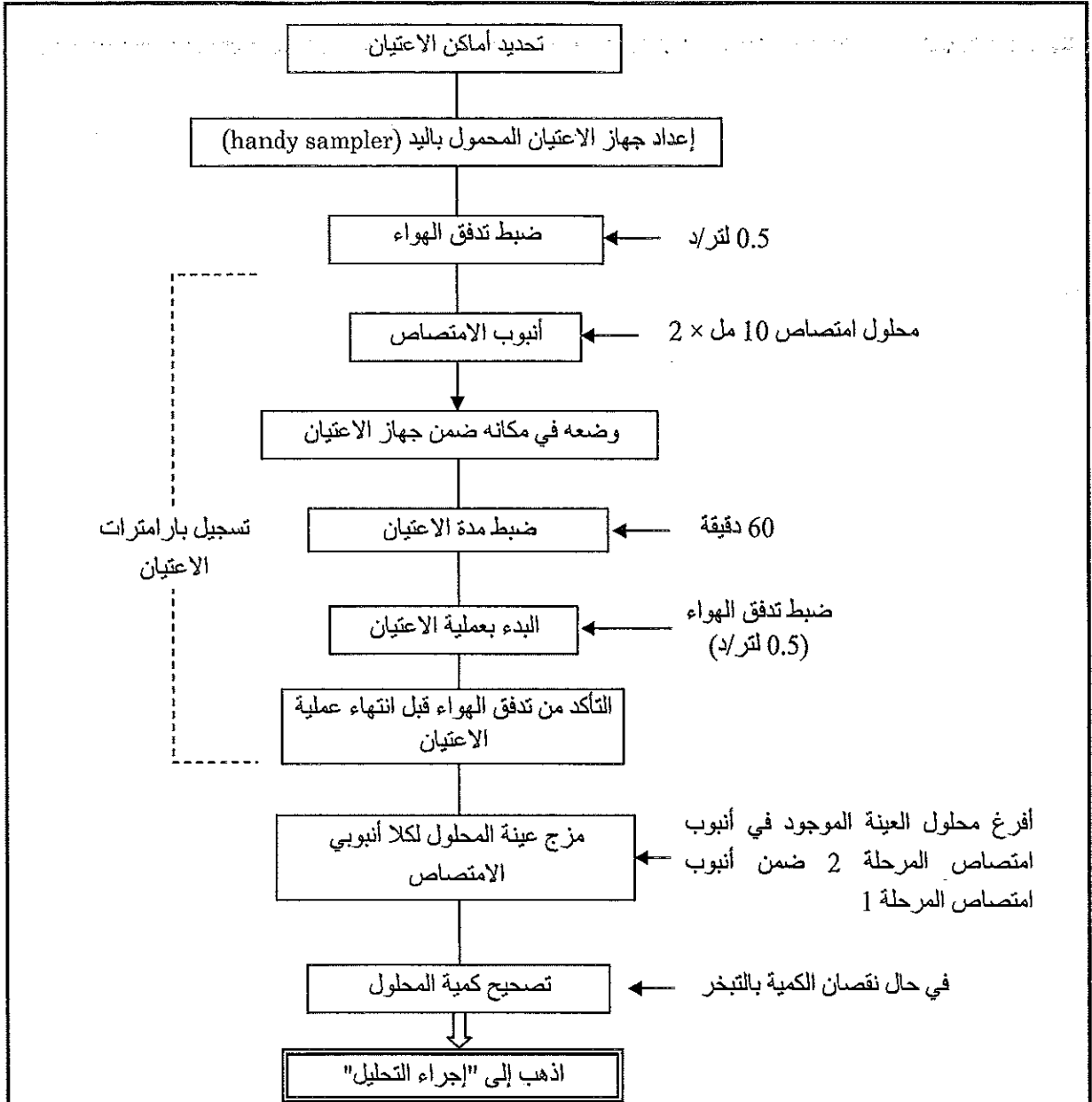
- ① تحديد أماكن الاعتيان  
لكي نتجنب التأثير الطبرغرافي و التطبيقات الإنشائية يجب أن يتم إختيار موقع القياس (الاعتيان) بحيث يضمن وثوقية العمل. يجب أن يكون مدخل الاعتيان على ارتفاع 1.5 ~ 10 م من سطح الأرض.
- ② جمع العينات (القيام بعملية الاعتيان)  
يتم جمع العينات من خلال الترتيب التالي:  
(a) ① الفلتر، ② أنبوب الامتصاص (الفقاعي)، ③ أنبوب الامتصاص (الفقاعي)، ④ أنبوب الحماية، ⑤ مقياس التدفق، ⑥ مضخة السحب.  
(في حال استخدام جهاز الاعتيان المحمول باليد فإن أجزاء الجهاز تكون مٌجمعة).  
(b) يتم وضع مقدار 10 مل (بدقة) من محلول الامتصاص في كل من أنبوبي الامتصاص.

(C) يتم ضبط تدفق هواء الإعتيان على القيمة 0.5 لتر/د. تستمر عملية الاعتيان حتى يتغير لون المحلول بشكل ملحوظ (حوالي 60 دقيقة). (يجب تسجيل كمية الهواء المسحوبة كما يجب تسجيل درجة حرارة الهواء و الضغط في حال كانتا مختلفتين بشكل كبير عن 20 °C, 760 mmHg).



### ③ إجراء تحليل لمحاليل العينات

يتم امتصاص الأمونيا من قبل محلول الامتصاص عبر تمرير هواء الاعتيان فيه حيث يُستخدم أنبوا امتصاص. عند إجراء التحليل يتم إفراغ محلول العينة الموجود في أنبوب امتصاص المرحلة 2 ضمن أنبوب امتصاص المرحلة 1. و بذلك تصبح الكمية الإجمالية لمحلول العينة 20 مل. في حال حصل نقص في كمية محلول العينة بسبب التبخر، يمكن تعويضها بإضافة ماء مقطر لغاية 20 مل.



#### (4) إجراء التحليل

##### ① قياس الامتصاصية الضوئية للعينات المُجمعة

أضف 0.5 مل من طرطرات البوتاسيوم و الصوديوم و 0.5 مل من الكاشف نسلر إلى 20 مل من محلول العينة الذي قام بامتصاص الأمونيا. انتظر لمدة 10 دقائق ثم قم بقياس الامتصاصية الضوئية عند طول موجة 400 نانومتر (الخلية الشاهد تحوي ماء مقطر).

##### ② قياس الامتصاصية الضوئية للمحلول العياري $(NH_3)_2SO_4$ و رسم منحنى المعايرة

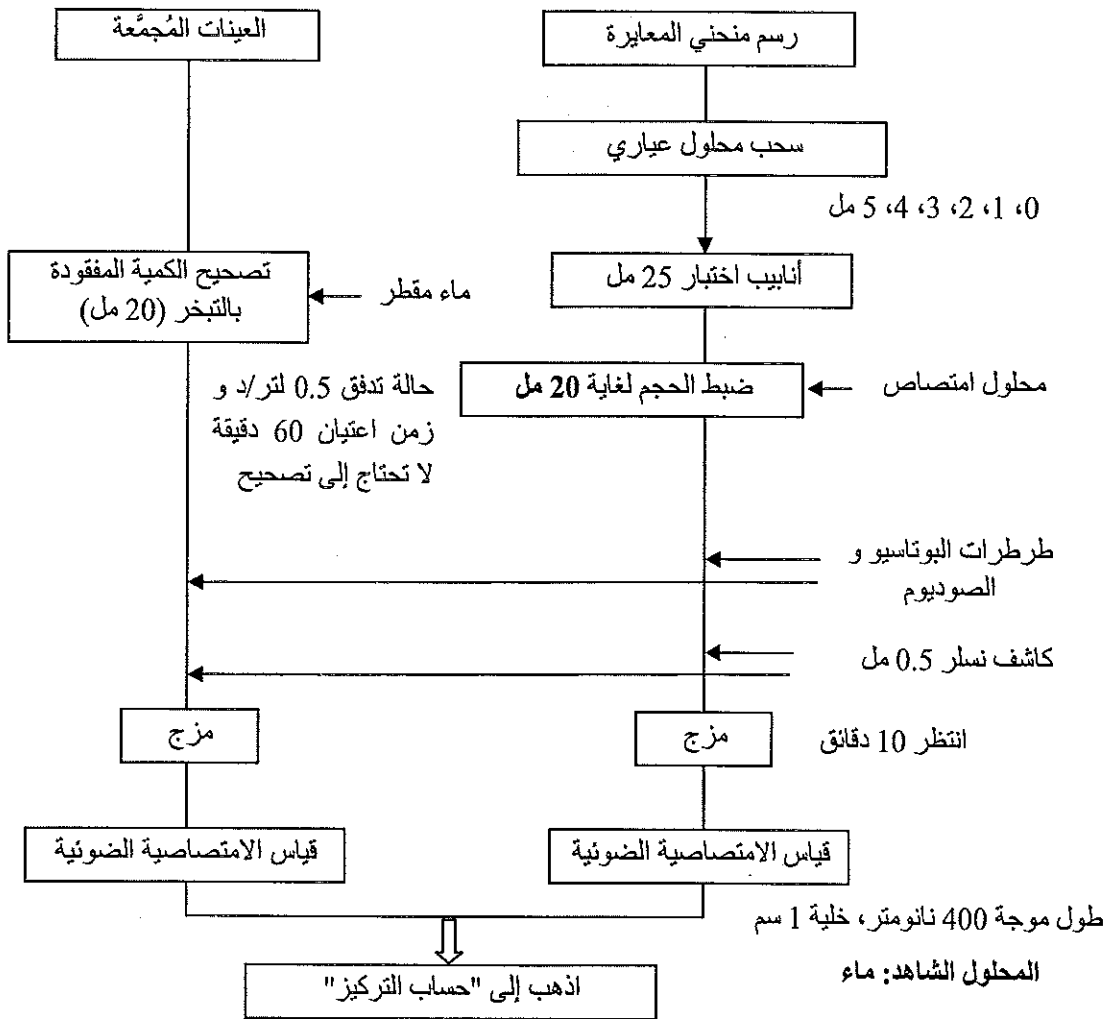
(a) قم بترتيب أنابيب اختبار ذات حجم 25 مل، و ضع كمية من المحلول العياري  $(NH_3)_2SO_4$  فيها وفق الترتيب التالي: 0، 1، 2، 3، 4، 5 مل. ثم أضف كمية من محلول الامتصاص في كل أنبوب حتى الحجم 20 مل.

1 مل من المحلول العياري  $(NH_3)_2SO_4$  يحتوي على 10 ميكرو لتر من  $NH_3$  ( $20^\circ C$ , 760mmHg)

(b) قم بمزج المحلول جيداً في كل أنبوب اختبار على حدة، و اتركه لمدة 10 دقائق. قم بعدها بقياس الامتصاصية الضوئية عند طول موجة 400 نانومتر.

(c) يتم الحصول على منحنى المعايرة من خلال رسم العلاقة بين كمية الأمونيا بالواحدة ميكرو لتر في كل محلول ممدد من المحاليل الموجودة في أنابيب الاختبار و قيمة الامتصاصية الضوئية الموافقة لكل محلول.

5.0 مل	4.0 مل	3.0 مل	2.0 مل	1.0 مل	0.0 مل	المحلول العياري $(NH_3)_2SO_4$
50 $\mu$ L	40 $\mu$ L	30 $\mu$ L	20 $\mu$ L	10 $\mu$ L	0 $\mu$ L	كمية $NH_3$ في المحلول العياري
50 $\mu$ L	40 $\mu$ L	30 $\mu$ L	20 $\mu$ L	10 $\mu$ L	0 $\mu$ L	كمية $NH_3$ في المحلول العياري بعد ضافة محلول امتصاص لغاية 20 مل
						لامتصاصية الضوئية



(5) حساب التركيز

① حساب تركيز  $NH_3$

يتم قياس الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص الموجود في أنبوب الامتصاص بعد عملية الاعتيان، و بمساعدة القيمة المقاسة يمكن الحصول على تركيز  $NH_3$ .  
من خلال منحنى المعايرة نجد كمية  $NH_3$  ( $\mu$ L) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1. القيمة التي نحصل عليها تمثل البارامتر M في المعادلة أدناه. إن البارامتر M يعبر عن كمية  $NH_3$  ( $\mu$ L) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1 لمحلول الامتصاص 20 مل (انظر الشكل أدناه).



(M = ?  $\mu\text{L NH}_3$  corresponds to Abs= 1.000)

تستخدم المعادلة التالية لحساب التركيز:

$$\text{تركيز } \text{NH}_3 \text{ (ppm)} = \frac{\text{الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص (القيمة المُصحَّحة)}}{\frac{M}{V}}$$

في هذه المعادلة:

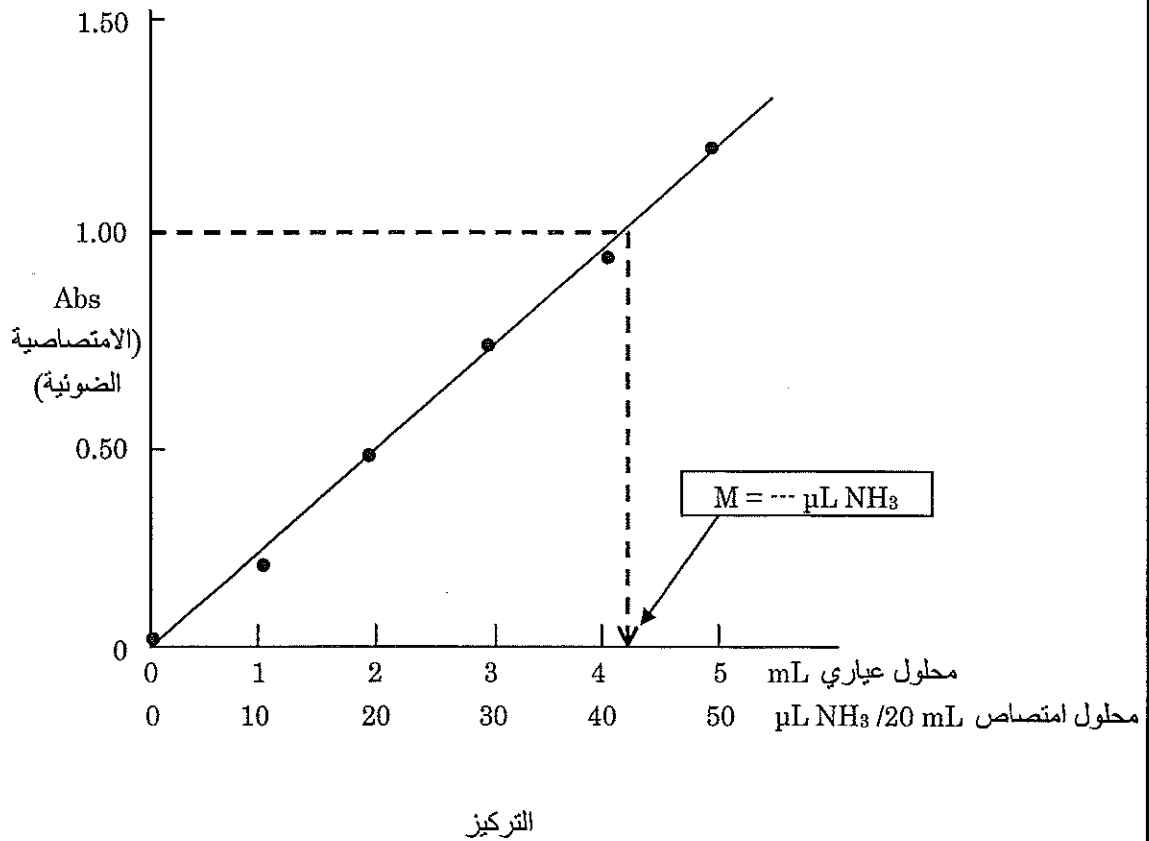
V: كمية الهواء المسحوبة خلال عملية الاعتيان (لتر).

M: معامل الامتصاصية الضوئية (f): (كمية  $\text{NH}_3$  ( $\mu\text{L}$ ) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1).

القيمة المُصحَّحة = (الامتصاصية الضوئية لمحلول العينة) - (الامتصاصية الضوئية لمحلول الامتصاص)

(شرح):

لأجل السهولة (convenience) يتم حساب حجم الغاز عند الشروط النظامية (ضغط 760 mmHg، ودرجة حرارة  $20^\circ\text{C}$ ). بناءً عليه، فإن حجم 1 مول من الغاز المثالي يعادل 24.04 لتر. (يصبح الحجم لتر 24.47 عند درجة حرارة  $25^\circ\text{C}$ ، و نفس الضغط). بالتعبير عن كمية هواء الاعتيان بالواحدة لتر، فإن الكمية المُجمَّعة من  $\text{NH}_3$  يُعبر عنها بالواحدة  $\mu\text{L}$ .



نقاط اعتبارية:

## شرح و ملاحظات

- $NH_4^+ - N$  breaks down protein and urea [ $CO(NH_2)_2 + 2H_2O \rightarrow 2NH_3 + H_2CO_3$ ] into ammonia depending on the microorganisms.

▪ توجد طريقتان لقياس تركيز الأمونيا: طريقة نسلر (Nessler) و طريقة Indophenol blue. بما أن طريقة نسلر تستخدم الزئبق، لذا يُفضل اتباع طريقة Indophenol blue. لقد استخدمنا طريقة نسلر في القياسات الحالية بسبب نقص بعض الكواشف.

(ملاحظة 1) استخدام أنبوب الامتصاص الفقاعي يزيد من فعالية الامتصاص.

(ملاحظة 2) يجب الانتباه إلى مدة الاعتيان الطويلة. مدة الاعتيان المفضلة هي ساعة واحدة (تعتمد المدة على منطقة الاعتيان).

(ملاحظة 3) إذا تواجد 100 ضعف من شاردة حمض الأزوت (nitrous acid ion) أو شاردة الكبريت (sulfide ion) في محلول العينة فإنها تصبح مواد متداخلة موجبة (أي تؤدي إلى ازدياد قيمة الامتصاصية الضوئية)، بينما يصبح الفورم الدهيد مادة متداخلة سالبة (أي تؤدي إلى نقصان قيمة الامتصاصية الضوئية). بشكل عام، إن هذه المواد لا تسبب مشكلة.

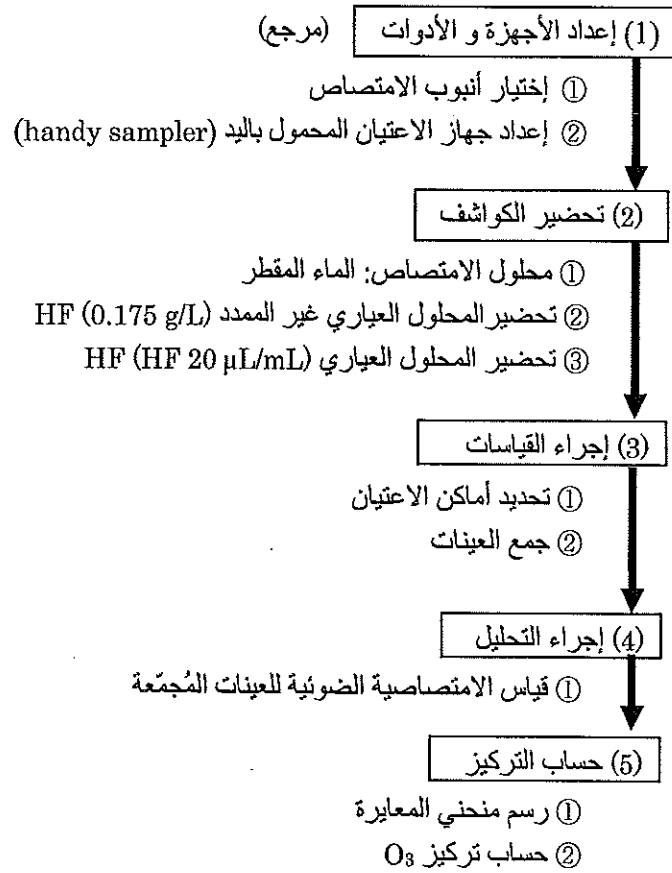
إجراءات التشغيل القياسية (SOP)-08  
طريقة الاعتيان و حساب التركيز لأجل  
مركبات الفلور (F)

تحليل جودة الهواء

تاريخ الإعداد	إجراءات التشغيل القياسية (SOP) (جودة الهواء)
---------------	--

المركب موضوع القياس	مركبات الفلور (F)
طريقة القياس	Alizarin complexone absorption photometry (ALC)

### 1- مخطط القياس و البنود الرئيسية



### ملاحظات هامة:

- مركب الفلور الكيميائي (F) هو مصطلح عام يعني كل من شاردة الفلوريد (fluoride ion)، و الفلوريد المعدني (metallic fluoride)، و أخرى. يتم التعبير عن هذا المركب بشاردة الفلوريد.
- عادةً عند إجراء التحليل يشكل كل من الألمنيوم، و الكاديوم، و الكوبالت، و الحديد، و النيكل، و الرصاص، و معادن أخرى مواداً متداخلة (interfering substances). لذلك يمكن فصل شاردة الفلوريد قبل عملية التحليل باستخدام تقنية تقطير.
- وفق إجراءات التشغيل القياسية (SOP) الحالية و لغرض التحليل يتم استخدام جهاز تقطير لا يستخدم غاز الفلوريد. لذلك يجب الانتباه إلى أنّ التحليل المُنجَز لا يعطي الكمية الإجمالية من مركب الفلور الكيميائي.

2- مبدأ القياس

يمكن حساب كمية شاردة الفلوريد بواسطة قياس الامتصاصية الضوئية للمعدنات الزرقاء اللون الناتجة عن التفاعل الكيميائي بين اللانثانيوم (III) (Lanthanum (III)) و معدنات Alizarin complexone و شاردة الفلور.

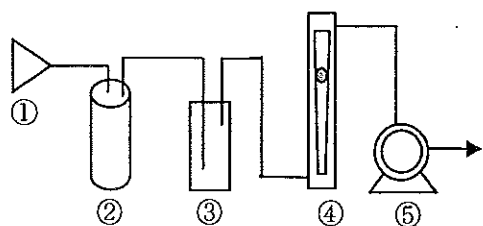
مجال القياس: 0 ~ 50 µL HF (فلور الهيدروجين).

بسبب وجود مواد متداخلة بشكل عام، يتم فصل الفلوريد مسبقاً بواسطة التقطير. أكثر من ذلك، في حالة غاز الفلور، يقوم الفلتر بتجميع الجزيئات العالقة (SPM) الموجودة في هواء الاعتيان، بالتالي يمنعها من الدخول إلى محلول الامتصاص أثناء عملية الاعتيان.

3- الكواشف، الأجهزة و المواد

[الكواشف]	الكمية	[الأجهزة و المواد]	الكمية
Alizarin complexone dehydrate, indicator grade (C <sub>19</sub> H <sub>15</sub> NO <sub>8</sub> .2H <sub>2</sub> O)	0.192 غ	أنبوب امتصاص ذي الفوهة (nozzle)	1
فينول فتالين (C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub> )	كمية قليلة	مقياس تدفق (1~2 ل/د)	1
هيدروكسيد الصوديوم، كريات، (NaOH)	كمية قليلة	مضخة سحب	1
Hydrochloric acid (HCl)	كمية قليلة	بيشر 500 مل	1
Lanthanum nitrate hexahydrate [La(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .6H <sub>2</sub> O]	4.33 غ	بيشر 300 مل	2
Sodium acetate trihydrate (CH <sub>3</sub> COONa.3H <sub>2</sub> O)	100 غ	بالون معايرة حجمي 1 ل	1
حمض الخل (CH <sub>3</sub> COOH)	11 مل	بالون معايرة حجمي 250 مل	1
أسيتون (CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub> )	كمية كبيرة	بالون معايرة حجمي 100 مل	10
فلور الصوديوم (NaF)	0.175 غ	بالون معايرة حجمي 50 مل	1
		بالون إيرلنماير 1 ل	1
		بالون إيرلنماير 300 مل	1
		قارورة بولي ايثيلين 100 مل	1
		ماصّة ذات انتفاخ 10 مل	1
		ماصّة مُدرّجة 5 مل	1
		سلندر مُدرّج 100 مل	1
		مقياس الطيف الضوئي (spectrophotometer)	

4- بنية جهاز الاعتيان



- ① فلتر  
② أنبوب الحماية  
③ أنبوب الامتصاص  
④ مقياس تدفق  
⑤ مضخة

الشكل (1) جهاز الاعتيان

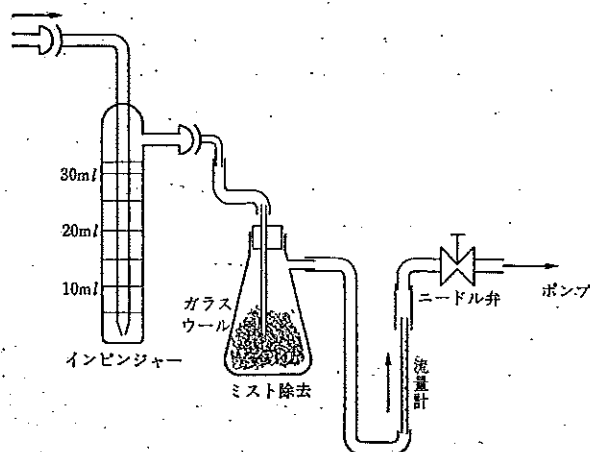


図 3-3 捕集系

الشكل (2) أنبوب الامتصاص نوع الفوهة

5- تفاصيل العمل

(1) إعداد الأجهزة و الأدوات

① إختيار أنبوب الامتصاص

كما هو مبين في الشكل (2) فإن أنبوب الامتصاص من نوع الفوهة (nozzle) و مصنوع من الزجاج.

② إعداد جهاز الاعتيان المحمول باليد

يبدأ إعداد جهاز الاعتيان بعد الانتهاء من شحنه كهربائياً (في حال عدم توفر مصدر كهربائي في موقع الاعتيان).

(2) تحضير الكواشف (ملاحظة 2)

(1) تحضير سائل الامتصاص

محلول الامتصاص هو الماء المقطر.

(2) محلول الأليزارين كومبليكسن (ALC) (alizarin complexone (ALC))

1. يتم وزن 0.192 غ من Alizarin complexone dehydrate و تعليقه و إذابته في حوالي 100 مل من الماء.

2. إضافة 2 مل من هيدروكسيد الصوديوم 2 نظامي و إذابته بشكل كامل.

3. ضبط pH لمحلول حمض كلور الماء 0.1 نظامي على القيمة 4.5

4. ضبط الكمية الإجمالية لغاية الحجم 200 مل بإضافة ماء.

(3) محلول Lanthanum nitrate hexahydrate

إذابة 4.33 من Lanthanum nitrate hexahydrate  $[La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O]$  بالماء لغاية الحجم 1000 مل.

(4) المحلول المنظم (buffer solution) (pH = 5.2)

1. إذابة 100 غ من Sodium acetate trihydrate في الماء لغاية الحجم 200 مل.

2. إضافة 11 مل من حمض الخل (Acetic acid) و تحريكه جيداً.

3. ضبط pH على القيمة 5.2 (باستخدام مؤشر pH). يتم استخدام كل من حمض الخل و هيدروكسيد الصوديوم.

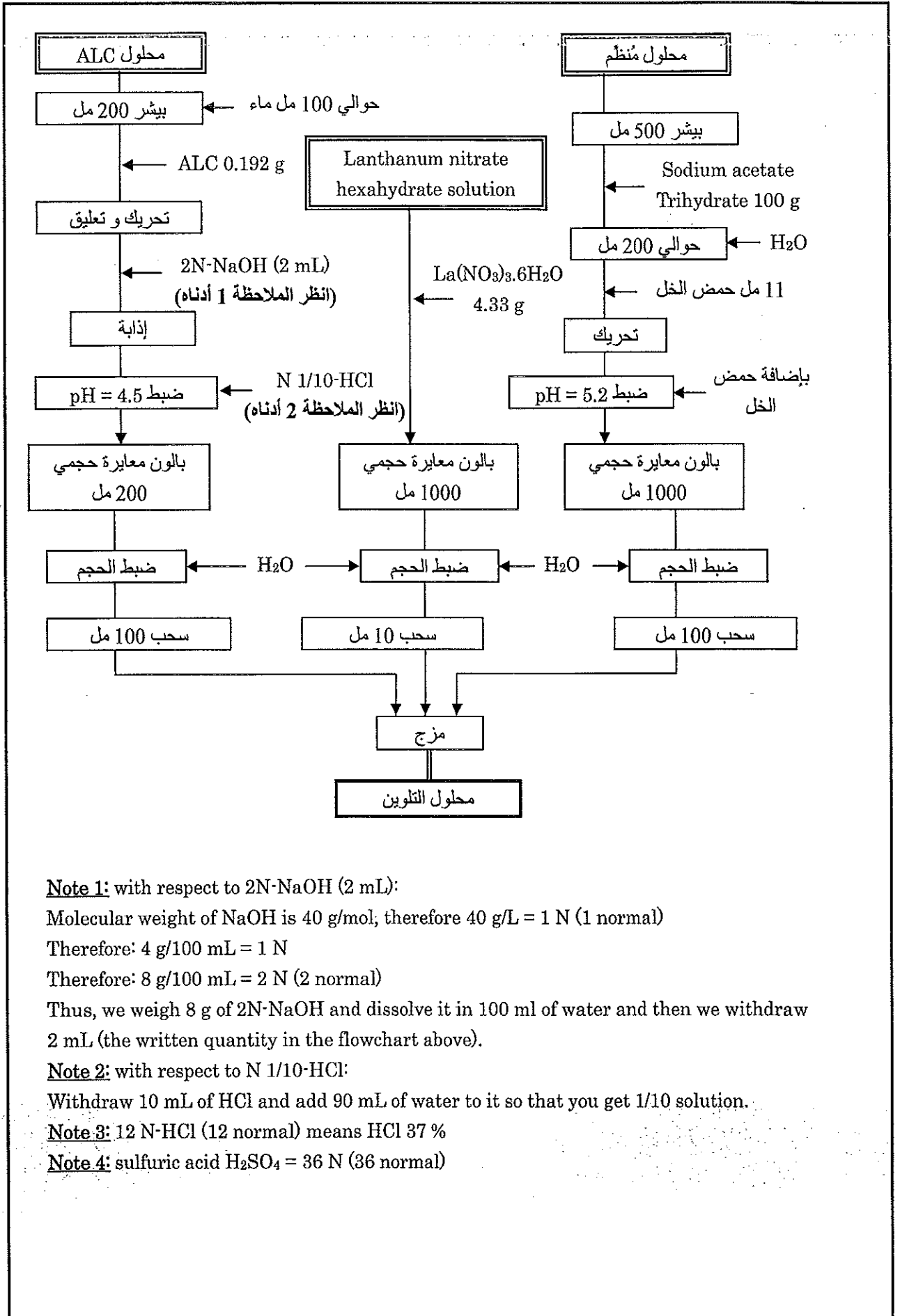
4. ضبط الكمية الإجمالية لغاية الحجم 1000 مل بإضافة ماء.

(5) محلول التلوين

يتم مزج المحاليل التالية بالكميات المذكورة: 100 مل alizarin complexone ، و 10 مل من Lanthanum nitrate

hexahydrate ، و 100 مل من المحلول المنظم.

❖ صلاحية الاستخدام أسبوع واحد.



**Note 1:** with respect to 2N-NaOH (2 mL):

Molecular weight of NaOH is 40 g/mol; therefore 40 g/L = 1 N (1 normal)

Therefore: 4 g/100 mL = 1 N

Therefore: 8 g/100 mL = 2 N (2 normal)

Thus, we weigh 8 g of 2N-NaOH and dissolve it in 100 ml of water and then we withdraw 2 mL (the written quantity in the flowchart above).

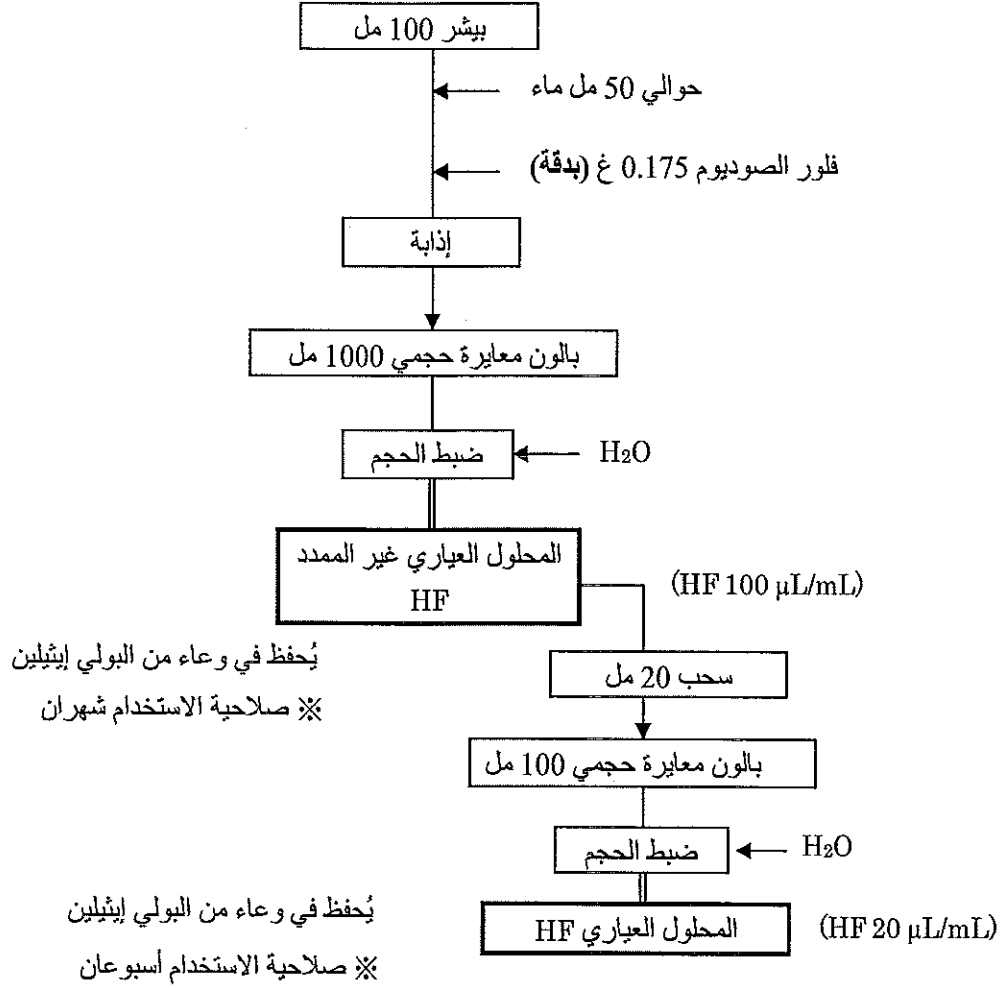
**Note 2:** with respect to N 1/10-HCl:

Withdraw 10 mL of HCl and add 90 mL of water to it so that you get 1/10 solution.

**Note 3:** 12 N-HCl (12 normal) means HCl 37 %

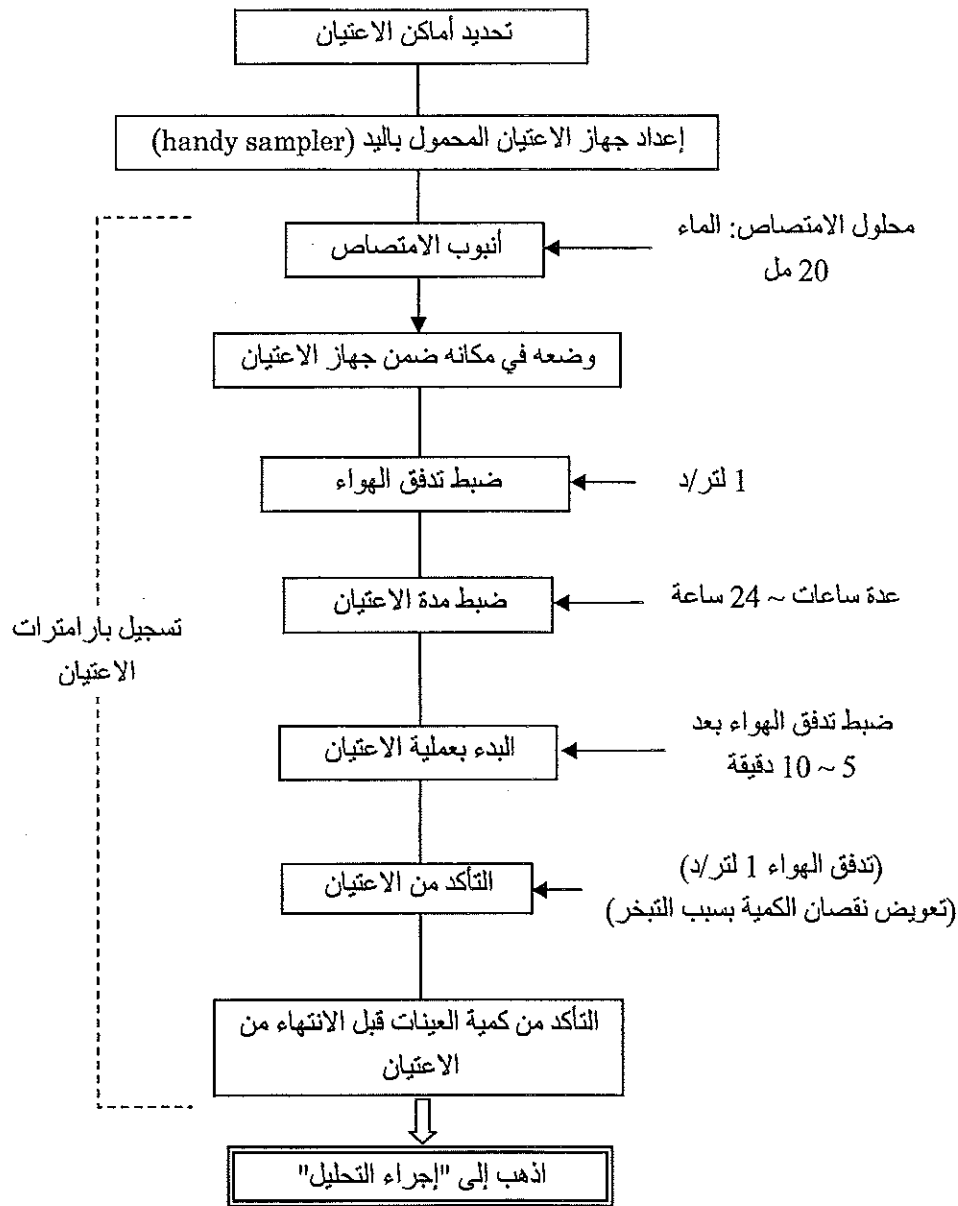
**Note 4:** sulfuric acid H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> = 36 N (36 normal)

③ تحضير المحلول العياري فلور الهيدروجين HF (20 µL/mL) إن المحلول العياري غير الممدد فلور الهيدروجين هو NaF 0.175 g/1000 mL





### (3) إجراء القياسات



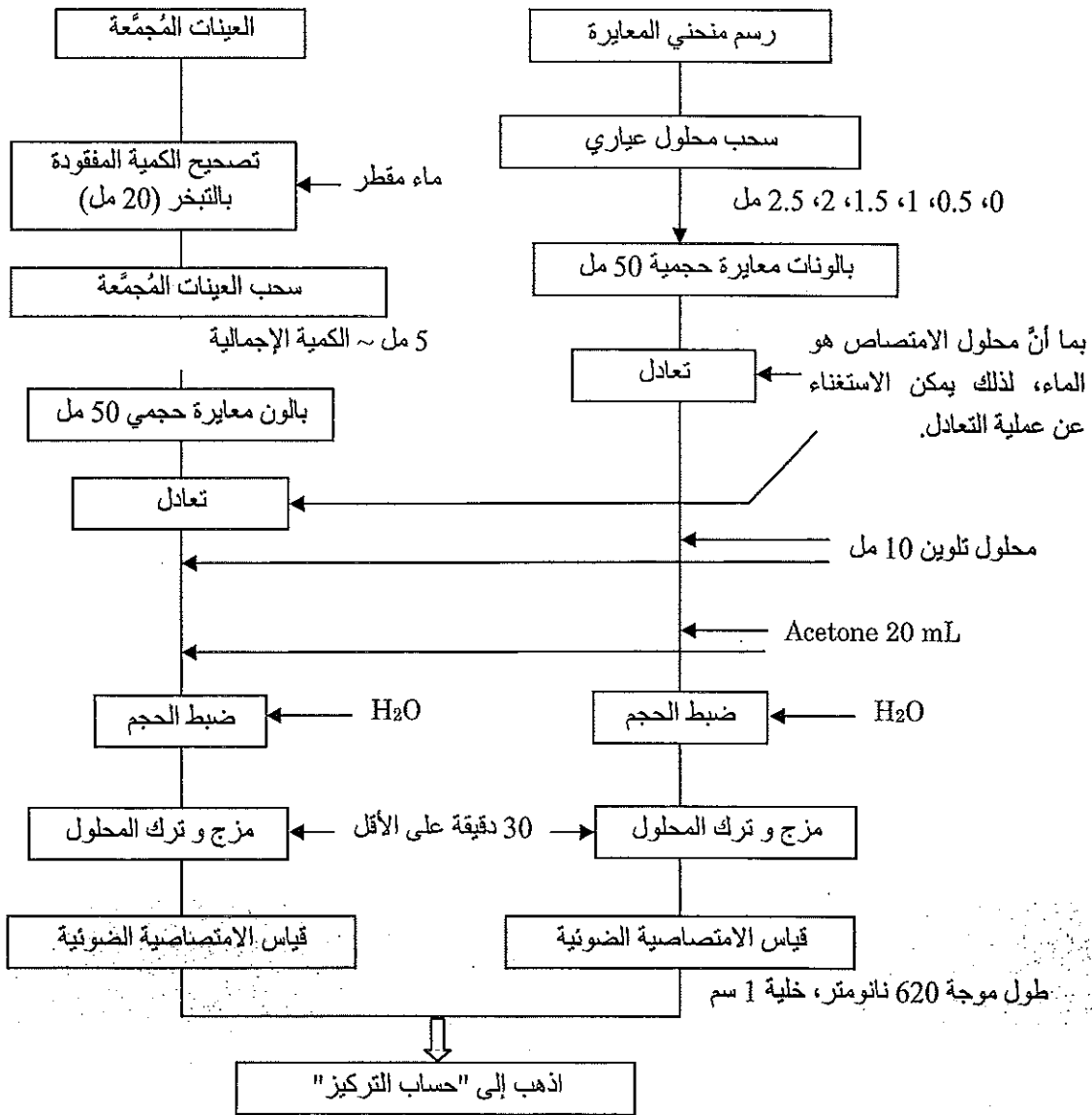
### (4) إجراء التحليل

- 1) تحضير محاليل العينات  
يتم وضع كمية 5 مل ~ كامل الكمية من محلول العينة الموجودة في أنبوب الامتصاص (تعتمد الكمية على تركيز الفلور F) في بالون معايرة حجمي 50 مل. في حال استخدام كامل كمية محلول العينة، يجب الانتباه أن لا تزيد الكمية عن 20 مل.
  - 2) سحب محلول عياري  
قم بترتيب بالونات معايرة حجمية 50 مل، و ضع كمية من المحلول العياري فيها وفق الترتيب التالي: 0، 0.5، 1، 1.5، 2، 2.5 مل. ثم أضف كمية 5 ~ 10 مل من الماء المقطر في كل بالون معايرة.
- 1 mL of HF standard solution contains 20 µL of HF (at 20 °C, 760 mmHg)
- 3) قياس الامتصاصية الضوئية للمحلول العياري و رسم منحنى المعايرة  
1. عملية التعادل: كمؤشر يتم تعادل الفينول فتالين (phenolphalein) بواسطة حمض كلور الماء 1/10 N. (هذه

- الخطوة غير ضرورية في حال استخدام الماء المقطر كمحلول امتصاص.
2. محلول التلوين: إضافة 10 مل.
  3. اسيتون (acetone): إضافة 20 مل.
  4. ضبط الحجم لغاية علامة بالون المعايرة: إضافة ماء مقطر.
  5. ترك المحلول: يتم مزج المحلول ثم يُترك لأكثر من 30 دقيقة.
  6. قياس الامتصاصية الضوئية: طول الموجة 620 نانومتر (المحلول الهدف هو خلية الشاهد).
  7. رسم منحنى المعايرة: يتم رسم العلاقة بين سلسلة المحاليل الممددة (كمية HF بالوحدة  $\mu\text{L}$ ) و الامتصاصية الضوئية، فنحصل على منحنى المعايرة.

8.

المحلول العياري HF	0.0 مل	0.5 مل	1.0 مل	1.5 مل	2.0 مل	2.5 مل
كمية HF في المحلول العياري	0 $\mu\text{L}$	10 $\mu\text{L}$	20 $\mu\text{L}$	30 $\mu\text{L}$	40 $\mu\text{L}$	50 $\mu\text{L}$
الامتصاصية الضوئية	المحلول الهدف					



## (5) حساب التركيز

## ① حساب تركيز فلور الهيدروجين HF

يتم قياس الامتصاصية الضوئية للعينات المُجمَّعة، و بمساعدة القيمة المُقاسة يمكن الحصول على تركيز HF. من خلال منحنى المعايرة نجد كمية HF ( $\mu\text{L}$ ) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1. القيمة التي نحصل عليها تمثل البارامتر M في المعادلة أدناه.

إنَّ البارامتر M يعبر عن كمية HF ( $\mu\text{L}$ ) الموافقة لامتصاصية ضوئية قيمتها 1 للمحلول العياري.

$$(M = ? \mu\text{L HF corresponds to Abs} = 1.000)$$

تُستخدم المعادلة التالية لحساب التركيز:

$$\text{تركيز HF (ppm)} = \text{الامتصاصية الضوئية لمحلول العينة بعد إضافة محلول تلوين إليها} \times \frac{v_1}{v_2} \times \frac{M}{V}$$

في هذه المعادلة:

V: كمية الهواء المسحوبة خلال عملية الاعتيان (لتر).

$v_1$ : الكمية الإجمالية من HF للعينات المُجمَّعة (mL)... (20 mL).

$v_2$ : الكمية المسحوبة من HF من العينات المُجمَّعة (mL).

ملاحظة: فيما يتعلق بالقيمة المُصحَّحة، لا يوجد ضرورة للتصحيح لأنَّ المحلول الشاهد يُعتبر نفسه محلول المقارنة.

❖ لأجل السهولة (convenience) يتم حساب حجم الغاز عند الشروط النظامية (ضغط 760 mmHg، و درجة حرارة 20 °C). بناءً عليه، فإنَّ حجم 1 مول من الغاز المثالي يعادل 24.04 لتر. (يصبح الحجم 24.47 لتر عند درجة حرارة 25 °C، ونفس الضغط). بالتعبير عن كمية هواء الاعتيان بالواحدة لتر، فإنَّ الكمية المُجمَّعة من HF يُعبر عنها بالواحدة  $\mu\text{L}$ .

❖ فيما يتعلق بحساب التركيز:

لأجل السهولة (convenience) يتم تطبيق المعادلة المذكورة أعلاه لحساب تركيز HF. يمكن أيضاً استخدام المعادلة التالية التي تأخذ بعين الاعتبار تأثير الضغط و درجة الحرارة:

$$\text{تركيز HF (ppm)} = \text{الامتصاصية الضوئية لمحلول العينة بعد إضافة محلول تلوين إليها} \times \frac{M}{V} \times \frac{v_1}{v_2} \times \frac{760}{p} \times \frac{273+t}{273+20}$$

في هذه المعادلة:

t: درجة الحرارة أثناء القيام بعملية الاعتيان (م°).

p: الضغط الجوي المحيط أثناء القيام بعملية الاعتيان (mmHg).

❖ فيما يتعلق بالتحويل بين وحدات التركيز:

$$\text{HF concentration}(\mu\text{g} / \text{m}^3) = \text{HF concentration}(\text{ppm}) \times \frac{\text{mol weight}}{24.04} \times 10^3$$

$$\text{HF concentration}(\mu\text{g} / \text{m}^3) = \text{HF concentration}(\text{ppb}) \times \frac{\text{mol weight}}{24.04}$$

$$\text{HF concentration}(\text{mg} / \text{m}^3) = \text{HF concentration}(\text{ppm}) \times \frac{\text{mol weight}}{24.04}$$

نقاط اعتبارية:

(ملاحظة 1): يمتلك مركب الفلور الكيميائي (F) شكلين: الشكل الغازي و الشكل الصلب (جزينة صلبة).  
(ملاحظة 2): بسبب وجود عدد كبير من المواد المتداخلة (interfering substances) فيجب فصل فلور الهيدروجين (HF) عند إجراء التحليل. عادةً يتم استخدام التقطير لإنجاز عملية الفصل.

تطوير قدرات المراقبة البيئية في مديريات شؤون البيئة  
في محافظات الجمهورية العربية السورية

## اجراءات التشغيل القياسية لمراقبة جودة الهواء-09

جهاز اعتيان الهواء البسيط (جهاز الاعتيان الفعال)

<< دليل التشغيل >>

كانون الثاني 2006

فريق خبراء جايكا

## جدول المحتويات

- 1-معلومات عامة.....1
- 2-جهاز الاعتيان الفعال.....2
- 3-النقل والتخزين.....3
- 4-تطبيقات استخدام جهاز الاعتيان في البيئة المحلية الخارجية.....4
- 5-النظرية التحليلية ل NO<sub>x</sub>, NO<sub>2</sub>, NO.....5
- 1.5-تحضير الكواشف.....5
- 2.5-عملية التحليل.....8
- 6-حساب تركيز ال NO<sub>x</sub>, NO<sub>2</sub>, NO.....11
- 1.6-عملية التحليل.....11
- 2.6-حساب بيانات التركيز.....14
- 7-حساب معاملات تحويل التركيز ل NO<sub>2</sub>, NO.....17
- 8-النظرية التحليلية ل SO<sub>2</sub>.....21
- 1.8- عينة (ورقة فلتر معرضة واحدة فقط).....21
- 2.8-التحليل باستخدام جهاز التحليل اللوني الشاردي (مثال).....21
- 3.8-حساب تركيز ال SO<sub>2</sub>.....23
- 9- مقارنة بين الاعتيان المتكامل وبين القياسات الحقيقية.....25
- 10-قيمة العينة الشاهد.....26
- 11-تحضير فلتر التجميع.....26
- 1.11-تحضير سائل الامتصاص ل NO<sub>2</sub>, NO.....26
- 2.11- تحضير عنصر الاتجميع ل NO<sub>2</sub>, NO.....27
- 12-مثال حسابي.....28

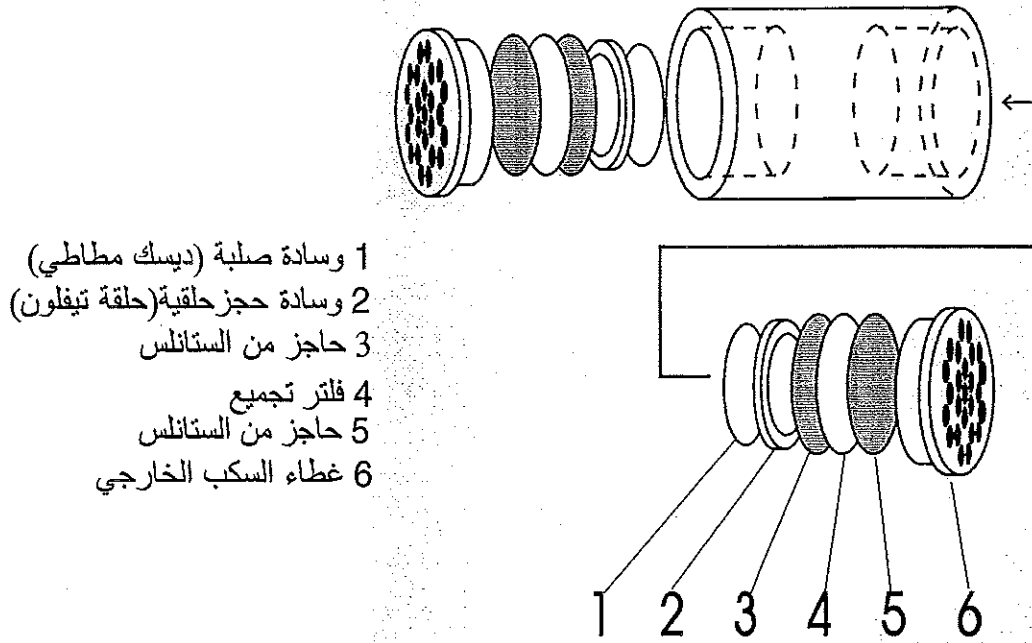
## 1-معلومات عامة

- (1) "الماء" في كل الحالات يعني الماء المتوافق مع مواصفات الـ ASTM النمط 1 . (والذي يعادل الـ Milli-Q من Millipore). استعمل كواشف كيميائية متدرجة لكل التطبيقات.
- (2) "الغسيل" في كل الحالات يعني الغسل الشديد بالماء المتوافق مع مواصفات الـ ASTM النمط 1.
- (3) ان محلول الامتصاص لكل من NO<sub>x</sub> و NO<sub>2</sub> متوفر.
- (4) كل مكونات جهاز الاعتيان يجب أن تغسل بعناية وتنشف قبل كل استعمال. انه اجراء ضروري، يجب أن تنفذ هذه الخطوة بعناية فائقة.
- (5) أن غسل وتنشيف مكونات جهاز الاعتيان وحملها بواسطة ورق الفلتر المحمي يجب أن يتم في مكان نظيف، خالٍ من التلوث بالـ NO<sub>x</sub>. ليس من الضروري استعمال صندوق القفازات
- (6) ان وقت التعريض المثالي لمراقبة الـ NO و NO<sub>2</sub> و NO<sub>x</sub> هو 24 ساعة. و168 ساعة من أجل مراقبة الـ SO<sub>2</sub>. هذه الأوقات سوف تحسن النتائج من كمية قليلة من الـ PPB الى كميات كبيرة منه. ان وقت تعريض أقصر يكون أفضل اذا كان من المتوقع أن يكون التركيز عالياً. من الممكن اعتماد وقت تعريض حتى 30 يوماً من أجل التراكيز المنخفضة للـ NO<sub>2</sub> و SO<sub>2</sub>.
- (7) عندما تكون منطقة البحث في الخارج، يجب حماية العينات من أشعة الشمس والمطر. تم تصميم غطاء و حامل خاص لهذا الغرض.
- (8) ان التعرض المباشر للأفراد يمكن قياسه بسهولة باستعمال ملقط التماسح لالتقاط العينات
- (9) ان معامل تحويل التركيز للـ NO هو 60، وللـ NO<sub>2</sub> هو 56، وللـ SO<sub>2</sub> هو 39، وذلك بدرجة حرارة 20 درجة ورطوبة نسبية 70%. معاملات تحويل التركيز الأخرى لدرجات حرارة ورطوبة مختلفتين يمكن أخذها من الجداول 4 و 7
- (10) النتائج المرضية تكون لتراكيز أقل من 2 PPB

## 2-جهاز الاعتيان الفعال

يتألف هذا الجهاز من حجرتين، في كل حجرة توجد الأجزاء الموضحة في الشكل أدناه. بدءاً من الوسادة الداخلية وانتهاء بغطاء السكب الخارجي.

ح



الشكل-1- جهاز الاعتيان الفعال

### 3-النقل والتخزين

بعد التجميع، يوضع جهاز الاعتيان في حاوية بلاستيكية محكمة الاغلاق والتي توضع بدورها في حوالة برتقالية اللون كتيمة لا تسمح بتسرب الهواء، ثم تنقل الى موقع التعريض. بعد التعريض، يتم اتباع الخطوات أعلاه مرة ثانية لحفظ العينة المستعملة في الحوالة برتقالية اللون ثم تنقل الى المخبر لاجراء التحليل.

اذا كان جهاز الاعتيان سينقل جوا، سواء قبل التعريض أو بعده، يجب احكام غلق غطاء الحوالة البرتقالية بواسطة رابط مطاطي قوي أو لاصق. هذا الاجراء ضروري حتى نحافظ على الضغط الجوي داخل الحوالة دون تغيير بينما ينخفض الضغط داخل الطائرة.

ان للعينة الأعمار التالية تبعا للمكونات المتغيرة

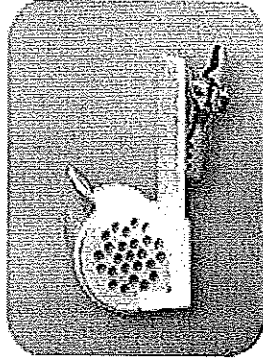
الجدول 1 : عمر العينة تبعا لمكونات جهاز الاعتيان الفعال

طريقة التخزين	طريقة التخزين بالتبريد	طريقة التخزين بالتجميد
حفظ ضمن حوالة زجاجية	90 يوما	سنة واحدة
اعادة الحفظ ضمن حوالة زجاجية بعد فتحها	90 يوما	
حفظ في حاوية بلاستيكية ضمن حوالة برتقالية كتيمة	90 يوما	
حفظ بعد التعريض في حاوية بلاستيكية ضمن حوالة برتقالية كتيمة	14 يوما	
المحلول الممدد بالماء ضمن حوالة مغلقة	90 يوما	

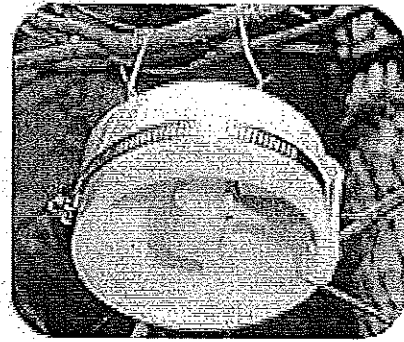
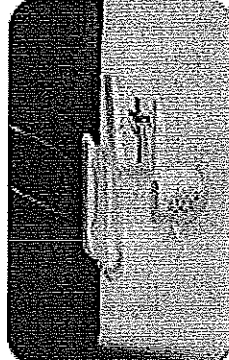


## 4-تطبيق الاعتيان في البيئة الخارجية المحلية

يجب حماية جهاز الاعتيان من الرطوبة أثناء اجراء التعريض.لتحقيق ذلك مع استمرار تدفق الهواء المطلوب للجهاز،ينبغي استخدام غطاء معتم مع حامل P/N PS-115 من أجل NOx- NO, SO2, NO2 .  
أما O3 فيتطلب استخدام غطاء معتم مع حامل P/N PS-116 وروابط حاملة من الستانلس.



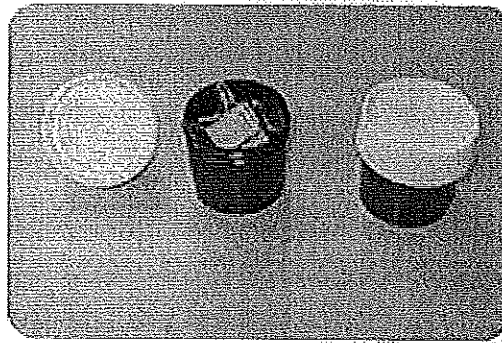
الطريقة الوحيدة المعروفة للقياس الفعال  
لل NO و NO2 بأن واحد



غطاء حماية ال O3

### الصورة 1 جهاز الاعتيان الفعال مع جهاز التثبيت

يتم تثبيت الحامل P/N PS-115 في الموقع بواسطة براغي صغيرة أو بتمرير سلك عبر ثقوب في كل جانب من الحامل ثم ربطه بعمود أو غصن.  
يتم تعليق جهاز الاعتيان بالحامل بسهولة وتكون شرائح الغطاء فوق الحامل لحماية العينة.



### الصورة 2 جهاز الاعتيان الفعال مع الحاوية البلاستيكية

حالما يتم تعليق العينة بالحامل PS-106 فإنه ينزلق بسهولة فوق الغطاء ليحمل العينة بالوضع الصحيح ضمن الغطاء

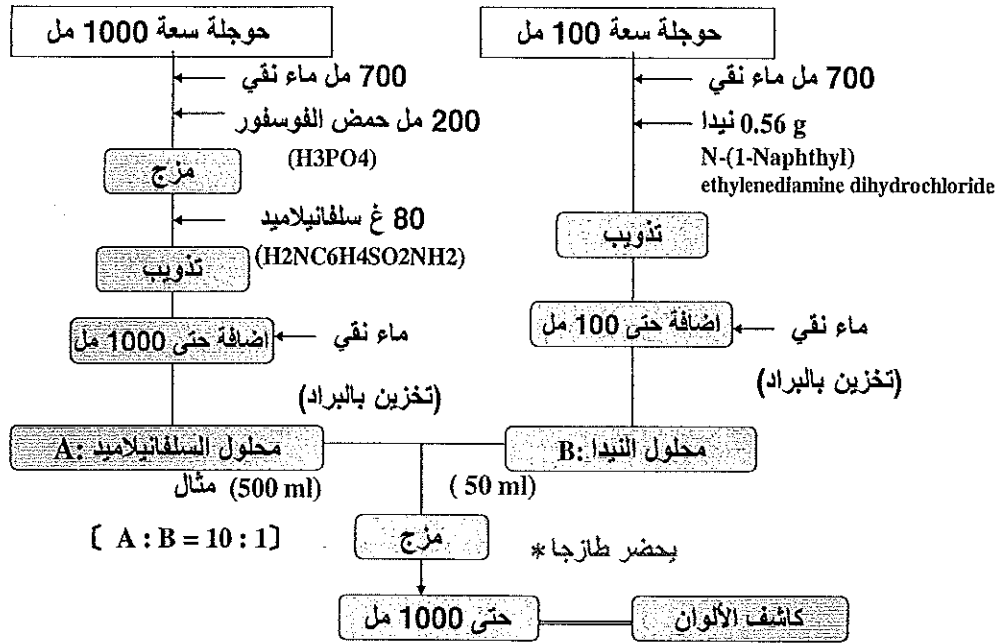
## 5-النظرية التحليلية ل NOx, NO2, NO

### 1.5-تحضير الكواشف

عند تحضير الكواشف، استعمل دوماً كواشف كيميائية متدرجة، أو التدرج الأعلى إذا كان متوفراً. سوف تحتاج الكواشف التالية لتحليل ال NO و NO2 و NOx:

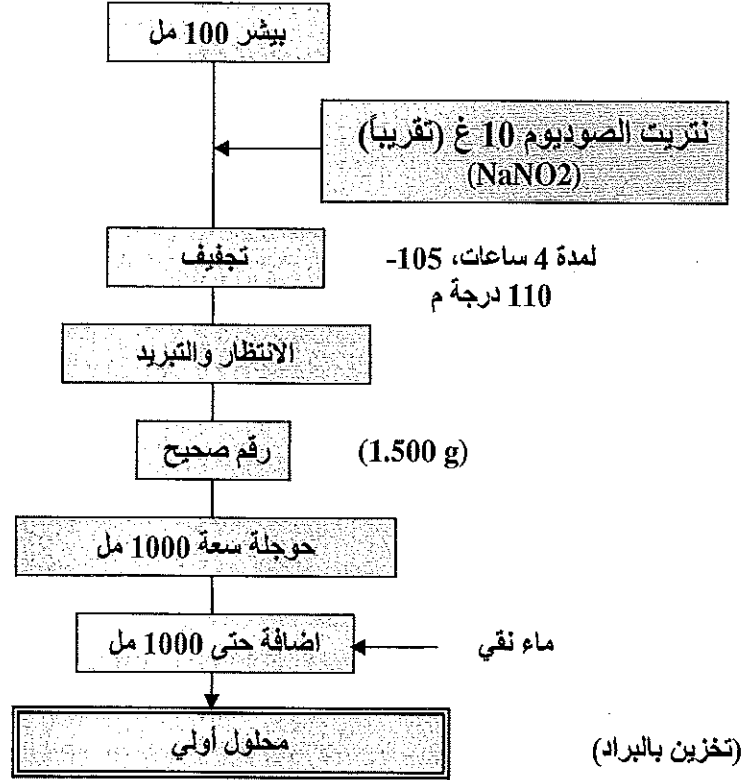
- **محلول السلفانيلاميد**  
يحضر هذا المحلول بإذابة 80 غ من السلفانيلاميد الى 200 مل من حمض الفوسفور المركز و 700 مل ماء، ثم يمدد هذا المحلول بالماء للحصول على حجم نهائي قدره 1000 مل.
- **محلول النيدا**  
يحضر هذا المحلول بإذابة 56 غ من N-(1-Naphthyl)- dihydrochloride الى 100 مل ماء ثم يحفظ في البراد
- **الكاشف مولد الألوان**  
قم بتحضير هذا الكاشف قبل الاستخدام مباشرة. امزج محلول السلفانيلاميد مع محلول النيدا بنسبة 10 الى 1  
الشكل 2 يبين المخطط التدفقي لعملية تحضير كاشف الألوان. والشكل 3 يبين طريقة فنية أخرى

## عملية تحضير كاشف الألوان



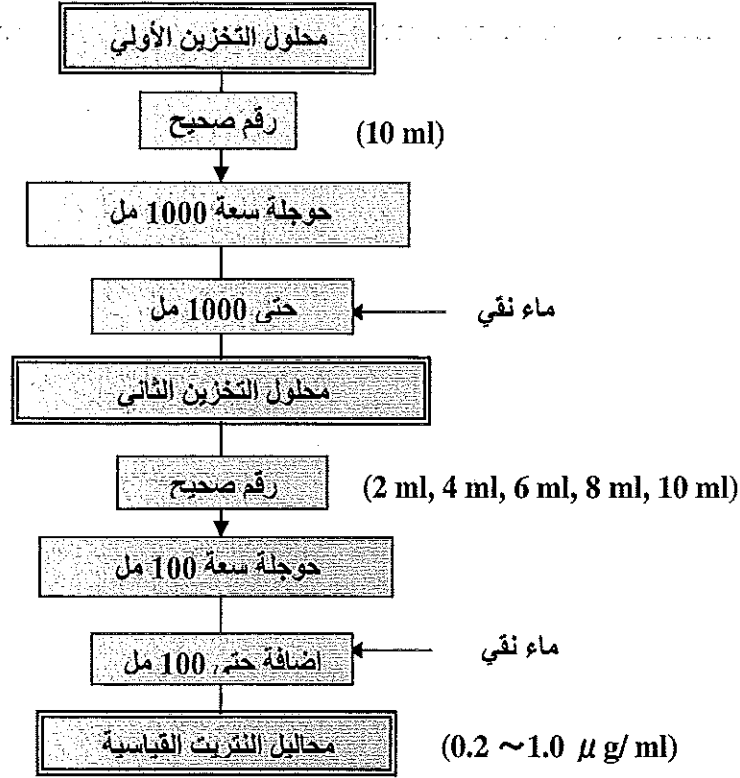
الشكل 2 تسلسل عملية تحضير كاشف الألوان

- محلول النتريت القياسي المخزن  
جفف نتريت الصوديوم، لمدة تزيد عن 4 ساعات، بدرجة حرارة من 105-110 درجة مئوية. أذب 1.5 غ من نتريت الصوديوم المجففة في 1 لتر من الماء. ان 1 مل عينة من هذا المحلول تحوي 1000 ميكروغرام من النتريت.



الشكل 3 تسلسل تحضير محلول التخزين القياسي

- محلول النتريت القياسي المستخدم  
قم بتمديد محلول النتريت القياسي المخزن مئة مرة بالماء. ثم تؤخذ 6 عينات بحجوم 0،2،4،6،8،10 مل تمدد كل منها بالماء للحصول على محاليل بحجوم 100 مل .  
بهذه الطريقة يتم تحضير المحلول القياسي الجاهز للاستخدام بنسب من 0 الى 1 ميكروغرام / مل



الشكل 4 تسلسل تحضير محلول التخزين القياسي

## 2.5-عملية التحليل

### (1) العينات

بعد تعريض البيئة المراد فحصها، يتم وضع حواجز الستانلس والفيلتر السيلولوزي في حويطة زجاجية سعة 25 مل، تحوي 8 مل ماء، ثم يتم خضها مباشرة. ينبغي استعمال حوجلات زجاجية مختلفة لكل من  $NO_2$  و  $NO_x$ . وتسد الحوجلات لكل لكل تجربة مخبرية مقبولة. بعد انقضاء 30 دقيقة يوصى بخض الحويطة بين الآونة والأخرى.

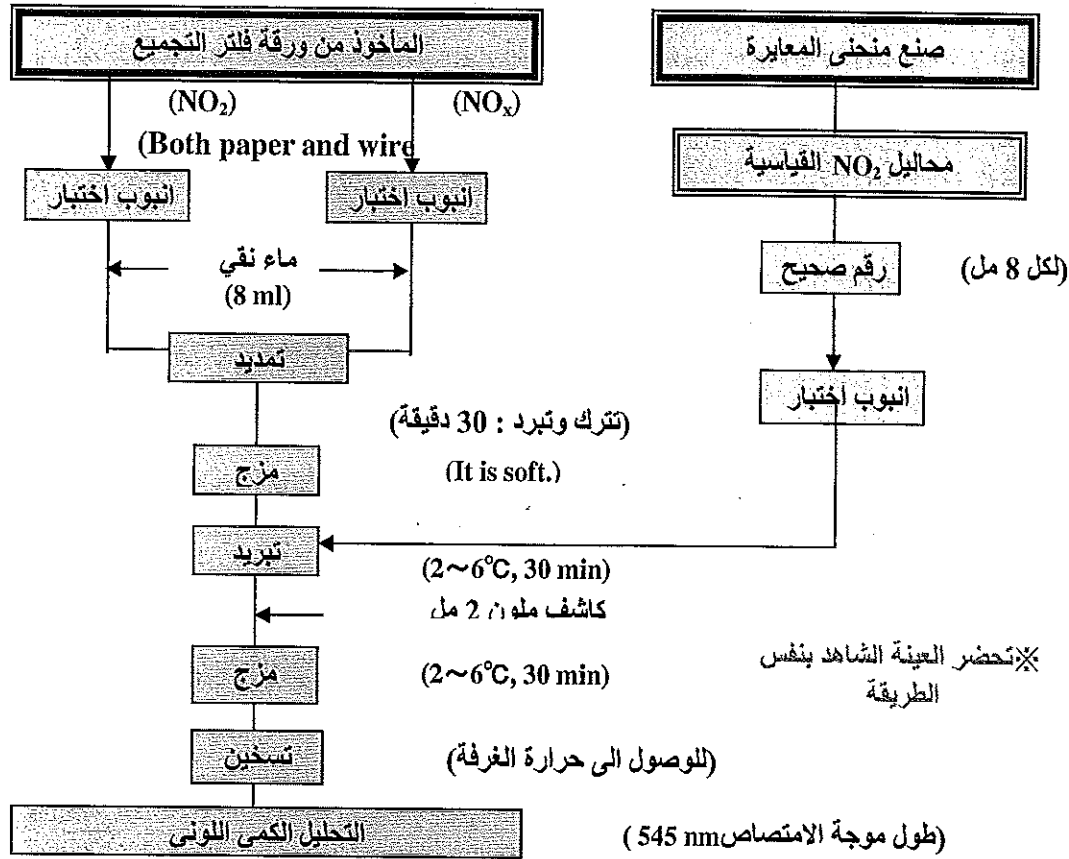
تبرد الحوجلات في نهاية فترة ال 30 دقيقة الى 2-6 درجة مئوية ويضاف 2 مل من الكاشف الملون ويتم الخض بسرعة، بعد اضافة الكاشف، ويحافظ على الحوجلات مبردة 30 دقيقة أخرى.

تترك الحوجلات بعدها لمدة 20 دقيقة في درجة حرارة الغرفة حتى تتوازن، وتحدد كمية اللون المشتق بواسطة مقياس الطيف اللوني عند طول موجة  $545 \text{ nm} >$

يتم اخضاع العناصر غير المعرضة الى نفس الاجراءات للحصول على قيمة العينة الشاهد.

## (2) المحاليل القياسية

من محاليل النترتيت الجاهزة المعدة مسبقاً، (ذوات النسب من 0 الى 10 ميكروغرام /مل)، امزج 8 مل من كل منها مع 2 مل من الكاشف الملون، وخضها مباشرة، لتحضير منحنى قياسي. قم بتبريد المحلول القياسي، كما العينات، قبل اضافة الكاشف الملون.



الشكل 5 تسلسل عمليات التحليل

## (3) ملحق

يوصى باستعمال ماصات لمحاليل التخزين القياسية منفصلة عن الماصات المستعملة للمحاليل القياسية الجاهزة.

عند وضع عنصر ال NOx المعرض في حوجلة تحوي 8 مل ماء، ينتج لدينا شاردة النترت. وعند اضافة 2 مل من الكاشف الملون بدرجة حرارة 2 - 6 مئوية حتى يتم التفاعل، فان كمية المشتق اللوني الناتجة تكون متناسبة مع كمية النترت الأصلية. اذا تم التفاعل بدرجة حرارة أعلى فان كمية المشتق اللوني الناتجة لا تكون ثابتة.

يوصى باستخدام 3 عينات شاهد لكل كمية مراد تحليلها.

ان الاجراءات التي تساعد في الحصول على نتائج تحليل دقيقة تتضمن:

1. الحواجز و/أو الفلاتر: يجب وضعها في حوجلات تحوي محلول وليس

حوجلات جافة

2. يجب خض الحوجلات فوراً بعد اضافة الكاشف الملون

3. يجب ان يتم التبريد وفق البروتوكول

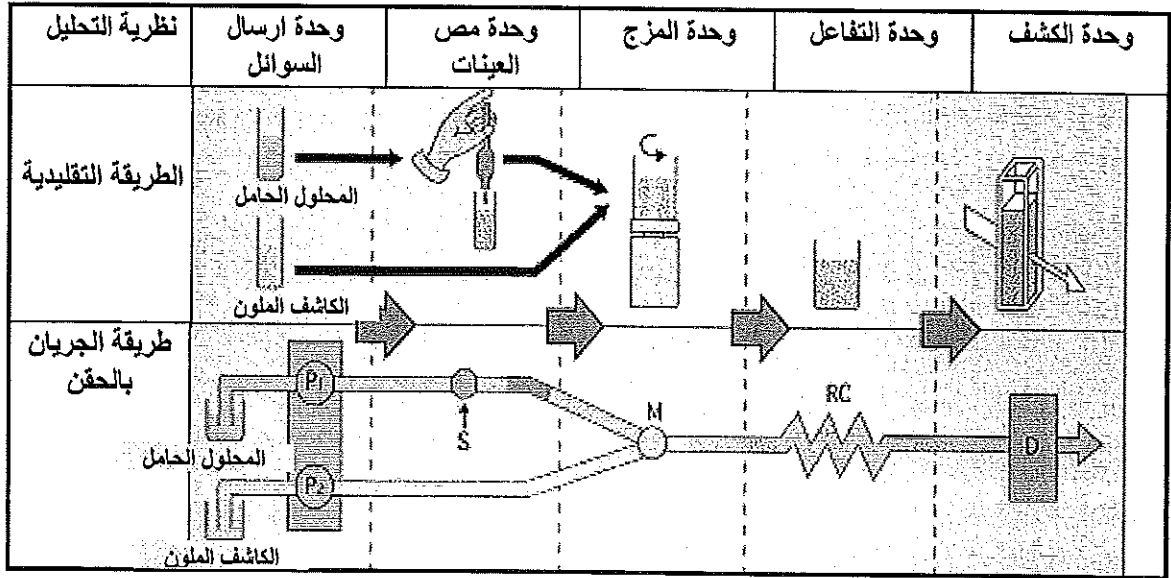
#### (4) نظرية الجريان بالحقن

ان نظرية التحليل بطريقة الجريان بالحقن تستخدم تجهيزات التحليل المتوفرة.

هذه النظرية الجديدة مفيدة جداً عندما يتطلب الامر تحليل عدد كبير من العينات. انها

نظرية بسيطة جداً ودقيقة، تقلص الانحرافات الناتجة عن الوقت، الحرارة، والمتغيرات

الأخرى. ان النتائج التي نحصل عليها باستخدام هذه النظرية تتمتع بدقة عالية.



الكاشف الملون : هو كاشف مولد للون

الشكل 6 مقارنة بين مبدأ القياس بالطريقة التقليدية وطريقة الجريان بالحقن

## 6- حساب تركيز ال NO, NO2, NOx

لاجراء الحسابات انت تحتاج للخطوات التالية:

1. تحضير المنحنى القياسي
2. معلومات حسابات التراكيز

الشكل 7 يبين طريقة حساب تراكيز ال NO, NO2, NOx.



الشكل 7 طريقة حساب تراكيز ال NO, NO2, NOx

### 1.6 - تحضير المنحنى القياسي

في هذا الاجراء سوف نحدد ميل المنحنى القياسي. بداية سوف تحتاج الى مقياس طيفي أو مقياس لوني لقياس امتصاص 6 عينات قياسية.

1. بالاشارة الى الجدول 2 في الصفحة التالية. العمودان الأولان يشيران الى القيم المتعلقة بتركيز محلول NO2. الأعمدة الثلاثة التي تليها تشير الى القيم المتعلقة بالامتصاص. العمود الأخير يشير الى حساب ميل المنحنى القياسي.

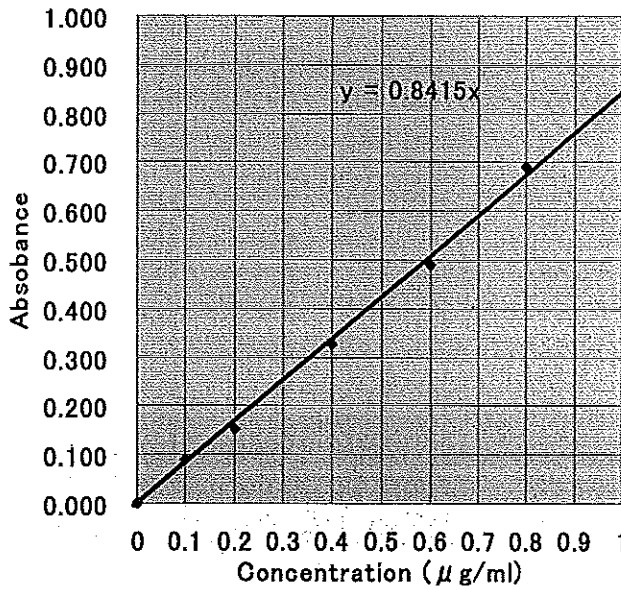


- ابدأ من الخانة في الأعلى واليسار وتابع املأ قيم الخانات المختلفة وصولاً إلى الخانة في الأسفل واليمين، بذلك تكون قد أنهيت إجراءات الحساب
2. تأكد أنك حققت 6 عينات قياسية وهي : محاليل الـ NO<sub>2</sub> ذات التراكيز 0 ، 0.1 ، 0.2 ، 0.4 ، 0.6 ، 0.8 ميكروغرام/مل
  3. العمود الأول يتطلب تركيز العينة القياسية (x) . أدخل القيم إذا لم تكن موجودة بالجدول.
  4. العمود الثاني يتطلب حساب  $x^2$  . أدخل القيم إذا لم تكن موجودة بالجدول.
  5. احسب  $\sum x^2$  (مجموع قيم  $x^2$ ) وضع النتيجة في الخلية (8)
  6. استعمل مقياس الطيف أو مقياس اللون لقياس الامتصاص (y) لكل عينة . أدخل القيم المطابقة في الخلايا من (2) إلى (7).
  7. الخلية (2) تبين امتصاص العينة الشاهد  $y_0$  (ذات التركيز 0.0 ميكروغرام/مل) . ثم احسب  $(y - y_0)$  وأدخل الامتصاص الصافي A للعينات القياسية المختلفة.
  8. الصف التالي يبين الناتج بين التركيز والامتصاص . أدخل القيم  $(y - y_0)$  .
  9. احسب  $\sum x (y - y_0)$  ثم أدخل المجموع في الخانة (9).
  10. احسب الميل بالعلاقة 
$$\frac{\sum x (y - y_0)}{\sum x^2}$$
 (الخلية (9) مقسمة على الخلية (8) ثم ضع القيمة في الخلية G .

الجدول 2 : تحضير المنحنى القياسي للـ NO<sub>x</sub> , NO<sub>2</sub> , NO

تركيز محلول الـ NO <sub>2</sub> القياسي		الامتصاص			الميل
x	x <sup>2</sup>	y	y - y <sub>0</sub>	x (y - y <sub>0</sub> )	$\frac{\sum x(y-y_0)}{\sum x^2}$
(1)	(1) x (1)	*****	A	(1) x A	(9) / (8)
0	0	(2)	/	/	/
0.1	0.01	(3)	(3) - (2)		
0.2	0.04	(4)	(4) - (2)		
0.4	0.16	(5)	(5) - (2)		
0.6	0.36	(6)	(6) - (2)		
0.8	0.64	(7)	(7) - (2)		
*****	$\sum x^2$	*****	*****	$\sum x(y-y_0)$	(9) / (8)
/	(8) 1.21	/	/	(9)	G

(Example)



x	y	y - y <sub>0</sub>
0	0.012	0.000
0.1	0.104	0.092
0.2	0.165	0.153
0.4	0.339	0.327
0.6	0.502	0.490
0.8	0.704	0.692

يمكن حساب الميل باستخدام ورقة عمل برنامج الاكسل

الشكل 8 المنحنى القياسي للـ NO<sub>x</sub> , NO<sub>2</sub> , NO

## 2.6 حساب بيانات التركيز

بعد أن تم اعداد المنحنى القياسي ، يمكن ان نحسب التركيز ، نحن بحاجة الى مقياس الطيف اللوني أو مقياس اللون لقياس الامتصاص للعينة المطلوبة. وهذه هي الخطوات:

1. بالاشارة للجدول رقم 3 في الصفحة التالية. يجب أن يعاد الحساب عدة مرات تبعا للعينات التي لدينا

2. أدخل التوضع (عبارة وصفية) لكل موقع

3. أدخل وقت التعريض المتعلق بكل موقع. أدخل القيم في السطر (3)

### (1) حساب NOx

4. باستخدام مقياس الطيف أو المقياس اللوني ، قم بقياس امتصاص العينة المتعلقة بكل موقع

5. قم بقياس امتصاص العينة الشاهد (0 ميكروغرام/مل). أدخل القيم بالسطر (1)

6. أحسب الامتصاص لكل عينة، أدخل القيم في السطر (5) بأخذ الفرق بين السطرين (4) و (1)

7. أحسب تركيز المحلول في السطر (4) بأخذ قيمة الامتصاص من السطر (5) وتقسيما على G – ميل المنحنى القياسي.

ملاحظة: تم حساب قيمة G مسبقا باستخدام الجدول 2

8. أحسب الوزن المجمع في ال ng وأدخل القيمة في السطر (7). نحصل على هذه القيمة بأخذ ناتج تركيز المحلول (6) والكمية النظرية (عادة 8 مل) وعامل 1000 ( للتحويل من ppm الى ppb ).

### (2) حساب NO2

9. قم بقياس امتصاص العينة العائدة لكل موقع باستخدام مقياس الطيف أو المقياس اللوني . أدخل القيم في السطر (9)

10. قم بقياس امتصاص العينة الشاهد (0 ميكروغرام/مل). أدخل القيم في السطر (2)

11. احسب امتصاص كل عينة. أدخل القيم في السطر (10) بأخذ الفرق بين السطرين (9) و (2)

12. احسب تركيز المحلول في السطر (11). وذلك بقسمة قيمة الامتصاص في السطر (10) على G – ميل المنحنى القياسي.

ملاحظة: تم حساب قيمة G مسبقا باستخدام الجدول 2

13. احسب الوزن المجمع في ال ng وأدخل القيمة في السطر (12). نحصل على هذه القيمة بأخذ ناتج تركيز المحلول (11) والكمية النظرية (عادة 8 مل) وعامل 1000 ( للتحويل من ppm الى ppb ).

14. ثم نحسب التركيز في السطر (13). وذلك بضرب معامل تحويل التركيز  $\alpha_{NO_2}$  بالوزن المجمع (12) والقسمة على وقت التعريض (3). بدرجة حرارة 20 مئوية ورطوبة نسبية 70%،  $\alpha_{NO_2} = 56$ . من أجل قيم مختلفة لدرجة الحرارة والرطوبة النسبية يرجى مراعاة المقطع التالي من أجل حساب ال  $\alpha_{NO_2}$ .

### (3) حساب NO

15. احسب الوزن المجمع في ال ng وأدخل القيمة في السطر (14). نحصل على هذه القيمة بأخذ الفرق بين وزن ال NOx (7) ووزن ال NO2 (12).

16. ثم نحسب التركيز في السطر (13). وذلك بضرب معامل تحويل التركيز  $\alpha_{NO}$  بالوزن المجمع (12) والقسمة على وقت التعريض (3). بدرجة حرارة 20 مئوية ورطوبة نسبية 70%،  $\alpha_{NO} = 60$ . من أجل قيم مختلفة لدرجة الحرارة والرطوبة النسبية يرجى مراعاة المقطع التالي من أجل حساب ال  $\alpha_{NO}$ .

### (4) حساب NOx

17. احسب تركيز ال NOx في السطر (8) باضافة تركيز ال NO2 (13) و تركيز ال NO (15)

الجدول 3 : معلومات حساب التركيز لل NO , NO2 , NOx

( المعلومات الأساسية للحساب )

المركب	امتصاص العينة الشاهد		الوسطي	محل القياسي المنقى	الحرارة (°C)	الرطوبة النسبية (%)	معامل تحويل التركيز	
	B1	B2					$\alpha_{NO_2}$	$\alpha_{NO}$
NOx		B3	(1)=	G =	(20°C)	(70%)	$\alpha_{NO_2} = (56)$	$\alpha_{NO} = (60)$
NO <sub>2</sub>			(2)=				$\alpha_{NO_2} =$	$\alpha_{NO} =$

$\alpha_{NO_2} = 56$  and  $\alpha_{NO} = 60$  when Temperature = 20°C and Relative Humidity = 70%

من أجل قيم مختلفة لدرجة الحرارة والرطوبة ، يرجى مراعاة المناقشة الواردة في المقطع التالي

( حساب التركيز لل NO , NO2 , NOx )

		العينات				
		المواصفات :	1	2	3	4
		رقم العينة :				
		موقع العينة :				
NOx	وقت الاختبار	(3) = (3)				
	امتصاص العينة	(4) = (4)				
	الامتصاص	(5) = (4) - (1)				
	تركيز المطول (µg/ml)	(6) = (5) / G				
	الوزن المجمع (ng)	(7) = (6) x 8 x 1000				
	التركيز (PPB)	(8) = (13) + (15)				
NO <sub>2</sub>	امتصاص العينة	(9) = (9)				
	الامتصاص	(10) = (9) - (2)				
	تركيز المطول (µg/ml)	(11) = (10) / G				
	الوزن المجمع (ng)	(12) = (11) x 8 x 1000				
NO	التركيز (PPB)	(13) = $\alpha_{NO_2} \times (12) / (3)$				
	الوزن المجمع (ng)	(14) = (7) - (12)				
	التركيز (PPB)	(15) = $\alpha_{NO} \times (14) / (3)$				

## 7- حساب معاملات تحويل التركيز لل NO, NO2

ان القيم القياسية ل  $\alpha_{NO}$  و  $\alpha_{NO_2}$  موجودة بالجدول 4.

من أجل القيم المركبة لدرجات الحرارة والرطوبة النسبية غير الموجودة بالجدول رقم 4 يمكن حساب ال  $\alpha_{NO}$  و  $\alpha_{NO_2}$  باستعمال الصيغ التالية:

$$[T] = \text{درجة حرارة المحيط الخارجي (بالدرجات المئوية)}$$

$$[RH] = \text{الرطوبة النسبية \%}$$

$$P_N = 17.535 \text{ (ضغط بخار الماء بال مم زئبق عند 20 درجة مئوية)}$$

$$P_T = \text{ضغط بخار الماء بدرجة الحرارة } [T]$$

(انظر الجدول 5 للقيم النموذجية)

$$[P] = \left\{ \frac{2P_N}{P_T + P_N} \right\}^{2/3}$$

(انظر الجدول 5 للقيم النموذجية)

$$\alpha_{NO} = \frac{10000}{(-0.78x[P]x[RH]) + 220}$$

$$\alpha_{NO_2} = \frac{10000}{(0.677x[P]x[RH]) + (2.009x[T]) + 89.8}$$

مثال على حساب  $\alpha_{NO_2}$  و  $\alpha_{NO}$

لنقم بحساب  $\alpha_{NO_2}$  و  $\alpha_{NO}$  بدرجة حرارة 9 مئوية ورطوبة نسبية 60 %

من الجدول رقم 4 نجد  $\alpha_{NO}=61$  و  $\alpha_{NO_2}=64$

لنستخدم الصيغ الواردة سابقا:

$$[T] = 9$$

$$[RH] = 60$$

$$P_N = 17.535$$

$$P_T = 8.609 \text{ (see Table 5)}$$

$$[P] = \left\{ \frac{2P_N}{P_T + P_N} \right\}^{2/3}$$
$$= \left\{ \frac{2 \times 17.535}{8.609 + 17.535} \right\}^{2/3}$$
$$= 1.216 \text{ (see Table 5)}$$

$$\alpha_{NO} = \frac{10000}{(-0.78 \times [P] \times [RH]) + 220}$$
$$= \frac{10000}{(-0.78 \times 1.216 \times 60) + 220}$$
$$= 61.32$$

$$\alpha_{NO_2} = \frac{10000}{(0.677 \times [P] \times [RH]) + (2.009 \times [T]) + 89.8}$$
$$= \frac{10000}{(0.677 \times 1.216 \times 60) + (2.009 \times 9) + 89.8}$$
$$= 63.58$$

الجدول 4: قيم  $\alpha_{NO}$  و  $\alpha_{NO_2}$  تبعاً لدرجة الحرارة والرطوبة النسبية

درجة الحرارة (°C)	R. H. (%)	$\alpha_{NO_2}$	$\alpha_{NO}$	درجة الحرارة (°C)	R. H. (%)	$\alpha_{NO_2}$	$\alpha_{NO}$
-10	50	84	61	16	70	58	62
-9	50	83	61	17	70	57	62
-8	50	81	61	18	70	57	61
-7	50	80	61	19	70	57	61
-6	50	79	61	20	70	56	60
-5	50	78	61	21	70	56	60
-4	50	77	61	22	70	56	60
-3	50	76	60	23	70	55	59
-2	50	75	60	24	70	55	59
-1	50	74	60	25	80	53	61
0	50	74	60	26	80	52	61
1	60	68	64	27	80	52	60
2	60	68	63	28	80	52	60
3	60	67	63	29	80	52	59
4	60	66	63	30	80	52	59
5	60	66	63	31	80	52	58
6	60	65	62	32	80	51	58
7	60	65	62	33	80	51	57
8	60	64	62	34	80	51	57
9	60	64	61	35	80	50	57
10	60	63	61	36	80	50	56
11	60	63	61	37	80	50	56
12	60	62	60	38	80	50	56
13	60	62	60	39	80	49	55
14	60	61	60	40	80	49	55
15	70	58	63				

ملاحظة: R. H. : الرطوبة النسبية



الجدول 5: معاملات ضغط بخار الماء تبعا لدرجة الحرارة

درجة الحرارة	ضغط بخار الماء	معامل ضغط بخار الماء	درجة الحرارة	ضغط بخار الماء	معامل ضغط بخار الماء
[T] degC	[P <sub>T</sub> ] MmHg	[P] بدون وحدة	[T] degC	[P <sub>T</sub> ] mmHg	[P] بدون وحدة
-10	2.149	1.4697	16	13.634	1.0818
-9	2.326	1.4609	17	14.530	1.0615
-8	2.514	1.4518	18	15.477	1.0411
-7	2.715	1.4421	19	16.477	1.0206
-6	2.931	1.4320	20	17.535	1.0000
-5	3.163	1.4213	21	18.650	0.9794
-4	3.410	1.4101	22	19.827	0.9587
-3	3.673	1.3984	23	21.068	0.9380
-2	3.956	1.3861	24	22.377	0.9174
-1	4.258	1.3732	25	23.756	0.8969
0	4.579	1.3599	26	25.209	0.8764
1	4.926	1.3459	27	26.739	0.8561
2	5.294	1.3314	28	28.349	0.8360
3	5.685	1.3164	29	30.043	0.8160
4	6.101	1.3009	30	31.824	0.7962
5	6.543	1.2849	31	33.695	0.7767
6	7.013	1.2685	32	35.663	0.7575
7	7.513	1.2515	33	37.729	0.7385
8	8.045	1.2341	34	39.898	0.7198
9	8.609	1.2163	35	42.175	0.7013
10	9.209	1.1980	36	44.563	0.6832
11	9.844	1.1794	37	47.067	0.6655
12	10.518	1.1605	38	49.692	0.6480
13	11.231	1.1412	39	52.442	0.6309
14	11.987	1.1217	40	55.324	0.6142
15	12.788	1.1018			

## 8-النظرية التحليلية لل SO2

### 1.8 عينة (ورقة فلتر معرضة واحدة فقط)

بعد تعريض البيئة المدروسة، توضع حواجز الستانلس وفلتر الفيبر في حوجلة زجاجية سعة 25 مل، تحوي 8 مل ماء، ثم نخضها مباشرة. يجب سد الحوجلات، لكل تجربة مخبرية مقبولة. بعد انقضاء 30 دقيقة يوصى بخض الحوجلة بين الأونة والأخرى .

أضف 0.2 مل من محلول بيروكسيد الهيدروجين (محلول 1.75%)، وخض ببطء لمدة 10 دقائق.

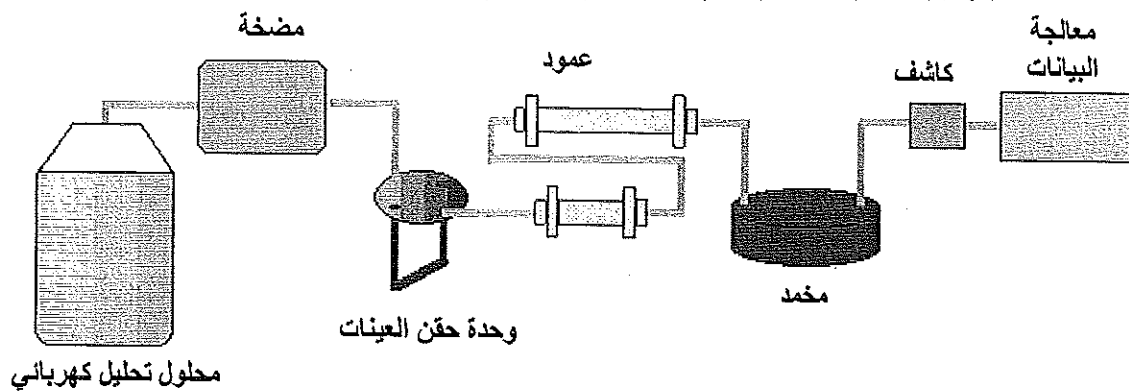
ثم تترك الحوجلات بعدها لتتوازن مدة 20 دقيقة، ثم ترسل للتحليل

العناصر التي لم يتم تعريضها تمر بنفس المراحل الواردة أعلاه للحصول على تعيين قيمة العينة الشاهد.

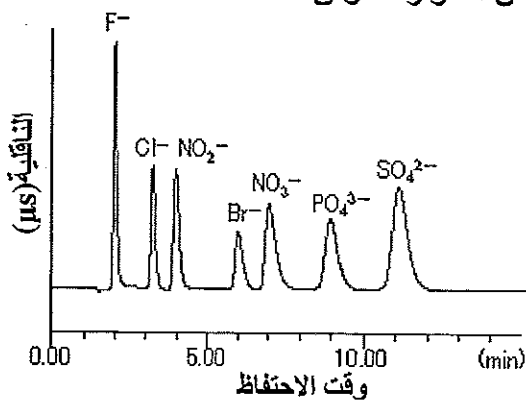
### 2.8 التحليل باستخدام جهاز التحليل اللوني الشاردي (مثال) :

الجدول 6 : اعداد مقياس الشوارد اللوني

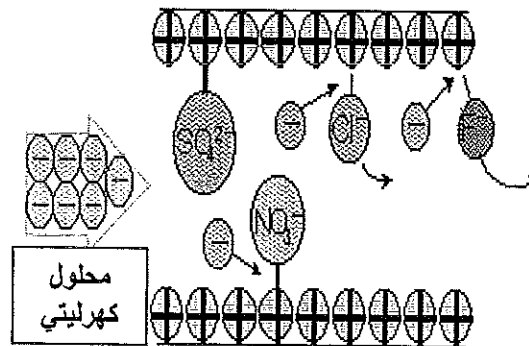
جهاز التحليل	Dionex Ion Chromatograph 4000i or Equal analyzer
الاعمدة	AS4A Separation Columns
معدل الجريان	1.7 ml/min
حد الكشف	30 $\mu$ s, 10 $\mu$ s, 1 $\mu$ s
Eluant	1.8 mM Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> + 1.7 mM NaHCO <sub>3</sub>
Regenerant	0.25 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Sample Loop	100 $\mu$ l



الشكل 9 مخطط عملية التحليل بمقياس الشوارد اللوني



الشكل 11 كروماتوغراف الشوارد السالبة



الشكل 10 فصل مكونات الشوارد

(بواسطة عمود الشوارد)

[كروماتوغراف الشوارد "IC"]

- ان ال IC وهو الجهاز المستخدم في التحليل، يتمتع بأداء عالي في فصل المكونات الشاردية في المحاليل المائية
- في عملية التحليل بواسطة الـ IC يتم استخدام الطور المتحرك، وهو العمود الذي يملأ راتنج (المادة الصمغية) التبادل الشاردي في الطور الثابت مستفيداً من المحلول الالكتروليتي. حيث يقوم بفصل المكونات الشاردية في عينة المحلول التي تم ملؤها في الطور المتحرك ويقوي انجذاب راتنج التبادل الشاردي الداخل في العمود نتيجة للعدد والشعاع الشاردي لقيم الشوارد. يتم تسجيل مكونات الشوارد التي يقوم بفصلها في الطور المتحرك عند دخولها الكاشف وذلك أثناء التحليل الكروماتوغرافي للشوارد.
- في حالات كثيرة، يستخدم كاشف الناقلية الكهربائية للكشف، ولكن بسبب كون الطور المتحرك في الـ IC يتمتع بناقلية عالية، يتم كشف مكونات الشوارد بحساسية عالية وذلك باستخدام مشترك للمخمد.

بالنسبة لحساسية الـ IC يمكن قياس مستويات عديدة من ppt و ppb بطريقة التعبئة التي تتكون من حلقة متكررة (القدرة، عدة دزينات من 1  $\mu$ ) وتختلف حدود القيم المنخفضة. يتم القياس بهذه الطريقة بمشاركة طريقة التعبئة المركزة التي تستخدم عمود التركيز في القياس.

### 3.8 حساب تركيز SO<sub>2</sub>

$$\text{تركيز SO}_2 \text{ (ppb)} = \alpha_{\text{SO}_2} \times \frac{W_{\text{SO}_2}}{t}$$

حيث:  $W_{\text{SO}_2}$  كمية السلفات (بال ng) المتراكمة على عناصر الـ SO<sub>2</sub>، والمعينة باستخدام

المنحنى القياسي

$\alpha_{\text{SO}_2}$  هي عوامل تحويل تركيز الـ (ppb)، (ppb-min/ng)، عند درجة حرارة 20 م

$$\text{تكون قيمة } \alpha_{\text{SO}_2} = 39$$

$t$  وقت تراكم العينة مقدرًا بالدقائق

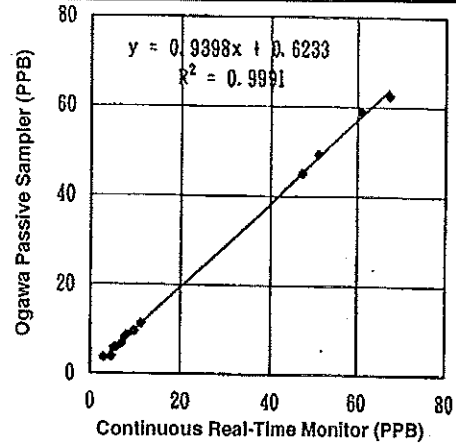
إذا كانت الحرارة تختلف عن 20° م يرجى الرجوع للجدول 6 الذي يبين قيم  $\alpha_{\text{SO}_2}$  لمختلف القيم التي تصادفنا عموماً

الجدول 7. معامل التحويل  $\alpha_{SO_2}$  من أجل  $SO_2$  كتابع لدرجة الحرارة

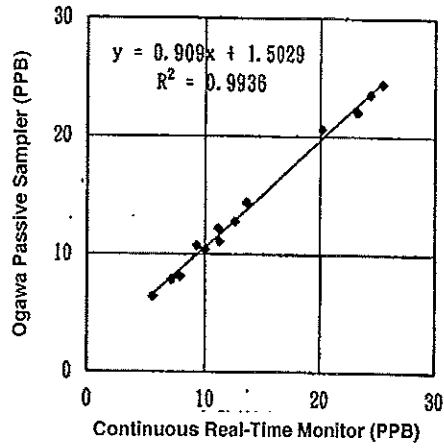
درجة الحرارة T °C	معامل الانتشار $D_T$ cm <sup>2</sup> /sec	نسبة معاملات الانتشار $D_{20}/D_T$ بدون وحدة	معامل التحويل $\alpha_{SO_2}$ PPB- min/ng	درجة الحرارة T °C	معامل الانتشار $D_T$ cm <sup>2</sup> /sec	نسبة معاملات الانتشار $D_{20}/D_T$ بدون وحدة	معامل التحويل $\alpha_{SO_2}$ PPB- min/ng
-10	0.1068	1.22	47.5	16	0.1269	1.03	40.0
-9	0.1076	1.21	47.2	17	0.1277	1.02	39.8
-8	0.1083	1.20	46.9	18	0.1286	1.01	39.5
-7	0.1091	1.19	46.5	19	0.1294	1.01	39.2
-6	0.1098	1.19	46.2	20	0.1302	1.00	39.0
-5	0.1106	1.18	45.9	21	0.1310	0.99	38.8
-4	0.1113	1.17	45.6	22	0.1318	0.99	38.5
-3	0.1121	1.16	45.3	23	0.1326	0.98	38.3
-2	0.1129	1.15	45.0	24	0.1334	0.98	38.1
-1	0.1136	1.15	44.7	25	0.1343	0.97	37.8
0	0.1144	1.14	44.4	26	0.1351	0.96	37.6
1	0.1151	1.13	44.1	27	0.1359	0.96	37.4
2	0.1159	1.12	43.8	28	0.1367	0.95	37.1
3	0.1167	1.12	43.5	29	0.1376	0.95	36.9
4	0.1175	1.11	43.2	30	0.1384	0.94	36.7
5	0.1182	1.10	43.0	31	0.1392	0.94	36.5
6	0.1190	1.09	42.7	32	0.1401	0.93	36.2
7	0.1198	1.09	42.4	33	0.1409	0.92	36.0
8	0.1206	1.08	42.1	34	0.1418	0.92	35.8
9	0.1214	1.07	41.8	35	0.1426	0.91	35.6
10	0.1222	1.07	41.5	36	0.1435	0.91	35.4
11	0.1230	1.06	41.3	37	0.1443	0.90	35.2
12	0.1237	1.05	41.0	38	0.1452	0.90	35.0
13	0.1245	1.05	40.8	39	0.1460	0.89	34.8
14	0.1253	1.04	40.5	40	0.1469	0.89	34.6
15	0.1261	1.03	40.3				

9- مقارنة بين الاعتيان المتكامل وبين القياسات الحقيقية

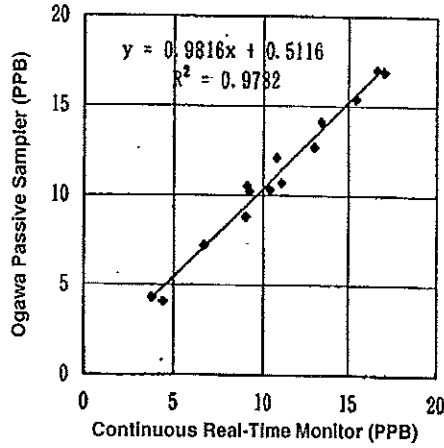
NO



NO2



SO2



الشكل 12 مقارنة بين الاعتيان المتكامل وبين القراءات الواقعية

المرجع:

معهد أبحاث مدينة يوكوهاما للعلوم البيئية. يوكوهاما، اليابان، تقرير رقم 128، آذار 1997

## 10- قيمة العينات الشاهد

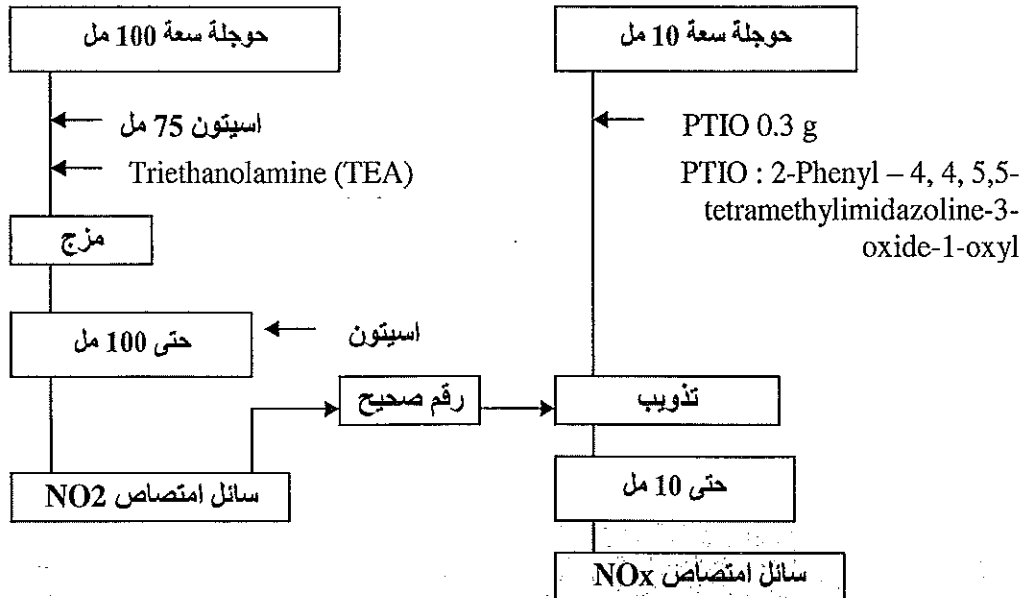
فيما يلي نتائج امتصاص 3 عينات لفلاتر غير معرضة لل NO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub>

NO <sub>x</sub> امتصاص	NO <sub>2</sub> امتصاص
0.155	0.009
0.142	0.009
0.149	0.008
0.149	0.009
الوسطي 0.149	الوسطي 0.009

ان النتيجة المرتفعة لفحص العينة الشاهد لل NO<sub>x</sub> بالمقارنة مع ال NO<sub>2</sub> تعود الى PTIO ، وتعود أيضاً للأثر الحاصل من اتمام الانتاج اللوني. ولكن بما أن العناصر الممجة لل NO<sub>x</sub> تحمل كمية ثابتة 1.5 ملغ من PTIO ، فان قيمة العينة الشاهد ستكون ثابتة اذا تمت العملية التحليلية في وقت قصير. ان قيم العينة الشاهد يمكن أن تخفض باستبعاد PTIO بالتمديد ب ethyl- ether .

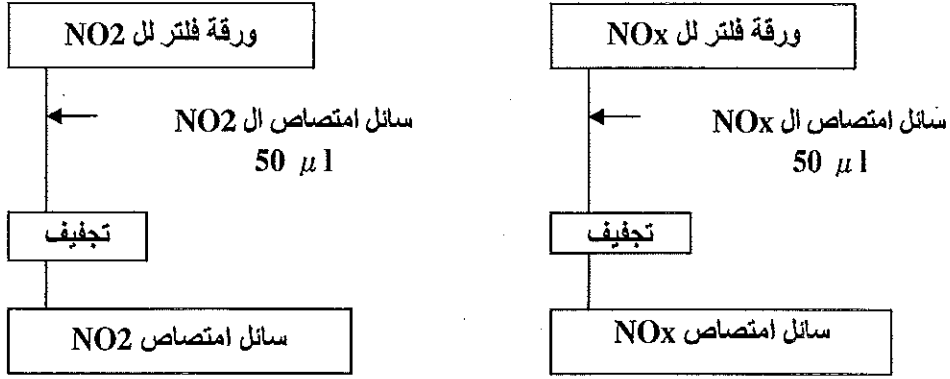
## 11- تحضير فلتر التجميع

### 1.11 تحضير سائل الامتصاص لل NO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub>



الشكل 13 مخطط تحضير سائل امتصاص ال NO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub>

## 2.11 تحضير عناصر تجميع ال NO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub>



- ※ فيلتر سيلولوزي قطر 14.5 مم
- ※ بوضع الفلتر على شبكة تيفلون أو فلتر تيفلون
- ※ عند جفافه توضع ورقة الفلتر مباشرة في الحاوية المانعة لتسرب الهواء

الشكل 14 مخطط تحضير العنصر المجمع (الفيلتر)



## أمثلة حسابية

تم التعريض في الهواء المحيطي على جانب الطريق لمدة 1432 دقيقة، من الساعة 10:32 يوم الرابع من آب وحتى الساعة 10:24 يوم الخامس من آب. أجهزة الاعتيان أظهرت قيمة  $NO_x$  0.343 و قيمة  $NO_2$  0.094. كمية  $NO_x$  المجمعة تعين كما يلي:

$$WNO_x = \frac{SABNO_x - BABNO_x}{S} \times V$$

حيث:  $WNO_x$ : بال (ug of nitrite)

$SABNO_x$ : امتصاص عينة ال  $NO_x$

$BABNO_x$ : امتصاص العينة الشاهد ل  $NO_x$

$S$ : الميل ( وهي في حالتنا هذه 0.8415 )

$V$ : حجم التمدد - مل -

$$= \frac{0.343 - 0.149}{0.8415} (8) = 1.844 \text{ ug nitrite} = 1844 \text{ ng nitrite}$$

.8415

كمية  $NO_2$  المجمعة تحول الى كمية  $NO_2$  كما يلي:

S

$$WNO_2 = \frac{SABNO_2 - BABNO_2}{S} \times V$$

حيث:  $WNO_2$ : بال (ug of nitrite)

$SABNO_2$ : امتصاص عينة ال  $NO_2$

$BABNO_2$ : امتصاص العينة الشاهد ل  $NO_2$

$S$ : الميل ( وهي في حالتنا هذه 0.8415 )

$V$ : حجم التمدد - مل -

$$= \frac{0.094 - 0.009}{0.8415} (8) = 0.808 \text{ ug nitrite} = 808 \text{ ng nitrite}$$

.8415

من قيم  $WNO_x$  و  $WNO_2$  وباستعمال المعادلة (5) يمكننا حساب PPB لل  $NO$  في عينة الهواء:

$$\begin{aligned} NO \text{ (PPB)} &= \alpha_{NO} (WNO_x - WNO_2) / t \\ &= 60 (1844 - 808) / 1432 \\ &= 43 \text{ PPB} \end{aligned}$$

وباستعمال المعادلة (6) يمكننا حساب PPB لل  $NO_2$

$$\begin{aligned} NO_2 \text{ (PPB)} &= \alpha_{NO_2} (WNO_2) / t \\ &= 56 (808) / 1432 \\ &= 32 \text{ PPB} \end{aligned}$$

حيث تركيز ال  $NO_x$  هو مجموع ال  $NO_2$  و  $NO_x$

$$NO_x \text{ (PPB)} = 43 + 32 = 75 \text{ PPB}$$

#### ملاحظة

تم اعداد هذا الدليل بالرجوع إلى مواد شركة اوغوا، Ogawa & Company, USA, Inc و معهد مدينة يوكوهاما للعلوم البيئية. يوضح هذا الدليل اجراءات العمل بواسطة المخطط التدفقي والشروحات المضافة .

تم تطوير نظام جهاز الاعتيان الفعال بواسطة معهد بحوث مدينة يوكوهاما للعلوم البيئية ، يوكوهاما، اليابان، تقرير رقم 128، اذار 1997