USAID | EGYPT
FROM THE AMERICAN PEOPLE

ضبط وتأكيد وإدارة جودة التحاليل في معامل مياه الشرب والصرف الصحي

مشروع دعم قطاع مياه الشرب و الصرف الصحي

سبتمبر ٢٠١٠

تم إعداد هذا المستند بواسطة شركة كيمونكس إنترناشيونال ليقدم للوكالة الأمريكية للتنمية الدولية.

ضبط وتأكيد وإدارة جودة التحاليل في معامل مياه الشرب والصرف الصحي

مشروع دعم قطاع مياه الشرب و الصرف الصحي

Contract No. EPP-I-00-04-00020-00, Order No. 3

M-2010.09.53

المحتويات

مقدمة 3
أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبي (مراقبة وضبط الجودة) 4
ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية 6
الفصل الأول 7
متطلبات الجودة (الأيزو 17025) في إدارة معامل التحاليل 7
الفصل الثاني 14
أنواع ومصادر الأخطاء في جمع وتحليل العينات 14
الفصل الثالث 22
ضبط ومراقبة جودة التحاليل الكيميائية 22
الفصل الرابع 46
تأكيد جودة نتائج التحاليل Quality Assurance 46
الفصل الخامس 53
توثيق طرق التحاليل Method Validation 53
الفصل السادس 64
إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها 64
الفصل السابع 94
نوعية ومواصفات مياه الشرب والتشريعات المصرية 94
الفصل الثامن 110
الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الشرب والاحتياطات الواجب إتباعها 110
لضمان جودة النتائج 110
الباب التاسع 131
دلالات الاختبارات الرئيسية لمياه الشرب 131

مقدمة

يحتوى هذا الدليل على كل الطرق الحديثة لضبط وتأكيد وإدارة الجودة فى معامل تحليل مياه الشرب والصرف الصحي، كما يتضمن المتطلبات التي يجب أن تستوفيها معامل التحاليل لكي تؤكد أنها تعمل بنظام الجودة وأنها مؤهلة فنيا وإداريا وقادرة على إصدار نتائج صحيحة تقيناً . كما أنها تبين للعاملين بالمعامل مصادر الأخطاء وطرق تجنبها وقواعد واستراتيجيات ضبط وتأكيد جودة النتائج وتوثيق طرق القياس وحماية المستندات والوثائق والمعالجات الرياضية والإحصائية للنتائج والتعريف بمتطلبات مواصفة الأيزو 17025 الإدارية والفنية المؤهلة لاعتماد المعامل دوليا. كما يتضمن هذا الدليل على القوانين المصرية المتعلقة بنوعية المياه وملوثات المياه المختلفة ودلالاتها والطرق والاحتياطات الواجب إتباعها أثناء جمع وتحليل العينات للحصول على نتائج صحيحة ودقيقة.

التوجيهات التى يحتويها هذا الدليل يمكن استخدمها بواسطة الراغبين نحو التسجيل تحت ممارسة المختبرات الجيدة (GLP) أو الراغبين الاعتماد بموجب EN ٢٩٠٠٠/ISO ٩٠٠٠ ويحتوى الدليل متطلبات إدارة المعمل وتشغيله وتوثيق مستنداته وموارده البشرية اللازمة لإعتمادة وهذه تستند على ISO/DIS ١٧٠٢٥:٢٠٠٥ وكذلك "المعايير والمتطلبات العامة لاختبار قدرة معامل التحاليل" .

أولا: نظرة عامة على البرنامج التدريبي (مراقبة وضبط الجودة)

1. الهدف العام للدورة التدريبية

تهدف الدورة إلى التعرف على إجراءات التحكم فى الجودة بالمعامل كعامل مؤثر وفعال على نتائج التحاليل وبالتالي ضبط جودة المياه المنتجة.

2. المجموعة المستهدفة

العاملين بالمعامل المركزية والفرعية التابعة للشركة القابضة لمياه الشرب والصرف الصحي، والمنوط بهم التحاليل الخاصة بمياه الشرب.

3. عدد المتدربين

يبلغ عدد المتدربين المقدر لحضور دورة **(مراقبة وضبط الجودة)** ما بين 15-20 **متدرب من** العاملين بالمعامل المركزية والفرعية.

4. منهجية التدريب

تعتمد منهجية التدريب بالدورة على عدة أسس يكون الهدف الرئيسي منها توصيل المعلومة بسهولة ويسر للمتدرب وكذلك ضمان المشاركة الفعالة من المتدربين أثناء جلسات التدريب والتأكد من الفهم الكامل لمحتويات وموضوعات الدورة والتدريب العملي والشخصي على الموضوعات التي ستتناولها الدورة.

هذا ويمكن تلخيص المنهجية المتبعة فيما يلي:

- **المحاضرات:** التي يلقيها المدرب ذا الخبرة بهدف توصيل أحدث المعلومات على صورة نظرية وعملية والتأكد من التطبيق العملي بطريقة صحيحة وعلى أساس من الفهم مما يمكنه **من تلافى الأخطاء التي من الممكن أن تلعب** دورا في صحة النتائج التي يتحصل عليها والتي تهتم بنوعية مياه الشرب.
- **الشرائح Power point:** التي تعرض أثناء الشرح لإبراز النقاط الرئيسية لكل موضوع في تسلسل منطقي ولضمان وتثبيت المعلومة لدى المتدرب.
- **المناقشات المفتوحة:** ويديرها المدرب أو المحاضر وتتيح هذه **المناقشات الفرصة لتبادل الآراء** وتوجيه الأسئلة و الحصول على معلومات جديدة كما إنه يتم من خلالها نقل المعارف

والخبرة العملية والنظرية من المدرب إلى المتدربين وإصلاح لمفاهيم غير صحيحة أو غير محدثة لدى المتدربين.

- **دراسة الحالات الواقعية:** وهى تفيد في عرض المشاكل العملية التي يواجهها المتدربون أو التي سوف يواجهونها في عملهم و أساليب التغلب عليها بالأسلوب العلمي الصحيح.

- **التدريب العملي:** والذي سيتاح بصورة فردية لكل متدرب باستخدام الطرق القياسية الحديثة لضمان الفهم التام والتطبيق الصحيح من المتدرب للمعلومات والطرق العملية التي تم تدريسها.
- **المراجع العلمية و الأكواد و المواصفات:** يتم إعطاء المتدرب المراجع العلمية التي أعتمد عليها والتي يمكن الرجوع إليها لزيادة التعمق في المجال

- **في نهاية الدورة يتم تقييم الحاضرين من خلال اختبار تحريري فى مواد الدورة.**

5. **مساعدات التدريب**

- جهاز عرض الشرائح (Power Point Projector)
- سبورة بيضاء أو سبورة ورقية
- شاشات عرض.

مكان التدريب و طريقة الجلوس بجلسات التدريب

يجلس المتدربون وفى مواجهتهم المحاضر في المنتصف وعلى يمينه جهاز الكمبيوتر لعرض الشرائح Power Point وشاشة العرض وعلى يساره السبورة البيضاء أو السبورة الورقية ويكون وضع كل من شاشة العرض والسبورة بحيث يسمح بسهولة الرؤية لجميع المتدربين.

وتقدر المساحة المطلوبة لقاعة التدريب بما لا يقل عن 5 × 7 مترا لتستوعب المتدربين والمدرب لتسمح بسهولة حركة المدرب وإمكانية وصولة لأماكن جلوس المتدربين. ويلزم أن تتوفر بالقاعة الإضاءة اللازمة والتهوية الكافية والأجهزة الصوتية المناسبة.

ثانيا: خطة التدريس بالدورة التدريبية

دورة "مراقبة وضبط الجودة"

المحاضر: أ.د.سعد حسن

1) أهداف الدورة

بنهاية الدورة فإن المشاركين سوف يتم تدريبهم على :

- تعريف "**مراقبة الجودة**" واشتراطات الأيزو 17025 **واختبارات الكفاءة**.
- **التعرف على** الأعمال التي تضمن إعطاء نتائج على درجة عالية من الجودة.
- تحديد مسئوليات برنامج مراقبة وضمان الجودة وأدوار كل المشاركين **في** تنفيذه.
- ضمان الجودة وصلاحية العينات للتحليل.
- إعداد رسومات التحكم البيانية وتفسير النتائج، وتطبيق كل هذا عمليا.
- حساب كفاءة نتائج التحاليل ونسبة الاستعادة ورسومات الكفاءة البيانية ثم تفسير **النتائج**.
- استخدام الجداول لتحديد كفاءة ودقة النتائج.
- شرح مفاهيم حد الإنذار وخط الإنذار **العلوي** أو السفلى وخط التحكم ومفاهيم أخرى.
- ضبط البيانات وضبط الوثائق الصادرة داخلياً أو خارجياً.

2) موضوعات الدورة

- المقدمة وشرح الهدف من الدورة.
- مراقبة وتأكيد جودة النتائج.
- ضمان جودة وصلاحية العينة للتحليل.
- **البرنامج العام للمعمل**.
- اختيار طرق التحاليل.
- **دقة نتائج** التحاليل المعملية.
- كفاءة نتائج التحاليل.
- طرق الحساب والأجهزة والكيماويات المستخدمة **في** التحاليل الكيميائية.
- السجلات والتقارير والوثائق **في** معامل التحاليل.

3) مدة الدورة

تستغرق الدورة مدة خمسة أيام متواصلة و يبدأ العمل يوميا من الساعة التاسعة صباحا حتى الساعة الرابعة بعد الظهر، أي مدة سبعة ساعات يوميا يتخللها نصف ساعة لتناول المشروبات والغداء.

الفصل الأول
متطلبات الجودة (الأيزو 17025) في إدارة معامل التحاليل

نظام الجودة:
تتطلب إدارة معامل التحاليل طبقاً لنظام الجودة الذي يفي بمتطلبات الجودة العالمية بعض الاشتراطات الموضحة في مواصفة الأيزو 17025وهى :

متطلبات فنية:

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

متطلبات إدارية:

- التنظيم والإدارة.
- نظام الجودة.
- ضبط المستندات .
- مراجعة العقود والمناقصات.
- ضبط وتصحيح الاختبارات والمعايرات غير السليمة .
- التعاقدات مع جهات خارجية.
- المشتريات.
- الخدمات المقدمة للعملاء.
- الإجراءات التصحيحية .
- الإجراءات الوقائية .
- الشكاوي .
- التحسين.
- حفظ وإدارة السجلات والمستندات.
- التفتيش الداخلي.
- مراجعة الإدارة.

متطلبات الأفراد :

يلتزم المعمل بما يلي :

(1) أن يكون لديه العدد الكافي من العاملين ذوى الخبرة والدراية الفنية الملائمة للأعمال الموكلة لهم .
(2) أن يقوم بتدريب العاملين .
(3) أن يحتفظ بسجلات للمؤهلات والتدريب والخبرات المهارية الخاصة بالعاملين .

متطلبات الإقامة والبيئة والأجهزة :

يلتزم المعمل بما يلي:

(1) أن يوفر المكان والبيئة المناسبة التي لا تؤثر على نوعية النتائج.
(2) أن يكون لديه الصيانة الجيدة .
(3) أن يكون مزوداً بالأجهزة المطلوبة لأداء الاختبارات .
(4) أ، يحتفظ ويسجل الصيانة التي تمت على الأجهزة بعناية .

متطلبات الطرق وأنواع الاختبارات :

يلتزم المعمل بما يلي:

(1) أن يكون لديه توجيهات موثقة عن طرق استخدام الأجهزة.
(2) أن يكون لديه طرق موثقة عن أخذ العينات والتحاليل.
(3) أن يتأكد من أن البيانات الخاصة بالكمبيوتر موثقة وكافية للاستخدام في حالة استخدام الكمبيوتر.
(4) أن يكون لديه نظام موثق عن التعرف على عينات الاختبار .

متطلبات نظم الجودة والتفتيش والمراجعة :

يلتزم المعمل بما يلي:

(1) أن ينشأ ويحافظ على نظام جودة مناسب لأنواع ومستويات وحجم النشاطات المختلفة.
(2) أن يقوم بإعداد كتيبات جودة وما يتعلق بها من وثائق جودة تحتوى على:
(أ) سياسة الجودة .
(ب) التسلسل الإداري وتوصيف الوظائف والمهام.
(ج) طرق العمل التي يؤديها بما في ذلك نشاطات الصيانة .
(د) طرق ونشاطات ضبط الجودة الداخلية .
(ه) طرق التفتيش والمراجعة لنظام الجودة .
(و) طرق التعامل الشكاوى وحماية السرية .

متطلبات الإدارة والتنظيم :

يلتزم المعمل بما يلي:

(1) أن يؤكد أن العاملين به لا يتعرضون لأي ضغوط تؤثر على جودة الأداء .
(2) أن يكون منظماً بطريقة توحي بالثقة في استقلاليته وتكامله.
(3) أن يكون به مديراً مسئولاً على العمليات الفنية التي تجرى بالمعمل .
(4) أن يكون به مدير جودة مسئولاً عن تطبيق نظام الجودة.
(5) أن يشارك في الاختبارات والدراسات وبرامج المقارنات بين المعامل واختبارات الكفاءة .

متطلبات السجلات والتقارير :

يلتزم المعمل بما يلي:

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

(2) أن تتضمن تقاريره البيانات الآتية كحد أدنى :

(أ) اسم وعنوان المعمل.

(ب) اسم وعنوان العميل.

(ج) تعريف بالطريقة المستخدمة .

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

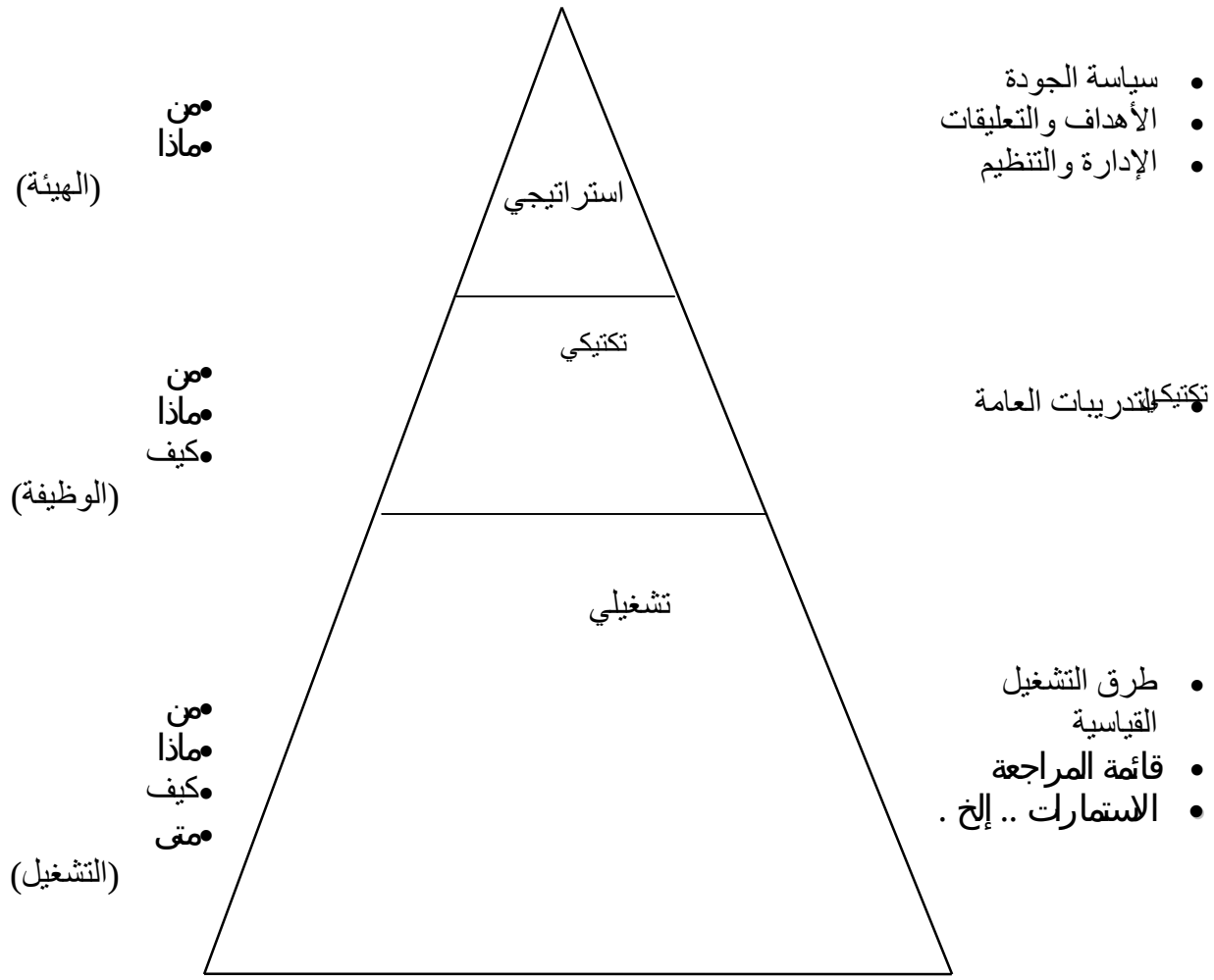
(ه) التوقيعات اللازمة.

النظام العام للجودة بالمعامل

يجب على إدارة المعمل إعداد وتطبيق نظام لضمان الجودة يناسب الغرض والنشاط المزمع البدء فيه متضمناً ذلك نوع ومدى وحجم الاختبارات المخطط لها . ويجب على إدارة المعمل أن توثق سياستها وأنظمتها وبرامجها وطرقها وتعليماتها إلى الحد الضروري الذي يمكن للمعمل من تأكيد جودة نتائج التحاليل التي يؤديها .

ويجب أن يكون التوثيق المستخدم فى نظام الجودة معلوماً ومتاحاً ومنقولاً ومطبقاً من قبل الأشخاص المعنيين . ويجب على المعمل أن يحدد ويوثق سياساته وأهدافه المرجوة فى نظام الجودة ويطبقها .

يجب طرح الأهداف الإجمالية من خلال دليل نظام الجودة ويتم التأكيد على مستوى الأداء ويمكن أن يصدر ذلك من خلال سلطة المدير التنفيذي . ويوضح الشكل التالي تدرج توثيق نظام الجودة :



يمكن حصر عناصر نظام الجودة في ثلاثة مستويات تسمي الاستراتيجي والتكتيكي والتشغيلي كما هو مبين بالشكل العلوي . ويمكن من خلال المساحة التي يشغلها كل مستوى من المثلث توقع كمية الوثائق النسبية المطلوب إعدادها لكل مرحلة.

فالمستوى الاستراتيجي وهو (دليل الجودة) يكتب كنشرة منفصلة بحيث يمكن توزيعها على العملاء وعلى جهاز شئون البيئة لتعطيهم المعلومات الكافية عن علاقة ما يجري بنظام تأكيد الجودة ولا يلزم أن يبين كيف يجرى ذلك تفصيلاً.

إن توزيع هذا الدليل سوف يخلق حالة من الثقة وربما يساعد في إيجاد علاقات عمل طيبة . وهذا الدليل يعتبر شرطاً مسبقاً ضرورياً لإجراءات التفويض ويجب إعداده وتقديمه قبل أن يقوم المختبر بنشاطه.

وتصف مستندات المستويين التكتيكي والتشغيلي التفاصيل عن كيف يتم تأكيد الجودة وعادة ما يبقى هذا الجزء سرياً باستثناء جهاز شئون البيئة الذي يمكنه الإطلاع عليه. ويحب إعداد مستندات هذين الجزئين وتقديمهما خلال العامين التاليين للتفويض.

يجب أن يتضمن المستوى الاستراتيجي من دليل الجودة ما يلي:

(1) إفادة من الإدارة العليا بسياسة الجودة المتبعة متضمنة الأهداف والالتزامات.
(2) الترتيب والتنظيم وهيكل المختبر ومكانه والهيئة الأم التي يتبعها وكذلك أية مخططات تنظيمية معينة.
(3) العلاقات بين الإدارة والعمليات التقنية والخدمات المساندة ونظام الجودة.
(4) توصيف للأعمال المسندة للعاملين الرئيسيين وإشارة إلى توصيف لوظائف الموظفين الآخرين.
(5) نطاق نشاط المعمل.
(6) الترتيبات التي تضمن أن يقوم المعمل بمراجعة كل الأعمال الجديدة لضمان وجود الوسائل والموارد الملائمة قبل تنفيذ العمل.
(7) طرق حماية السرية وحقوق الملكية للنتائج.
(8) وصفاً مختصراً عن تدقيق ومراجعة النظام المتبع.
(9) إشارة إلى وثائق الجودة التي يقتنيها المعمل.

نظراً لأن دليل الجودة غالباً ما يتم توزيعه على الجهات الخارجية, لذا فمن الممكن أن يحتوى على توصيف قصير عن تاريخ وأهداف المعمل والمعلومات المتعلقة بنشاطه وعلى سبيل المثال ارتباطه وعلاقاته بالجهات الحكومية والدولية.

وتتضمن أدلة الجودة التي تغطى المستوى التكتيكي موضوعات ومجموعة من الإرشادات كما يلي:

(أ) طرق ضبط وصيانة التوثيق.
(ب) التعريف بالتوقيع المعتمد (حينما يكون هذا المفهوم مناسباً).
(ج) الطرق المعملية لتتبع القياسات.
(د) إشارات إلى المعايرة وتأكيد طرق الاختبارات المستخدمة.
(ه) طرق إجراء المعايرة والاختبارات.
(و) إشارة إلى الأجهزة الرئيسية والمواد القياسية المستخدمة فى القياس.
(ز) إشارة إلى الطرق المستخدمة في المعايرة والتأكد منها وصيانة الأجهزة.
(ح) إشارة إلى وسائل التأكد متضمناً برامج المقارنات بين المختبرات واختبارات الكفاءة واستخدام المواد المرجعية ومخططات ضبط الجودة الداخلية.
(ط) الإجراءات التي تلي ردود الفعل وطرق التصحيح عند حدوث تناقضات فى النتائج أو الحيود عن السياسات الموثقة والإجراءات المتبعة.
(ي) ترتيبات إدارة المعمل عند السماح بحيود عن وثائق السياسات والإجراءات أو من المواصفات القياسية.
(ك) إجراءات المراجعة والتفتيش.

إن التعليمات تعني الممارسات العامة التي تتعلق بالعديد إن لم يكن بكل القياسات التي يجريها المعمل وهى عادة مستقلة عن التقنية فالموضوعات التي يمكن أن تتناولها التعليمات هي :

(أ) المعمل:

- الوسائل (الأثاث والمبنى).
- الأجهزة.
- الكيماويات والكواشف والمواد المرجعية (إذا كان ذلك قابلاً للتطبيق).
- تحريات حقلية (إذا كان قابلاً للتطبيق).
- أخذ العينات (إذا شمل نشاط العمل أخذ العينات).
- العينات ومواد الاختبار.
- طرق القياس.
- معالجة البيانات.

(ب) نظام الجودة:

- ضبط وصيانة توثيق نظام الجودة.
- المراجعة والتفتيش على نظام الجودة.
- تقارير نتائج الاختبارات.
- ضبط النتائج والتقارير متضمناً مراجعة النتائج وتحديد مدى الدقة (استخدام التجربة الغفل والمواد المرجعية والاشتراك في اختبارات الكفاءة).
- تصنيف أدوات المختبر.
- التعامل مع المخلفات.
- الشكاوى.

أما المستوى التشغيلي فيشمل معظم توثيق نظام الجودة ويغطى بمجموعة من طرق التشغيل (SOP's) التي تصف العمليات المحددة والطرق التي سيجريها المعمل.

وتغطى طرق التشغيل هذه كل الطرق التحليلية والدلائل المتعلقة بالأجهزة والطرق المستخدمة يومياً فى المعمل والتي تشمل عمليات أخذ العينات وتحضيرها وطرق القياس وأي عمليات أخرى تجرى بالمعمل بطريقة متكررة.

ويجب مراجعة نظام الجودة بصورة دورية ومنتظمة بواسطة الإدارة أو من ينوب عنها للتأكد من استمرار فعالية الإجراءات والتحقق من بدء الإجراءات التصحيحية.

الخدمات المقدمة للعملاء:

يجب أن يقدم المعمل واحداً أو أكثر من الخدمات الآتية:

(1) جمع عينات مياه الشرب أو المياه السطحية أو مياه الصرف الصناعي.
(2) تقييم نوعية عينات المياه.
(3) متابعة عمليات معالجة المياه.

ويجب على المعمل أيضاً القيام بما يلي:

(أ) يتعاون مع العميل أو من يمثله ليسهل استيضاح أي طلب بخصوص مراقبة أداء المعمل فيما يتعلق بالعمل، وربما يتضمن مثل هذا التعاون السماح للعميل أو من يمثله التواجد في مناطق معينة من المعمل لمشاهدة الاختبارات التي تجرى للعميل دون التأثير على سرية الأعمال التي تجرى لعملاء آخرين.
(ب) تحضير وتوزيع جزء من مواد الاختبار قد يحتاجها العميل لأغراض إجراء قياسات تأكيدية فى أماكن أخرى.
(ج) الحصول على ردود من العملاء لاستخدامها في تحسين نظام الجودة.

الشكاوى وضبط الاختبارات غير المتوافقة:

يجب أن يكون لدى المعمل سياسة موثقة وطريقة للتعامل مع الشكاوى التي يتلقاها من العملاء. ويجب الاحتفاظ بسجل لكل الشكاوى والتحريات والإجراءات التصحيحية التي اتخذها المعمل.

ويجب على المعمل التعرف على الأعمال غير المتوافقة والمشاكل المتعلقة بنظام الجودة أو النشاطات المتعلقة بالاختبارات والتي يمكن أن تحدث في أماكن متعددة ضمن نظام الجودة أو العمليات التقنية مثل شكاوى العملاء وضبط الجودة ومعايرة الأجهزة ومراجعة المواد المستهلكة ومشاهدات العاملين أو رؤساءهم أو تقارير الاختبار وشهادة مراجعة المعايرة ومراجعة الإدارة وردود العملاء أو مشاهدة العاملين وكذلك التفتيش الداخلي والخارجي. ويجب على المعمل أن يكون لديه سياسة وإجراءات يمكن تطبيقها عندما لا يتوافق أو يتفق أي اختبار مع متطلبات العميل ويجب أن تتضمن السياسة والإجراءات ما يلي:

(أ) تحديد المسئوليات والأشخاص المسئولين عن التعامل مع الأعمال غير المتوافقة (متضمنة إيقاف العمل وحجب تقارير الاختبار وشهادات المعايرة إذا كان ضرورياً).
(ب) تقييم أهمية عدم التوافق.
(ج) اتخاذ الإجراءات للمعالجة الفورية مع اتخاذ أي قرار عن مدى قبول الأعمال غير المتوافقة.
(د) استرجاع النتائج غير المتوافقة من العميل كلما كان ضروريا.
(ه) تحديد المسئولية لمن يخول لهم الحق في استئناف العمل.

وعندما يشير التقييم إلى أن الأعمال غير المتوافقة يمكن أن تعالج أو أن هناك احتمالات لمصداقية الشكوى عن أعمال المعمل فيما يتعلق بسياسته الخاصة وطرق تحاليله فإن الإجراءات التصحيحية يجب اتخاذها فوراً للتعرف على الأسباب الجذرية للمشكلة وإزالة الأسباب.

الفصل الثاني
أنواع ومصادر الأخطاء في جمع وتحليل العينات

تتعرض جميع التحاليل الكيميائية لأخطاء تؤدى إلى ظهور نتائج تبعد عن القيم الحقيقية وهذه الأخطاء هي:

(1) الخطأ العشوائي Random error
(2) الخطأ المنتظم Systematic error
(3) الخطأ الفادح Gross error
(4) خطأ التقريب Rounding error

(1)الخطأ العشوائي :

لا يؤدى إعادة التحليل على عينات متماثلة ومتجانسة إلى نتائج متطابقة، بل يعطى نتائج متفرقة تنتشر حول قيمة محورية وبذلك فإنها ذات قيمة موجبة أو سالبة نسبة إلى هذه القيمة المحورية ويتفاوت بعد هذه القيم عن القيمة المحورية. ويمكن تقييم الخطأ العشوائي باستخدام الحيود القياسي.

ويعزى هذا الخطأ لاختلاف ظروف التحاليل مثل:

- اختلاف حجم العينة والكاشف المستخدم من تجربة إلى أخرى.
- تذبذب درجات الحرارة كاختلاف وقت ومكان التسخين.
- تذبذب ظروف تشغيل الأجهزة كدرجة الحرارة وسرعة السريان وشدة التيار الكهربي وطول الموجة المستخدمة في القياس.
- التفاوت من تشغيلة إلى أخرى.

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

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

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

ويعزى ذلك إلى:

- أخطاء عند ترقيم العينات
- تحليل العينة الخاطئة
- استخدام طريقة غير مناسبة
- القراءة الخاطئة لمقياس أو أرقام الأجهزة
- استخدام وحدات للتعبير عن التركيز خاطئة
- النقل الخطئ للنتائج من كراسة النتائج الأصلية
- نقل أرقام من مواقعها
- إجراء الحسابات بطريقة خاطئة

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

لذا وجب عدم تقريب الأرقام حتى المرحلة الأخيرة من الحسابات.

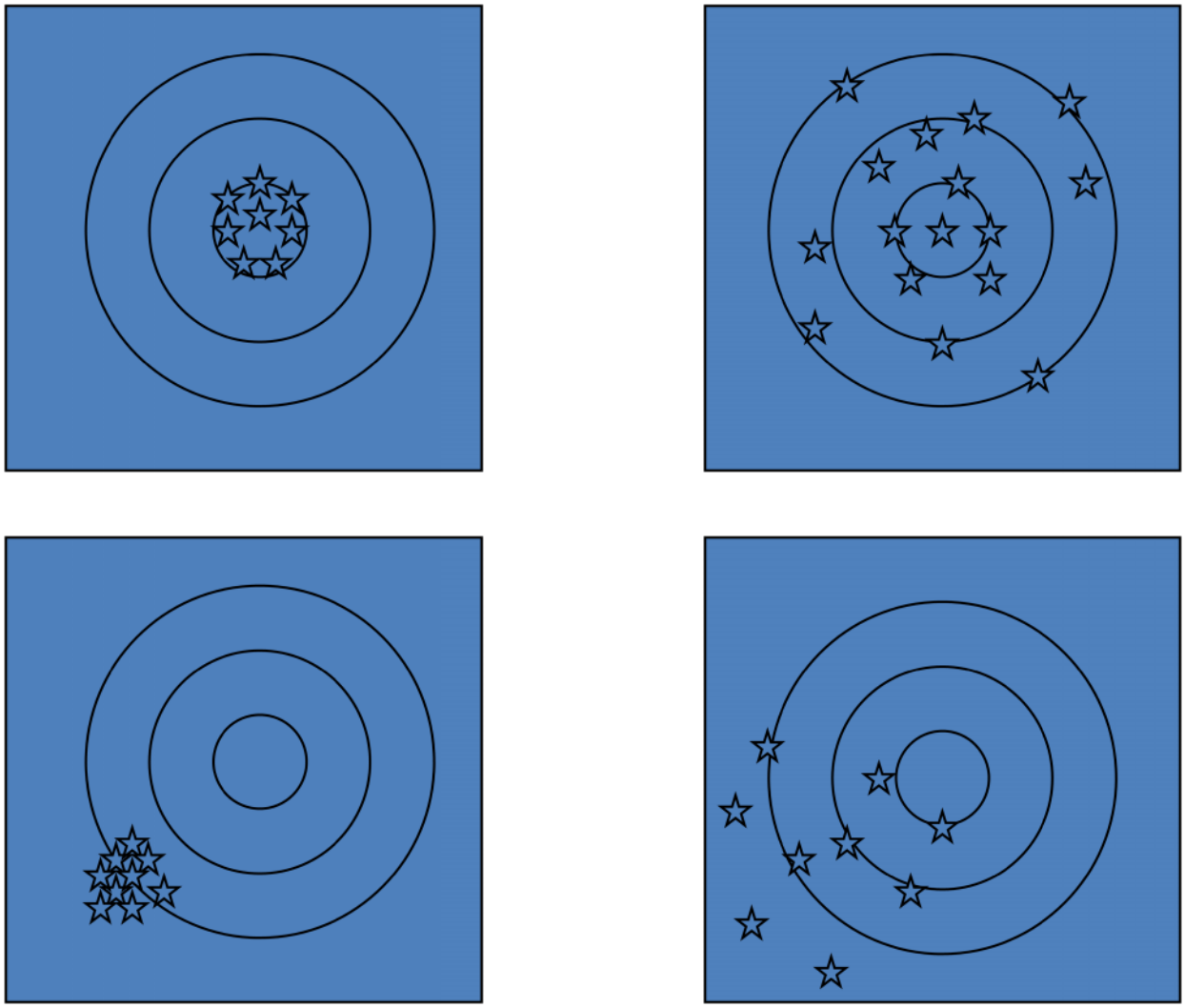
ويجب مراعاة ما يلي:

(1) يؤدى زيادة الخطأ العشوائي إلى انخفاض دقة التكرارية (Precision)
(2) يؤدى زيادة الخطأ المنتظم إلى انخفاض الحقيقة Trueness
(3) يؤدى انخفاض الخطأ العشوائي إلى ارتفاع دقة التكرارية
(4) يؤدى انخفاض الخطأ المنتظم إلى ارتفاع الحقيقة

وينشأ عن ذلك الحالات الآتية:

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

وبذلك فإن أفضل الحالات هي التي يرتفع فيها معدل التكرارية والحقيقة وينشأ ذلك من انخفاض الخطأ العشوائي والخطأ المنتظم.



وبذلك فإنه يمكن **إجمالا** تقسيم مصادر الخطأ العملية فى معامل التحاليل **إلى الأخطاء** الآتية :

(1) أخطاء تعزى للعينة
(2) **أخطاء تعزى للكواشف المستخدمة**
(3) **أخطاء تعزى للمواد** المرجعية
(4) **أخطاء تعزى للطرق المستخدمة**
(5) أخطاء تعزى للمعايرة
(6) **أخطاء تعزى** للأجهزة **المستخدمة**
(7) أخطاء تعزى لتسجيل النتائج
(8) **أخطاء تعزى للحسابات**
(9) **أخطاء تعزى للنقل**
(10) أخطاء تعزى لإعداد التقارير

أنواع ومصادر الأخطاء في التحاليل الكيميائية

(1) أخطاء عند جمع العينات:

1- تلوث العينة من الوعاء أو الأنابيب.
2- استخدام وعاء غير مناسب.
3- استخدام عينة غير ممثلة (من منطقة غير مناسبة - عدم المزج - وقت غير ملائم).

(2) أخطاء من نقل وتخزين العينات:

1- عدم غلق إناء العينة.
2- تلوث العينة من مصادر خارجية كالأبخرة العضوية في الهواء والأتربة من جو العمل.
3- التخزين عند درجة حرارة غير مناسبة مما يؤدي إلى تكسير بعض المركبات العضوية .
4- تحلل بعض المركبات الحساسة للضوء (PAH).
5- عدم الأخذ في الاعتبار ثبات العينات (فيزيائياً – كيميائياً – بيولوجياً).
6- عدم استخدام مواد حافظة مناسبة.
7- التخزين الطويل للعينة قبل التحليل.
8- استخدام إناء غير مناسب (نظافة – نوع – سدادات مطاطية).

(3) أخطاء من التعرف على العينات:

1- استبدال عينة بأخرى.
2- وقت غير سليم أو غياب المعلومات.

(4) أخطاء من تحضير العينات:

1- قيم التجارب الغفل (أدوات طحن العينات).
2- عدم التجانس.
3- الفقد بالتبخر لمواد متطايرة.
4- ظروف هضم العينات وعدم تكرارها بنفس الظروف كاختلاف وقت وحرارة الهضم.

(5) أخطاء من الكواشف المستخدمة:

1- استخدام كواشف غير نقية.
2- استخدام مذيبات غير نقية.
3- سوء تخزين الكواشف.
4- استخدام كواشف انتهت صلاحيتها.
5- استخدام أحجام غير صحيحة من المذيبات.
6- الكواشف غير قابلة للذوبان الكامل .
7- تبخر الكواشف.

(6) أخطاء من المواد المرجعية والقياسية المستخدمة:

1- مواد مرجعية غير نقية.
2- أخطاء من تداخل مواد غريبة في المواد المرجعية.
3- اختلاف فيزيائي بين العينة والمادة المرجعية (مثل اللزوجة).
4- استخدام قيم مرجعية خاطئة.
5- تغير المادة المرجعية نتيجة تخزين غير مناسب – تبخر – ادمصاص.
6- استخدام مواد مرجعية انتهت فترة صلاحيتها.
7- أخطاء في تحضير المواد المرجعية.

(7) أخطاء من طريقة القياس المستخدمة:

1- الحيود عن الطريقة وعدم إتباع الطريقة تماماً .
2- أخطاء عند التحضير أو الخلط أو الإضافة.
3- استخدام عمليات تحليلية خاطئة .
4- عدم الالتزام بالمدى الذي يصلح .
5- إهمال المدى الخطي للتجربة .
6- إهمال حد التمييز.
7- إهمال قيم التجارب الغفل.
8- عدم ملاحظة وقت التفاعل بدقة .
9- عدم ضبط درجة الحرارة بدقة .
10- إهمال تراكب الخطوط وتداخلها في قياس طيف الانبعاث.

(8) أخطاء من المعايرة:

1- أخطاء في قياس الأحجام.

(9) أخطاء الوزن:

1- عدم ضبط صفر الميزان.
2- عدم معايرة الميزان.

(10) أخطاء من استخدام الأجهزة:

1- عدم نظافة الأجهزة المستخدمة.
2- التلوث.
3- عدم تجفيف الأجهزة.
4- استخدام أجهزة غير مناسبة وإهمال ضبطها.
5- عدم مراجعة نوعية النتائج.
6- إهمال صيانة الأجهزة.
7- تأثير الحرارة والكهرباء والمجال المغناطيسي على الأجهزة.

(11) أخطاء من استخدام الماصات الزجاجية:

1- استبدل الماصات (ذات أحجام متفاوتة).
2- استخدام الماصة غير المناسبة .
3- استخدام الماصات مبللة.
4- استخدام ماصات غير معايرة أو يصعب معايرتها.
5- طريقة الاستخدام غير صحيحة مثل عدم الأخذ في الاعتبار وقت التفريغ أو عدم استخدامها وهى في وضع رأسي و عدم ملاحظة علامات البدء والنهاية بدقة ووجود فقاعات هواء.
6- عدم نظافة الماصات يجعل فراغات بين سطحها الداخلي والمحلول.
7- عدم التنبه والدقة في الاستخدام.

(12) أخطاء من استخدام الماصات الأوتوماتيكية:

1- استبدل الماصات ذات أحجام مختلفة.
2- أخطاء في الأحجام.
3- عدم إحكام الطرف المتحرك.
4- استخدام ماصة أطرافها تسرب المحاليل.
5- التصاق المحاليل على السطح الخارجي.
6- تفريغ الماصة بسرعة زائدة.
7- سحب فقاعات هواء.

(13) أخطاء من أوعية تفريغ الجرعات:

1- انسداد إبرة سحب وتفريغ العينات.
2- استخدام أجهزة غير معايرة.
3- وجود أنابيب أو صمامات يتسرب منها المحاليل.
4- انسداد الأنابيب أو الصمامات.
5- عدم ضبط الأحجام المحقونة.
6- أخطاء من عدم دقة سرعة المضخات الناقلة للمحاليل.

(14) أخطاء من الخلية المستخدمة في القياس:

1- عيوب بالخلية كاختلاف الشفافية أو استخدام خلايا مختلفة.
2- استخدام خلايا غير مناسبة كنوع الزجاج أو الأحجام.
3- وضع الخلية بطريقة غير صحيحة.
4- عدم ملء الخلية بحجم كاف.
5- استخدام خلايا مبللة من الخارج.
6- استخدام خلايا ذات سطوح مخدوشة أو خشنة.
7- وجود فقاعات هواء داخل المحاليل المقاسة.
8- استخدام خلايا غير نظيفة.

(15) أخطاء جهاز الفوتوميتر:

1- أخطاء من عدم ضبط طول الموجة الملائمة للقياس.
2- عدم وجود كثافة ضوئية كافية مثل استخدام اللمبات القديمة.
3- عدم نظافة النظام الضوئي مثل المرايا والعدسات ووجود أتربة أو أبخرة عليها.
4- عدم استخدام الجهاز المناسب كاستخدام جهاز بمرشح بدلاً من آخر مزود بآلية إعطاء ضوء وحيد طول الموجة.
5- عدم ضبط الجهاز.
6- إهمال أية حيود.
7- عدم ضبط نقطة الصفر.
8- دخول ضوء في غرفة العينة.
9- عدم ضبط فتحة نافذة الجهاز لدخول الضوء.
10- استخدام مرشح خطأ.
11- استخدام كاشف تكبير الضوء غير صالح أو غير مضبوط.
12- مدى غير ملائم للقياس.
13- مسجل يعطى ذبذبات عالية.
14- قراءات غير ثابتة لتذبذب التيار.

(16) أخطاء من تسجيل الاستجابة:

1- استخدام مدى غير مناسب.
2- أخطاء في القراءة.
3- استبدال النتائج.
4- أخطاء في التسجيل.

(17) أخطاء من الحسابات:

1- أخطاء حسابية في الوحدة المستخدمة – وحساب الكسور الجبرية.
2- تقريب الأرقام.
3- عدم حساب قيم التجربة الغفل للعينة أو الكاشف المستخدم.
4- عدم استخدام معامل امتصاص صحيح.
5- إهمال أو استخدام معامل تخفيف غير صحيح.
6- عدم ا لانتباه على الانتقال إلى مدى قياس آخر.

(18) أخطاء أثناء نقل القراءات:

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

(19) أخطاء عند تسجيل النتائج:

1- استبعاد أخطاء العينة.
2- عدم اتخاذ إجراءات ضبط وتأكيد الجودة.

الفصل الثالث
ضبط ومراقبة جودة التحاليل الكيميائية

ضبط الجودة (QC) هي تقنيات تشغيلية ونشاطات تستخدم لتعطى الثقة في جودة نتائج التحاليل ، ويعطى برنامج ضبط الجودة القدرة على الحصول على نتائج موثوق بها يمكن الاعتماد عليها . ويجب أن يشمل:

1- إجراء تجارب غفل (Blank)
2- قياس متكرر (Replicates)
3- تحليل عينة عمياء (Blind)
4- تحليل عينات مضاف اليها تركيزات معلومة spike
5- إصدار رسوم الضبط البيانية بنوعية التحاليل Control charts
6- استخدام عينات مرجعية Reference Materials

و يجب أن تكون هذه الإجراءات محددة بوضوح في دليل الجودة للمعمل. ويعتمد مستوى ضبط الجودة على طبيعة التحاليل ودوريتها وحجم العمل. وتستخدم من أجل ذلك عينات ضبط الجودة. وعينات ضبط الجودة هي عينات مثالية ذات درجة عالية من الثبات ومتاحة بكميات للتحليل على فترات زمنية ممتدة. وخلال هذه الفترة يمكن رصد التفاوت في أداء الطريقة المستخدمة بقياس القيمة المحددة للعينة المستخدمة في ضبط الجودة وعادة باستخدام رسم بياني.

ويجب أن يكون المستوى الذي يتبناه المعمل كافيا لضمان تطبيق النتائج وكدليل فإن مستوى ضبط الجودة المثالي في التحاليل الروتينية يجب ألا يقل عن 5% من العينات التي يجري تحليلها وهذا يعنى استخدام عينة ضبط جودة لكل 20 عينة يجرى تحليلها وقد تتطلب ظروف أخرى استخدام 50% من العينات الضابطة . وعند تحليل عينات بصورة غير دورية فانه يجب تطبيق النظام الكامل على كل حالة. وربما يتطلب استخدام مواد مرجعية تحتوى على تركيزات معروفة وموثقة بشهادات وكذلك تكرار تحليل العينة وإضافة كمية من المادة القياسية للعينة وتحليلها (Spike). والعينات التي تحلل بصورة دورية متكررة يجب إخضاعها لطرق ضبط الجودة المنتظم متضمنا استخدام الرسوم البيانية وعينات المراجعة.

ويجب على المعمل أن يراقب أداءه طبقا لمتطلباته الخاصة ووفقا لمشاركته في اختبارات الكفاءة الذي ينظم بصورة دورية. وهذا الاختبار يساعد في إلقاء الضوء ليس فقط على تكرارية الأداء بين المختبرات ولكن أيضا في الكشف عن الأخطاء المنتظمة مثل الحيود. و تعرف جهات الاعتماد مدى أهمية هذه الاختبارات وتشجع بشدة المختبرات في الاشتراك في هذه الاختبارات كجزء مكمل من خطط تأكيد الجودة. وإنه من المهم مراقبة نتائج اختبار الكفاءة كوسيلة لمراجعة تأكيد الجودة واتخاذ الإجراءات الضرورية وقد تحدد جهات الاعتماد الاشتراك في اختبارات بعينها كمتطلب في عملية الاعتماد.

خطة ضبط الجودة:

1) يجب على المحلل أن يبرهن في هذه الخطة على قدرته على إجراء أنواع التحاليل التى يجريها ودقة النتائج التي يحصل عليها. وفى معظم التحاليل فإن إثبات دقة محلل واحد وعدم حيود نتائجه يعتبر كافيا.
2) استخدام حصيلة تجربة الإضافة المعروفة (Known addition) كجزء من الخطة المنتظمة للتحاليل. ويجب أن تكون الإضافات المعروفة على الأقل 10% من عدد العينات ، ولستخدام محاليل مركزة حيث أنها لا تغير كثيرا في الحجم.
3) استخدام عينة ضبط الجودة (QCs) وهى محلول من المادة المراد تحليلها معروفة التركيز على وجه اليقين وتستخدم مع جزء من عينة غفل حقلية أو وسط العينة المراد تحليلها ويحصل على ضبط الجودة هذه خارج المختبر وهى مختلفة عن المحاليل القياسية المستخدمة في المعايرة. وتستخدم لمراجعة أداء المختبر مع مادة اختبار محضرة خارجيا.
4) كلشف مختبر غفل (Blank) وهى كمية من الكاشف ذو وسط مائي أو وسط آخر تعامل بنفس الطريقة التي تعامل بها العينات وتستخدم التجربة الغفل لتقدير ما إذا كانت هناك تداخلات من وسط العينة او تداخلات أخرى موجودة في بيئة المعمل ناشئة عن الأجهزة أو الكولشف المستخدمة.
5) استخدام عينتين مختبرتين وهما جزأين في نفس العينة يؤخذ بواسطة المختبر وتحللان منفردتين باستخدام نفس طريقة العمل و تظهر هذه التحاليل مدى الدقة والتكرارية المصاحبة لطريقة عمل المعمل ولا تدل على طرق جمع وحفظ وتخزين العينات.
6) تعتبر منحنيات الجودة من أهم الوسائل لمراقبة نوعية القياس في المعمل . ومنحنيات الجودة هي طريقة مرئية للمراجعة وإثبات أن الطريقة المستخدمة منضبطة إحصائيا وكذلك في إعادة عملية القياسات ولتشخيص مشاكل القياس. بالإضافة إلى ذلك فإنها تستخدم لإظهار الانحراف (أو غياب الانحراف) والدقة وحدود التمييز. وغالبا يستخدم منحنى (X) ومنحنى (R) ومنحنى (D) و منحنى (r). واستخدام نوع واحد من عينات الجودة ونوع واحد من منحنيات الجودة غير كافيين لضبط كل مصادر الخطأ.

نظام ضبط الجودة في تجميع وإعداد العينات للتحاليل:

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

كفاءة الإدارة:

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

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

رسومات الضبط البيانية Control Charts:

يعتبر الاستخدام العرضي للمواد المرجعية طريقة غير موضوعية لضبط جودة النتائج ، لذلك فإنه من الأفضل عمل تحاليل دورية ومنتظمة للمواد المرجعية واستخدام نتائجها في الحصول على رسومات الضبط البيانية ، وهذا ما يسمى بنظام ضبط الجودة الداخلي.

تعريف رسوم الضبط البيانية:
رسومات الضبط عبارة عن تمثيل بياني للنتائج حيث يتم رسم القيم الضابطة أمام رقم التشغيلة (أو زمن التشغيلة) ، وتحتوي رسومات الضبط البيانية على خط مركزي وعلى حد تحذيري أعلى وحد تحذيري أسفل وكذلك على حد ضابط أعلى وحد ضابط أسفل.

ورسوم الضبط البيانية هي تمثيل بياني يبين العلاقة بين نتيجة تحليل العينة المرجعية أو القياسية على أحد المحورين ورقم أو زمن القياس على المحور الآخر ومن هذا الشكل تظهر مستويات من النتائج تدور حول قيم مركزية مثالية وقيم تحذيرية وقيم ضابطة ، ويعرف الخط المركزي على أنه أفضل تقييم لمدى متغيرات القيم الضابطة على سبيل المثال المتوسط الحسابي للقيم الضابطة ، ويمكن الحصول على هذه القيم الضابطة باستخدام قيم الاستجابة وهي القيم المستخرجة من عمليات القياس.

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

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

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

خط الضبط Control Line: هي قيم للعينات الضابطة.

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

الحد الضابط (Control Limit): ويطلق عليه أيضاً حد الفعل (Action Limit) وهذا الحد قد يكون علوياً أو سفلياً أيضاً ويبين احتمال وجود 99,7% من القيم الضابطة داخله وهو يمثل ± ثلاثة أمثال الحيود القياسي.

أنواع رسومات الضبط:

يوجد أربعة أنواع من رسومات الضبط البيانية وهي:

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

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

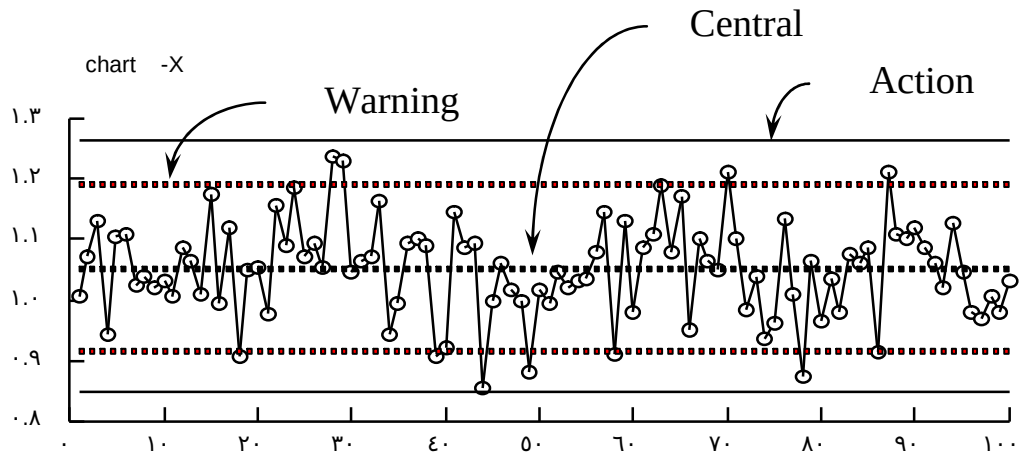
3-الرسم الضبطى للاسترجاع أو الإضافات (D-chart).

4-الرسم الضبطى للمدى النسبي (r-chart).

الرسم الضبطي للمتوسط الحسابي X-Chart :

وهو عبارة رسم يمثل قيم ا لمتوسطات الحسابية لعينات مرجعية أو عينات محاليل قياسية ويشمل.

(1) خط الضبط (CL)	هي قيمة المادة المرجعية أو العينة الضابطة ذات التركيز المعلوم
(2) حد التحذير (WL)	وهى = CL ± ٢ S_x
(3) حد الضبط (AL)	وهى = CL ± ٣ S_x
(4) قيمة الاستجابة	وهى قيم X لكل مجموعة من النتائج



مثل : نتائج لرسم المتوسط الحسابي :

رقم التشغيلية	X_1	X_2	$\overline{X}$
1	491	493	492
2	497	497	497
3	498	501	499,5
4	492	485	488,5
5	505	510	507,5
6	506	512	509
7	492	487	489,5
8	491	488	489,5
9	497	503	500
10	498	493	495,5

الخط المركزي = 496,8 $\overline{\overline{X}}$.

الحد التحذيري يبعد عن الخط المركزي بمسافة قدرها ± 2 S (أي ضعف الحيود القياس)
الحد الضابط يبعد عن الخط المركزي بمسافة ± 3 S (أي ثلاثة أضعاف الحيود القياسي).

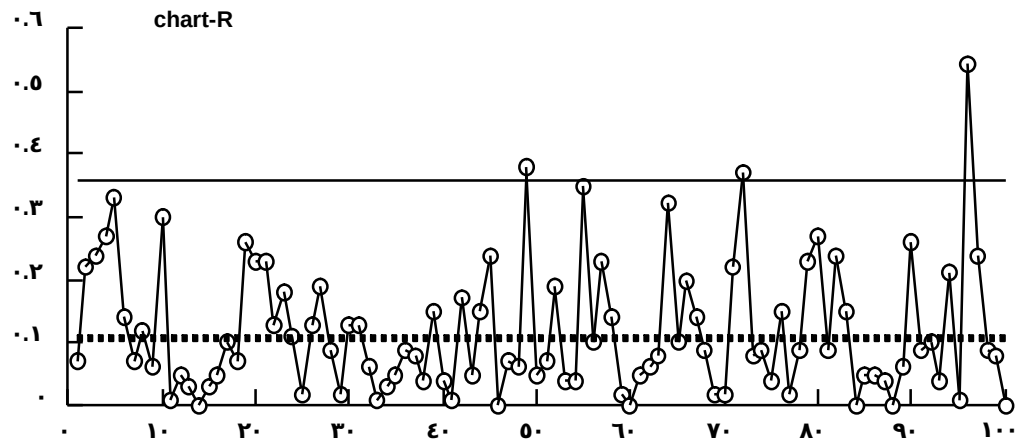
رسم الضبط للمدى (R-chart) ويشمل:

(1) خط الضبط (CL) وهى الفرق بين أعلى وأقل نتيجة لعينة ضابطة أو مادة مرجعية مقاسة**في كل مجموعة**

$R = d_{٢} S_w$

(2) حد الضبط العلوي UAL $D_{٤} * R$

(3) حد الضبط السفلي LAL $D_{٣} = zero$



مثال :

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

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

رقم التشغيلة	التكرارية		المدى (R)	المتوسط ($\overline{X}$)
	تجربة (1) X_1	تجربة (2) X_2		
1	491	493	2	492,0
2	497	497	صفر	497,0
3	498	501	3	499,5
4	492	485	7	488,5
5	498	493	5	495,5
6	510	508	2	509,0
7	506	512	6	509,0
8	492	487	5	489,5
9	491	488	3	489,5
10	497	503	6	500,0
11	500	494	6	497,0
12	506	511	5	508,5
13	506	501	5	503,5
14	487	497	10	492,0
15	491	491	صفر	491,0
16	500	499	1	499,5
17	491	507	16	499,0
18	495	498	3	496,5
19	502	500	2	501,0
20	495	492	3	493,5
متوسط المدى $\overline{\overline{R}}$			4,5	
متوسط $\overline{\overline{X}}$				497,5

الإجابة :

يحسب الحيود القياسي (S_x) من المعادلة :

$$S_x^{٢} = \sum (X - \overline{X})^{٢} / (n - ١)$$

$$S_x^{٢} = ٤٣.٤$$

$$S_x = ٦.٥٩ \text{ mgO}_{٢}\text{/L}$$

$$\overline{X} = ٤٩٧.٥ \text{ mgO}_{٢}\text{/L}$$

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

حد التحذير العلوي = $\overline{X}$ + ٢S_x

= 497,5 + (2 × 6,59) = 510,7 ملليجرام/م^3

حد التحذير السفلي = $\overline{X}$ - ٢S_x

= 497,5 – (2 × 6,59) = 484,3 ملليجرام/م^3

حد الضبط العلوي = $\overline{X}$ + ٣S_x

= 497,5 + (3 × 6,59) = 517,3 ملليجرام/م^3

حد الضبط السفلي = $\overline{X}$ - ٣S_x

= 497,5 – (3 × 6,59) = 477,7 ملليجرام/م^3

(ب) رسم الضبط للمدى R :

حيث أن $\overline{\overline{R}}$ = 4,5

فإن خط الضبط = 4,5

الحد الضابط العلوي = $D_٤$ × $\overline{R}$ = 1,128 × 4,5 = 5,08

الحد الضابط السفلي = $D_٣$ = **صفر**

رسم ضبط الاسترجاع (D-chart) وتشمل :

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

(2) حد التحذير (WL) $CL \pm ٢\sqrt{٢}S_x$

(3) حد الضبط (AL) $CL \pm ٣\sqrt{٢}S_x$

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

مثال:

عند قياس مستوى النترات فى عينات مياه طبيعية أجريت القياسات على العينات قبل وبعد إضافة تركيز **معلوم مقداره** 0,5 ملليجرام/لتر وتم الحصول على النتائج الآتية:

بيان رسم الاسترجاع الضبطى لهذا التحليل.

رقم التشغيلة	القراءة المباشرة (X)	القراءة بعد إضافة التركيز المعلوم	قيمة الاسترجاع $\overline{D}$
1	**4,215**	**4,700**	**0,485**
2	**6,333**	**6,850**	**0,517**
3	**8,514**	**9,113**	**0,599**
4	**9,210**	**9,802**	**0,592**
5	**5,413**	**5,920**	**0,507**
6	**6,595**	**7,015**	**0,420**
7	**8,231**	**8,812**	**0,581**
8	**18,304**	**18,813**	**0,509**
9	**16,511**	**17,105**	**0,594**
10	**20,222**	**20,719**	**0,497**

الخط الضابط $\overline{\overline{D}}$ = 0,530

الحد التحذيري العلوي = $\overline{\overline{D}}$ + $٢\sqrt{٢S_x}$

الحد التحذيري السفلي = $\overline{\overline{D}}$ - $٢\sqrt{٢S_x}$

رسم ضبط المدى النسبي (r-chart) وتشمل:

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

$$r = \frac{R \times ١٠٠}{\overline{X}}$$

(2) حد الضبط العلوي $D_٤ * \overline{r}$

(3) حد الضبط السفلي $D_٣ = ٠$

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

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

رقم التشغيلة	القراءة الأولى X_1	القراءة الثانية X_2	المدى R	المتوسط $\overline{X}$	r,%
1	3,12	3,61	0,49	3,36	14,6
2	4,55	4,86	0,31	4,71	6,6
3	5,11	5,00	0,11	5,06	2,2
4	11,22	10,90	0,32	11,06	2,9
5	7,25	7,38	0,13	7,32	1,8
6	10,31	11,10	0,79	10,71	7,4
7	1,9	2,30	0,40	2,10	19,0
8	27,11	25,91	1,20	26,51	4,5
9	14,16	15,21	1,05	14,69	7,1
10	15,5	16,62	1,12	16,06	7,0

الإجابة :

يحسب المدى والمتوسط للقراءات كما هو مبين بالجدول **ثم تطبق المعادلة**

$$r,\% = \frac{R}{\overline{X}} \times ١٠٠$$

الخط الضابط (CL) **للمدى** $\bar{r} = 7,3$

الحد التحذيري العلوي = $D_٤ \times \bar{r}$

$= 3,267 \times 7,3 = 23,85$

الحد التحذيري السفلي = $D_٣$ = **صفر**

مقدار الدقة Accuracy :

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

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

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

1- من قيمة الاسترداد المحسوبة لتركيز معلوم مضاف إلى عينة طبيعية .
2- من مواد مرجعية معلومة التركيز.
3- مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة محدودة الدقة.
4- مقارنة التركيز المتحصل مع نظيره المتحصل من طريقة أخرى موثقة.
5- من خلال دراسات بين المعامل المختلفة .

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

قيمة الاسترداد الأدنى =

$$\frac{\text{أقل قراءة فى القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

قيمة الاسترداد الأقصى =

$$\frac{\text{أعلى قراءة فى القياسات} \times 100}{\text{القيمة الحقيقية}}$$

رقم التشغيلية	X_1	X_2	$\overline{X}$	S
1	274	270	272	2,828
2	200	251	255.5	36,06
3	240	230	235	7,071
4	251	264	257,5	9,192
5	256	272	264	11,3
6	240	240	240	0

القيمة الحقيقية = 250 $\overline{\overline{X}}$ = ٢٤٩

مقدار الدقة من 250/200 **إلى** 250/274

أي يتراوح ما بين 80-110% .

تقييم رسومات ضبط الجودة:

رسوم $\overline{X}$ **:**

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

(1) قيمة واحدة تقع خارج حدود الضبط.
(2) سبعة قيم متتابعة على جانب واحد من الخط المحوري.
(3) سبعة قيم متتابعة ومتزايدة.

(4) سبعة قيم متتابعة ومتناقصة.
(5) قيمتين من ثلاثة قيم متتابعة تقع خارج حدود التحذير.
(6) عشرة قيم من أحدى عشر قيمة متتابعة عن جانب واحد من الخط المحوري.

رسوم $\overline{R}$:
تعتبر الحالات الخارجة عن نطاق الجودة هي الحالات التي يكون فيها:
(1) قيمة واحدة تقع فوق حد الضبط.
(2) قيمة واحدة تقع أدني حد الضبط.
(3) سبعة قراءات متتابعة متزايدة أو متناقصة.
(4) سبعة قراءات متتابعة تقع فوق متوسط المدى.

وبالمثل فلو أن قيمة واحدة على الأقل وقعت خارج حد الضبط العلوي وجب إعادة حساب كل القيم : ويراعي أن الزيادة أو النقصان المنتظم للمدى يدل على خلل بنظام صيانة الأجهزة أو تقادم الكواشف المستخدمة .
ويجب عند تقييم رسومات الضبط ألا ينظر المرء فقط إلى حالات الضبط ولكن أيضاً عن أي تطور في مواقع النقط على الرسم ليتخذ التدابير الكافية قبل أن تظهر حالات الخروج عن حدود الضبط فالزيادة المضطردة ولو داخل حد الأمان وكذلك التذبذب الحاد بالزيادة والنقصان يمكن أن يؤديا إلى حالات خروج عن حدود الضبط .

استخدام وتفسير رسومات الضبط البيانية:

1- استخدام يومي:

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

2- استخدام على فترات زمنية:

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

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

(1) **النوع الأول (I):** عينة تخليقية أو مرجعية معلومة التركيز ويستفاد من استخدامها فى تحديد المدى والحيود القياسي والدقة والمتوسط وعند استخدامها لتحديد المدى (R) فإنها تدل على مدى الخطأ

العشوائي . وعند استخدامها لتحديد المتوسط فإنها تدل على مدى الخطأ المنتظم وتستخدم **في إعداد رسم ضبط المتوسط** (X-chart) **ورسم ضبط المدى** (R-chart) .

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

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

(4) **النوع الرابع (IV):** عينات غفل (blank) تستخدم عندما يكون العنصر المراد قياسه غير ثابت ويتغير تركيزه مع الوقت ويستفاد من هذه العينات **في** تحديد مدى التمييز (limit of detection) وتستخدم هذه العينات **في إعداد رسم الضبط للمدى** (R-chart) **للتجارب الغفل**.

(5) **النوع الخامس (V):** عينات طبيعية غير ثابتة كيميائياً وغير معلومة التركيز ويمكن اختيارها من بين العينات الواردة إلى المعمل للتحليل وتستخدم **في إعداد رسم الضبط للمدى النسبي** (r-chart).
ويبين الجدول الآتي نوع العينات المستخدمة **في إعداد رسومات ضبط الجودة المختلفة**:

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

ضبط جودة تجميع العينات وحفظها

العينات الممثلة واختيار موقع أخذ العينات

إن الحصول على عينة مماثلة متجانسة يعتمد **على** طريقة أخذ العينة . ويعتبر أخذ عينة مجمعة من نقاط **مختلفة من نفس المصدر** أفضل من أخذ عينة من نقطة واحدة، وكلما تعددت النقاط كلما كانت العينة أكثر **تمثيلا**، ويعتمد الحجم الذي يجب تجميعه **على** عدد وأنواع الاختبارات المطلوب إجرائها.

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

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

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

خطة ضبط ومراقبة الجودة في جمع العينات

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

1- معايير عامة لضمان الجودة.
2- منع تلوث العينات.
3- إجراءات حقلية لضبط الجودة.
4- تجهيز العبوات (الأوعية).

أ- معايير عامة لضمان جودة جمع العينات

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

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

3- الحفاظ على نوعية البيئة دون تلوثها في أماكن العمل.
4- إتباع طرق قياسية موثوق في مصداقيتها ونتائجها.
5- التأكد من أن العينات قد أخذت من أماكن مختلفة وفى أوقات مناسبة.
6- استخدام العبوات النظيفة والسدادات المناسبة للعنصر المراد تحليله.
7- استخدام المواد الحافظة السليمة والملائمة لحفظ العينات.
8- حفظ العينة بالتبريد أو تثبيت الرقم الايدروجينى وإرسالها للمعمل في أقرب فرصة.
9- تجنب تلوث العينات.
10- تجنب سحب أي مواد طافية قدر الإمكان عن طريق غمر فتحة إناء التجميع تحت مستوى الماء.
11- يجمع حجم مناسب من العينة يكفى لإجراء كافة التحاليل المطلوبة.
12- ضرورة إجراء بعض التحاليل الحقلية قبل إرسالها للمعمل لتجنب حدوث تغيرات كيميائية فمن الضروري إجراء قياسات درجة الحرارة – الرقم الايدروجينى – الأكسجين الذائب في موقع اخذ العينة حيث تتغير قيم هذه العوامل تغيرا كبيرا.

ب- منع تلوث العينات

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

14- تجنب تعرض الأدوات والمعدات المعدنية للأحماض وأبخرتها.

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

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

جـ - إجراءات حقلية لضبط الجودة:

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

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

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

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

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

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

د – تجهيز العبوات:

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

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

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

وفى بعض الأحوال تعالج العبوات معالجة خاصة مثل:

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

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

طريقة جمع العينات:

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

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

حفظ العينات:

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

حجم العينات:

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

أنواع العينات:

1- العينة المفردة:

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

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

2- العينة المركبة:

تسحب العينة المركبة لدراسة ظروف العينة فى فترة تشغيل كاملة ، وهى عبارة عن تجميع لعينات سحبت على فترات مناسبة (كل نصف ساعة أوساعة) من المكان المحدد عند النقطة التى يكون معدل التدفق ممثلاً تماماً لها ، ثم تخلط في نهاية المدة المحددة لتجميع العينة ، ويمكن استخدام جهاز لتجميع العينة إذا تيسر وجوده ، ويستخدم لسحب هذه العينات وعاء ذو فوهة واسعة لا يقل قطرها عن 35 مم ولا يقل حجم الوعاء عن 120 ملليلتر ومنه إلى وعاء تجميع العينة ، ويجب مراعاة حفظ العينات الجزئية المجمعة ، وعند تمام تجميع العينات تخلط وتمزج جيداً.

الاشتراطات الواجب توافرها عند سحب العينة وحفظها:

1- اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي.

2- اشتراطات عينات التحليل الكيميائي.

1- اشتراطات عينات التحليل البكتريولوجي

يستعمل وعاء من الزجاج المتعادل لا يقل حجمه عن 250 مليلتر له غطاء زجاجي مصنفر مع حماية هذا الغطاء بتغطيته بورق سلوفان أو رقائق ألمونيوم ، وتوضع كمية من ثيوكبريتات الصوديوم $Na_2S_2O_3.0H_2O$ فى الوعاء قبل تعقيمه ، وذلك لمعادلة ما قد يحتمل وجوده من الكلور الحر أو الكلورامين المتخلف بالمياه ، والذي قد يؤثر على عدد البكتريا الموجودة أثناء نقل أو حفظ العينة ، وقد وجد أن 0,1 ملليلتر من محلول 3% من ثيوكبريتات الصوديوم المتبلور (أى ما يعادل 3 ملليجرام) فى زجاجة سعة 170 ملليلتر كافية لمعادلة 5 ملليجرام فى اللتر من الكلور المتخلف ، كما أنه ليس لها أى أثر يذكر على أحياء المجموعة القولونية ، ويجب كذلك في حالة سحب عينات سبق معالجتها بالكلور تقدير كمية الكلور المتخلف في مكان سحب العينة ، ويجب مراعاة أن يتم ملأ الزجاجة إلى ثلاثة أرباع سعتها ، وتوضع فى صندوق ثلاجة عقب سحبها مباشرة وألا يزيد الوقت بين سحب العينة وتحليلها عن 6 ساعات.

2- اشتراطات عينات التحليل الكيميائي:

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

بيانات العينة:

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

1- اسم وعنوان مصدر العينة.
2- مكان سحب العينة.

3- رقم العينة.
4- سبب الفحص (جديد – دوري – تفتيش).
5- تاريخ سحب العينة.
6- وقت سحب العينة.
7- طبيعة العينة (مياه شرب معالجة – مياه خام).
8- درجة حرارة العينة وقت سحبها.
9- درجة حرارة الجو وقت سحب العينة.
10- نوع العينة (مفردة – مركبة).
11- الفترة بين العينات الجزئية فى حالة العينة المركبة.
12- المواد الحافظة التي أضيفت.
13- طرق المعالجة أو التعقيم إذا كانت مستعملة ونسبة المواد المستخدمة فى المعالجة أو التعقيم.
14- الفحص الظاهري للعينة (لون – رائحة – عكارة – رواسب).
15- الاختبارات المطلوب إجراؤها.
16- الأس الايدروجيني.
17- اسم ساحب العينة وتوقيعه.

احتياطات السلامة الصحية عند جمع العينات:

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

2- تجنب تلوث الأطعمة وحظر تواجدها بالقرب من العينات.

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

4- منع التدخين أثناء أخذ العينات.

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

الاشتراطات الواجب إتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

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

تابع الاشتراطات الواجب إتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

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

تابع الاشتراطات الواجب إتباعها عند سحب العينة وحفظها للتحليل الكيميائي

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

تابع الاشتراطات الواجب إتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

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

تابع الاشتراطات الواجب اتباعها عند سحب العينة و حفظها للتحليل الكيميائي

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

(ب) = أوعية من البلاستيك (بولي إيثيلين أو ما يكافئه)
(ز) = أوعية من الزجاج
($ب_1$) ، ($ز_1$) = أوعية تم شطفها بحمض نيتريك (1 : 1)
($ز_2$) = أوعية زجاجية من البوروسيليكات
($ز_3$) = أوعية زجاجية تم شطفها بالمذيبات العضوية
(س) =ساعة

الفصل الرابع
تأكيد جودة نتائج التحاليل Quality Assurance

تأكيد الجودة (QC) هي كل الأفعال المنتظمة والمخططة الضرورية التي يقوم بها المعمل لتأكيد مصداقية النتائج التي يصدرها ويؤكد الثقة فى هذه النتائج.

الفوائد التي يمكن الحصول عليها من تطبيق برنامج تأكيد الجودة:

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

العناصر التي يعتمد عليها في تطبيق برنامج تأكيد الجودة:

1- تواجد الأجهزة والمواد المناسبة ومعايرتها.
2- صيانة الأجهزة.
3- كفاءة المحللين وأعضاء الهيئة والمستخدمين والتدريب.
4- التفتيش والمراجعة الخارجية والاشتراك في اختبارات الكفاءة الخارجية.
5- وجود إستراتيجية لجمع العينات.
6- وجود إستراتيجية لتحليل العينات.

وكجزء من أنظمة الجودة ولرصد الأداء التحليلي يوميا فان المعمل عليه أن يعد نظاما داخليا للجودة وان يشارك كلما كان ذلك ممكنا في خطة اختبار الكفاءة أو النشاطات بين المعامل المختلفة ، و يجب أن تكون هذه الإجراءات محددة بوضوح في دليل الجودة للمعمل.

تواجد الأجهزة والمواد المناسبة ومعايرتها:

1- يجب أن يزود المعمل بكل الأجهزة اللازمة للأداء الصحيح للاختبارات (متضمناً أخذ العينات والتحضير والإعداد والتحليل وفى الحالات التي يحتاج المختبر فيها استخدام أجهزة خارج نطاق سيطرته يجب التأكد من أن المتطلبات المذكورة في هذا الدليل قد تم الوفاء بها.

2- يجب أن تكون الأجهزة وبرامجها المستخدمة في أخذ العينات والتحليل قادرة على تحقيق الدقة المطلوبة والمتوافقة مع المواصفات المتعلقة بالاختبارات التي تجرى وأن يجرى تشغيلها بالأشخاص المخولين ، وعادة تقسم الأجهزة في معامل التحاليل الكيميائية إلى:

(i) أجهزة خدمة عامة لا تستخدم في إجراء القياسات أو لها تأثير ضئيل للغاية على القياسات (مثل قرص التسخين والقلاب والأوعية الزجاجية غير العيارية والزجاجيات المستخدمة للتعامل مع حجوم تقريبية مثل المخابير المدرجة) وكذلك أنظمة التدفئة والتهوية.

(ii) أجهزة حجمية (مثل القوارير والماصات وسحاحات تجميع الغازات ، إلخ).

(iii) أجهزة قياس (مثل الترمومترات وأجهزة التوقيت وأجهزة قياس الطيف والكروماتوجرافى وأجهزة القياس الكهروكيميائي والموازين والمجسات وأجهزة رصد الغازات).

(iv) مقاييس فيزيائية (مثل الأوزان المرجعية والترمومترات).

(v) الحاسبات ومعالجة البيانات.

3- يجب الاحتفاظ بسجلات (Logbooks) لكل مادة رئيسية أو جهاز قياس ويجب أن يحتوى كل سجل على ما يلي على الأقل:

(i) اسم المادة أو الجهاز.

(ii) اسم المصنع وطريقة التعرف والرقم الكودي.

(iii) تاريخ الاستلام وتاريخ استخدامه.

(iv) موقعه الحالي كلما كان ذلك ملائماً.

(v) حالته عند الوصول (على سبيل المثال جديد – مستخدم – مجدد).

(vi) تاريخ أية إعطاب أو تعديل أو إصلاحات.

(vii) تعليمات المصنع وإذا كانت متوافرة أو إشارة إلى مكانها.

(viii) تواريخ ونتائج ونسخ من التقارير والشهادات لكل المعايرات والضبط ومعايير القبول والوقت المحدد للمعايرة التالية.

4- لابد من استخدام مواد معملية وزجاجيات وكواشف وكيماويات ذات جودة معقولة.

5- ويجب معايرة أجهزة القياس المستخدمة فى المعامل قبل استخدامها وبعده طبقاً لبرنامج محدد. وكجزء من نظام الجودة فإن المختبر مطالب أن يدير برنامجاً لصيانة ومعايرة الأجهزة المستخدمة في المعامل.

6- عندما تكون المؤشرات الفيزيائية حرجة للأداء الصحيح لاختبار محدد فإن المعمل يجب أن يستخدم مادة قياسية لهذا الغرض كوسيلة للمعايرة ، والمواد القياسية المرجعية وما يصاحبها من شهادات يجب تخزينها واستخدامها بطريقة متكررة للحفاظ على حالة المعايرة.

7- يجب إعداد برنامج معايرة للأجهزة الرئيسية حيث أن هذه الخصائص لها تأثير فعال على النتائج ، وعند استلام أجهزة متضمنة تلك المستخدمة فى أخذ العينات يجب مراجعتها للتأكد من أنها تفى بمتطلبات المواصفات التي حددها المعمل وتتوافق مع المواصفات القياسية المعنية ويجب مراجعتها ومعايرتها قبل الاستخدام ، ويجب إعداد وتنفيذ برنامج شامل لمعايرة الأجهزة لكي يضمن أن القياسات التى تجرى بالمعمل متطابقة مع المعايير المحلية والدولية.

8- يجب استخدام أجهزة القياس بطريقة صحيحة مع الخدمة الدورية والتنظيف والمعايرة ، إن المراجعة الدورية للأداء يجب إجرائها (على سبيل المثال مراجعة الاستجابة – الثبات - خطية المصادر – المجسات والكواشف – كفاءة الفصل فى الأنظمة الكروماتوجرافية – تفكك – اشتقاق ودقة طول الموجة لأجهزة قياس الطيف .. إلخ) ويمكن تحديد تكرارية مراجعة أداء الأجهزة بالخبرة أو عند الحاجة أو بملاحظة نوع الأداء السابق للأجهزة . ويجب أن تكون الفترات بين المراجعات أقصر من الوقت الذي يأخذه الجهاز ليحيد خارج الحدود المقبولة .

9- الأجهزة التي تتطلب معايرة كجزء من التشغيل العادي يجب معايرتها باستخدام كيماويات بدرجة نقاوة معلومة وكافية أو باستخدام مواد مرجعية معروفة التركيب.

10- يجب أن تكون الطرق المستخدمة لإجراء المعايرة كافية التوثيق والتطبيق إما كجزء من الطرق التحليلية المحددة أو كوثيقة عامة للمعايرة ، ويجب أن يبين التوثيق كيف تجرى المعايرة ومتى يكون ضرورياً إجراء المعايرة والإجراءات التي تتخذ في حالة فشل المعايرة ، وغالباً ما يذكر الفترات التي يتم عليها إجراء المعايرة وإعادتها على المواد القياسية .

صيانة الأجهزة:

1- لابد من وجود خطة للصيانة الدورية للأجهزة المستخدمة وذلك عن طريق مهندسي الصيانة المعتمدين من الشركة المصنعة للأجهزة أو من خلال العاملين المهرة وذلك للحصول دوماً على أفضل ظروف تشغيل لهذه الأجهزة.

2- ضرورة تنظيف ومراجعة إجراءات الأمان لأجهزة الخدمة العامة.

3- يجب صيانة ومعايرة أجهزة القياس الحجمي بطريقة مناسبة حيث تحتاج إلى معايرة دورية أكثر تعتمد على الاستخدام . وللدقة العالية فإن القياسات غالباً ما تجرى وزنياً عنها حجمياً .

4- يجب تجنب أي تلوث ممكن للأجهزة من استخدامات سابقة ، إن النوع المستخدم (زجاج – تيفلون) وطريقة التخزين والتنظيف وفصل أجهزة القياس الحجمي على درجة عالية من الأهمية وخصوصاً عند استخدامها في تحاليل تركيزات متناهية في الصغر حيث أن الادمصاص أو الذوبانية لهما دور فعال.

5- يجب على المعمل أن يكون لديه طرق وخطة معدة من أجل التعامل الآمن والنقل والتخزين والاستخدام والصيانة لأجهزة القياس لضمان الأداء الأمثل ولمنع التلوث والتدهور المرجعية كلما أمكن مطابقة للمعايير المحلية والدولية للمواد المرجعية.

6- يجب توافر التعليمات الحديثة والواضحة للعاملين المعينين بالمعمل عن استخدام وصيانة الأجهزة متضمناً أية أدلة معينة من قبل منتج الجهاز ويجب أن يتم تعريف كل مكون فى الجهاز المستخدم للاختبار والمعايرة والمؤثر فى النتائج بطريقة فريدة و الاحتفاظ بسجل له.

7- من الضروري اتخاذ إجراءات إضافية عند استخدام أجهزة القياس خارج النطاق الدائم للمعمل لأغراض الاختبارات والمعايرات أو تجميع العينات مع مراعاة أن الأجهزة التي تتعرض لزيادة مفرطة في الاستخدام أو التي يساء استخدامها أو التي تعطى نتائج مشكوك فيها أو التي تظهر عيباً أو تعطى دقة خارج الحدود المحدودة يجب استبعادها من الخدمة ووضع ملصق عليها أو علامة وتخزن بشكل ملائم حتى يتم إصلاحها ويتم التأكد من أدائها الصحيح من خلال المعايرة.

8- على المعمل أن يختبر تأثير العيب أو الحيود من الحدود المحددة على اختبارات أو معايرات سابقة وأن يعد طريقة عن " ضبط الأعمال غير المتوافقة".

كفاءة المحللين وأعضاء الهيئة والمستخدمين والتدريب:

1- يجب على إدارة المعمل أن تحدد المستويات الدنيا من التعليم والتدريب والمهارات والخبرات الضرورية للقيادات داخل المعمل ويجب إجراء التحاليل الكيميائية بواسطة أو تحت إشراف محللين أكفاء مؤهلين.

2- وعلى الإدارة أن تخول أشخاص معينين لأداء أنواع معينة من الاختبارات أو لأخذ العينات أو لتوقيع تقارير الاختبارات أو لإعطاء تفسيرات وآراء أو لتشغيل أنواع معينة من الأجهزة

3- يجب على المعمل الاحتفاظ بتوصيف لوظائف القيادات والتقنين والفنيين المساعدين المشاركين في الاختبارات أوالمعايرات و لابد من توافر تعليمات مكتوبة وواضحة تتعلق بنوعية وأهداف عمل كل منهم . وكحد أدنى يجب تحديد المسئولية تجاه النقاط الآتية.

- الاختبارات المؤداة.
- الاختبارات المخططة ونتائج التقييم.
- تطوير واستحداث الطرق ومدى قابليتها للتطبيق.
- الخبرة والخبراء.
- المؤهلات وبرامج التدريب.
- الواجبات الإدارية والقيادية.

4- يجب على المعمل الاحتفاظ بسجلات لكل العاملين الفنيين تشمل :

(i) القدرة في المجال
(ii) المؤهلات التعليمية والمهنية
(iii) التدريب

(iv) المهارات

(v) الخبرات

5-يجب أن يكون للمعمل سياسة وإجراءات للتعرف على احتياجات التدريب وتزويد المتدربين بها. ويجب أن يكون برنامج التدريب ملائما للمهمات القائمة أو المتوقعة للمعمل.

6-يجب على المعمل ضمان تلقى العاملين فيه للتدريب الكافي للأداء الجيد للاختبارات وتشغيل الأجهزة. ويشمل ذلك خلفية التدريب على تقنيات معينة. ويجب اتخاذ المعايير الموضوعية خلال التدريب لتقييم كفاءة التدريب.

7- يجب أن يحتفظ المعمل بسجل محدث عن التدريب الذي تلقاه كل من العاملين. والغرض من هذه السجلات هو إثبات أن العاملين قد تم تدريبهم بشكل كاف وان قدراتهم لإجراء اختبارات مفوضة أو معتمدة قد تم تقييمها. ويجب أن تكون هذه السجلات متوافرة بالمعمل و تحتوى على:

(i) حضور المقررات الداخلية والخارجية.

(ii) التدريب على أداء العمل.

(iii) الاشتراك في برامج اختبار الكفاءة.

(iv) البحوث العلمية المنشورة.

إستراتيجية جمع العينات:

يجب أن تتوافر إستراتيجية لجمع العينات تحتوى تفصيليا على النقاط التالية:

1. نوعية العينات التي يمكن جمعها.
2. مكان جمع ى العينات.
3. توقيتات جمع العينات.
4. عدد العينات اللازم جمعها.
5. البرنامج التفصيلي للإعداد لجمع العينات.
6. خطوات العمل التفصيلية المستخدمة في جمع العينات.
7. متطلبات ضبط وتأكيد الجودة السابق ذكره لجمع العينات.

استراتيجية تحليل العينات:

إستراتيجية تحليل العينات:

تعتمد إستراتيجية اختيار الطرق التحليلية المستخدمة لتحليل العينات على عدة مصادر مثل:

- الطرق القياسية (Standard Methods) وهى طرق تعتمدها بعض المنظمات مثل (AOAC) ، (ASTM).
- الطرق الرسمية (Official Methods) وهى طرق تعتمدها بعض الجهات الحكومية مثل (USAPA) ، (NIOSH).
- الطرق المنشورة (Literature Methods) وهى الطرق المنشورة فى المجلات العلمية المتخصصة.
- الطرق الخاصة (Laboratory In – House Development Methods).

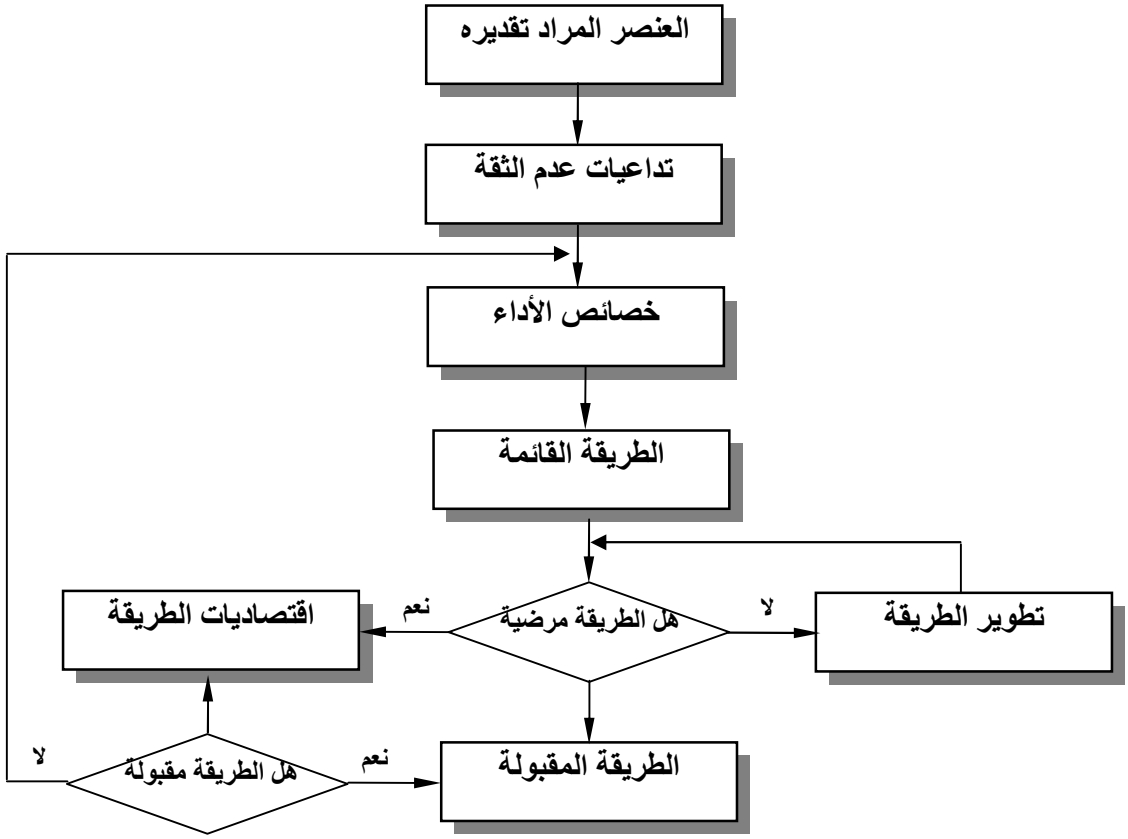
واختيار طريقة للتطبيق يعتمد على عدة عوامل أهمها هى خصائص الأداء.

خصائص الأداء لطرق التحاليل الكيميائية:

يطلق على خصائص التشغيل الهامة بطريقة التحليل "**خصائص الأداء**" وهى تعطى الأساس فى اختيار طريقة القياس المناسبة **لغرض محدد** وخصائص الأداء ليست ثابتة للطريقة الواحدة حيث تعتمد على قيم تتأثر بالمستخدم وعليه فإنها تعتمد على الطريقة التى استخدمت فيها التجربة، أن العديد من خصائص الأداء يمكن تقييمها كمياً بالطرق الإحصائية.

- حد التمييز Limit of Detection
- الصحة Accuracy
- الدقة Precision
- الحساسية sensitivity
- المدى Range
- الانتقائية Selectivity
- الجمود "مدى عدم المرونة" Ruggedness
- السرعة Speed
- التكلفة Cost

ويوضح الشكل رقم (4-1) طريقة اختيار الطريقة للتطبيق.



شكل رقم (4-1)
طريقة اختيار الطريقة للتطبيق

ومن المعروف أن كل الطرق الرسمية والقياسية لا تضمن معقولية النتائج وليس هناك طريقة مضمونة ولذا يجب أن تطور هذه الطرق قبل الاستخدام وتقييم الطرق القائمة للتقدير وذلك بتحديد خصائص أدائها وإذا لم تستطع الطرق الموجودة **الوفاء** بالمتطلبات اللازمة فيجب فى هذه الحالة ابتكار طريقة جديدة أو ندرس إمكانية تغيير بعض العوامل والظروف التى تسمح **بإعطاء نتائج معقولة ومقبولة.**

الفصل الخامس
توثيق طرق التحاليل Method Validation

صلاحية طرق التحليل (قابلية التطبيق) (Validation) تعنى التأكيد باستخدام أدلة موضوعية عملية وإحصائية أن الطريقة المستخدمة فى التحليل تفى بالمتطلبات المتوقعة من حيث مستوي الجودة لنتائج التحاليل. وإعطاء الدليل الفعال على أن متطلبات معينة لاستعمال محدد قد تم الالتزام بها والتوثيق يعنى تحديد خصائص الأداء للطريقة المستخدمة.

وتتضمن الصلاحية مواصفات المتطلبات وتحديد خصائص الطرق ومقارنة المتطلبات مع قيمة خصائص الطريقة ثم التصريح بالصلاحية وعلى المختبر أن يثبت صلاحية الطرق غير القياسية والطرق المصممة والطرق القياسية التى تستخدم خارج نطاق المدى المقصود وتكبير الطرق القياسية لتتوافق مع الطرق المستخدمة مع الاستخدام المقصود يجب أن تكون ودراسة صلاحية الطريقة شاملاً كلما كان ذلك ضرورياً لتقابل الاحتياجات فى تطبيق معين أو مجالات من التطبيق ويجب أن يوثق المعمل ويسجل النتائج التى يحصل عليها والطريقة المستخدمة لإثبات الصلاحية .وتعتمد صلاحية الطريقة على إثبات أن خصائص الأداء للطريقة تقابل المواصفات المرتبطة بالاستخدام المقصود للنتائج التحليلية. وتشمل خصائص الأداء ما يلى:

- Calibration function / linearity المعايرة أو العلاقة الخطية
- Sensitivity الحساسية
- Limit of detection حد التمييز
- Precision التكرارية
- Accuracy الدقة
- Bias الانحراف
- Trueness المصداقية
- Uncertainty اللا يقين
- Range of application المدى
- Selectivity / Interferences الانتقائية
- Ruggedness المرونة والجمود

و يجب أن تذكر هذه المؤشرات بوضوح فى الطريقة الموثقة بحيث يستطيع المستخدم تقييم مدى ملاءمة هذه الطريقة لاستخدام معين .ويجب أن تدرس حدود الطريقة وصلاحيتهافي كل معمل لتبين أن الأداء الموثق يمكن الحصول عليه.

الانتقائية Selectivity:

يدل هذا التعبير على المدى الذي يمكن أن يحدد مكون أو مكونات محددة في مخلوط معقد دون تداخلات من المكونات الأخرى فى المخلوط . والطريقة التي تكون انتقائية تماماً لمكون أو مجموعة من المواد يقال عنها محددة (Specific) . إن تطبيق الطريقة يجب أن يدرس باستخدام عينات مختلفة تتراوح نوعيتها بين المادة القياسية النقية والمخلوط ذو الخلفية المعقدة . وفى كل حالة فإن المردود (Recovery) من المادة المقاسة يجب تحديده وذكر تأثير التداخلات المتوقعة . وكل تقييد فى تطبيق الطريقة يجب توثيقه .

المدى Range:

يحدد المدى العملي للطريقة بفحص العينات بتركيزات مختلفة وتحديد مدى التركيز الذي يمكن عنده الحصول على درجة مقبولة من الدقة والتحديد .

و غالباً ما يكون المدى العملي أكثر شمولاً عن المدى الخطي والذى يحدد بتحليل عدد من العينات المختلفة فى التركيز وحساب الارتداد من النتائج باستخدام طريقة المربعات الأقل (Least Squares) . وليس من الضروري أن تكون أي تحسينات خطية تماماً لكي تكون الطريقة فعالة . والطرق التى تبين خطية جيدة لخمسة مواد قياسية مختلفة التركيز (بالإضافة إلى التجربة الغفل) تعد كافية من أجل الحصول على منحنيات المعايرة . وعندما تكون العلاقة الخطية ليست كذلك تماماً يجب زيادة المواد القياسية.

الحساسية Sensitivity:

وهى الفرق بين تركيز المادة المطلوب تحليلها والذي يطابق أقل فرق في استجابة الطريقة الذي يمكن تميزه . ويمثل بميل منحنى المعايرة ويمكن قياسه بواسطة المربعات الأقل أو عملياً باستخدام عينات تحتوى على تركيزات مختلفة من المادة المطلوب تحليلها.

حد التمييز Limit of Detection LOD :

$$\text{Criterion of detection (CD)} = t_{.,٩٥}\,(f)\,S_{b١,w}\,\sqrt{\left(١ + \frac{١}{n}\right)}$$

$$\text{Limit of detection (LOD)} = ٢\ \text{CD}$$

حيث $t_{.,٩٥}$ قيمة إحصائية من جدول اختبار t

f درجات الحرية (عدد القياسات –1)

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

n عدد التجارب الغفل المتكررة المستخدمة فى التحليل

مثال:

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

٠.٠٨٨, ٠.٠٦٤, ٠.٠٧٣, ٠.٠٨٢, ٠.٠٧٩, ٠.٠٥

احسب حد التمييز.

الإجابة:

$S_{w\ blank}$ = ٠.٠١٢٢ mg/L

$$LOD = ٢ \times t_{.٩٥} \times ٠.٠١٢٢\sqrt{١ + \frac{١}{٢}}$$

= ٠.٠٦ mg/L

مثال:

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

٠.٠٨٨, ٠.٠٦٤, ٠.٠٧٣, ٠.٠٨٢, ٠.٠٧٩, ٠.٠٥

احسب حد التمييز:

الاجابة:

$S_{w\ blank}$ = ٠.٠١٢٢ mg/L

$$LOD = ٢ \times t_{.٩٥} \times ٠.٠١٢٢\sqrt{١ + \frac{١}{٢}}$$

= ٠.٠٦ mg/L

ويقاس بإعادة تحليل كمية من التجربة الغفل وهو تركيز المادة **التي** تكافئ استجابتها متوسط الاستجابة للتجربة الغفل مضافاً إليها ثلاثة أضعاف الحيود القياسي.

LLD, MDL, LOD = ٣ × s_{bl}

حد التقدير Limit of Quantitation:

وهو أقل تركيز من المادة **التي** يمكن تقديرها بمستوى مقبول من التكرارية والدقة . ويجب إيجادها باستخدام عينة قياسية مناسبة وهو يعني عادة أقل نقطة**في** منحنى المعايرة (**باستبعاد التجربة الغفل**) ولا يجب تقديره بالاستنباط أو بمد خط المعايرة.

Lower Limit of Quantitation LLQ = ٢ x LLD = ٦ Sx

sometimes ١٠ x Sx

المرونة Ruggedness (Robustness):

عندما تستخدم المعامل المختلفة نفس الطريقة فإنها عادة تلجأ إلى إدخال تغيرات ضئيلة**في** طريقة العمل **والتي** من الممكن أن يكون لها أو لا يكون لها تأثيراً **ملحوظاً** على أداء الطريقة. **وتقاس المرونة بإدخال** تغيرات متعمدة على ظروف الطريقة مثل تغيير درجة الحرارة والرقم الايدروجيني والزيادة من الكاشف ووقت الرج **والاستخلاص** ونقاوة الكواشف ودرجة الرطوبة وحجم العينة ودراسة تأثيرها للتأكد من مرونة **أو جمود** الطريقة.

دقة التكرارية Precision:

وهو تعبير على قرب الاتفاق بين نتائج اختبارات مستقلة وعادة ما يعبر عنه**في** صورة الحيود القياسي وهو يعتمد عادة على تركيز المادة وهذا الاعتماد يجب تقديره وتوثيقه ويمكن التعبير عنه بطرق مختلفة تعتمد على **ظروف الحسابات** . والتكرارية (Repeatability) هي نوع من دقة التكرارية (Precision) **والتي تستنبط** من قياسات متكررة أجريت تحت ظروف يمكن تكرارها وهذا يعنى استخدام نفس الطريقة – **نفس المواد** – **نفس الشخص** – **نفس المعمل وذلك في** فترة زمنية متقاربة وقابلية إعادة **الإخراج** (Reproducibility) هو مفهوم من دقة التكرارية يعزى لقياسات تجرى تحت ظروف يمكن إعادتها **مثل استخدام نفس الطرق** – أشخاص مختلفين – **معامل مختلفة** – أجهزة مختلفة وعلى فترات زمنية متباعدة. ويتطلب استمرار استخدام الطرق مراجعة منتظمة للتأكد من أن احتياجات العميل مازالت تنجز ، **و** يقتضي **اختلاف** المتطلبات تعديل**في** خطة التطوير وإعادة اختبار الصلاحية والموافقة عليها وتفويضها.

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

رقم التشغيلة	القياس الأولى (X_1)	القياس الثاني (X_2)	المدى R	$\overline{X}$	
1	380	370	10	375	1,8
2	375	377	2	376	2,8
3	372	368	4	370	3,2
4	374	381	7	377,5	4,3
5	365	365	**صفر**	365	8,2
6	377	370	7	373,5	0,3
7	372	379	5	375,5	2,3

Within Batch Standard deviation (S_W)

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

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

Between Batch Standard deviation (Sb)

$$S_b = \sqrt{\left(S_x^{٢} - S_W^{٢} / n\right)}$$

عوامل حساب الحيود القياسي فى المدى

عدد التكرارية فى التجارب فى كل تشغيلة	الحيود القياسي ($d_٢$)
2	1.128
3	1.693
4	2.059
5	2.326

وهناك طرق عديدة للتعبير عن دقة التكرارية مثل:

النسبة المئوية للفرق النسبى

$$\mathbf{RPD = [\ (C_١ \times C_٢)/\ (C_١ + C_٢)/٢\ ] \times ١٠٠}$$

Where

RPD = relative percent difference

$C_١$ = larger of the two observed values

$C_٢$ = smaller of the two observed values

الحيود القياسى النسبى

$$\text{Precision, \%} = (S/X) \times ١٠٠$$

Where

X = mean of test results obtained for the reference standard sample

S = standard deviation of x ,$[\mathbf{S^{٢} = \sum (X_١ - X)^{٢} / n\text{-}١}\ ]$

n = degree of freedom

حيود المدي المطلق

$$D = m_١ - m_٢$$

Where

D = absolute range

m_1 = first measurement

m_2 = second measurement

دقة النتائج Accuracy:

وهو قرب قيمة المادة التي أجرى تحليلها من القيمة الحقيقية ويمكن أن يعرف ذلك باستخدام عينة قياسية مرجعية ، وعندما لا يتوافر وجود عينة قياسية يمكن تقدير الدقة بإضافة كمية محدودة ومعروفة من كيماويات قياسية لجزء من المادة المراد قياسها. ويمكن استخدامها لتقدير الدقة للمراحل التي تلي الإضافة. ويمكن إيجاد الدقة بمقارنة النتائج التي يحصل عليها بتلك التي يحصل عليها باستخدام طريقة أخرى قاطعة أو طرق عمل بديلة.

يمكن قياس الدقة بحساب الاسترجاع لكل قياس منفرد

$$\text{Recovery, \%} = [(X_s - X)/ X_{add}] \times ١٠٠$$

Where

X_s = mean result of spiked wastewater samples
X = mean result of unspiked wastewater samples
A_{dd} = amount of added standard analyze

تحسب دقة النتائج من قيم تركيزات العنصر
ويعبر عن مقدار الدقة بقيمة الاسترجاع الأدنى والأقصى

Minimum and maximum recovery

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

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

رقم التشغيلة	القراءة الأولى (X_1)	القراءة الثانية (X_2)	المتوسط $\overline{X}$
1	150	155	152,5
2	140	148	144,0
3	160	155	157,5
4	145	148	146,5
5	160	156	158,0
6	150	149	149,5
7	154	160	157,0
8	153	158	155,5
9	160	158	159,0
10	154	156	155,0

القيمة الحقيقية = 155 $\overline{X}$ = 153,5

الاسترجاع = 90,3 – 103,2%

المصداقية (Trueness):

$$\frac{X}{T} \times ١٠٠$$

حيث X القيمة المقاسة

T القيمة الحقيقية

مقدار الإنحراف Bias:

$$\text{Bias, \%} = \frac{X - T}{T} \times ١٠٠$$

الخطية Linearity:

تحدد بتحليل عينات ذات تركيز يتعدى المدى المعروف عن الطريقة وتستخدم النتائج **في حساب خط الارتداد** مع التركيز باستخدام طريقة المربعات الأقل . ويكفى أن تكون الطريقة خطية على مدى معين من التركيز ولا يعتبر **ذلك ضرورة مطلقة** ، وعندما لا يحصل على خطية لطريقة معينة فإنه من الممكن استخدام طريقة جبرية للحسابات.

Analyze Concentration (ppm)	Absorbance
٠.٠ (blank)	٠.٠٥
٠.٩	٠.١٥
٢.٠	٠.٢٤
٣.١	٠.٣٣
٤.١	٠.٤٢

Define Variance and Covariance:

$S_{xx} = \sum (xi - x)^{٢}/N - ١$

$Sxy = \sum (xi - x)(yi - y)/ N - ١$

x = ٢.٠٢ y = ٠.٢٣٨

$Sxx = (٢.٠٢^{٢} + ١.١٢^{٢} + ٠.٠٢^{٢} + ١.٠٨^{٢} + ٢.٠٨^{٢})/٤$

= ١٠.٨٢٨/٤

= ٢.٧٠٧

Sxy = (-٢.٠٢ ´ -٠.١٨٨) + (-١.١٢ ´ -٠.٠٨٨) + (-٠.٠٢ ´ ٠.٠٠٢)+.../٤

= ٠.٩٥٦٢/٤

= ٠.٢٣٩٠٥

Slope: m =Sxy/Sx

= ٠.٢٣٩٠٥/٢.٧٠٧

= ٠.٠٨٨٣

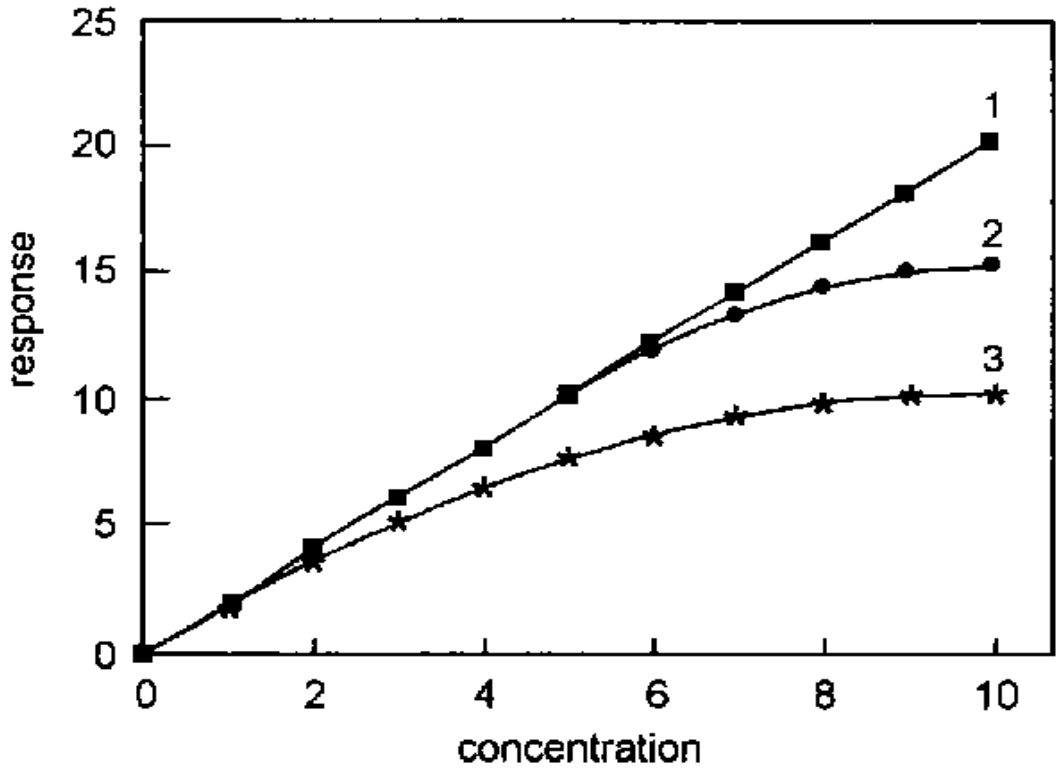
Intercept: b = y - mx

= ٠.٢٣٨ - (٠.٠٨٨٣´ ٢.٠٢)

= ٠.٠٥٩٦

Calibration expression is

Absorbance= ٠.٠٨٨٣[Analyte (ppm)]+٠.٠٥٩٦



اللا يقين Uncertainty:

قياس اللا يقين هو تقدير متعلق بالقياس والذي يميز مدى القيم التي تتضمن القيمة الحقيقية ، وكل قياس يكون مصحوباً بدرجة من عدم التأكد ناتجة من الأخطاء التى تنشأ من مختلف مراحل أخذ العينة وتحليلها ومن عدم المعرفة بالعوامل التي تؤثر في النتيجة ومن الضروري معرفة بعض المعلومات عن درجة الثقة وعدم التأكد للحصول على قياس ذو فائدة عملية وعبارة عدم التأكد المصاحبة للنتائج التي تعطى للعميل تعكس نوعية النتائج .

وتعبير اللا يقين هو تقدير كمى للحدود التي من خلالها يفترض وجود القيمة الحقيقية لتركيز المادة . ويعبر عن اللا يقين بقيمة الانحراف القياسي أو بمضاعفاته ، وللحصول على أو حساب اللا يقين يجب تحديداً الأخذ في الاعتبار كل مصادر اللا يقين . ولا تقبل التكرارية والإعادة على سبيل المثال اللا يقين الكلي حيث أن كلاهما لا يأخذ في الاعتبار أي تأثيرات منظمة مرتبطة بالطريقة (وبصورة عامة يفترض أن تجرى تصويبات للخطأ المنتظم المعروف) .

وتقع مساهمات اللايقين فى النتائج التحليلية ضمن **أربعة مجموعات**:

(I) مساهمات من التأثيرات العشوائية وتقدر من تجارب **الإعادة** (Repeatability).

(II) مساهمات النوع **الثاني مثل المشغل** اللايقين من المعايرة وأخطاء التدريج وتأثيرات المختبر والأجهزة وتقدر من تجارب التكرارية (Reproducibility).

(III) مساهمات النوع 2خارج نطاق دراسة المعامل مثل اللايقين من المواد المرجعية.

(IV) مصادر أخرى للايقين مثل التفاوت فى اخذ العينات و تأثيرات الوسط.

ويعبر عن اللايقين الكلى بقيمة الحيود القياسى الكلى أو **في** قيمة تكرارية لها. ويفضل **في بعض الحالات** تحويل اللايقين الكلى **إلى مراحل الثقة** (Confidence interval). وفى هذه الحالة يقدر ضعفى الحيود القياسي الكلى ليصل **إلى مرحلة ثقة** 95% ، ويمكن استخدام المعادلة الآتية:

$$U = t(df)S_{pooled}\sqrt{\left[\frac{n_1 + n_2}{n_1 \times n_2}\right]}$$

	X’	S	n	df
١	٣.٣٤٣	٠.٣٦٣	١٠	٩
٢	٣.٣١٥	٠.٢٩٦	٨	٧

$S^{٢}_{pooled}$ =[٩ x(٠.٣٦٣)^{٢} + ٧ x (٠.٢٩٦)^{٢} = ٠.١١٢٥

S_{pooled} =٠.٣٣٥

df = ٩ + ٧ = ١٦

U = $t_{.٩٥}$(١٦) x ٠.٣٣٥ x √[(١٠+٨)/(١٠x٨)

= ٢.١٢٠ x ٠.٣٣٥ x ٠.٤٧٤ = ٠.٣٣٧mg/l

الفصل السادس
إعداد سجلات وتقارير ووثائق الجودة وطرق التحكم فى حفظها وتداولها

يقوم المعمل بإعداد وتوثيق إجراءات للتحكم وإخضاع جميع الوثائق للرقابة في تداولها وحفظها سواء كانت وثائق داخلية (مثل نتائج تحاليل او تقارير) ، أو وثائق خارجية (مثل القوانين – المواصفات القياسية – كتيبات التشغيل او الكتالوجات – دليل الصيانة والمعايرة – شهادات معايرة المعدات – شهادات المواد الكيماوية والمرجعية – مواصفات المواد الكيماوية والمحاليل – رسومات بيانية – برامج الحاسب)سواء كانت على وسائط مطبوعة أو اليكترونية مكتوبة بطريقة مناظرة أو بطريقة رقمية أو فوتوغرافية أو خطية.

وتتضمن إجراءات التحكم في حفظ وتداول الوثائق ما يلي:

1- إجراءات اعتماد وإصدار الوثائق

وتتضمن إجراءات اعتماد وإصدار الوثائق ما يلي:

- كيفية الإصدار والمراجعة قبل الإصدار والاعتماد لكل الوثائق مثل السياسة والأهداف ودليل الجودة ووثائق الإجراءات وتعليمات العمل والنماذج والسجلات.
- تمييز الوثائق.
- إعداد القوائم الرئيسية لإصدارات الوثائق المختلفة.

2- إجراءات اعتماد وإصدار الوثائق

تتضمن إجراءات اعتماد وإصدار الوثائق ما يلي:

- كيفية الإصدار والمراجعة قبل الإصدار والاعتماد لكل الوثائق مثل السياسة والأهداف ودليل الجودة ووثائق الإجراءات وتعليمات العمل والنماذج والسجلات.
- تمييز الوثائق
- إعداد القوائم الرئيسية لإصدارات الوثائق المختلفة
- توزيع الوثائق في مواقع الاستخدام
- المراجعة الدورية للوثائق

3- إجراءات تعديلات الوثائق

وتتضمن إجراءات تعديلات الوثائق ما يلي:

- مراجعة وموافقة المصدر
- كيفية إدخال التعديل في الوثائق
- التعامل مع الوثائق الملغاة

- تمييز التغيير إذا كان باليد بالتوقيع والتاريخ
- كيفية إجراء التعديلات وحفظها على الحاسب الآلي

4- التحكم في السجلات

إن السجلات كنوع خاص من الوثائق توفر الدليل على المطابقة مع المتطلبات وفاعلية التشغيل لنظام الدارة والنشاط الفني للمعمل .ويجب على المعمل إعداد إجراءات موثقة لتعريف وتجميع وفهرسة وحفظ وتخزين وصيانة والتخلص من للسجلات كالآتي:

حصر السجلات:

حيث يتم حصر السجلات المستخدمة فى قائمة السجلات وذلك لضمان توزيع النماذج المعدلة على جميع مواقع الاستخدام المعنية وضمان التطبيق الصحيح لها طبقا لنظام الإدارة .

جمع وفهرسة السجلات:

يتم تجميع وفهرسة السجلات فى ملفات نظيفة وسليمة بأسلوب يضمن سهولة الوصول إليها.

حفظ السجلات:

تحفظ ملفات السجلات بطريقة منظمة ومرتبة دون تكديس فى تجهيزات المعمل في الفترة التي يتطلبها العمل من أجل سهولة الاستعمال والاستدعاء السهل عند الطلب ، وتعرف السجلات بالشكل الذي يسهل معرفتها ، ويتم حفظ سجلات المعمل إما ورقيا أو بوسائل الكترونية.

حماية وصيانة السجلات:

مسئولية مدير المعمل توفير المكان والبيئة المناسبة لحماية وصيانة السجلات من التلف أو الفساد أو الفقد أو الضياع وكذلك تحديد المسئول عن كل سجل لضمان حمايتها والمحافظة عليها من التلف ويحفظ هذا المسئول السجلات بأمن وسرية ولا يجوز نقل أي معلومات كتابة أو على وسائط الكترونية لأي جهة إلا بتصريح من الإدارة العليا لضمان خصوصية وسرية معلومات العملاء.

يقوم المعمل بإعداد إجراءات لحماية ونسخ السجلات المخزنة الكترونيا لمنع التداخل أو التعديل غير المسئول لهذه السجلات.

استدعاء السجلات:

يتم الاستدعاء السهل للسجل من خلال التنظيم والترتيب وتحديد المسئول والتمييز الفريد وعدم وضع السجلات في غير أماكن تخزينها وعدم حفظ السجلات في دواليب خاصة لمنع وجود عقبات تعرقل سرعة العمل وانسيابية استدعاء البيانات عند الطلب.

فترة الاحتفاظ بالسجلات:

تحدد فترة الاحتفاظ بالسجلات بحيث يتم استدعاء وتتبع أى بيانات مطلوبة عن فترات سابقة.

التخلص من السجلات:

يتم تحديد كيفية التخلص من السجلات بعد انتهاء فترة الاحتفاظ المحدودة.

أنواع السجلات:

تقسم السجلات الى نوعين رئيسيين هما:

- **سجلات الجودة:**

وتتضمن تقارير عمليات المراجعة الداخلية ومراجعات الإدارة وسجلات الإجراءات التصحيحية والوقائية.

- **السجلات الفنية:**

وهى عبارة عن تجميع البيانات والمعلومات الناتجة من إجراء الاختبارات والمعايرات الداخلية التي تبين مستوى الجودة أو مكونات العملية المنجزة ، وقد تتضمن هذه السجلات النماذج والعقود والكتب واستمارات تسجيل النتائج وأوراق المراجعة والعمل ورسومات التحكم وتقارير الاختبار وشهادات المعايرة الخارجية و الداخلية ومذكرات العميل وأوراقه والردود الواردة منه.

ويحتفظ المعمل بدفاتر القراءات الأصلية والبيانات المشتقة منها ومنحنيات الجودة وشهادات المعايرة وملاحظات العملاء والحسابات الأولية وملاحظات الاختبارات وتتبع الأجهزة المعنية وتفاصيل العينات ومعلومات كافية لتتبع أثر المراجعة الداخلية وسجلات معايرة أجهزة المعمل والأفراد ونسخة من كل تقرير اختبار. وتقوم إدارة المعمل بتحديد مدة الحفظ لهذه السجلات (وعادة يتم الاحتفاظ بهذه السجلات لمدة لا تقل عن 5سنوات).

و تحتوى سجلات كل اختبار بالمعمل على المعلومات الكافية لتسهيل – كلما كان ذلك ممكنا – تحديد العوامل المؤثرة على مقدار اللايقين وكذلك إمكانية إعادة الاختبار تحت ظروف أقرب ما يمكن من الظروف الأصلية ، كما تحتوى سجلات المعمل على أسماء الأفراد المسئولين عن أخذ العينات وأداء كل اختبار وفحص النتائج ويتم تسجيل القراءات والحسابات في نفس وقت إجراء الاختبار تحت إشراف أعلى.

ويجب تسجيل النتائج في دفاتر الملاحظات بالحبر ، وعند حدوث أخطاء فى السجلات لا يتم محوها ويتم شطب الخطأ بما يجعله مقروءً وتسجل القيمة الصحيحة أعلاه مع التوقيع عليها من الفرد الذي أجرى التصحيح.

وفى حالة النتائج التي يتم الحصول عليها بواسطة الحاسب الآلي فإن نفس المعايير يجب اتخاذها لمنع فقد أو تغيير النتائج الأصلية ويمكن إيجاد طرق لحماية النتائج واسترجاعها من الحاسب في أي وقت ومنع غير المخولين بذلك من الاطلاع أو التعديل في البيانات المسجلة.

السجلات الداخلية

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

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

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

تقرير تسلسل الحيازة وتسجل به البيانات الآتية:

رقم العينة:
توقيع من قام بجمعها:
تاريخ وزمن التجميع:
موقع العينة:
اسم من قام بنقل العينة:
تاريخ الاستلام:
وقت وصول العينة للمعمل:
اسم مستلم العينة:
وقت بدء تحليل العينة:
اسم مستلم العينة للتحليل:

كتيب حالة الأجهزة Log book

يجب أن يحتفظ لكل جهاز بسجل كامل يبين:

(1) توصيف الجهاز.
(2) إجراءات المعايرة.
(3) إجراءات الصيانة التي تمت.
(4) طريقة التشغيل.

ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الآتية:

اسم الجهاز:

اسم المورد وعنوانه:

للشركة المنتجة:

رقم المسلسل:

حالة الجهاز: جديد – قديم – **مجدد**

تاريخ شراء الجهاز:

تاريخ بدء تشغيل الجهاز:

قطع الغيار أو **الأجزاء** الملحقة به:

مكان وضع الجهاز:

نوع وتوقيت الصيانة **التي تمت:**

تاريخ المعايرة:

تقارير نتائج تحليل العينات

رقم العينة:

مصدر العينة:

تاريخ تحليل العينة:

التحليل:

الطريقة المستخدمة:

وحدة القياس :

النتيجة :

لسم المحل :

التوقيع:

مراجعة :

التوقيع: التاريخ:

النتائج التفصيلية لتحليل العينات :

رقم العينة:

نوع العينة:

تاريخ ووقت التحليل :

حجم العينة المستخدمة (ملليلتر)
(أ)

وزن الكأس فارغا (ب)

وزن الكأس + الراسب (جـ)

وزن الراسب (جـ -ب)

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

اسم المحلل :

توقيع المحلل :

اسم المراجع:

التاريخ:

الطرق القياسية المستخدمة بالمعمل :

اسم الطريقة:

الاحتياطات اللازمة والتداخلات:

مدة إبقاء العينة وحفظها:

الأجهزة المستخدمة:

الكواشف المستخدمة:

محاليل المعايرة:

محاليل ضبط الجودة:

طريقة العمل :

وحدة التعبير عن النتائج:

الحسابات:

المراجع :

تسجيل النتائج:

يجب تسجيل النتائج المعملية في نماذج واضحة . والنماذج الجيدة هي التي تحتوى على تفاصيل النتائج التي يمكن الرجوع لها مستقبلاً . و يجب أن تتضمن هذه النماذج:

1- التعريف بالعينة ومصدرها ووقت جمعها .
2- حجم العينة المستخدم في كل تجربة.
3- نوع الاختبار .
4- النتائج المرحلية لكل خطوة من خطوات التجربة.
5- اسم وتوقيع من قام بإجراء التحليل.
6- مرجع الطريقة المستخدمة.
7- طريقة حساب النتيجة.

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

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

ويمثل الجدولان الآتيان نموذجين لتسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم فى عينة مياه.

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص في عينة مياه

تاريخ جمع العينة :

تاريخ وضع العينة**في الحضانة**: تاريخ إخراج العينة:

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

اسم المحلل: توقيع المحلل:

اسم المراجع: توقيع المراجع:

التاريخ: مصدر الطريقة المستخدمة:

يقوم المعمل بإعداد وتوثيق إجراءات للتحكم وإخضاع جميع الوثائق للرقابة في تداولها وحفظها سواء كانت وثائق داخلية (مثل نتائج تحاليل او تقارير) ، أو وثائق خارجية (مثل القوانين – المواصفات القياسية – كتيبات التشغيل أو الكتالوجات – دليل الصيانة والمعايرة – شهادات معايرة المعدات – شهادات المواد الكيماوية والمرجعية – مواصفات المواد الكيماوية والمحاليل – رسومات بيانية – برامج الحاسب)سواء كانت على وسائط مطبوعة أو اليكترونية مكتوبة بطريقة مناظرة أو بطريقة رقمية أو فوتوغرافية أو خطية.

وتتضمن إجراءات التحكم فى حفظ وتداول الوثائق ما يلي:

1- إجراءات اعتماد وإصدار الوثائق

وتتضمن إجراءات اعتماد وإصدار الوثائق ما يلي:

- كيفية الإصدار والمراجعة قبل الإصدار والاعتماد لكل الوثائق مثل السياسة والأهداف ودليل الجودة ووثائق الإجراءات وتعليمات العمل والنماذج والسجلات.
- تمييز الوثائق
- إعداد القوائم الرئيسية لإصدارات الوثائق المختلفة
- توزيع الوثائق في مواقع الاستخدام
- المراجعة الدورية للوثائق

2- إجراءات تعديلات الوثائق

وتتضمن إجراءات تعديلات الوثائق ما يلي:

- مراجعة وموافقة المصدر
- كيفية إدخال التعديل في الوثائق
- التعامل مع الوثائق الملغاة
- تمييز التغيير إذا كان باليد بالتوقيع والتاريخ
- كيفية إجراء التعديلات وحفظها على الحاسب الآلي

3- التحكم في السجلات

إن السجلات كنوع خاص من الوثائق توفر الدليل على المطابقة مع المتطلبات وفاعلية التشغيل لنظام الإدارة والنشاط الفني للمعمل .

ويجب على المعمل إعداد إجراءات موثقة لتعريف وتجميع وفهرسة وحفظ وتخزين وصيانة والتخلص من السجلات كالآتي:

تعريف/تمييز السجلات:

حيث يتم تمييز السجلات بأرقام نماذج فريدة لكل سجل.

و تحتوى سجلات كل اختبار بالمعمل على المعلومات الكافية لتسهيل – كلما كان ممكنا – تحديد العوامل المؤثرة على مقدار اللا يقين وكذلك إمكانية إعادة الاختبار تحت ظروف أقرب ما يمكن من الظروف

الأصلية ، كما تحتوى سجلات المعمل على أسماء الأفراد المسئولين عن أخذ العينات وأداء كل اختبار وفحص النتائج ويتم تسجيل القراءات والحسابات في نفس وقت إجراء الاختبار تحت إشراف أعلى.

ويجب تسجيل النتائج في دفاتر الملاحظات بالحبر ، وعند حدوث أخطاء فى السجلات لا يتم محوها ويتم شطب الخطأ بما يجعله مقروءً وتسجل القيمة الصحيحة أعلاه مع التوقيع عليها من الفرد الذي أجرى التصحيح.

وفى حالة النتائج التي يتم الحصول عليها بواسطة الحاسب الآلي فان نفس المعايير يجب اتخاذها لمنع فقد أو تغيير النتائج الأصلية ويمكن إيجاد طرق لحماية النتائج واسترجاعها من الحاسب في أي وقت ومنع غير المخولين بذلك من الاطلاع أو التعديل في البيانات المسجلة.

السجلات الداخلية

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

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

رقم العينة:

مكان جمع العينة:

حالة العينة: ملونة – معكرة .... الخ

الاختبارات المطلوبة:

تاريخ ووقت جمع العينة:

نوع العينة:

نقل العينة:

اسم القائم بجمع العينة:

تقرير تسلسل الحيازة وتسجل به البيانات الآتية:

رقم العينة:
توقيع من قام بجمعها :
تاريخ وزمن التجميع :
موقع العينة :
اسم من قام بنقل العينة :
تاريخ الاستلام :
وقت وصول العينة للمعمل :
اسم مستلم العينة :
وقت بدء تحليل العينة:
اسم مستلم العينة للتحليل:

كتيب حالة الأجهزة Log book

يجب أن يحتفظ لكل جهاز بسجل كامل يبين:

1) توصيف الجهاز .
2) إجراءات المعايرة .
3) إجراءات الصيانة **التي تمت** .
4) طريقة التشغيل .

ويشمل سجل حالة الجهاز على المعلومات الآتية :

اسم الجهاز:

اسم المورد وعنوانه:

للشركة المنتجة :

رقم المسلسل :

حالة الجهاز : جديد – قديم – **مجدد**

تاريخ شراء الجهاز:

تاريخ بدء تشغيل الجهاز:

قطع الغيار أو **الأجزاء** الملحقة به:

مكان وضع الجهاز:

نوع وتوقيت الصيانة **التى تمت:**

تاريخ المعايرة:

تقارير نتائج تحليل العينات

رقم العينة:

مصدر العينة:

تاريخ تحليل العينة:

التحليل:

الطريقة المستخدمة:

وحدة القياس :

النتيجة :

اسم المحلل :

التوقيع:

مراجعة :

التوقيع:

التاريخ:

النتائج التفصيلية لتحليل العينات :

رقم العينة:

نوع العينة:

تاريخ ووقت التحليل :

حجم العينة المستخدمة (ملليلتر)
(أ)

وزن الكأس فارغا (ب)

وزن الكأس + الراسب (جـ)

وزن الراسب (جـ -ب)

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

اسم المحلل:

توقيع المحلل:

اسم المراجع:

التاريخ:

الطرق القياسية المستخدمة بالمعمل :

اسم الطريقة:

الاحتياطات اللازمة والتداخلات:

مدة إبقاء العينة وحفظها:

الأجهزة المستخدمة:

الكواشف المستخدمة:

محاليل المعايرة:

محاليل ضبط الجودة:

طريقة العمل:

وحدة التعبير عن النتائج:

الحسابات:

المراجع :

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الحيوي الممتص في عينة مياه

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

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

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

نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ وقت التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
وزن الكأس فارغاً (جم) (A)			
وزن الكأس + المستخلص بعد التجفيف (جم) (B)			
تركيز الزيوت والشحوم $mg/L = \frac{(B-A)x١٠٠٠٠٠٠}{\text{حجم العينة}}$			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ ووقت إجراء التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة في التجربة الغفل (A)سم^3			
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة في التجربة (B)سم^3			
الفرق (A – B)			
عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستخدمة فى المعايرة (N)			
$COD(mg/L) = \frac{(A-B)xNx8000}{m/sample}$			

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

نموذج تسجيل نتائج تحليل الزيوت والشحوم فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ وقت التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	التجربة الثانية	**التجربة الثالثة**
وزن الكأس فارغاً (جم) (A)			
وزن الكأس + المستخلص بعد التجفيف (جم) (B)			
تركيز الزيوت والشحوم			

			$mg/L = \frac{(B-A)x١٠٠٠٠٠}{\text{حجم العينة}}$

اسم المحلل : توقيع المحلل :

اسم المراجع : توقيع المراجع :

التاريخ :

مصدر الطريقة المستخدمة :

نموذج تسجيل نتائج تحليل الأكسجين الكيميائي فى عينة مياه

تاريخ جمع العينة			
تاريخ ووقت إجراء التحليل			
رقم العينة			
نوع العينة			
حجم العينة سم^3	**التجربة الأولى**	**التجربة الثانية**	**التجربة الثالثة**
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة فى التجربة الغفل (A)سم^3			
حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلكة فى التجربة (B)سم^3			
الفرق (A – B)			
عيارية كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستخدمة فى المعايرة (N)			
$COD(mg/L) = \frac{(A-B)xNx٨٠٠٠}{m/sample}$			

اسم المحلل: توقيع المحلل:

اسم المراجع: توقيع المراجع:

التاريخ:

مصدر الطريقة المستخدمة:

Equipment Log Book

INSTRUMENT DATA SHEET			Page of
Spectrophotometer Name:			
Serial no :	**Type:**	**Manufacturer :**	
Supplier:			
Date placed in service:		**Date of purchase :**	
The equipment was received: New [] Used [ ] Renovated [ ]			
Person responsible:		**Location (room id):**	
Accessories with a separate data sheet			
Accessories without a separate data sheet:			
Manuals:			
REMARKS			

Personnel Record

Name:

Date of birth:

Graduation date:

Degree: B.S.C

Grade:

Specialization:

Date of joining the job:

Job relation: ( ) Temporary ( ) Permanent

Telephone No:

Trainings: (attach separate sheet, if needed)

Date + Duration	Subject	Organized by	Location of training

Certificates:

السجلات Records:

يجب على المعمل أن يتخذ الإجراءات والوسائل اللازمة لإعداد طرق للتعرف والجمع والفهرسة والوصول والتخزين والمحافظة والتخلص من كل سجلات الجودة والسجلات التقنية ويجب المحافظة على كل السجلات وتخزينها فى مكان مناسب يجنبها الإضرار أو التدهور والفقد. ويجب الاحتفاظ بهذه السجلات لمدة لا تقل عن 5سنوات.

وعلى المعمل أن يحافظ على كراسات النتائج الأصلية ونماذج جمع النتائج ومنحنيات الجودة وتقارير الاختبارات وشهادات المعايرة وملاحظات العملاء والحسابات الأولية وملاحظات الاختبارات وتتبع الأجهزة المعنية وتفاصيل العينات ويجب تسجيل النتائج في دفاتر الملاحظات بالحبر ولا تمحى ولا تحذف أية أخطاء بل تشطب ويجب توقيع السجل من المحلل. وفى حالة النتائج التي يحصل عليها بواسطة الحاسب الآلي فان نفس المعايير يجب اتخاذها لمنع فقدان أو تغيير النتائج الأصلية ويمكن إيجاد طرق لحماية النتائج واسترجاعها من الحاسب في أي وقت ومنع غير المخولين من الاطلاع أو التعديل في البيانات المسجلة.

تقارير الاختبارات Test reports:

يجب إن تسجل الأعمال التي يجريها المعمل في تقارير وان تظهر بوضوح ودقة وموضوعية وبدون لبس نتائج الاختبارات وأية معلومات ذات صلة وكل تقارير للاختبارات يجب إن يحتوى على الأقل على المعلومات الآتية:

1- اسم وعنوان المعمل ومكان إجراء التحليل إذا كان مختلفا عن عنوان المختبر.
2- تعريف فريد بالتقرير مثل إعطائه رقما مسلسلا ولكل صفحة وعدد الصفحات الكلى للتقرير.
3- اسم وعنوان العميل.
4- وصف وتعريف بالمادة التي تم تحليلها.
5- تاريخ استلام العينة وتاريخ إجراء التحليل.
6- تعريف بمواصفات الاختبار أو وصف للطريقة المستخدمة فى التحليل .
7- وصف لطريقة جمع العينة التي أجريت بواسطة المعمل أو جهة أخرى عندما يكون ذلك له علاقة بتطبيقات النتائج.
8- أي إضافات أو حيود أو استبعاد عن مواصفات الطريقة وأي معلومات أخرى ذات علاقة بالاختبار.
9- تعريف بأي اختبار أو طريقة غير قياسية تكون قد استخدمت .
10- الظروف البيئية السائدة وقت أخذ العينة والتي قد تؤثر في تفسير نتائج الاختبار.
11- قياس وفحص واشتقاق النتائج مدعمة بالجداول والرسومات والأشكال التوضيحية والصور كلما أمكن وأية قصور تم التعرف عليه.
12- وحدات القياس المستخدمة.

13- تصريح عن قياس اللايقين (Uncertainty) .
14- توقيع ووظيفة أو تأشيرة الشخص الذي قبل المسئولية التقنية لإصدار التقرير.
15- تصريح بأن النتائج مقصورة على المواد التي حللت بدون موافقة كتابية من المعمل.
16- تصريح بأن التقرير لن يعاد إصداره في صورته ماعدا إصداره كاملا.

ويجب أن يولى ترتيب تقرير الاختبار عناية خاصة وخصوصا فيما يتعلق بتقديم نتائج الاختبار وسهولة فهمه بالقارئ. ويجب أن يصمم شكل التقرير بعناية ودقة لكل نوع من الاختبارات ولكن تبقى العناوين موحدة كلما أمكن.

إن شكل التقرير يجب أن يصمم بحيث يشمل كل نوع من الاختبارات التي تجرى وللتقليل من إمكانية الخطأ أوسوء الاستخدام ، ويعطى اهتمام لطريقة إخراج التقرير.

إن التصحيح أو الإضافة فى تقرير النتائج بعد إصداره يجب أن يتم من خلال تقرير آخر بعنوان مناسب مثل تعديل / إضافة إلى تقرير مسلسل .... (أو طريقة أخرى للتعريف) ويجب أن يستوفى المتطلبات السابق ذكرها.

ويجب إلا يتضمن أية نصائح أو توجيهات أو توصيات مبنية على النتائج. وعندما يطلب من المعمل الرأي والتفسير وذكره في التقرير، يجب على المعمل أن يكون قادرا على أن يبين أنه قام بتوثيق الأسس التي بني عليها تفسيره ورأيه ، ويمكن أن يحتوي الرأي والتفسير الموجودان في تقرير الاختبار على سبيل المثال لا الحصر على ما يلي:

- الرأي عن توافق النتائج مع المتطلبات.
- توصيات بكيفية استخدام النتائج.
- الإرشادات المستخدمة للتحسين.

وعندما يحتوى تقرير الاختبار نتائج اختبارات أجريت بواسطة معمل آخر (من الباطن) يجب الإشارة إلى ذلك بوضوح. وعندما تجرى المعايرة من الباطن فإنه يجب على المعمل الذي أدى العمل إصدار شهادة معايرة للمعمل الذي يصدر التقرير.

ضبط البيانات Data control:

يجب أن تخضع الحسابات ونقل البيانات إلى مراجعة ملائمة بطريقة منتظمة. وعند استخدام الحاسب الآلي أو أجهزة آلية في معالجة وتسجيل وإعداد البيانات وتخزينها لاسترجاع بيانات الاختبار والمعايرة يجب على المختبر أن يضمن ما يلي:

(I) أن توثق البرامج التي أعدت بطريقة مسهبة كافية وقابلة للتطبيق وتراجع للتأكد من كفايتها للاستخدام.
(II)إعداد طرق استخدام وتطبيقها من اجل حماية تكامل البيانات وهذه الطرق يجب أن تحتوى ولا تقتصر على السرية والتكامل لإدخال وتجميع وتخزين ونقل ومعالجة البيانات.

ويجب صيانة الأجهزة الآلية والحاسب لضمان الأداء الأمثل ويجب تزويدها بظروف مناخية وتشغيلية ضرورية للحفاظ على تكامل الاختبار وبيانات المعايرة.

وتعتبر البرامج التجارية ذات الاستخدام العام عند استخدامها في نطاق مدى تطبيقاتها قابلة للاستخدام بصورة كافية.وعند نقل نتائج الاختبار أو المعايرة بواسطة الهاتف أو التلكس أو الفاكس أو أي وسيلة اليكترونية أو كهرومغناطيسية يجب استيفاء متطلبات هذا الدليل .

ضبط الوثائق Document control:

يجب على المعمل أن يعد ويحافظ على إجراءات ضبط كل الوثائق (التي تصدر داخليا أو من مصادر خارجية) والتي تشكل جزءا من توثيق الجودة.

وتشمل وثائق خارجية المصدر مثل التعليمات والمقاييس ووثائق المعايرة وطرق المعايرة والاختبار وكذلك الرسومات والمواصفات والإرشادات والأدلة والتصريحات المتعلقة بالسياسة العامة للمختبر وجداول المعايرة والرسومات البيانية والكتب والمعلقات والمذكرات والبرامج والخطط إلى آخره وتلك ربما تكون على وسائط مختلفة مطبوعة أو اليكترونية مكتوبة بطريقة مناظرة أو بطريقة رقمية أو فوتوغرافية أو خطية.

ويجب مراجعة وقبول كل الوثائق التي تصدر للعاملين بالمعمل كجزء من نظام الجودة للاستخدام بالأشخاص المخولين قبل الإصدار.ويجب إعداد قائمة رئيسية أو ما يعادلها من طرق ضبط الوثائق تبين حالة النسخة المنقحة المستخدمة وتوزيع الوثائق فى نظام الجودة والمتوقع ان يعيق استخدام أو عدم تطبيق أو إلغاء الوثائق ويجب على الطرق المستخدمة أن تضمن أن:

1- النسخة الرسمية للوثائق الملائمة متاحة فى كل المواقع عندما يكون ذلك لازما للتشغيل والأداء الفعال في المعمل.

2- مراجعة الوثائق بصورة دورية وإعادة إصدارها إذا كان ذلك ضروريا لضمان ملاءمتها بصورة مستمرة والإلزام بالمتطلبات القابلة للتطبيق.

3- الوثائق الملغية وغير المطبقة يجب إزالتها فورا من كل نقاط الإصدار أو الاستخدام أو التأكيد على عدم الاستخدام المقصود.

4- الوثائق المتقادمة المطلوب الاحتفاظ بها لأغراض قانونية أو للمعرفة يجب تمييزها بطريقة مناسبة.

ويجب أن يتم تمييز وثائق نظام الجودة الصادرة من المعمل بطريقة فريدة، و يجب أن يتضمن هذا التعريف تاريخ الإصدار والتعريف بالتنقيح وعدد الصفحات أو علامة تبين نهاية الوثيقة وجهة الإصدار.
ويجب مراجعة وقبول التغيرات التي تجرى على الوثائق بواسطة من قاموا بمراجعة النسخة الأصلية إلا إذا تم تعيين غيرهم.

ويجب أن تكون المعلومات والخلفية وثيقة الصلة بالموضوع متاحة للأشخاص المعنيين حتى يتمكنوا من المراجعة والموافقة. وكلما كان عمليا فإن طبيعة التغيير يجب تمييزها في الوثائق أو ملحقاتها الملائمة. ويجب إعداد طرق تصنف كيف أن التغيرات في الوثائق المسجلة على أنظمة الحاسب قد تم إجرائها وضبطها.

استخدام الحاسبات:

تستخدم الحاسبات في معامل التحاليل الكيميائية في مجالات عديدة منها:

1. ضبط الظروف البيئية الحرجة.
2. رصد وضبط القوائم.
3. تحديد مواقيت المعايرة والصيانة.
4. بيان المخزون من الكواشف والمواد القياسية.
5. تصميم وأداء التجارب الإحصائية.
6. جدولة العينات ومراقبة العمل
7. إصدار منحنيات الجودة.
8. رصد طرق الاختبارات.
9. السيطرة على الأجهزة الآلية.
10. التقاط وتخزين واسترجاع ومعالجة النتائج بطريقة يدوية أو آلية.
11. مضاهاة نتائج العينة مع بيانات بالمكتبة.
12. إصدار تقارير الاختبارات.
13. الكتابة العادية.
14. الاتصالات.

وربما تستخدم الأسلاك والوصلات للربط بين أجزاء مختلفة في الحاسب أو بين حاسبات مختلفة. ومن الضروري أن تختار الوصلات والأسلاك لتحقق التطبيق المطلوب حيث أنها يمكن أن تؤثر على سرعة ونوعية نقل البيانات.

إن بيئة وظروف تشغيل معامل التحاليل الكيميائية تخلق أخطاراً معينة عند تشغيل الحاسب وتخزين الأوسط ويمكن الحصول على الإرشاد داخل دليل التشغيل ولكن يجب اتخاذ الاحتياطات الضرورية لتجنب الضرر الممكن حدوثه نتيجة تلوث كيميائي أو بكتيريولوجى أو تلوث بالأتربة أو الحرارة أو الرطوبة أو المجالات المغناطيسية.

ولأغراض صلاحية استخدام الحاسبات المستخدمة فى معامل التحاليل الكيميائية فانه عادة يكفى الافتراض بأن التشغيل يعتبر كافيا طالما تعطى إجابات متوقعة عند إعطاء محددات معروفة. ويجب ملاحظة أن بعض الأخطاء يمكن أن تحدث عندما تدخل بعض المحددات المعروفة . ويجب تحقيق قابلية التطبيق للعديد من العمليات الحسابية كلما أمكن.

ويجب إجراء مراجعات مماثلة عند تغيير استخدام الحاسب أو بعد الصيانة أو بعد تجديد البرامج. وفى الاختبارات الكيميائية فان مثل هذه المراجعات بمكن إرجائها باستخدام مواد مرجعية مزودة بشهادات

لأغراض التطبيق الأولى مع استخدام مواد قياسية ثانوية مثل المواد المستخدمة في ضبط الجودة والمستخدمة في المراجعة الدورية المتكررة.

ويجب الأخذ في الاعتبار أية توصيات صادرة عن المصنع. والطرق القابلة للتطبيق والمستخدمة في أنظمة معينة وأية بيانات مسجلة أثناء عملية التطبيق يجب توثيقها. ومن الملائم أن يبين التطبيق باستخدام أمثلة لتطبيقات مثالية:

1- تستخدم حزمة معالجة الكلمات (Word Processing) في المعامل على نحو واسع لإصدار عديد من الوثائق. ويجب على المعمل أن يضمن أن استخدام هذه الحزم تحت السيطرة الكافية لمنع إصدار إي تقرير أو وثيقة غير مسئولة. وفى معظم الأحوال البسيطة عندما يقوم الحاسب بدور أكثر قليلا من الآلة الكاتبة الاليكترونية فان قابلية التطبيق يمكن التوصل إليها يدويا بمراجعة النسخ المطبوعة . إن معظم الأنظمة المعقدة تقرأ وتعالج البيانات لإخراج تقارير في شكل مطلوب. وهذه الأنظمة تتطلب مراجعات إضافية.

2- الأجهزة التي تستخدم معالج للبيانات ميكروئى (Microprocessor) مزودة عادة بمراجعة ذاتية روتينية يمكن تنشيطها عندما يبدأ تشغيل الجهاز وعندما لا يكون البرنامج موجوداً يجب تمييز ومراجعة كل الأجهزة الطرفية. وفى معظم الظروف فان قابلية التطبيق يمكن إجرائها باختبار كل المظاهر المتعددة لأداء الجهاز باستخدام المحددات المعروفة مثل اختبار عينات مرجعية ، مواد قياسية فيزيائية أو كيميائية للمعايرة أو عينات ضبط الجودة.

3- تحتاج المخارج من الأجهزة التحليلية قبل معالجتها عادة أن تتحول إلى الظام الرقمي باستخدام محول رقمي. والبيانات الرقمية تترجم بعد ذلك الى إشارة يمكن تمييزها (مثل الأرقام – أطياف وقمم لمنحنيات طبقا للنظام) بواسطة برنامج جبري. وهذا يجعل القرارات المختلفة (مثل تقرير أين تبدأ قمة المنحنى وأين تنتهي أو كيف يقرب الرقم إلى قيم عليا أو سفلى) طبقا لتعليمات مبرمجة.

والجبر هو مصدر عام عن الأداء وقابلية الأداء يجب أن تختبر المنطق وراء القرارات المأخوذة . وربما كان من الصعب تطبيق هذه الأنظمة في الفصل بين أجهزة التحليل التي تعطى إشارات أصلية. وعادة فان قابلية تطبيق النظام بأسره باستخدام مواد قياسية كيميائية أو مواد مرجعية. وهذا القابلية للتطبيق عادة تقبل ، وفى حالات استثنائية ربما يكون من الضروري معرفة قابلية التطبيق لنظام معالجة البيانات بمعزل عن الباقي وذلك بمعالجة الخارج من الجهاز باستخدام إشارة قياسية كهربائية. ويتوافر تجاريا مولد إشارات قابل لتتبع المقاييس الكهربائية وهذه أكثر ملائمة لدراسة قابلية التطبيق لمسجلات المنحنيات والتكاملات غير المحسوبة حيث أنها عادة تنتج انحراف في الفولت.

والقدرة على إعطاء منحنى تخليقي ضروري ليكون فى استخدام الحساب المتكامل. ومن الضروري معرفة قابلية تطبيق الحاسب وذلك بناء على نظام معالجة البيانات بتشغيله بالتوازي مع مسجل منحنى مؤشري أو مكامل غير حسابي أو بمعايرته مع مولد إشارات قابل للتتبع. ويوجد حاليا أنظمة عديدة تحت التطوير تتكون من برامج قادرة على محاكاة مخرجات الأجهزة ذات المؤشر ولها استخدام هام كمقياس لقابلية التطبيق. ويلاحظ أن الإشارة الصناعية ليس لها نفس مستويات الضوضاء مثل الإشارة لعينة حقيقية وعليه يجب الاحتياط عند استخدامها في معرفة قابلية التطبيق.

4- ربما تتضمن الأجهزة المشغلة باستخدام أنظمة حاسب واحد أو أكثر من الأمثلة السابق الإشارة إليها وتعمل إما بشكل آلي أو في وقت منضبط. ويجب إنجاز قابلية التطبيق بمعرفة التطبيق لكل مكون بالإضافة إلى المراجعة الكلية على المحاكاة بين المكونات المفردة والحاسب المتحكم. ويجب التأكد من أن الحاسب والوصلات لها مقدرة كافية للغرض المطلوب. وفى حالة زيادة تحميل أي جزء من

النظام يجب ان تقلل سرعته لمنع فقدان البيانات وحيث يمكن أن يكون لها عواقب وخيمة عندما يتضمن التشغيل روتين زمني متتابع. ومثل هذه الأنظمة عادة يعرف مدى تطبيقها بمراجعة الأداء المرضى لها (متضمنا الأداء تحت ظروف قاسية) وكذلك الثقة في النظام قبل السماح بتشغيله.

ويجب أن يكون التقييم مبنيا على الأسباب المحتملة والتي تؤدى إلى تعطل الجهاز. وكلما أمكن فإن ضبط الأنظمة يجب أن يكون مصمما للتعرف وإعطاء الضوء على مثل هذه الأعطال والإشارة إلى النتائج المصاحبة. إن استخدام عينات ضبط الجودة والمواد القياسية على فترات من دفعات العينات يجب أن يكون كافياً لرصد الأداء الصحيح على أساس يومي. إن الحساب الروتيني يمكن مراجعته باختيار قيم لمحددات معروفة. ويجب مراجعة النقل الاليكتروني للبيانات لضمان عدم حدوث تلف خلال النقل. ويمكن تحقيق ذلك على الحاسب باستخدام " ملفات إثبات" ولكن كلما كان عمليا يجب أن يكون النقل مدعوما بنسخة مطبوعة من النتائج.

5- ازداد شيوع أنظمة إدارة معلومات المختبر كطريقة لإدارة نشاط المختبر باستخدام الحاسب. وهذا النظام عبارة عن حزمة من البرامج تسمح بالجمع الاليكتروني والحسابات وهضم البيانات التحليلية والتي تستقبل مباشرة من أجهزة القياس المناسبة وتتضمن الكتابة وقاعدة بيانات وجداول وقدرات للمعالجة. ويمكن أن تؤدى العديد من الوظائف مثل تسجيل وتتبع العينات و معالجة البيانات المجمعة وضبط الجودة وضبط السيطرة المالية وإخراج التقارير. و تتضمن متطلبات قابلية التطبيق الخاص السيطرة على الوصول إلى مختلف الوظائف ومحاولات التفتيش على التعديلات في الكتالوج وإدارة الملفات.

إجراءات التشغيل:

عندما تكون البرامج منفصلة عن الحاسب ولها دليل تشغيل منفصل وطرق تشغيل مكملة يجب إن يكون ذلك متاحا للمشغل. إن أي حيود عن الطريقة المطبقة يجب توثيقها إلى حد ملائم يسمح بإعادة الطريقة في وقت لاحق. ويجب على المعمل توثيق أي طرق خاصة مرتبطة بالأمان وانقطاع التيار وإدارة الملفات (متضمنا الأرشيف وتصليح الملفات واسترجاعها) وكذلك قابلية التطبيق والتدريب.

حماية البيانات:

يجب أن يتخذ المعمل الإجراءات الملائمة لحماية تكامل الحاسبات والبرامج وأى بيانات مصاحبة ويجب أن يتماشى ذلك مع القواعد المعمول بها محليا أو إقليميا أو دوليا لحماية البيانات.

يجب أن يمنع المعمل الوصول غير المخول إلى الحاسبات وتتضمن الإجراءات المناسبة استخدام مناطق آمنة و إغلاق لوحة التشغيل واستخدام كلمات سر أو بصمة الصوت أو بصمة اليد ويمكن أيضا ان تتضمن إجراءات وقائية إضافية عندما يكون الجهاز متاحا نظريا من الخارج عن طريق شبكة اتصالات أو كروت توصيل.

ويجب على المعمل أن يقيم درجة الخطورة للوصول المتعمد أو غير المتعمد لكل الحاسبات أو تطبيقات معينة ووضع مستوى من التأمين مناسب لأهمية وحساسية البيانات. ويجب أن تجرب البرامج وتعديلاتها قبل الاستخدام وذلك بفحصها للتأكد من خلوها من الفيروسات وقابليتها للتطبيق.

ويجب على المعمل منع استخدام أي برامج غير مجازة على الحاسبات ويجب الحصول على البرامج من مصادر موثوق بها فقط أو مصممة بالمعمل .ويجب إيقاف التفويض الممنوح لاستخدام إصدارات ملغية من البرامج وذلك لمنع استخدامها مرة أخرى.

وعندما تكون البرامج أو البيانات متاحة فإنها تكون أكثر عرضة للتغيير المتعمد أو العرض وكقاعدة عامة يجب عدم تخزين البيانات على الحاسب وكلما أمكن يجب نسخها وحفظها للمحافظة على تكاملها.

وعندما تنسخ ملفات البيانات لحفظها فى الأرشيف يجب تخزينها بطريقة تقلل من فقدانها أو إفسادها والتخزين المناسب الآمن يكون ضد الحريق ومقاوم للمياه ومحمى من المجالات الكهربائية والمغناطيسية ، ومتخصصو الأمان متوافرون. وعند نسخ الملفات يجب فصل النسخ بعضها عن بعض.

وعندما تكون هناك إتاحة ممكنة للبيانات فان المختبر يجب إن يضيف ضمانات أمنية مناسبة بحيث لا تسمح بالتغيرات المتعمدة والعرضية يجب الإشارة إلى ذلك وإلقاء الضوء عليها. وكلما كان ممكنا يجب التفتيش على البرامج. وفى أنظمة برامج البيانات التجارية فان أية معالجات ثنائية تنتج ملف "نتيجة" جديدة تاركة البيانات الأصلية دون تغيير.

وعندما يصعب الوصول إلى البرامج فان أداء الأجهزة يمكن أن يكون قد تأثر بالأعطاب الميكانيكية أو الكهربائية ومن غير المحتمل في مثل هذه الظروف أن يعمل الجهاز بطريقة صحيحة بينما يعطى نتائج خاطئة ومثل هذا العطل يحتمل أن يكون دليلا على فشل النظام كليا.

وعندما تكتب البرامج بطريقة تسمح بتغيير محتويات أية ملف بسهولة فهناك عادة ميكانيكية كجزء من نظام إدارة الملفات يبين تاريخ آخر تغيير لملف بعينه وفى بعض الحالات يبين التاريخ الكلى لكل ملف. ويحب استخدام الميكنة في إدارة الملفات كلما أمكن.

الصيانة:

يجب توثيق البرامج كاملة حيث من المعتاد أن تكون ناقصة . وكلما كان ذلك ممكنا يجب الحصول على الأخطاء المعروفة من المورد وكذلك أي تأثير لذلك على الاستخدام اليومي للبرامج. وعند الاستخدام يجب الحفاظ على سجل لأي أخطاء يتم ملاحظتها في تشغيل البرامج. ويجب ملاحظة وجود أخطاء عند استخدام برامج معدة بالمعمل وإذا لم يكن من الممكن تصحيح ذلك فيجب تقييم أثر ذلك على التشغيل.

وعندما يستعان بمن يقوم بالصيانة من غير المتعاقد معهم يجب اتخاذ الاحتياطات لضمان سرية وحساسية البيانات المسجلة. ومن الممكن ان تكون هذه الضمانات تعهد كتابي بعدم إفشاء أى معلومات تتاح له.

قابلية التطبيق:

تعانى الحاسبات أيا كان نوعها من أعراض "الصندوق الأسود" حيث تدخل المدخلات من جهة ويحصل على النتيجة من جهة أخرى. وحيث أن ما يجرى بداخلها لا يرى يجب الافتراض أن هذا الصندوق يعمل بطريقة صحيحة. ولأغراض التأكد من قابلية التطبيق فان من المعتاد قبول فرضية التشغيل الصحيح إذا أعطى الحاسب إجابات متوقعة عند إدخال مدخلات بمحددات معروفة جيدا. و تعتمد درجة قابلية التطبيق الضرورية على الاستخدام الحقيقي للحاسب. ويجب أن يكون الاستخدام المقترح لكل حاسب قد أخذ في الاعتبار درجة قابلية التطبيق.

حفظ السجلات/الارشيف:

عند تحديث البرامج يجب الاحتفاظ بسجل بتاريخ النسخ المحدثة وعند حفظ نتائج العينات فمن الضروري تخزين كل البيانات المطلوبة لإعادة استخراج الإجابات الأصلية. بالإضافة إلى حفظ ملفات البيانات الأولية وذلك يتضمن أي معالجات لملفات معالجة البيانات والنسخة المعينة من برامج التشغيل. وفى حالات نادرة يكون من الضروري الاحتفاظ بنسخة مطبوعة من الملفات الملغية لتشغيل أرشيف البرامج. وفى هذه الحالات يكون أكثر عمليا تسجيل البيانات منذ البداية في نسخة مطبوعة.

الفصل السابع
نوعية ومواصفات مياه الشرب والتشريعات المصرية

الخصائص العامة لمياه الشرب

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

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

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

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

(3) العناصر والمواد غير العضوية السامة.

(4) المركبات العضوية التخليقية مثل المبيدات والمركبات المتطايرة.

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

(6) المواد المشعة.

التشريعات المصرية الخاصة بتحديد مواصفات المياه:

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

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

جدول رقم (1)

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

الاختبار	المواصفات ملليجرام/لتر (ما لم يذكر غير ذلك)
اللون	لا يزيد على 100 درجة
مجموعة المواد الصلبة	500
درجة الحرارة	5 درجات مئوية فوق المعتاد
الأكسجين الذائب	لا يقل عن 5
الأس الإيدروجيني	8,5-7
الأكسجين الحيوي الممتص	لا يزيد عن 6
الأكسجين الكيماوي المستهلك	لا يزيد عن 10
نيتروجين عضوي	لا يزيد عن 1
نشادر	لا يزيد عن 0,5
شحوم وزيوت	لا تزيد عن 0,1
القلوية الكلية	لا تزيد على 150 ولا تقل عن 20
كبريتات	لا تزيد عن 200
مركبات الزئبق	لا تزيد عن 0,001
حديد	لا يزيد عن 1
منجنيز	لا يزيد عن 0,5
نحاس	لا يزيد عن 1
زنك (خارصين)	لا يزيد عن 1
منظفات صناعية	لا تزيد عن 0,5
نترات	لا تزيد عن 45
فلوريدات	لا تزيد عن 0,5
فينول	لا يزيد عن 0,02

تابع جدول رقم (1)

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

الاختبار	المواصفات ملليجرام/لتر (ما لم يذكر غير ذلك)
زرنيخ	لا يزيد عن 0,05
كادميوم	لا يزيد عن 0,01
كروم	لا يزيد عن 0,05
سيانيد	لا يزيد عن 0,01
رصاص	لا يزيد عن 0,05
سلينيوم	لا يزيد عن 0,01

وحددت المادة 61 من نفس القانون:

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

ونصت المادة 62 من نفس القانون على أنه:

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

ونصت المادة 63 من نفس القانون على أنه:

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

جدول رقم (2)

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

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التي يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجابيات وخزانات المياه الجوفية
درجة الحرارة	35°م	35°م
الأس الايدروجيني	6-9	6-9
اللون	خالية من المواد الملونة	خالية من المواد الملونة
الأكسجين الحيوي الممتص	30	20
الأكسجين المستهلك كيميائياً (دايكرومات)	40	30
الأكسجين المستهلك كيميائياً (برمنجانات)	15	10
مجموع المواد الصلبة الذائبة	1200	800
رماد المواد الصلبة الذائبة	1100	700
المواد العالقة	30	30
رماد المواد العالقة	20	20
الكبريتيدات	1	1
الزيوت والشحوم والراتنجات	5	5
الفوسفات غير العضوي	1	1
النترات	30	30
الفينول	0,002	0,001
الفلوريدات	0,5	0,5
الكلور المتبقي	1	1

" تابع " جدول رقم (2)

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

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التي يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجنابيات وخزانات المياه الجوفية
مجموع المعادن الثقيلة:	لا يزيد عن 1	لا يزيد عن 1
* الزئبق	0,001	0,001
* الرصاص	0,05	0,05
* الكادميوم	0,01	0,01
* الزرنيخ	0,05	0,05
* الكروم سداسي التكافؤ	0,05	0,05
* النحاس	1	1
* النيكل	0,1	0,1
* الحديد	1	1
المنجنيز	0,5	0,5
الزنك	1	1
الفضة	0,05	0,05
المنظفات الصناعية	0,05	0,05
العدد الإحتمالي للمجموعة القولونية فى 100سم^3	2500	2500

جدول رقم (3)

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

الاختبار	الحد الأقصى لمعايير المخلفات الصناعية السائلة المعالجة التي يتم صرفها على	
	نهر النيل من حدود مصر الجنوبية إلى قناطر الدلتا	فرع النيل والرياحات والترع والجنابيات وخزانات المياه الجوفية
الأكسجين الحيوي الممتص	40	30
الأكسجين المستهلك كيميائياً (الدايكرومات)	60	40
الأكسجين المستهلك كيميائياً (البرمنجانات)	20	15
مجموع المواد الصلبة	1500	1000
رماد المواد الصلبة	1000	900
المواد العالقة	40	30
الزيوت والشحوم والراتنجات	10	10
النترات	40	30
الفينول	0,005	0,002

ونصت المادة 64 على أنه :

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

ونصت المادة 65 على أنه:

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

جدول رقم (4)

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

الاختبار	المعايير (ملليجرام/لتر ما لم يذكر غير ذلك)
اللون	لا يزيد عن 100 وحدة
مجموع المواد الصلبة	500
درجة الحرارة	5°م فوق المعتاد
الرائحة	2 درجة على البارد
الأكسجين الذائب	لا يقل عن 5
الأس الايدروجيني	لا يقل عن 7 ولا يزيد عن 8,5
الأكسجين الحيوي الممتص	لا يزيد عن 10
الأكسجين الكيميائي المستهلك (دايكرومات)	لا يزيد عن 15
الأكسجين الكيميائي المستهلك (برمنجانات)	لا يزيد عن 6
النشادر	لا يزيد عن 0,5
زيوت وشحوم	لا يزيد عن 1
القلوية الكلية	لا تزيد عن 200 ولا يقل عن 50
مركبات الزئبق	لا يزيد عن 0,001
حديد	لا يزيد عن 1
منجنيز	لا يزيد عن 1,5
نحاس	لا يزيد عن 1
زنك	لا يزيد عن 1
منظفات صناعية	لا يزيد عن 0,5
نترات	لا يزيد عن 45
فلوريدات	لا يزيد عن 0,5
فينول	لا يزيد عن 0,02
زرنيخ	لا يزيد عن 0,05

تابع جدول رقم (4)

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

الاختبار	المعايير (ملليجرام/لتر ما لم يذكر غير ذلك)
كادميوم	لا يزيد عن 0,01
كروم سداسي التكافؤ	لا يزيد عن 0,01
سيانيد	لا يزيد عن 0,01
التانين واللجنين	0,5
فوسفات	1
مستخلص كربون – كلوروفورم	1,5 جم/لتر
العد الاحتمالي للمجموعة القولونية / 100سم^3	5000

المياه المستخدمة في الشرب :

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

جدول رقم (5)

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

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
اللون	معدوم
الطعم	مقبول
الرائحة	معدومة
العكارة	1 وحدة (NTU)
الأس الأيدروجيني	8.5-6.5
الأملاح الذائبة عند 120 5م	1000 مليجرام/لتر
الحديد	0,3 ملجم/لتر
المنجنيز	0,4 ملجم/لتر
النحاس	2,0 ملجم/لتر
الزنك	3,0 ملجم/لتر
العسر الكلي (كربونات كالسيوم)	500 ملجم/لتر
الكالسيوم	350 ملجم/لتر
الماغنسيوم	150 ملجم/لتر
الكبريتات	250 ملجم/لتر
الكلوريدات	250 ملجم/لتر
الصوديوم	200 ملجم/لتر
الألومنيوم	0,2 ملجم/لتر
مواد غير عضوية ذات تأثير على الصحة العامة :	
الباريوم	0,7 ملجم/لتر
الرصاص	0,01 ملجم/لتر
الزرنيخ	0,01 ملجم/لتر
السيانيد	0,05 ملجم/لتر
الكادميوم	0,003 ملجم/لتر
السيلينيوم	0,01 ملجم/لتر
الزئبق	0,001 ملجم/لتر
الكروم	0,05 ملجم/لتر
النترات	45 ملجم/لتر
النتريت	0,2 ملجم/لتر
الأمونيوم	0,5 ملجم/لتر
الفلوريدات	0,8 ملجم/لتر
المواد العضوية :	ملجرام/لتر
الالاكلور Alachlor	0,02

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
الديكارب Aldicarb	0,01
ألدرين ، داى إلدرين Aldrin and dieldrin	0,00003
أترازين Atrazine	0,002
بنتازون Bentazone	0,03
كاربوفيوران Carbofuran	0,007
كلوردان Chlordane	0,0002
كلوروتوليورون chlorotoluorn	0,03
د.د.ت D.D.T	0,00
2،1-داى برومو 3-كلورو بروبان ١,٢-Dibromo ٣-chloropropane (DBCP)	0,001
4،2 د ٢,٤-Dichlorophenoxyacetic acid (٢,٤ D)	0,03
2،1-داى كلورو بروبان ١,٢-Dichloropropane (١,٢-DCP)	0,02
3،1-داى كلورو بروبين ١,٢-Dichloropropene (١,٢-DCP)	0,02
هكسا كلورو بنزين Hexachlorobenzene	0,001
أيزو بروتورون Isoproturon	0,009
لندان Lindane	0,002
ميثيل كلورو فينوكسى اسيتيك اسيد Methylchlorophenoxyacetic acid (MCPA)	0,002
ميثوكسى كلور Methoxychlor	0,02
ميتولا كلورMetoachlor	0,01
مولينات Molinate	0,006
بنديميثالين Pendimethalin	0,02

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
بنتاكلورو فينول Pentachlorophenol	0,009
بيرمثرين Permethrin	0,02
بروبانيل Propanil	0,02
بيريبروكسيفين Pyriproxyfen	0,3
سيمازين Simazine	0,002
تراى فلورالين Trifluralin	0,02
4،2 دب DB-٢,٤	0,09
4،2 داى كلورو بروب Dichloroprop-٢,٤	0,01
فينو بروب Fenoprop	0,009
ميكوبروب Mecoprop	0,01
5،4،2ت ٢,٤,٥-T	0,009
مونو كلور أمين Monochloramine	3
كلور chlorine	5
بروملت Bromate	0,01
كلوريت Chlorite	0,7
2،4،6-تراى كلورو فينول ٢,٤,٦-Trichlorophenol	0,2
تراى هالو ميثان Trihalomethanes	0,1
داى كلورو اسيتات Dichloroacetate	0,05

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
تراى كلورو اسيتات Trichloroacetate	0,1
تراى كلورو أسيتالدهيد Trichloroacetaldehyde	0,01
داى كلورو استيونيتريل Dichloroacetonitrile	0,02
داى برومو اسيتونيتريل Dibromoacetonitrile	0,07
تراى كلورو اسيتونيتريل Trichloroacetonitrile	0,001
كربون تترا كلوريد Carbon tetrachloride	0,004
داى كلورو ميثان Dichloromethane	0,02
2،1-داى كلورو إيثان ١,٢-Dichloroethane	0,03
1،1،1-تراى كلورو ايثان ١,١,١-Trichloroethane	0,07
كلوريد الفينيل Vinyl chloride	0,0003
1،1-داى كلورو إيثين ١,١-Dichloroethene	0,03
2،1-داى كلورو إيثين ١,٢-Dichloroethene	0,05
تترا كلورو إيثين Tetrachloroethene	0,04
تولوين Toluene	0,7
بنزين Benzene	0,01
بنزو (أ) بيرين Benzo[a]pyrene	0,0007
مونو كلورو بنزين Monochlorobenzene	0,3
2،1-داى كلورو بنزين ١,٢-Dichlorobenzene	1

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
1،4-داى كلورو بنزين ١,٤-Dichlorobenzene	0,3
تراى كلورو البنزين الكلى Trichlorobenzenes (Total)	0,02
داى (2-ايثيل هكسيل) أديبات Di (٢-ethylhexyle)adipate	0,08
داى (2-ايثيل هكسيل) فثالات Di (٢-ethylhexyl)phthalate	0,008
أكريلاميد Acrylamide	0,0005
إيبى كلورو هيدرين Epichlorohydrin	0,0004
هكسا كلورو بيوتادايين Hexachlorobutadiene	0,0006
اديتيك اسيد Edetic acid (EDTA)	0,6
تراى اسيتك نيتريل Triacetic Nitril	0,2
إندرين Endrin	0,0006
كلورات Chlorate	0,7
بروموفورم Bromoform	0,1
كلوروفورم Chloroform	0,3
كلورال هيدرات Chloralhydrate	0,0
داى ميثوات Dimethoate	0,006
فورمالدهايد Formaldehyde	0,9
سيانوجين كلوريد Cyanogens Chloride	0,007
ترى بيوتيل اكسيد القصدير Tributyltin oxide	0,002
فينول	0,002

الاختيار	الحد الأقصى المسموح به
Phenol	0,005
داى وترای كلور أمين Di- and Trichloramine	0,5
زايلين Xylenes	0,3
ايثيل بنزين Ethylbenzene	0,02
ستيرين Styrene	0,06
برومو داى كلورو ميثان Bromodichloromethane	0,02
تراى كلورو إيثين Trichloroethene	

رابعا: المعايير الميكروبيولوجية:

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

خامسا: المواد المشعة :

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

الفصل الثامن
الطرق المستخدمة فى تحليل مياه الشرب والاحتياطات الواجب إتباعها لضمان جودة النتائج

أنواع التحاليل التي تجرى على مياه الشرب:

هناك ثلاث أنواع من التحاليل التي تجرى على المياه هي: التحاليل الفيزيائية والتحاليل الكيميائية والتحاليل البيولوجية .

التحاليل الفيزيائية:

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

التحاليل الكيميائية:

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

التحاليل البيولوجية :

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

أنواع وطبيعة المواد التي يجرى تحليلها في المياه:

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

المواد العضوية :

- الزيوت – الدهون – الشحوم .
- الفينول .
- المنظفات الصناعية .
- المبيدات الحشرية .
- المركبات العضوية المتطايرة .
- المركبات العضوية الحامضية أو القاعدية .

المواد غير العضوية الآنيونية :

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

المواد غير العضوية الكاتيونية :

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

المواد غير العضوية المولدة للغازات :

- الأمونيوم .
- الكربونات البيكربونات .
- الكبريتيد .
- السيانيد .
- النيتريت .

طرق تحليل المياه :

يتناول هذا البند أربعاً وعشرين طريقة لتحليل المياه:

1- الأكسجين الحيوي الممتص (BOD).
2- الأكسجين المذاب (DO).
3- الأس الأيدروجيني (pH).
4- الأكسجين الكيميائي المستهلك (COD).
5- التوصيل الكهربي (Conductivity) .
6- العكارة (Turbidity) .
7- الفسفور (Phosphorus) .
8- النيتريت (Nitrite) .
9- النترات (Nitrate) .
10- الأمونيا (Ammonia) .
11- نيتروجين كلداهل الكلي (Total Kjedahl Nitrogen) .
12- الزيوت والشحوم (Oil and Grease) .
13- السيانيد (Cyanide) .
14- الفينول (Phenol) .
15- الكبريتيد (Sulfide) .
16- الكبريتات (Sulfate) .
17- الفلوريد (Fluoride) .
18- الكلوريد (Chloride) .
19- الكلور (Chlorine) .
20- القلوية (Alkalinity) .
21- الفلزات الثقيلة (Heavy Metals) .
22- المنظفات الصناعية (Detergents) .
23- المبيدات العضوية (Pesticides) .
24- هيدروكربونات أروماتية عديدة (Polyaromatic Hydrocarbons) .

(1) الأكسجين الحيوي الممتص

أساس الطريقة :

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

الاحتياطات:

1- تضاف المواد بالترتيب المذكور في الطريقة محلول الفوسفات المنظم – ثم كبريتات الماغنسيوم – ثم كلوريد الكالسيوم – ثم كلوريد الحديديك .

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

3- يجب أن يكون الأس الأيدروجيني للعينة 6,5-8,5 .

4- منع وجود أية فقاعات في زجاجات القياس .

5- عند الضرورة يجب الأخذ في الاعتبار أي تغير في الحجم نتيجة إضافة بكتريا خارجية .

6- إضافة ماء إلى عنق الزجاجة لمنع أي تسرب .

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

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

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

10- يحضر لتر من ماء التخفيف المحتوى على الأكسجين يضاف إليه 1 سم^3 من كل من محلول الفوسفات المنظم (أس أيدروجيني 7,2) – كبريتات ماغنسيوم – كلوريد كالسيوم – كلوريد حديديك على الترتيب ويمكن إضافة بكتريا التنشيط إذا لزم الأمر .

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

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

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

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

طريقة الحساب:

فى حالة عينات لم تخفف فإن:

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

فى حالة قياس عينات تم تخفيفها:

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

حيث:

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

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

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

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

وحدة القياس :

. mg O_2/L

(2) الأكسجين المذاب

أساس الطريقة :

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

الاحتياطات:

1- لا تستخدم المنظفات التخليقية في غسل زجاجات قياس الأكسجين المذاب . وتغسل الزجاجات الجديدة 5 عياري من حمض الكبريتيك .
2- قبل أخذ العينة تغسل الزجاجة بنفس محلول العينة.
3- تملأ الزجاجة كاملة ولا تترك أية فقاعات هوائية .
4- إجراء المعايرة بأسرع ما يمكن .

طريقة الحساب:

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

وتسجل النتائج إلى أقرب 0.1 ملليجرام/لتر

وبقياس الأكسجين المذاب إلى أقرب 0,05 ملليجرام/لتر

وحدة القياس:

mg O_2/L

(3) الأس (الرقم) الأيدروجيني:

أساس الطريقة :

استخدام قطبي الزجاج مع قطب مرجع لقياس تركيز أيون الأيدروجين.

الاحتياطات:

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

وحدة القياس:

pH

(4) الأكسجين الكيميائي المستهلك:

أساس الطريقة:

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

الاحتياطات :

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

طريقة الحساب :

$$\text{COD, mg } O_2\text{/L} = \frac{(a-b) \times N \times ٨٠٠}{\text{ml of sample}}$$

حيث :

a = حجم كبريتات الحديدوز الأمونيومية المستهلك في التجربة الغفل.

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

وتسجل النتيجة إلى أقرب عدد صحيح .

وحدة القياس :

mg O_2/L

(5) التوصيل الكهربي :

أساس القياس :

قياس التوصيل الكهربي الذي يتفاوت نتيجة ذوبان بعض الأملاح المعدنية ويمكن استخدام قيم التوصيل الكهربي فى معرفة كمية المواد الذائبة ، ومعامل التحويل يتراوح بين 0,55 إلى 0,9 . وعند ضرب قيمة التوصيل الكهربي (ميكروأوم/سم) فى هذا المعامل ينتج كمية المواد الذائبة (مجم/لتر) .

الاحتياطات :

1- تحفظ الخلية أو أقطاب التوصيل في ماء مقطر في فترة عدم الاستخدام.
2- تسجل درجة الحرارة ويجرى تصحيح للقيم المقروءة .
3- تجرى معايرة للخلية المستخدمة .
4- يستخدم ماء توصيل (Conductivity water) عند تحضير المحاليل القياسية.
5- يجرى قياس التوصيل بأسرع ما يمكن .

طريقة الحساب :

$$\text{Conductivity at ٢٥}^{o}\text{C} = \frac{\text{Conductivity Reading (ms/m or } \mu \text{ mho/cm)}}{١ + ٠.٠١٩١ \ (T - ٢٥)}$$

حيث :

T هي درجة الحرارة التي يجرى عندها القياس.

وحدة القياس :

(ms/m) وهى milli Siemens / meter

(6) العكارة :

أساس الطريقة :

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

الاحتياطات :

1- استعمال زجاجات نظيف تماماً.
2- التأكد من خلو عينة القياس من فقاعات الهواء .

طريقة الحساب :

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

وحدة القياس :

NTU وهى (Nephalometric Turbidity Units)

(7) الفوسفور :

أساس الطريقة :

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

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

الاحتياطات :

1- الأخذ فى الاعتبار أن وجود الزرنيخات يؤثر على النتائج .
2- وجود الكبريتيد يتداخل ويؤثر على النتائج ويجب أكسدته بواسطة برمنجانات البوتاسيوم متبوعة بحمض الاسكوربيك .
3- وجود الكرومات (الكروم السداسي) يؤثر على النتائج ويجب التخلص منه بواسطة حمض الاسكوربيك .

طريقة الحساب :

$$\text{Phosphate – P } (\square\text{ g P/L}) = \frac{\mu \text{ P measured x } ١٠٠٠}{\text{sample volume (ml)}}$$

وحدة القياس :

(□g P/L) أو (mg P/L) .

(8) النيتريت

أساس الطريقة :

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

الاحتياطات :

1- يجب أن تكون العينة شفافة وغير ملونة.
2- يجري التحليل في أسرع وقت ممكن .
3- يمكن إجراء التحليل خلال يومين إذا حفظت العينة عند – 20 ^{5}م أو بإضافة 40 مجم من أيون الزئبقيك على كل لتر من العينة وحفظها عند 4 ^{5}م .

طريقة الحساب :

$$\text{Nitrite - N} = \frac{\text{١٠٠٠ x } (\mu g NO_{٢} - N)}{\text{Vol. sample (ml)}}$$

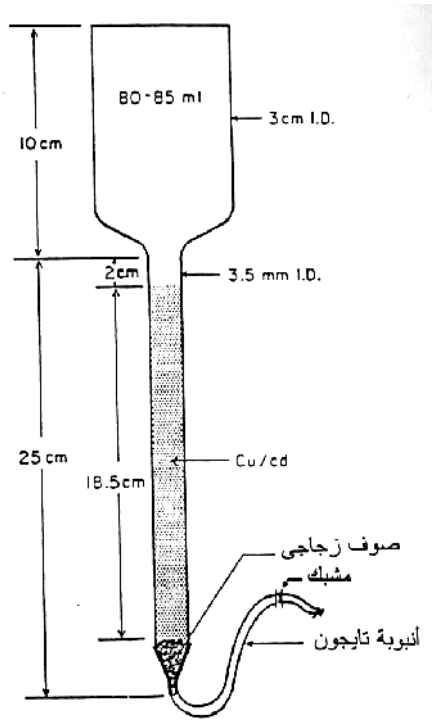
وحدة القياس :

(□g /L) أو (mg /L) .

(9) النترات

أساس الطريقة :

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



شكل رقم (8)
عمود الاختزال

الاحتياطات :

1- ترشيح العينة من أية مواد عالقة .
2- العينات عالية العكارة يضاف إليها كبريتات خارصين لإزالة العكارة .
3- العينات المحتوية على نسبة عالية من الحديد – النحاس – الكاديوم ، يضاف إليها edta لمنع تأثير هذه العناصر .
4- يفضل إجراء التحليل مباشرة وإذا لزم تخزينها يضاف 0,8سم^3 من حمض الكبرتيك لكل لتر .
5- عند استخدام طريقة البروسين فإن ضبط حرارة التفاعل عامل رئيسي للحصول على نتائج صحيحة . كما يجب إزالة الكلور من العينة .

طريقة الحساب :

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

وحدة القياس :

(mg /L)

(10) الأمونيا
أساس الطريقة :

تقاس الأمونيا بعدة طرق:
1- التقطير والمعايرة الحجمية .
2- التقطير والتفاعل مع محلول نسلر وقياس الكثافة الضوئية للون المتكون.
3- قياس الجهد باستخدام مجس غاز الأمونيا .

الاحتياطات :
1- عند وجود أية ألوان في مياه التحاليل تستخدم طريقة القطير أو الطريقة الجهدية .
2- وجود الكيتونات – الأمونيا الأرومانية والألدهيدات والكحولات تتداخل في طريقة نسلر الطيفية .
3- أن يكون الأس الأيدروجيني للعينة أقل من 6 .

طريقة الحساب :
(1) المعايرة الحجمية :

$$NH_{٣} - N = \frac{(A - B) \quad N \quad x \quad ١٤ \quad x \quad ١٠٠٠}{S}$$

حيث :
A = حجم حمض الكبرتيك المستخدم في معايرة الأمونيا الناتجة من تقطير العينة .
B = حجم حمض الكبرتيك المستخدم في معايرة التجربة الغفل .
N = عيارية حمض الكبرتيك المستخدم في المعايرة .
S = حجم العينة .

(2) قياس طيف الامتصاص :

$$NH_{٣} - N = \frac{A \quad x \quad ١٠٠٠}{D} \times \frac{B}{C}$$

حيث :
A = ميللجرامات الأمونيا – نيتروجين المقرؤة من منحني القياس .
B = حجم المحلول المقطر المجمع في حمض البوريك .
C = حجم المحلول الذي تم تفاعله مع محلول نسلر .
D = حجم العينة الرئيسي .

(3) قياس باستخدام قطب الأمونيا :

$$NH_{٣} - N = \frac{(A - B) \quad x \quad ١٠٠٠}{C}$$

حيث :

A = ميللجرامات الأمونيا – نيتروجين من منحني القياس الجهدى .
B = ميللجرامات الامونيا – نيتروجين من التجربة الغفل .
C = حجم العينة المأخوذة .

وحدة القياس :

(mg/L) .

(11) نيتروجين كلداهل الكلي :

أساس الطريقة :

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

(1) المعايرة الحجمية .
(2) قياس طيف الامتصاص.
(3) القياس الجهدى.

الاحتياطات :

(1) استخدام حجوم من العينة يتناسب مع كمية النيتروجين العضوي حيث يؤخذ 500 **سم**^{3} **من** العينة المحتوية على من صفر إلي 5 **جم**/ لتر نيتروجين ، ويؤخذ 25 **سم**^{3} من العينة المحتوية **على من** 50 **إلي** 500 **مجم**/ لتر نيتروجين .
(2) مراعاة أن يكون الأس الأيدروجيني للعينة 7 **أو أقل** .
(3) إن وجدت كمية كبيرة من النترات (**أكثر من** 10 أمثال النيتروجين العضوي) ، يجب إزالتها **أولاً** بواسطة مبادل انيوني .

طرق الحساب :

كما سبق مع الأمونيا .

(12) الزيوت والشحوم :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة **على** الاستخلاص من الأثير البترولي والتبخير وقياس الوزن .

الاحتياطات :

(1) ضبط الأس اليدروجيني للعينة عند 2 بواسطة حمض الايدروكلوريك .
(2) تجفيف كبريتات الصوديوم اللامائية جيدا .
(3) **إجراء** عمليات الوزن عدة مرات حتى ثباتها .
(4) استخدام نفس الميزان في الوزن .
(5) التأكد من دقة ومعايرة الميزان .

طريقة الحساب :

$$\text{Oil and grease} = \frac{١٠٠٠ \times \text{weight of residue } \mu g}{\text{Vol of Sample Taken (ml)}}$$

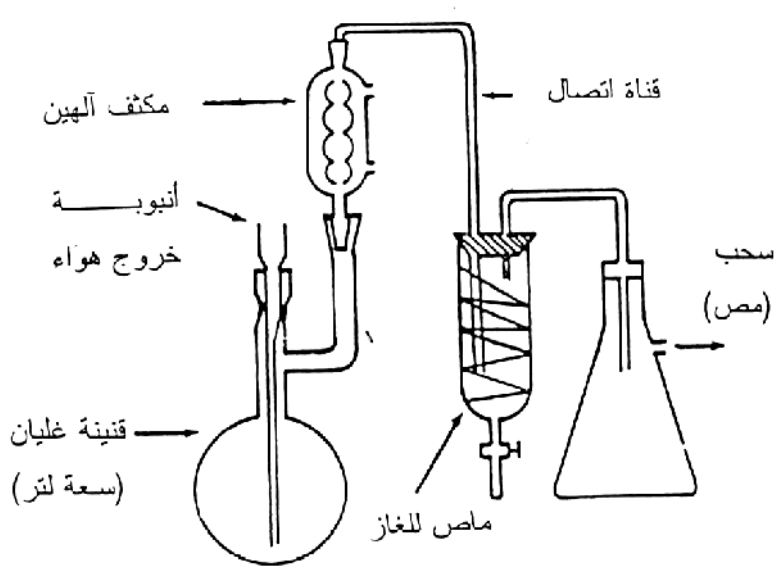
وحدة القياس :

. (mg/L)

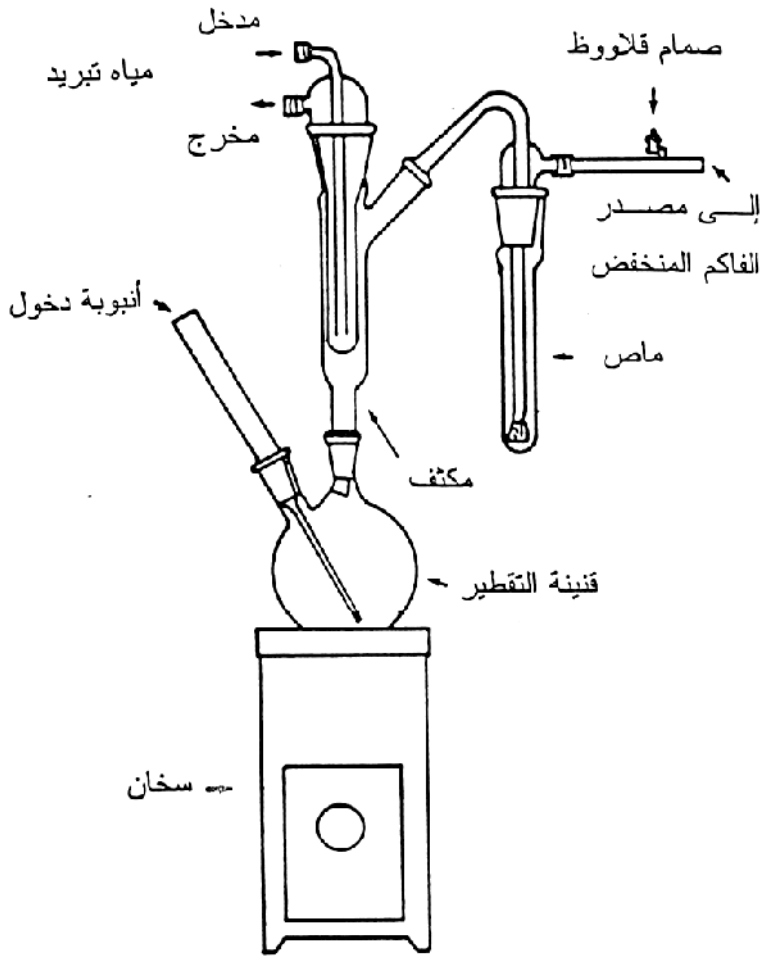
13- السيانيد :

أساس الطريقة :

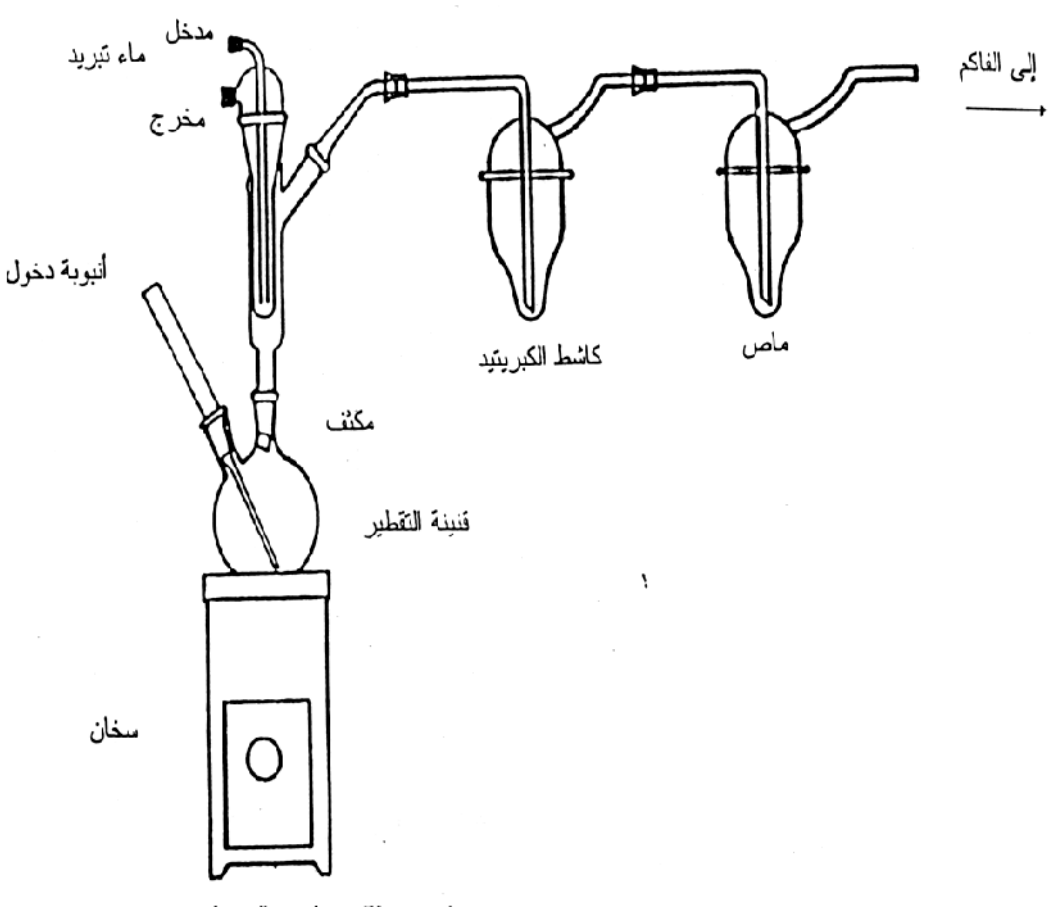
تعتمد الطريقة على تقطير العينة المحمضة وجمع حمض الهيدروسيانيك الناتج فى ايدروكسيد صوديوم وتقديره بالمعايرة الحجمية، أو بتحويله إلى كلوريد السيانوجين وتقديره طيفياً . ويستخدم أحد الأجهزة المبينة فى الأشكال (1) ، (2) ، (3)**في** عملية التقطير .



شكل رقم (1)
جهاز تقطير السيانيد ، نموذج (أ)



شكل رقم (2)
جهاز تقطير السيانيد ، نموذج (ب)



شكل رقم (3)
جهاز تقطير السيانيد ، نموذج (جـ)

الاحتياطات :

(1) يضاف حمض الاسكوربيك فى وجود الكلور فى العينة .
(2) تحفظ العينة **في وسط قلوي** (أس أيدروجيني أكبر من 12) .
(3) تحلل العينة بمجرد جمعها .
(4) **في** وجود النتريت أو النترات يجب إضافة حمض السلفاميك .
(5) وجود أحماض الأليفاتية يتداخل **في** التقدير ويجب إزالتها باستخلاصها بمذيب عضوي .
(6) **في** حالة وجود كبريتيد فى العينة يجب إمرار الحمض المتطاير **في خلات الرصاص**.

طريقة الحساب :

(1) طريقة المعايرة الحجمية :

$$CN = \frac{(A-B) \quad x \quad ١٠٠}{ml \quad original \quad sample} \times \frac{٢٥٠ \quad x \quad ٢٦ \quad x \quad N}{ml \quad of \quad aliquat \quad titrated}$$

حيث :

A = حجم نترات الفضة المستخدمة فى معايرة العينة المأخوذة من 250سم^3 هو الحجم الكلي.
B = حجم نترات الفضة المستخدمة فى التجربة الغفل.
N = عيارية نترات الفضة .

(2) الطريقة الطيفية :

$$CN = \frac{A \quad x \quad ١٠٠}{B} \times \frac{٥٠}{C}$$

حيث :

A = وزن السيانيد (ميكروجرام) من منحنى المعايرة .
B = حجم العينة المأخوذة للمعايرة .
C = حجم العينة المأخوذة للقياس الطيفي .

وحدة القياس :

□g/L

(14) الفينول :

أساس الطريقة :

تعتمد الطريقة على تقطير الفينول ثم تفاعله مع 4-أمينو أنتى بيرين عند أس أيدروجيني 7,9 في وجود بوتاسيوم حديدي السيانيد ، ويقاس اللون الناتج .

الاحتياطات :

(1) تضاف كبريتات النحاس للمحلول المحمض عند أس أيدروجيني 4 لإيقاف نمو البكتريا .
(2) تحلل العينة خلال 24 ساعة من التجميع على أن تحفظ خلال ذلك عند درجة حرارة 4°م .
(3) تحمض العينة عن أس أيدروجيني أقل من 4 بواسطة حمض الفوسفوريك فى حالة وجود مركبات الكبريت التى تتداخل .
(4) فى حالة وجود الكلور تضاف كبريتات الحديدوز الأمونيومية لمنع أكسدة الفينول .

طريقة الحساب :

$$Phenol = \frac{١٠٠٠ \quad x \quad reading \quad from \quad graph \quad mg}{vol. \quad of \quad sample \quad taken \quad (ml)}$$

وحدة القياس :

(mg/L) **أو** (□g/L)

(15) الكبريتيد :

أساس الطريقة :

تستخدم طريقتين أحداهما معايرة حجمية تعتمد على إضافة حجم معلوم من محلول قياسي من اليود فى وسط حامضي لأكسدة الكبريتيد وتعاير الزيادة غير المتفاعلة مع ثيوكبريتات الصوديوم .

والطريقة الثانية تعتمد على إضافة ثنائي ميثيل – بارا – فينيلين داى أمين فى وجود كلوريد الحديديك وقياس اللون المتكون .

الاحتياطات :

(1) إذا لم تكن العينة المجمعة قد أضيف إليها خلات الخارصين لحفظها وجب تحليلها فوراً.
(2) عدم تعريض العينات إلى أكسجين أو هواء لمنع أكسدة الكبريتيد .
(3) التأكد من عدم وجود الكبريتيت والثيوكبريتات والهيدروكبريتيت .
(4) تجنب استخدام الطريقة الطيفية إذا كانت العينة عكرة أو ملونة .

طريقة الحساب :

$$\text{Sulfide} = \frac{٤٠٠ \quad (A - B)}{\text{ml} \quad \text{sample}}$$

حيث :

A = حجم اليود المضاف أو المستخدم فى التجربة .
B = حجم ثيوكبريتات الصوديوم المكافئ لليود المتبقى .

وحدة القياس :

(mg/L) .

(16) الكبريتات :

أساس الطريقة :

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

الاحتياطات :

(1) التأكد من عدم وجود أى عوالق أو ألوان فى المحلول ، وفى حالة وجودها تجرى تجربة غفل .
(2) التأكد من عدم وجود سليكا بتركيز من 500 مجم/لتر لتداخلها .
(3) تقاس العكارة كل 30 ثانية ولمدة 4 دقائق ويؤخذ أعلاها .

طريقة الحساب :

$$SO_٤ = \frac{mgSO_٤ \quad x \quad ١٠٠٠}{\text{ml} \quad \text{sample}}$$

وحدة القياس :

(mg/L) .

(17) الفلوريد :

أساس الطريقة :

قياس جهد قطب الفلوريد المنتخب الأيوني .

الاحتياطات :

(1) ضبط الأس الايدروجيني فى حدود 5 .
(2) إضافة 2.1-سيكلوهكسلين ثنائي نيتريلو رباعي حمض الخليك (CDTA) من تداخلات العناصر الفلزية .

طريقة الحساب :

$$F = \frac{mgF \quad x \quad ١٠٠}{ml \quad of \quad sample}$$

وحدة القياس :

(mg/L) .

(18) الكلوريد :
أساس الطريقة :
معايرة الكلوريد مع نترات الزئبقيك باستخدام دليل ثنائي فينيل كربازون .

الاحتياطات :
(1) يجب أكسدة الكبريتيت إذا وجد باستخدام فوق أكسيد الهيدروجين .
(2) يضاف هيدروكينون فى حالة وجود كرومات .

طريقة الحساب :

$$Chloride = \frac{(A - B) \quad N \quad x \quad ٣٥.٥}{ml \quad of \quad sample}$$

حيث :
A = حجم نترات الزئبقيك المستهلكة فى معايرة العينة .
B = حجم نترات الزئبقيك المستهلكة فى معايرة التجربة الغفل .
N = عيارية نترات الزئبقيك .

وحدة القياس :

(mg/L) .

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

الاحتياطات :

(1) ضبط الأس الأيدروجيني عند 4 قبل إضافة اليوديد لتقليل أثر المنجنيز والحديد والنيتريت إذا وجد .
(2) فى حالة غياب العناصر السابقة ووجود كمية عالية من المركبات العضوية يضبط الأس الايدروجيني إلى 1 قبل إضافة يوديد البوتاسيوم .
(3) استخدام طريقة الإضافة القياسية إذا كان العينات عكرة أو ملونة.
(4) لا يستخدم حمض الايدروكلوريك فى التحميض ويستخدم حمض الخليك أو الكبريتيك.

طريقة الحساب :

$$Q_{٢} = \frac{(A - ٥B) \quad x \quad ٢٠٠}{C}$$

حيث :

A = حجم فينيل أكسيد الزرنيخ (عيارية 0,00564).
B = حجم اليود (عيارية 0,0282).
C = حجم العينة (سم^3).

وحدة القياس :

. (mg/L)

(20) القلوية :

أساس الطريقة :

معايرة المحلول حتى يصل إلى أس ايدروجيني 4,5 ، وفى حالة مياه محتوية على نسبة عالية من الأحماض يعاير حتى تصل إلى أس أيدروجيني 3,9.

الاحتياطات :

(1) لا يجب ترشيح أو تخفيف أو تركيز عينة القياس.
(2) لا تفتح القارورة المحتوية على العينة إلا قبل التحليل مباشرة.
(3) التأكد من غياب زيوت أو شحوم بدرجة عالية.

طريقة الحساب:

$$\text{Alkalinity} = \frac{A \quad x \quad N \quad x \quad ٥٠,٠٠٠}{ml \quad sample}$$

حيث :

A = حجم الحامض المستخدم فى المعايرة .
N = عيارية الحامض المستخدم فى المعايرة .

وحدة القياس :

. (mg/L $CaCO_{٣}$)

(21) الفلزات الثقيلة :

أساس الطريقة :

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

الاحتياطات :

(1) تحميض العينات وإجراء عملية هضم كاملة .
(2) قياس طيف الامتصاص الذري عند الطول الموجي المناسب لكل عنصر .
(3) عمل منحنى قياس بتركيزات تتناسب مع ما هو متوقع في العينة .
(4) استخدام اللهب المناسب أو الفرن الجرافيني .
(5) استخدام طريقة البخار البارد لقياس الزئبق والهيدريد لقياس الزرنيخ .

(22) المنظفات الصناعية :

أساس الطريقة :

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

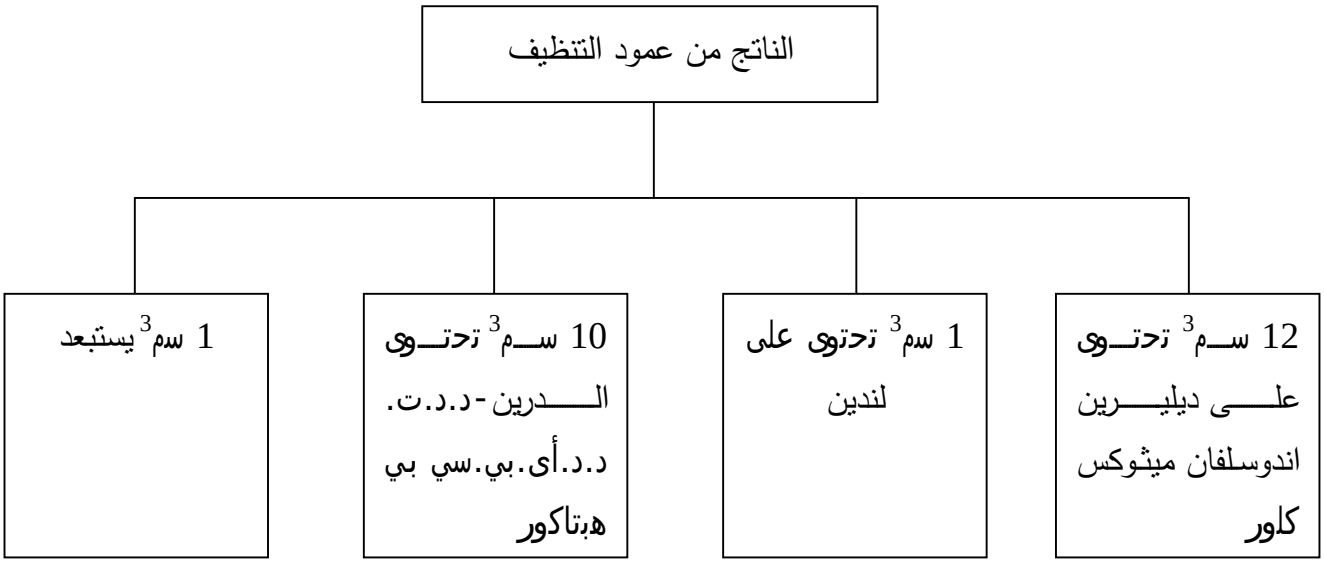
الاحتياطات :

لا تستخدم هذه الطريقة مع المياه عالية الملوحة لتداخل الكلوريد .

(23) المبيدات العضوية :

أساس الطريقة :

يؤخذ لتر من العينة ويضاف له 20 سم^3 من الهكسان العادي ويستخلص الجزء العضوي ويتم هذا مرتين ، ويجفف المستخلص باستخدام كبريتات الصوديوم الجافة ، ويجرى التحليل باستخدام كروماتوجرافيا الغاز . ويمكن تنظيف العينات بإمرارها فى عمود زجاجي (10 سم طول و5مم نصف قطر) محتوى على سليكا جيل منشطة بالتسخين عند درجة حرارة 110°م ويغسل العمود بـ15 سم^3 من مخلوط ايزوأوكتان بنزين بنسبة (95 : 5) و10 سم^3 من مخلوط ايزوأوكتان بنزين بنسبة (70 : 30) ثم 10سم^3 من البنزين ويجمع الناتج جزيئاً .



(24) هيدروكربونات أروماتين عديدة:

أساس الطريقة :

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

الباب التاسع
دلالات الاختبارات الرئيسية لمياه الشرب

دلالات الاختبارات:

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

ونورد فيما يلي دلالة بعض الاختبارات:

1- الأس الايدروجيني:

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

2- التوصل الكهربي:

التوصيل الكهربي، هو رقم للتعبير عن قابلية المحلول المائي على توصيل التيار الكهربي ، وهذه القدرة تعتمد على وجود الأملاح ، وتركيزها ، وتكافؤات أيوناتها . ويتراوح التوصيل الكهربي للمياه الصالحة للشرب من 50 إلى 1500 مللى أوسم .

3- العكارة:

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

4- درجة الحرارة:

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

5- اللون:

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

6- الرائحة:

مياه الشرب لا رائحة لها .

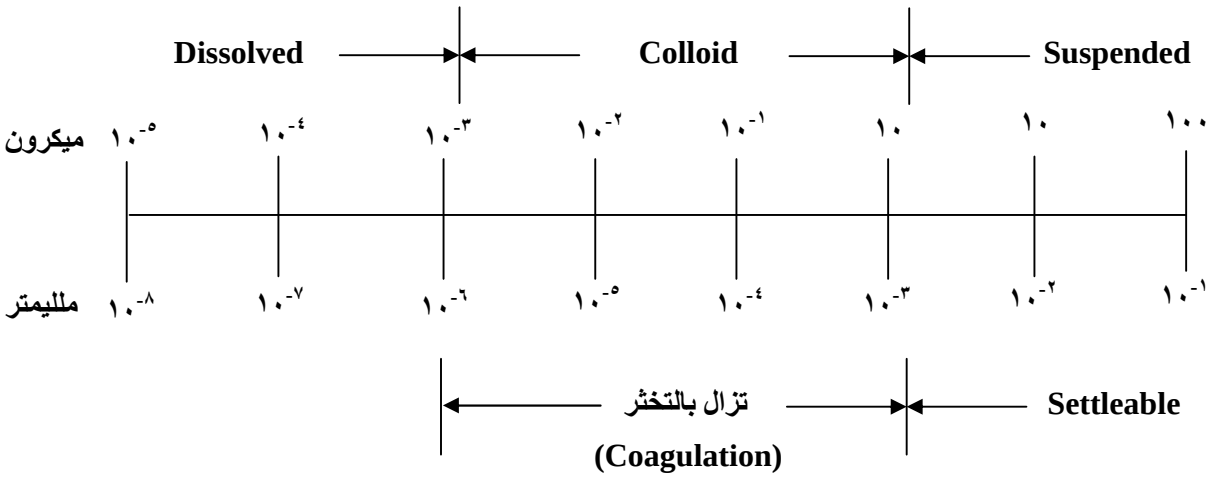
7- المواد الصلبة الكلية:

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

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

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

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



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

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

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

8- القلوية :

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

9- العسر الكلي :

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

10- الملوحة :

تَعرف الملوحة على أنها المواد الصلبة الكلية فى الماء بعد تحويل كل محتواها من كربونات إلى الأكسيد ، وكل البروميد ، واليوديد إلى كلوريد ، وأكسدة المواد العضوية . وقيمة الملوحة أقل من الرواسب المتبقية بعد الترشيح ، ويعبر عنها (كجزء من الألف %) . وهناك بعض المصطلحات المصاحبة مثل الكلورة (Chlorinate) وهو يتضمن الكلوريد ، البروميد ، واليوديد حيث تحول كلها إلى قيم مكافئة من الكلوريد . وهناك علاقة بين الملوحة والكلورة (Chlorinity, Salinity) وعادة ما تستخدم المعادلة التالية التى تبين هذه العلاقة :

$$\%o\ Salinity = ٠.٠٣ + ١.٨٠٥\ (Chlorinity, \%)$$

11- الكلوريدات :

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

12- الكبريتات :

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

13- السيانيد :

يعتبر النشاط الصناعي مصدراً للسيانيد ، وتعتبر الأسماك في مياه الأنهار مؤشراً حساساً للتلوث بالسيانيد . ومعظم السيانيد الحر يتواجد فى هيئة حمض هيدروسيانيك المتطاير HCN . ولا يسمح بتركيز أعلى من 0,05 مجم/لتر من السيانيد فى المياه .

14- الأمونيا :

هناك إتزاناً بين الأمونيا ، وأيون الأمونيوم .

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

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

نيتروجين كلداهل الكلي = النيتروجين العضوى + الأمونيا

15- النيتريت والنترات :

النيتريت غير ثابت ، أو مستقر ، ويسهل أكسدته إلى صورة النترات ولكن وجوده يعتبر مؤشراً على تلوث سابق . وعادة لا يرتفع مستواه عن 0,1 مجم/لتر فى المياه السطحية أو الجوفية . ويؤدي وجود النيتريتات فى مياه الشرب إلى تكوين نيتروزأمينات ، وهى مركبات مسرطنة .

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

16- المواد العضوية :

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

يقاس المحتوى العضوي للمياه باستخدام :

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

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

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

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

$$BOD \quad (mg/L) = \left[(DO_b - Do_i)\frac{١٠٠}{\%} \right] - (DO_b - Do_0)$$

جدول رقم (9)

طرق تخفيف عينات المياه المستخدمة في اختبار الأكسجين الحيوي الممتص

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

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

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

حيث :

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

Do_i = قيمة الأكسجين المقاس للعينة المخففة بعد فترة الحضانة .

Do_S = قيمة الأكسجين المذاب الموجود فى العينة غير المخففة .

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

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

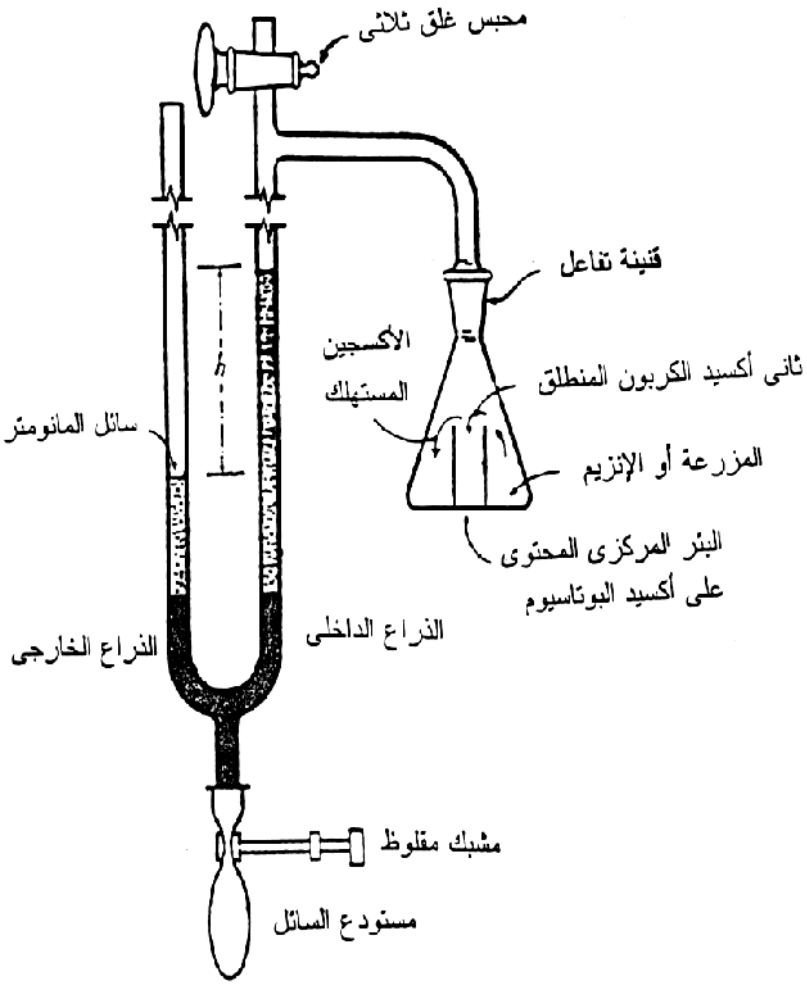
وتقاس BOD بالمعمل باستخدام :

1- Warburg Resirometer .
2- مجس الأكسجين Oxygen Probe .
3- خلية تحلل كهربي Electrolysis .

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

ويتطلب الحصول على نتائج جيدة توافر الآتي :

1- وجود تركيز عال من البكتريا المناسبة.
2- معالجة المياه المحتوية على مخلفات سامة.
3- تقليل تأثير الكائنات المثبتة للنيتروجين .
4- إتاحة الوقت الكافي للتفاعل (خمسة أيام).



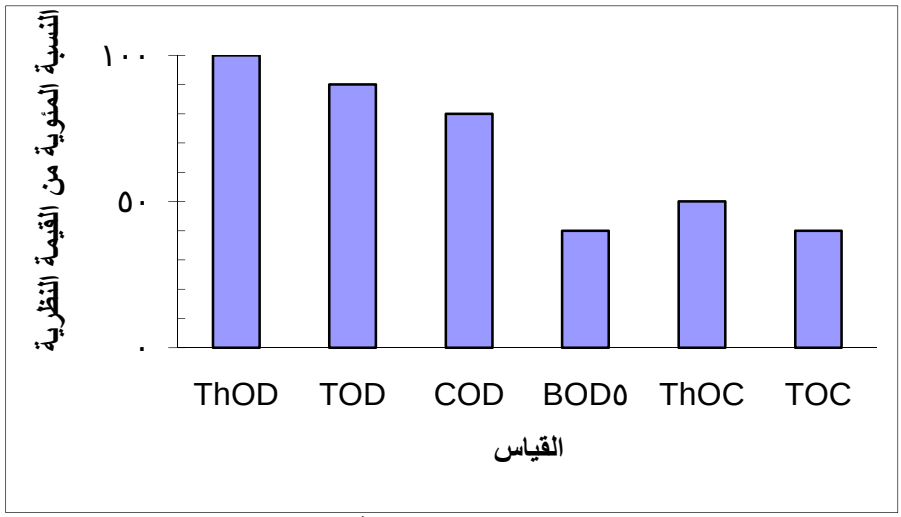
شكل رقم (4)
رسبيروميتر فاربورج

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

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

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

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



شكل رقم (5)
العلاقة بين عوامل التعبير عن المستويات العضوية

17- الأكسجين المذاب :

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

18- الكالسيوم :

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

19- الماغنسيوم :

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

20- الصوديوم :

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

21- الأكسجين الكيميائي المستهلك :

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

22- الأكسجين البيولوجي المستهلك :

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

23- العناصر الفلزية:

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

أ- عنصر الكادميوم :

سام ويؤدي إلى أمراض خطيرة من ارتفاع لضغط الدم وأنيميا إلى الفشل الكلوي وسرطان البروستاتا . ولقد حددت منظمة الصحة العالمية تركيز 0,005 مجم/لتر كحد أقصى لوجوده في المياه .

ب- عنصر النحاس :

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

جـ- عنصر الحديد :

غير ضار ، ولكن وجوده بتركيز عال يجعل للمياه طعما غير مستساغ ، وعندما تتعرض المياه المحتوية عليه للأكسجين فإن الحديد يترسب ويؤدي إلى ظهور بقع فى الغسيل والأحواض .

د- عنصر المنجنيز :

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

هـ- عنصر النيكل :

وهو ما بين العناصر المنتشرة نظرا لادمصاصه على أكاسيد العناصر الأخرى، وحبيبات الطين ، والمواد العضوية ، ومعظم أملاحه تذوب في الماء ، ومصدره الرئيسي هو التلوث الصناعي .

و- عنصر الرصاص :

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

ز- عنصر الخارصين :

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

24- الفحص الميكروبيولوجي :

يسبب وجود بعض أنواع البكتريا ، وتسمى البكتريا المرضية (Pathogenic bacteria) أمراضاً عديدة للإنسان ، كذلك فإن وجود بعض الكائنات الأخرى مثل الفيروسات ، والديدان، والطفيليات فى المياه يؤدي إلى ظهور بعض الأمراض . ويعتبر اختبار الكشف عن القولونيات E.Coli هاماً لتحديد الكائنات **التي** تسبب أمراضاً ، وكذلك يستخدم**في** تحديد معامل نوعية المياه Water Quality index (WQI) **و توجد** Escherichia Coli **فى** البراز الذي يحتوى على نسبة عالية من كل أنواع البكتريا ، ويشير وجود E.Coli فى المياه إلى حدوث تلوث من الصرف الصحي ، والبقايا الآدمية ، والحيوانية . ووجود الأنواع الأخرى من البكتريا ، وغياب E.Coli يُعزى إلى حدوث تلوث من التربة والمزروعات . ويجب ألا يحتوى 100 ملليلتر من المياه على أكثر من أثنين من الخلايا البكتيرية E.Coli .