

قرارات، مقررات، آراء

المادة 2 : من أجل معايرة الفوسفور في الماء بقياس الطيف باستعمال موليبدات الأمونيوم، فإنّ مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبين في الملحق المرفق بهذا القرار. يجب أن يستعمل هذا المنهج من طرف المخبر عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرسمية للجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية. حرر بالجزائر في 5 جمادى الثانية عام 1439 الموافق 21 فبراير سنة 2018.

محمد بن مرادي

الملحق

منهج معايرة الفوسفور في الماء بقياس الطيف باستعمال موليبدات الأمونيوم.

1 مجال التطبيق :

يحدد هذا المنهج تقنيات معايرة :

- الأورثو فوسفات (4)،
- الأورثو فوسفات بعد الاستخلاص بالمذيب (5)،
- الفوسفات قابل للتمييه والأورثو فوسفات (6)،
- الفوسفور الإجمالي بعد التفكك (7) و (8).

تطبق هذه التقنيات على جميع أنواع المياه، بما في ذلك مياه البحر ومياه الصرف.

يمكن تحديد تراكيز الفوسفور لعينات بين 0,005 ملغ/لتر و 0,8 ملغ/لتر دون اللجوء إلى التخفيف.

تسمح طريقة الاستخلاص بالمذيب بتحديد تراكيز الفوسفور الضعيفة بحد يصل إلى حوالي 0,0005 ملغ/لتر.

2 التداخلات :

يستحسن التّحقق من وجود التداخلات من أجل التصرف حسب المقتضى والقضاء عليها.

1.2 السيليكات :

إنّ تراكيز السيليكات (Si) حتى 5 ملغ/ لتر لا تسبب أي تداخلات. لكن يمكن للتراكيز العالية أن تزيد في درجة الامتصاص.

بعد 30 دقيقة من التفاعل، تم الحصول على القيم المبيّنة في الجدول الآتي :

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 5 جمادى الثانية عام 1439 الموافق 21 فبراير سنة 2018، يجعل منهج معايرة الفوسفور في الماء بقياس الطيف باستعمال موليبدات الأمونيوم، إجباريا.

إنّ وزير التجارة،

- بمقتضى المرسوم الرئاسي رقم 17-243 المؤرخ في 25 ذي القعدة عام 1438 الموافق 17 غشت سنة 2017 والمتضمن تعيين أعضاء الحكومة،

- بمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق برقابة الجودة وقمع الغش، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 02-453 المؤرخ في 17 شوال عام 1423 الموافق 21 ديسمبر سنة 2002 الذي يحدد صلاحيات وزير التجارة،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 11-125 المؤرخ في 17 ربيع الثاني عام 1432 الموافق 22 مارس سنة 2011 والمتعلق بنوعية المياه الموجهة للاستهلاك البشري،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 13-328 المؤرخ في 20 ذي القعدة عام 1434 الموافق 26 سبتمبر سنة 2013 الذي يحدد شروط وكيفيات اعتماد المخابر قصد حماية المستهلك وقمع الغش،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 17-62 المؤرخ في 10 جمادى الأولى عام 1438 الموافق 7 فبراير سنة 2017 والمتعلق بشروط وضع وسم المطابقة للوائح الفنية وخصائصه وكذا إجراءات الإشهاد بالمطابقة،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 22 ذي الحجة عام 1426 الموافق 22 يناير سنة 2006 الذي يحدد نسب العناصر التي تحتويها المياه المعدنية الطبيعية ومياه المنبع وكذا شروط معالجتها أو الإضافات المسموح بها، المعدل والمتمم،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 90-39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990، المعدل والمتمم والمذكور أعلاه، يهدف هذا القرار إلى جعل منهج معايرة الفوسفور في الماء بقياس الطيف باستعمال موليبدات الأمونيوم، إجباريا.

السيلفاميك (H_3NSO_3) يفكك النتريت بصفة فعالة، إن 100 ملغ من هذا الحمض كافية لعلاج تركيز النتريت بـ 32,9 ملغ / لتر.

3 المبدأ :

تفاعل الأيونات الأورثو فوسفاتية مع محلول حمضي يحتوي على أيونات الموليبدات والأنتموان لتشكيل مركب أنتيمونيل- فوسفوموليبدات.

يرجع هذا المركب بواسطة حمض الأسكوربيك لتشكيل مركب أزرق الموليبدان بلون فاقع. تقاس امتصاصية هذا المركب لتحديد تركيز الأورثو فوسفات الموجود.

يعاير متعدد الفوسفات وبعض المركبات الفوسفورية العضوية بعد التحول، بالتحلل بواسطة حمض الكبريت، إلى الأورثو فوسفات المتفاعل مع الموليبدات.

يتم تحويل عدد كبير من المركبات الفوسفورية العضوية إلى أورثو فوسفات بالتمعدن بواسطة البيرسلفات. تجرى عملية التمدن بواسطة حمض النتريك وحمض الكبريت عند ضرورة المعالجة الطاقوية.

4 معايرة الأورثو فوسفات :

1.4 الكواشف :

أثناء التحليل، تستعمل فقط الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها والماء ذو نسبة من الفوسفات ضئيلة بالمقارنة مع أدنى التركيز الذي يجب تحديده في العينات. فيما يخص النسب الضعيفة من الفوسفات، يستحسن استخدام الماء مقطرا مرتين في جهاز مصنع كليا من الزجاج.

1.1.4 محلول حمض الكبريت (H_2SO_4) \approx 9 مول / لتر.

يدخل 500 ملل \pm 5 ملل من الماء في وعاء بيشر سعته 2 لتر. تضاف بعناية مع الرج والتبريد المستمر 500 ملل \pm 5 ملل من حمض الكبريت $\rho = 1,84$ غ / ملل. يخلط جيدا ويترك المحلول ليبرد في درجة حرارة الوسط.

2.1.4 محلول حمض الكبريت (H_2SO_4) \approx 4,5 مول /

لتر. يدخل 500 ملل \pm 5 ملل من الماء في وعاء بيشر سعته 2 لتر. يضاف بعناية مع الرج والتبريد المستمر 500 ملل \pm 5 ملل من حمض الكبريت (1.1.4). يخلط جيدا ويترك المحلول ليبرد في درجة حرارة الوسط.

3.1.4 محلول حمض الكبريت، (H_2SO_4) \approx 2 مول /

لتر. يدخل 300 ملل \pm 3 ملل من الماء في وعاء بيشر سعته

الجدول-تأثير أيونات السيليكات على نتيجة التحليل

تركيز السيليكات على شكل سيليس (Si) (ملغ/ لتر)	تركيز الفوسفات المكافئ على شكل فوسفور (P) (ملغ/ لتر)
10	0,005
25	0,015
50	0,025

2.2 الزرنيخات :

تُنتج الزرنيخات لونا مائلا لتلك التي ينتجها الأورثو فوسفات. هذا التداخل يمكن القضاء عليه عن طريق إرجاع الزرنيخات إلى الزرنيخيت (1.1.4.4) عن طريق ثيوسلفات الصوديوم (9.1.4).

3.2 الكبريت (S) على شكل سولفير :

تُقبل تراكيز الكبريت (S) على شكل سولفير التي تصل إلى 2 ملغ / لتر كبريت (S). يمكن خفض التراكيز العالية إلى مستوى مقبول بتمرير غاز النيتروجين من خلال عينة التجربة المحمضة [تحمض طبقا لـ (1.4.6)].

4.2 الفليورور (F) :

تُقبل تراكيز الفليورور التي تصل إلى 70 ملغ / لتر. تُثببط التراكيز الأعلى من 200 ملغ/لتر تطوّر اللون تماما.

5.2 المعادن الناقلة :

1.5.2 يؤثر الحديد (Fe) على شدة اللون ولا يصل التأثير إلى 5% عند تركيز 10 ملغ / لتر من الحديد. تكون زيادة حدة الألوان الناتجة عن الفانادات (NH_4VO_3) (vanadate) خطية وتمثل حوالي 5% في تركيز 10 ملغ / لتر من الفاناديوم (vanadium).

2.5.2 لا يتداخل الكروم (Cr) (III) والكروم (VI) الذي يصل تركيزه إلى 10 ملغ / لتر، ولكن بتركيز حوالي 50 ملغ / لتر كروم (Cr) يزيد من الامتصاص بحوالي 5%.

3.5.2 لا يتداخل النحاس (Cu) الذي يصل تركيزه إلى 10 ملغ / لتر.

6.2 مياه البحر :

إنّ التغيرات في الملوحة لها تأثير ضعيف جدا على شدة اللون.

7.2 النتريت :

إذا تجاوز تركيز النتريت 3,29 ملغ / لتر، يمكن أن ينتج عنه إزالة اللون. إن زيادة طفيفة من حمض

ملاحظة :

يبقى هذا الكاشف مستقرا لمدة شهرين (2)، على الأقل، عند تخزينه في قنينة زجاجية عنبرية.

8.1.4 كاشف تعويض التّعكر والتلوين :

يخلط حجمان من حمض الكبريت (2.1.4) وحجم واحد من حمض الأسكوربيك (5.1.4).

ملاحظة :

يبقى هذا الكاشف مستقرا لعدة أسابيع عند تخزينه في ثلاثة في قنينات زجاجية عنبرية.

9.1.4 محلول ثيوسلفات الصوديوم خماسي التمييه

$\rho = (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 12 \text{ غ/لتر}$

يذوّب 1,20 غ $\pm 0,05$ غ من ثيوسلفات الصوديوم خماسي التمييه في 100 ملل ± 5 ملل من الماء. يضاف 0,05 غ $\pm 0,005$ غ من كربونات الصوديوم المجفف (Na_2CO_3) كعامل للحفظ.

ملاحظة :

يبقى هذا الكاشف مستقرا لمدة 4 أسابيع، على الأقل، عند تخزينه في قنينات زجاجية عنبرية.

10.1.4 المحلول الأم للأورثوفوسفات المعايير،

$\rho_p = 50 \text{ ملغ/لتر}$

تجفف بعض الغرامات من ثنائي هيدروجينوفوسفات البوتاسيوم (KH_2PO_4) حتى كتلة ثابتة عند 105° م.

يذوّب 0,2197 غ $\pm 0,0002$ غ من (KH_2PO_4) في 800 ملل ± 10 ملل من الماء في حوجلة مدرّجة 1000 ملل. يضاف 10 ملل $\pm 0,5$ ملل من حمض الكبريت (2.1.4) ويكمل الحجم بالماء.

من الممكن أيضا استخدام محلول الأم المتوفر في السوق.

ملاحظة :

يبقى هذا المحلول مستقرا لمدة ثلاثة أشهر، على الأقل، عند تخزينه في وعاء زجاجي مغلق جيّدا، يُنصح بالتبريد في حوالي 4°م.

11.1.4 محلول الأورثوفوسفات المعايير،

$\rho_p = 2 \text{ ملغ/لتر}$

بواسطة ماصة يدخل 20 ملل $\pm 0,01$ ملل من المحلول الأم للأورثوفوسفات المعايير (10.1.4) في حوجلة مدرّجة 500 ملل. يكمل الحجم بالماء ويخلط جيّدا.

يحضّر ويستخدم هذا المحلول في نفس يوم العمل.

1 لتر. يضاف بعناية مع الرّج والتّبريد المستمر 110 ملل \pm 2 ملل من حمض الكبريت (1.1.4). في حوجلة مدرّجة، يخفف حتى 500 ملل ± 2 ملل بالماء ويخلط جيّدا.

4.1.4 محلول هيدروكسيد الصوديوم

$\approx c$ (NaOH) مول / لتر.

تذوّب 80 غ ± 1 غ من حبيبات هيدروكسيد الصوديوم في الماء، تترك حتى تبرّد وتخفف إلى 1 لتر بالماء.

5.1.4 محلول حمض الاسكوربيك

$\rho = 100 \text{ غ/لتر}$: تذوّب 10 غ $\pm 0,5$ غ من حمض الاسكوربيك في 100 ملل ± 5 ملل من الماء.

ملاحظة :

يبقى المحلول مستقرا لمدة أسبوعين إذا تم تخزينه في وعاء زجاجي عنبري موضوع في ثلاثة، يمكن استخدامه طالما لم يظهر عليه أي لون.

6.1.4 موليبدات حمضي، المحلول I :

تذوّب 13 غ $\pm 0,5$ غ من سباعي موليبدات الأمونيوم رباعي التمييه [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] في 100 ملل ± 5 ملل من الماء. يذوّب 0,35 غ $\pm 0,05$ غ من طرطرات البوتاسيوم والأنتيموان جزئي التمييه [$\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$] في 100 ملل ± 5 ملل من الماء.

يضاف محلول الموليبدات إلى 300 ملل ± 5 ملل من حمض الكبريتيك (1.1.4) مع التحريك المستمر.

يضاف محلول الطرطرات ويخلط جيّدا.

ملاحظة :

يبقى هذا الكاشف مستقرا لمدة شهرين (2)، على الأقل، عند تخزينه في قنينة زجاجية عنبرية.

7.1.4 موليبدات حمضي، المحلول II :

يضاف بحذر 230 ملل $\pm 0,5$ ملل من حمض الكبريت (1.1.4) إلى 70 ملل ± 5 ملل من الماء ثم يبرد. يذوّب 13 غ $\pm 0,5$ غ من سباعي موليبدات الأمونيوم رباعي التمييه [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] في 100 ملل ± 5 ملل من الماء ويتم إضافته إلى المحلول الحمضي ويخلط جيّدا يذوّب 0,35 غ $\pm 0,05$ غ من طرطرات البوتاسيوم والأنتيموان جزئي التمييه [$\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$] في 100 ملل ± 5 ملل من الماء. يضاف إلى محلول حمض الموليبدات ويخلط جيّدا.

يستخدم هذا الكاشف عندما تكون العينة محمضة بواسطة حمض الكبريت (2.1.4) (النقاط 6 و 7 و 8).

ملاحظة :

يحتوي 1 ملل من هذا المحلول المعايير على 2 ميكروغرام من الأورثوفوسفات.

12.1.4 حمض الكلور هيدريك، $\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ غ / مل}$.

13.1.4 حمض الكلور هيدريك، $c(\text{HCl}) = 2,5 \text{ مول / لتر}$.

يضاف بحذر 200 ملل ± 10 ملل من حمض الكلور هيدريك (12.1.4) في 500 ملل ± 10 ملل من الماء. يخلط ويترك للتبريد في درجة حرارة الوسط. يكمل إلى 1000 ملل بالماء.

2.4 الأجهزة :

1.2.4 مطياف، من نوع الموشور، بشبكة أو بمصفاة،

قادر على استقبال أحواض ضوئية بسلك 10 مم إلى 50 مم.

يجب أن يكون المطياف المختار مناسباً لقياس الامتصاص في مناطق الطيف المرئي والقريبة من الأشعة تحت الحمراء. طول الموجة الأكثر حساسية هو 880 نانومتر، ولكن إذا كان فقدان الحساسية مسموحاً به، يمكن قياس الامتصاص في 700 نانومتر.

ملاحظة :

ينخفض حد كشف المنهج إذا كان من الممكن توفير مطياف قادر على استقبال أحواض ضوئية بسلك 100 مم.

2.2.4 جهاز التصفية بإمكانه استقبال غشاء نفوذ

للتصفية ذي قطر مسامه 0,45 ميكرومتر.

3.2.4 أدوات زجاجية :

قبل الاستخدام، تغسل جميع الأواني الزجاجية، بمحلول حمض الكلور هيدريك (13.1.4) في درجة حرارة حوالي 40° م إلى 50° م، ثم تشطف بعناية بالماء. لا تستخدم مواد التنظيف التي تحتوي على الفوسفات.

يستحسن ألا تستخدم هذه الأدوات الزجاجية إلا لمعايرة الفوسفور. تنظف كما هو موضح أعلاه بعد الاستعمال وتترك مغلقة إلى غاية إعادة استعمالها.

تشطف، من وقت لآخر، الأدوات الزجاجية المستخدمة في مرحلة تطور اللون بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم (4.1.4)، ثم تشطف بعناية باستخدام الماء (1.4)، للقضاء على ترسبات المركبات الملونة التي تميل إلى الالتصاق على شكل طبقة رقيقة على حواف الأدوات الزجاجية.

3.4 اقتطاع العينات :**1.3.4 الاقتطاع :**

تجمع عينات المخبر من الأفضل في قنينات من الزجاج أو من متعدد الإثيلين أو متعدد كلورور الفينيل.

في حالة تراكيز ضعيفة من الفوسفات، تستخدم قنينات زجاجية.

يجب تجنب استخدام قنينات اقتطاع العينات المزودة بأغطية لأنها يمكن أن تحتوي على الفوسفور.

2.3.4 تحضير عينة التجربة :

تصفى عينة المخبر (1.3.4) في غضون 4 ساعات بعد الاقتطاع. إذا كانت العينة أثناء هذا محفوظة في البرودة، ترجع إلى درجة حرارة الوسط قبل التصفية.

من أجل إزالة الفوسفات، يغسل غشاء التصفية ذو مسامية 0,45 ميكرومتر بـ 200 ملل من الماء المسخن مسبقاً بين حوالي 30° م و 40° م. يتخلص من مياه الشطف. تصفى العينة وترمى 10 ملل الأولى من المصفى. يجمع الباقي في قنينة زجاجية نظيفة وجافة للشروع فوراً في معايرة الأورثوفوسفات (4.4.4).

إذا كان العامل الهيدروجيني (pH) للمصفى لا يتراوح بين 3 و 10، يعدل هذا الأخير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (4.1.4) أو حمض الكبريت (3.1.4).

من الأحسن أن لا يتجاوز وقت التصفية 10 دقائق. إذا اقتضى الأمر، فمن الأفضل استخدام غشاء بأكبر قطر.

ينبغي إما مراقبة محتوى الفوسفور في غشاء التصفية أو غسله وفقاً للطريقة الموصوفة أعلاه. يجب كذلك غسل أغشية التصفية الملوثة على أنها خالية من الفوسفور وفقاً لهذه الطريقة.

4.4 طريقة العمل :**1.4.4 عينة التجربة :**

تقتطع عينة التجربة بحجم أقل أو يساوي 40 ملل. هذا الحجم الأقصى مناسب لتحديد تراكيز الأورثوفوسفات التي تصل حتى $\rho_p = 0,8 \text{ ملغ / لتر}$ ، وذلك باستخدام حوض ضوئي سمكه 10 ملم. يجب استخدام عينات التجربة ذات حجم ضعيف لتراكيز أعلى من الفوسفات، كما هو مبين في الجدول أدناه. بنفس الطريقة يمكن تحديد تراكيز منخفضة من الفوسفات عن طريق قياس الامتصاص في حوض ضوئي سمكه 40 ملم أو 50 ملم.

4.3.4.4 إنشاء منحني المعايرة :

يُمثّل بيانيا الامتصاص (في الترتيب) بدلالة كمية الفوسفور (في الفواصل)، يعبر عنه بالملغ من الفوسفور في اللتر (ملغ/ل) من محاليل المعايرة. تكون العلاقة بين الامتصاص والتركيز خطية. يُحدد ميل المنحني.

التحقق من وقت لآخر من خطية المنحني، وخاصة عند استخدام حصص جديدة من الكواشف الكيميائية.

4.4.4 المعايرة :**1.4.4.4 تطوّر اللون :****1.1.4.4.4 طريقة عمل عادية :**

يوضع بواسطة ماصة حجم مختار من عينة التجربة (1.4.4). Vs، في حوجلة مدرّجة بحجم 50 ملل وإذا اقتضى الأمر، تخفف إلى حوالي 40 ملل ± 2 ملل بالماء. تجرى العملية كما هو مبين في (2.3.4.4).

إذا كانت عينة التجربة تحتوي على الزرنيخات، فإنّه ينبغي أن يُرجع هذا الأخير إلى الزرنيخيت عن طريق الثيوسلفات في وسط حمضي. يكون الإرجاع إلى الزرنيخيت كميًا في حالة تراكيز الزرنيخات التي تصل إلى 2 ملغ / لتر زرنينخ (As) على الأقل، كما هو موضح أدناه.

ينقل بواسطة ماصة حجمية 40 ملل كحد أقصى من عينة التجربة في حوجلة مدرّجة بحجم 50 ملل. يضاف 0,4 ملل من حمض الكبريت (2.1.4) و 1 ملل من محلول حمض الأسكوريك (5.1.4) و 1 ملل من محلول الثيوسلفات (9.1.4)، يخلط ويترك لتفاعل الإرجاع لمدة 10 ± 1 د. يضاف 2 ملل من المحلول II الموليبيدات الحمضي (7.1.4). يكمل بالماء ويخلط جيّدًا.

تتبع العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

2.1.4.4.4 طريقة العمل في حالة عينات معكّرة :

إذا كانت عينة التجربة معكّرة و/ أو ملوّنة تجرى العملية كما هو موضح أدناه.

تضاف 3 ملل من كاشف تعويض العكارة والتلوين (8.1.4) إلى حجم عينة التجربة المختارة. يخفف إلى 50 ملل ويقاس الامتصاص.

يطرح امتصاص هذا المحلول من القيمة المقاسة وفق (3.3.4.4).

2.4.4.4 القياسات الطيفية :

تتبع العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

إذا عولجت عينة التجربة بالثيوسلفات بسبب التداخلات الناتجة عن الزرنيخات، يستحسن تنفيذ القياسات في غضون 10 د قبل أن يتلاشى اللون.

الجدول - أحجام وتراكيز العينّة

تركيز الأورثوفوسفات (ملغ/لتر)	حجم عينة التجربة (ملل)	سمك الحوض الضوئي (مم)
0,0 إلى 0,8	40	10
0,0 إلى 1,6	20	10
0,0 إلى 3,2	10	10
0,0 إلى 6,4	5	10
0,0 إلى 0,2	40	40 أو 50

2.4.4 تجربة على بياض :

تجرى، تزامنا مع المعايرة، تجربة على بياض وذلك باتباع نفس الإجراء وباستخدام نفس كميات الكواشف للمعايرة، ولكن باستبدال عينة التجربة بحجم مناسب من الماء.

3.4.4 المعايرة :**1.3.4.4 تحضير محاليل المعايرة :**

تنقل باستخدام ماصة حجمية إلى حوجلات مدرّجة سعتها 50 ملل، أحجام مناسبة من محلول الأورثوفوسفات المعايير (11.1.4)، على سبيل المثال 1 ملل و 2 ملل و 3 ملل و 4 ملل و 5 ملل و 6 ملل و 7 ملل و 8 ملل و 9 ملل إلى 10 ملل. يخفف بالماء إلى حوالي 40 ملل. تمثل هذه المحاليل تراكيز الأورثوفوسفات $\rho_p = 0,04$ ملغ/ لتر إلى 0,4 ملغ / لتر.

بالنسبة لمجموعة تراكيز الفوسفات الأخرى المشار إليها في الجدول أعلاه، يجرى تحضيرها كما هو موضح مسبقًا.

2.3.4.4 تطوّر اللون :

مع الرج يوضع في كل قارورة 1 ملل من حمض الاسكوريك (5.1.4) و 2 ملل من محلول I من حمض الموليبيدات (6.1.4). يكمل بالماء ويخلط جيّدًا.

ملاحظة :

يؤدي قياس الامتصاص في 700 نانومتر إلى فقدان حوالي 30% من الحساسية التي تم الحصول عليها في 880 نانومتر.

3.3.4.4 القياسات الطيفية :

باستخدام مطياف (1.2.4)، يقاس الامتصاص لكل محلول في 880 نانومتر بعد فترة تتراوح بين 10 د و 30 د، أو 700 نانومتر إذا كان فقدان حساسية مقبولة.

يستعمل الماء في الحوض المرجعي.

2.2.5 الإيثانول (C₂H₅OH)

3.2.5 الأورثوفوسفات، محلول معايير $\rho_p = 0,5$ مغ / لتر فوسفور (P).

ينقل بواسطة ماصة 5 ملل $\pm 0,01$ ملل من المحلول الأم للأورثوفوسفات المعايير (10.1.4) في حوالة مدرجة بخط 500 ملل، يكمل الحجم بالماء ويخلط جيدا.

يحضّر ويستعمل هذا المحلول في نفس يوم الاستخدام.

3.5 اقتطاع العينات :

تجرى العملية كما هو مبين في (3.4).

4.5 طريقة العمل :**1.4.5 عينة التجربة :**

توضع، بواسطة سحاحة مدرجة، 350 ملل ± 5 ملل من عينة التجربة (3.4) في وعاء فصل سعته 500 ملل.

2.4.5 تجربة على بياض :

تجرى، تزامنا مع المعايرة، تجربة على بياض وذلك باتباع نفس طريقة العمل وباستخدام نفس كميات كواشف المعايرة، ولكن باستبدال عينة التجربة بمقدار 350 ملل من الماء.

3.4.5 المعايرة :**1.3.4.5 تحضير محاليل المعايرة :**

تضاف 300 ملل ± 10 ملل من الماء في خمسة (5) أقماع للفصل. بواسطة سحاحة دقيقة، يضاف 1,4 ملل، 2,8 ملل، 4,2 ملل، 5,6 ملل و 7 ملل من محلول الأورثوفوسفات المعايير (3.2.5) في كل وعاء للفصل سعته 500 ملل. يخفف كل محلول حتى 350 ملل ± 10 ملل بالماء، يقفل ويرج ويخلط. تمثل هذه المحاليل، على التوالي، تراكيز الأورثوفوسفات، ρ_p ، تساوي 0,002 ملغ / لتر و 0,004 ملغ / لتر و 0,006 ملغ / لتر و 0,008 ملغ / لتر و 0,01 ملغ / لتر.

2.3.4.5 تطور اللون :

يوضع، بالرج، في كل وعاء للفصل 7 ملل $\pm 0,1$ ملل من محلول حمض الأسكوربيك (5.1.4) و 14 ملل $\pm 0,1$ ملل من محلول I من الموليبدات الحمضي (6.1.4).

يضاف بعد 15 دقيقة، 40 ملل $\pm 0,1$ ملل من 1-هكسانول (hexan-1-ol) (1.2.5) في كل وعاء للفصل. تغلق الأوعية وترج بقوة لمدة دقيقة واحدة، تترك الطبقات حتى تنفصل عن بعضها البعض وتوضع بواسطة الماصة، 30 ملل $\pm 0,01$ ملل من كل نوع من المستخلصات العليا من 1-هكسانول في سلسلة من قوارير حوالات مدرجة 50 ملل.

5.4 التعبير عن النتائج :**1.5.4 الحساب :**

يحسب تركيز الأورثو فوسفات (orthophosphates) ρ_p ، ويعبّر عنه بالمليغرام في اللتر (ملغ / لتر)، حسب المعادلة الآتية :

$$\rho_p = \frac{(A - A_0) V_{max}}{f \times V_s}$$

حيث:

A : هو امتصاص عينة التجربة.

A_0 : هو امتصاص التجربة على بياض.

f : هو ميل منحنى المعايرة (4.3.4.4)، ويعبّر عنه باللتر في المليغرام (لتر / ملغ).

V_{max} : هو حجم الحوالة المدرجة (50 ملل) ويعبّر عنه بالمليتر (ملل):

V_s : هو الحجم الحقيقي لعينة التجربة. يعبّر عنه بالمليتر (ملل).

تسجل التراكيز الكتلية للفوسفور دون أن تتعدى ثلاث أرقام معبّرة كالاتي :

$\rho_p > 0,1$ ملغ / لتر بتقريب 0,001 ملغ / لتر.

$\rho_p > 10$ ملغ / لتر بتقريب 0,01 ملغ / لتر.

$\rho_p \leq 10$ ملغ / لتر بتقريب 0,1 ملغ / لتر.

ملاحظة :

بالنسبة للتداخلات، ينبغي أن تجرى العملية بالتوافق مع النقطة (2) لهذا المنهج.

5 معايرة الأورثوفوسفات بعد الاستخلاص

بالمذيب :

1.5 التطبيق :

تطبّق هذه التقنية فقط عندما يكون تركيز الفوسفات في العينة أقل من 0,01 ملغ / لتر فوسفور (P). هذه التقنية مناسبة خصوصا في حالة مياه البحر.

2.5 الكواشف :

تستخدم الكواشف المحددة في (5.1.4) و (6.1.4) و (10.1.4)، وكذلك :

1.2.5 1-هكسانول (C₆H₁₃OH)

6 تحديد الفوسفات قابل للتمييز والأورثوفوسفات :**1.6 الكواشف :**

تستعمل الكواشف المُحدّدة في [2.1.4) و(4.1.4) و(5.1.4) و(7.1.4) و(11.1.4)].

2.6 الأجهزة :

تستعمل الأجهزة المبينة في (2.4).

3.6 اقتطاع العينات :**1.3.6 الاقتطاع :**

تجرى العملية كما هو مبين في (1.3.4).

2.3.6 تحضير عينة التجربة :

تصفى العينة (1.3.4) كما هو موضح في (2.3.4) ويجرى التحليل في أقرب وقت ممكن بعد الاقتطاع. إذا تم حفظ عينة التجربة في البرودة (بين 5° م و 10° م) في هذه الأثناء توضع في درجة حرارة الوسط قبل التصفية.

يضاف 1 ملل من حمض الكبريت (2.1.4) لكل 100 ملل من عينة التجربة التي تمت تصفيتها، وذلك للحصول على عامل هيدروجيني (pH) حوالي 1. يحفظ المحلول المصفى في البرودة بعيدا عن الضوء حتى عملية التحليل.

4.6 طريقة العمل :**1.4.6 عينة التجربة :**

تبعاً لتركيز الفوسفات المتوقع وجوده في العينة (انظر الجدول)، ينقل باستعمال ماصة حجمية، 40 ملل، على الأكثر، من عينة التجربة (2.3.6) في حوالة مخروطية. إذا اقتضى الأمر، يخفف إلى حوالي 40 ملل ± 2 ملل بالماء. تحمض بحمض الكبريت (2.1.4) إلى أن يصبح العامل الهيدروجيني pH > 1 ويغلي برفق لمدة حوالي 30 د.

تضاف، من وقت لآخر، كمية كافية من الماء للحفاظ على حجم ما بين 25 ملل و 35 ملل. يبرد ويضبط العامل الهيدروجيني (pH) ما بين 3 و 10 بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم (4.1.4) وينقل إلى حوالة مدرجة سعتها 50 ملل. يخفف بالماء إلى حوالي 40 ملل.

من الممكن أيضاً أن يتمعدن المحلول المصفى والمحمض في قارورة مغلقة مع وضعه في جهاز التعقيم (autoclave) في درجة حرارة تتراوح بين 115° م و 120° م لمدة حوالي 30 د.

2.4.6 تجربة على بياض :

تجرى تجربة على بياض تزامناً مع المعايرة وذلك باتباع نفس طريقة العمل وباستخدام نفس كميات

يضاف 1 ملل ± 0,2 ملل من الإيثانول (2.2.5) في كل حوالة ويكمل كل محلول حتى الحجم المحدد بـ 1-هكسانول.

3.3.4.5 القياسات الطيفية :

تقاس امتصاصية كل محلول 1-هكسانول في 680 نانومتر في أحواض ضوئية سمكها 40 مم أو 50 مم، مقارنة بمحتوى 1-هكسانول في حوض المرجع (cuve de référence).

4.3.4.5 إنشاء منحنى المعايرة :

يُمثل الامتصاص بيانياً (في الترتيب) بدلالة كمية الفوسفور (في الفواصل) ويعبّر عنها بالمليغرام من الفوسفور في اللتر من محاليل المعايرة. يحدد ميل المنحنى.

تحقق بانتظام من خطية المنحنى، خصوصاً عند استخدام حصص جديدة من الكواشف الكيميائية.

4.4.5 المعايرة :**1.4.4.5 تطور اللون :**

تعالج عينات التجربة (1.4.5) كما هو محدد في (2.3.4.5) لمحاليل المعايرة.

2.4.4.5 القياسات الطيفية :

تجرى العملية كما هو مبين في (3.3.4.5).

5.5 التعبير عن النتائج :

يحسب تركيز الأورثوفوسفات، ρ_p ، ويعبّر عنه بالمليغرام في اللتر (ملغ/ لتر)، وذلك باستعمال المعادلة الآتية :

$$\rho_p = \frac{A - A_0}{f}$$

حيث

A : هو امتصاص عينة التجربة.

A_0 : هو امتصاص التجربة على بياض.

f : هو ميل منحنى المعايرة (4.3.4.5)، ويعبّر عنه باللتر في المليغرام (لتر/ ملغ).

تعطى النتيجة بتقريب 0,001 ملغ / لتر، ولكن يعبر عن القيم الأقل من 0,0005 ملغ / لتر بالشكل $\rho_p > 0,0005$ ملغ / لتر.

ملاحظة :

بالنسبة للتداخلات، ينبغي أن تجرى العملية بالتوافق مع النقطة (2) لهذا المنهج.

حيث :

A : هو امتصاص عينة التجربة.

A_0 : هو امتصاص التجربة على بياض.

f : هو ميل منحنى المعايرة (4.3.4.4)، ويعبر عنه باللتر في المليغرام (لتر / ملغ).

V_{max} : هو حجم الحويلة المدرجة (50 ملل) ويعبر عنه بالمليتر (ملل).

V_s : هو الحجم الحقيقي لعينة التجربة ويعبر عنه بالمليتر (ملل).

تؤخذ بعين الاعتبار كل مراحل التخفيف الممكنة بما في ذلك المرتبطة بإضافة حمض الكبريت.

تسجل التراكيز الكتلية للفوسفور كالتالي وذلك دون أن تتعدى ثلاثة أرقام معبّرة.

$\rho_p > 0,1$ ملغ / لتر بتقريب 0,001 ملغ / لتر.

$\rho_p > 10$ ملغ / لتر بتقريب 0,01 ملغ / لتر.

$\rho_p \leq 10$ ملغ / لتر بتقريب 0,1 ملغ / لتر.

ملاحظة :

بالنسبة للتداخلات، ينبغي أن تجرى العملية بالتوافق مع النقطة (2) لهذا المنهج.

7 تحديد الفوسفور الكلي بعد الأكسدة بالبيرسلفات :

1.7 الكواشف :

تستعمل الكواشف المحددة في [2.1.4] و(3.1.4) و(4.1.4) و(5.1.4) و(7.1.4) و(8.1.4) و(9.1.4) و(11.1.4) وكذلك :

1.1.7 محلول بيرسلفات البوتاسيوم :

يضاف 5 غ $\pm 0,1$ غ من البيرسلفات البوتاسيوم ($K_2S_2O_8$) إلى 100 ملل ± 5 ملل من الماء ويرج المزيج حتى يذوب.

ملاحظة :

يبقى المحلول مستقرا لمدة أسبوعين، على الأقل، إذا كان في حالة تشبع قصوى ومحفوظ في درجة حرارة الوسط وبعيدا عن الضوء المباشر للشمس في قنينة زجاجية عنبرية من البوروسيليكات (borosilicate).

2.7 الأجهزة :

تستعمل الأجهزة المبينة في (2.4) وكذلك ما يأتي :
قنينات زجاجية من بوروسيليكات (borosilicate)

كواشف المعايرة، ولكن باستبدال عينة التجربة بالماء المحمض بشكل مماثل.

3.4.6 المعايرة :

1.3.4.6 تحضير محلول المعايرة :

تنقل بواسطة ماصة حجمية إلى حوكلات مخروطية سعتها 50 ملل، أحجام مناسبة من محلول المعاير للأورثوفوسفات (11.1.4)، على سبيل المثال 1 ملل و2 ملل و3 ملل و4 ملل و5 ملل و6 ملل و7 ملل و8 ملل و9 ملل و10 ملل. تخفف إلى 40 ملل ± 2 ملل بالماء. تمثل هذه المحاليل تراكيز الأورثوفوسفات ρ_p ابتداء من 0,04 ملغ / لتر إلى 0,4 ملغ / لتر.

يجرى العمل وفقا لذلك بالنسبة لمجموعات تراكيز الفوسفات الأخرى المذكورة في الجدول أعلاه والمتعلق بأحجام وتراكيز العينة (1.4.4). يُحمض الخليط بحمض الكبريت (2.1.4) حتى يصبح العامل الهيدروجيني $pH > 1$ ويغلي برفق لمدة حوالي 30 د. تواصل العملية وفقا ل(1.4.6).

2.3.4.6 تطوّر اللون :

يوضع بالرج في كل حويلة 1 ملل من محلول حمض الأسكوربيك (5.1.4) ثم 2 ملل من محلول II الموليبيدات الحمضي (7.1.4) ويكمل حتى الحجم بالماء.

3.3.4.6 القياسات الطيفية :

تجرى العملية كما هو محدد في (3.3.4.4).

4.3.4.6 إنشاء منحنى المعايرة :

تجرى العملية كما هو محدد في (4.3.4.4).

4.4.6 المعايرة :

1.4.4.6 تطور اللون :

تجرى العملية وفقا ل(2.3.4.6)، وذلك باستخدام عينة التجربة (1.4.6).

2.4.4.6 القياسات الطيفية :

تجرى العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

5.6 التعبير عن النتائج :

يحسب تركيز الأورثوفوسفات والفوسفات قابل للتمييز، ρ_p ، ويعبر عنه بالمليغرام في اللتر (ملغ / لتر)، وذلك باستعمال المعادلة الآتية :

$$\rho_p = \frac{(A - A_0) V_{max}}{f \times V_s}$$

ومن الممكن أيضا أن يتمعدن المحلول لمدة 30 دقيقة بالتقريب في جهاز التعقيم في درجة حرارة بين 115°م و 120°م.

ملاحظة :

- ثلاثون (30) دقيقة كافية عموما لتتمعدن مركبات الفوسفور. تميّه بعض الأحماض الفوسفورية يتطلب الوصول إلى 90 د.

- كل وجود للزرنبيخات يمثل تداخلا. في حين كل الزرنبيخ الموجود أصلا يتأكسد إلى زرنبيخات في الشروط المذكورة في هذه الفقرة، وبالتالي يسبب إذن تداخلات.

- في حالة وجود فعلي أو مشتبه فيه للزرنبيخ في العيّنة، فمن الضروري القضاء على التداخلات. يعالج المحلول بواسطة محلول ثيوسلفات الصوديوم (9.1.4) على الفور بعد مرحلة التّمعدن. في حالة مياه البحر الممعدن في جهاز التعقيم، يزال الكلور الحر بواسطة الغليان لمدة حوالي 2 د قبل عملية الإرجاع من الزرنبيخات بالثيوسلفات.

2.4.7 تجربة على بياض :

تجرى تزامنا مع المعايرة تجربة على بياض وذلك بإتباع نفس طريقة العمل وباستخدام نفس كميات كواشف المعايرة، ولكن باستبدال عيّنة التجربة بالماء.

3.4.7 المعايرة :

1.3.4.7 تحضير محاليل المعايرة :

تنقل، بواسطة ماصة حجمية، إلى الحوجلات المخروطية سعتها 100 ملل، أحجام مناسبة من المحلول المعايير للأورثوفوسفات (11.1.4)، على سبيل المثال 1 ملل و 2 ملل و 3 ملل و 4 ملل و 5 ملل و 6 ملل و 7 ملل و 8 ملل و 9 ملل و 10 ملل. تخفف بالماء إلى حوالي 40 ملل. تمثل هذه المحاليل تراكيز الأورثوفوسفات p_p ابتداء من 0,04 ملغ / لتر إلى 0,4 ملغ / لتر. تجرى العملية وفقا لـ (1.4.7) ابتداء من الجملة " تضاف 4 ملل من محلول بيرسلفات البوتاسيوم (1.1.7) ويغلى برفق لمدة 30 د تقريبا".

2.3.4.7 تطور اللون :

يضاف بالرج في كل حوجلة سعتها 50 ملل، 1 ملل من حمض الأسكوربيك (5.1.4)، ثم بعد 30 ثانية 2 ملل من محلول II الموليبدات الحمضي (7.1.4). يكمل الحجم بالماء ويخلط جيّدا.

3.3.4.7 القياسات الطيفية :

تجرى العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

بحجم 100 ملل مزودة بسدادات زجاجية تغلق بإحكام بواسطة مقاطع معدنية (لتحديد الفوسفور الكلي بتقنية البيرسلفات في جهاز التعقيم)، القنينات متعددة البروبيلين أو الحوجلات المخروطية (مع سدادات ذات برغي) هي أيضا مناسبة.

تنظف قبل العمل القنينات أو الحوجلات بإضافة حوالي 50 ملل من الماء و 2 ملل من حمض الكبريت (1.1.8). توضع في جهاز التعقيم لمدة 30 د في درجة حرارة التشغيل بين 115°م و 120°م، تُبرد ثم تشطف بالماء.

تكزّر طريقة العمل هذه عدّة مرات وتحفظ الأوعية مغلقة.

3.7 اقتطاع العيّنات :

1.3.7 الاقتطاع :

تجرى عملية الاقتطاع كما هو مبين في (1.3.4).

2.3.7 تحضير العيّنة للتجربة :

يضاف 1 ملل من حمض الكبريت (2.1.4) في 100 ملل من عيّنة التجربة دون تصفية. من المستحسن أن تكون الحموضة بحيث أن العامل الهيدروجيني يساوي حوالي 1 (pH≈1). إذا لم تكن على هذه الحالة، يضبط بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (4.1.4) أو حمض الكبريت (3.1.4).

يحفظ المحلول في البرودة بعيدا عن الضوء حتى عملية التحليل.

إذا كان الفوسفور الكلي المذاب المراد تحديده، تصفّى العيّنة طبقا لـ (2.3.6).

4.7 طريقة العمل :

1.4.7 عيّنة التجربة :

إنّ الأكسدة بالبيرسلفات (persulfate) ليست لها مردودية جيّدة في وجود كميات عالية من المواد العضوية. في هذه الحالة، من الضروري إجراء أكسدة بواسطة حمض الكبريت- حمض النيتريك (8).

توضع بواسطة ماصة، 40 ملل كحد أقصى من عيّنة التجربة (2.3.7) في حوجلة مخروطية حجمها 100 ملل. إذا اقتضى الأمر، يخفف بالماء إلى 40 ملل ± 2 ملل. يضاف 4 ملل من محلول بيرسلفات البوتاسيوم (1.1.7) ويغلى برفق لمدة 30 د تقريبا. تضاف من حين لآخر كمية كافية من الماء للحفاظ على الحجم بين 25 ملل و 35 ملل. يبرد ويضبط العامل الهيدروجيني (pH) إلى قيمة تتراوح بين 3 و 10 مع محلول هيدروكسيد الصوديوم (4.1.4) أو حمض الكبريت (3.1.4)، وينقل في حوجلة مدرّجة حجمها 50 ملل. تميّه إلى حوالي 40 ملل بالماء.

ملاحظة :

بالنسبة للتداخلات، ينبغي أن تجرى العملية حسب النقطة (2) من هذا المنهج.

8 معايرة الفوسفور الكلي بعد الهضم مع حمض النيتريت وحمض الكبريت :**1.8 الكواشف :**

تستعمل الكواشف المحددة في (2.1.4) و(5.1.4) و(7.1.4) و(9.1.4) وكذلك :

1.1.8 حمض الكبريت، $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ غ/مل}$.

2.1.8 حمض النيتريت، $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ غ/مل}$.

3.1.8 محلول هيدروكسيد الصوديوم، $c(\text{NaOH}) = 8 \text{ مول / لتر}$.

تذوّب 64 غ ± 1 غرام من حبيبات هيدروكسيد الصوديوم في 150 ملل ± 10 ملل من الماء، تبرّد وتخفف إلى 200 ملل ± 10 ملل بالماء. تحفظ في قارورة من متعدد الايثيلين.

2.8 الأجهزة :

إضافة إلى الأجهزة المبينة في (2.4)، يستعمل ما يأتي :

1.2.8 كرة كلداهل (Kjeldahl)، 200 ملل.

3.8 اقتطاع العينات :**1.3.8 الاقتطاع :**

تجرى العملية كما هو مبين في (1.3.4).

2.3.8 تحضير عينة التجربة :

يضاف 1 ملل من حمض الكبريت (2.1.4) في 100 ملل من عينة التجربة غير مصفاة. من المستحسن أن تكون الحموضة بحيث أن العامل الهيدروجيني يساوي حوالي 1 ($\text{Hp} \approx 1$). إذا لم تكن على هذه الحالة، يضبط بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (4.1.4) أو حمض الكبريت (3.1.4). يحفظ في البرودة بعيدا عن الضوء حتى عملية التحليل.

إذا كان مطلوب تحديد الفوسفور المذاب الإجمالي، تصفى العينة وفقا لـ (2.3.6).

4.8 طريقة العمل :**1.4.8 العينة المأخوذة للتجربة :**

من الضروري تنفيذ طريقة العمل هذه تحت غطاء جيد التهوية.

يوضع بواسطة ماصة، 40 ملل من عينة التجربة (2.3.8) كحد أقصى في كرة كلداهل Kjeldahl (1.2.8).

4.3.4.7 إنشاء منحني المعايرة :

تجرى العملية كما هو محدد في (4.3.4.4).

4.4.7 المعايرة :**1.4.7 تطوّر اللون :**

تُحضّر عينة التجربة حسب (1.4.7) وتجرى العملية طبقا لـ (2.3.4.7).

إذا كانت العينة معكّرة و / أو ملوّنة، ينصح بإجراء العملية كما هو مبين أدناه.

يضاف 3 ملل من كاشف تعويض العكارة والتلون (8.1.4) إلى الحجم المختار لعينة التجربة الممعدنة ببيرسلفات. يخفف إلى 50 ملل بالماء وتقاس الامتصاصية. تطرح الامتصاصية من هذا المحلول من القيمة المقاسة طبقا لـ (3.3.4.4)

2.4.4.7 القياسات الطيفية :

تجرى العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

5.7 التعبير عن النتائج :

يحسب تركيز الفوسفور الكلي، ρ_p ، ويعبر عنه بالمليغرام لكل لتر (ملغ / لتر)، وذلك باستعمال المعادلة الآتية :

$$\rho_p = \frac{(A - A_0) V_{\max}}{f \times V_s}$$

حيث :

A : هو امتصاص عينة التجربة.

A₀ : هو امتصاص التجربة على بياض.

f : هو ميل منحني المعايرة (4.3.4.4) ويعبر عنه باللتر في المليغرام (لتر / ملغ).

V_{max} : هو حجم الحوجة المدرجة (50 ملل) ويعبر عنه بالملييلتر (ملل)،

V_s : الحجم الحقيقي لعينة التجربة ويعبر عنه بالملييلتر (ملل).

تؤخذ بعين الاعتبار كل مراحل التخفيف الممكنة بما في ذلك المرتبطة بإضافة حمض الكبريت.

تسجل تراكيز كتلة الفوسفور كالتالي وذلك دون أن تتعدى ثلاثة أرقام معبّرة :

$\rho_p > 0,1 \text{ ملغ / لتر}$ بتقريب 0,001 ملغ / لتر.

$\rho_p > 10 \text{ ملغ / لتر}$ بتقريب 0,01 ملغ / لتر.

$\rho_p \leq 10 \text{ ملغ / لتر}$ بتقريب 0,1 ملغ / لتر.

3.3.4.8 القياسات الطيفية :

تُجرى العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

4.3.4.8 إنشاء منحني المعايرة :

تُجرى العملية كما هو محدد في (4.3.4.4).

4.4.8 المعايرة :

1.4.4.8 تطوّر اللون :

تُجرى العملية طبقا لـ(2.3.4.8) باستخدام عيّنة التجربة الموصوفة في (1.4.8).

2.4.4.8 القياسات الطيفية :

تُجرى العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

5.8 التعبير عن النتائج :

يحسب تركيز الفوسفور الكامل، ρ_p ، ويعبّر عنها بالمليغرام في لتر (ملغ/ لتر)، وذلك باستعمال المعادلة الآتية :

$$\rho_p = \frac{(A - A_0) V_{max}}{f \times V_s}$$

حيث :

A : هو امتصاص عيّنة التجربة.

A_0 : هو امتصاص التجربة على بياض.

f : هو ميل منحني المعايرة (4.3.4.4) ويعبّر عنه باللتر في المليغرام (لتر / ملغ).

V_{max} : هو حجم الحوالة المدرجة (50 ملل) ويعبر عنه بالمليتر (ملل):

V_s : الحجم الحقيقي لعيّنة التجربة ويعبّر عنه بالمليتر (ملل).

تؤخذ بعين الاعتبار كل مراحل التخفيف الممكنة، بما في ذلك تلك المرتبطة بإضافة حمض الكبريت.

تسجل تراكيز الكتلة للفوسفور وذلك دون أن تتعدى ثلاثة أرقام معبّرة على النحو الآتي :

$\rho_p > 0,1$ ملغ / لتر بتقريب 0,001 ملغ / لتر.

$\rho_p > 10$ ملغ / لتر بتقريب 0,01 ملغ / لتر.

$\rho_p \leq 10$ ملغ / لتر بتقريب 0,1 ملغ / لتر.

ملاحظة :

بالنسبة للتداخلات، ينبغي أن تجرى العملية وفقا للنقطة (2) لهذا المنهج.

يضاف بعناية 2 ملل من حمض الكبريت (1.1.8) ويرج ليمتزج. تضاف منظّات الغليان وتُسَخَّن بلطف حتى ظهور دخان أبيض. بعد التبريد، يضاف قطرة بقطرة، وبعناية 0,5 ملل من حمض النيتريت (2.1.8) بالرج والتسخين حتى يختفي الدخان الأحمر، بعد التبريد، تُواصل المعالجة إذا اقتضى الأمر بإضافة قطرة بقطرة من حمض النيتريت، بالرج حتى الحصول على محلول شفاف وعديم اللون.

يبرّد ويضاف 10 ملل من الماء بحذر مع الرج المستمر ويسخّن حتى ظهور أدخنة بيضاء. بعد التبريد، يضاف بعناية 20 ملل من الماء مع الرج المستمر.

يضاف بعناية أثناء تبريد المحلول، ومع الرج المستمر، محلول هيدروكسيد الصوديوم (3.1.8) لضبط العامل الهيدروجيني (pH) إلى قيمة تتراوح بين 3 و10. بعد التبريد ينقل المحلول في حوالة مدرجة بـ 50 ملل. تشطف كرة كلداهل (Kjeldahl) بقليل من الماء وتضاف مياه الشطف إلى محتوى الحوالة.

بالنسبة للتداخلات الناجمة عن الزرنيخ، فمن الضروري أن تكون العملية متطابقة مع النقاط (2.2) و(4.4.4).

2.4.8 تجربة على بياض :

تجرى، تزامنا مع المعايرة، تجربة على بياض وذلك باتباع نفس طريقة العمل وباستخدام نفس كميات الكواشف للمعايرة، ولكن باستبدال عيّنة التجربة بالماء.

3.4.8 المعايرة :

1.3.4.8 تحضير محاليل المعايرة :

تنقل، بواسطة ماصة حجمية، إلى كرة كلداهل (Kjeldahl) سعتها 200 ملل، أحجام مناسبة من محلول المعايرة للأورثوفوسفات (11.1.4)، على سبيل المثال 1 ملل و2 ملل و3 ملل و4 ملل و5 ملل و6 ملل و7 ملل و8 ملل و9 ملل و10 ملل.

تمثل هذه المحاليل تراكيز الأورثوفوسفات ρ_p ابتداء من 0,04 ملغ / لتر إلى 0,4 ملغ / لتر.

تجرى العملية وفقا لـ(1.4.8) ابتداء من الجملة "يضاف بعناية 2 ملل من حمض الكبريت (1.1.8) ويرج ليمتزج.....".

2.3.4.8 تطوّر اللون :

يضاف إلى كل حوالة سعتها 50 ملل مع الرج، 1 ملل من حمض الأسكوربيك (5.1.4)، ثم بعد 30 ثانية 2 ملل من محلول II الموليبدات الحمضي (7.1.4). يكمل إلى الحجم بالماء ويخلط جيّدا.