المادة 4 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرّسميّة للجمهوريّة الجزائريّة الدّيمقراطيّة الشّعبيّة.

حرر بالجزائر في 2 صفر عام 1439 الموافق 23 أكتوبر سنة 2017.

وزير الأشغال العمومية والنقل

عبد الغني زعلان

عن الوزير الأول
وبتفويض منه
المدير العام للوظيفة العمومية والإصلاح الإداري

بلقلسم بوشمال

وزارة التجارة

قرار مؤرخ في 20 ربيع الأول عام 1439 الموافق 9 ديسمبر سنة 2017، يجعل منهج معايرة الكالسيوم والمغنيزيوم في الماء بواسطة مطياف الامتصاص الذّري، 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،

– وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 90–39 المؤرخ في 3 رجب عام 1410 الموافق 30 يناير سنة 1990 والمتعلق بمراقبة 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 الكالسيوم والمغنيزيوم في الماء بواسطة مطياف الامتصاص الذّري، إجباريا.

المادة 2 : من أجل معايرة الكالسيوم والمغنيزيوم في الماء بواسطة مطياف الامتصاص الذّري، فإنّ مخابر مراقبة الجودة وقمع الغش والمخابر المعتمدة لهذا الغرض، ملزمة باستعمال المنهج المبيّن في الملحق المرفق بهذا القرار.

يجب أن يستعمل هذا المنهج من طرف المخبر عند الأمر بإجراء خبرة.

المادة 3 : ينشر هذا القرار في الجريدة الرّسميّة للجمهوريّة الجزائريّة الدّيمقراطيّة الشعبيّة.

حرر بالجزائر في 20 ربيع الأول عام 1439 الموافق 9 ديسمبر سنة 2017.

محمد بن مرادي

الملحق

منهج معايرة الكالسيوم والمغنيزيوم في الماء بواسطة مطياف الامتصاص الذّري

1. مجال التطبيق :

يحدد هذا المنهج تقنية معايرة الكالسيوم والمغنيزيوم (calcium et magnésium) المنحل في الماء بواسطة مطياف الامتصاص الذّري.

يطبق هذا المنهج لتحليل مياه الشرب والمياه الخام، ويمكن استخدامه أيضا للمياه التي تحتوي إلى ما يصل 50 ملغ/ل من الكالسيوم و5 ملغ/ل من المغنيزيوم.

إذا استعملت شعلة أسيتيلان/الهواء(flamme acétylène/air) مع عامل التخفيف

من 1 إلى 10 كما هو مبين في (1.6)، تكون مجموعة تراكيز الأمثل من 3 إلى 50 ملغ/ل للكالسيوم ومن 0,9 إلى 5 ملغ/ل للمغنيزيوم.

2 . المبدأ :

إجراء معايرة مطياف الامتصاص الذّري بعد إضافة كلورور اللانثان (chlorure de lanthane) (إذا استعملت شعلة أسيتيلان / الهواء أو كلورور السيزيوم (chlorure de césium) (إذا استعملت شعلة أسيتيلان/ أحادي أكسيد ثنائي الآزوت) (flamme acétylène / monoxyde diazote) للحد من التداخلات.

ويقاس الامتصاص في 422,7 نانومتر بالنسبة للكالسيوم، وفي 285,2 نانومتر بالنسبة للمغنيزيوم.

3. الكواشف :

أثناء التحليل، يجب استعمال فقط الكواشف ذات نوعية تحليلية معترف بها، ماء مقطر أو ذي نوعية مكافئة. (يمكن استعمال محاليل جاهزة أو متوفرة تجاريا).

1.3 حمض كلورهيدريك (acide chlorhydrique)

C(HCl) = 1,18 غ/ملل.

2.3 حمض كلورهيدريك (acide chlorhydrique)

C(HCl) = 0,1 مول/ل.

يخفف 8 ملل من حمض كلورهيدريك (1.3) بـ 1 لتر من الماء.

3.3 كلورور اللانثان(chlorure de lanthane) ($LaCl_3$)، محلول بـ 20 غ/ل.

يوضع في حوجلة مدرجة بـ 1 ل، 24 غ من أوكسيد اللانثان (oxyde de lanthane) (La_2O_3) (ذو نوعية خاصة لمطياف الامتصاص الذري). يضاف ببطء وبعناية، 50 ملل من حمض كلورهيدريك (1.3)، مع الرجّ لينحلّ أوكسيد اللانثان. يخفف حتى العلامة المحدّدة بالماء.

4.3 كلورور السيزيوم (chlorure de césium) (CSCl) محلول بـ 20 غ من السيزيوم في اللّتر.

يحلل 25 غ من كلورور السيزيوم في 1 لتر من حمض الكلورهيدريك (2.3).

5.3 كالسيوم (calcium) (Ca) المحلول الأم بـ 1000 ملغ/ل. يجفف جزء من كاربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) في 180° م لمدة ساعة واحدة ويترك ليبرد داخل المجفف، يوزن 2,5 ± 0,01 غ من مواد مجففة، وتوضع للعزل في 100 ملل من الماء. تضاف ببطء الكمية المطلوبة من حمض الكلورهيدريك (2.3) لتحلّل كاربونات الكالسيوم (تقريبا 250 ملل). توضع للغليان لبضع دقائق ليزاح ثاني أوكسيد الكاربون ((dioxyde de carbone) المنحلّ ثم يترك ليبرد. يصبّ المحلول بكميات في حوجلة مدرّجة بـ 1000 ملل. ويخفف إلى غاية العلامة المحدّدة بحمض الكلورهيدريك (2.3).

يحفظ المحلول في قارورة من متعدد الإيثيلان (polyéthylène) أو من متعدد البروبيلان (polypropylène).

6.3 مغنيزيوم (magnésium) (Mg) المحلول الأم لـ 1000 ملغ/ل.

يجفف جزء من أوكسيد المغنيزيوم (MgO) في 180° لمدة ساعة واحدة. يوزن1,66غ ± 0,01 غ من مواد مجففة وتحلّل في حمض الكلورهيدريك (2.3). يخفف إلى 1000 ملل بهذا الحمض في حوجلة مدرّجة.

يحفظ المحلول في قارورة من متعدد البروبيلان (polypropylène).

7.3 كالسيوم – مغنيزيوم، محلول معاير موافق لـ 20 ملغ من الكالسيوم و 2 ملغ من المغنيزيوم في اللتر.

بواسطة ماصة، يحوّل 20 ملل من المحلول الأم للكالسيوم (5.3) و2 ملل من المحلول الأم للمغنيزيوم (6.3) في حوجلة مدرّجة بـ 1000 ملل. يكمل إلى العلامة المحددة بحمض الكلورهيدريك (2.3).

4. التجهيزات :

أدوات متداولة في مخبر التحاليل الفيزيائية– الكيميائية، وخاصة ما يأتي :

مطياف الامتصاص الذري، تثبت وتشغل وفقا لتعليمات المصنّع، مجهزة بمقطر الكحول مناسب لشعلة أسيتيلان / الهواء أو لشعلة أسيتيلان/أحادي الأوكسيد لثنائي الآزوت ومن مصباح ذي مهبط (cathode) مقعّر لمعايرة الكالسيوم والمغنيزيوم.

ملاحظة :

* تنظف كل الأدوات الزجاجية بواسطة حمض الكلوهيدريك مخفف (1 +1) ساخن وتشطف بالماء.

* يترك اختيار الشعلة المستعملة للمستخدم. تجدر الإشارة أنّ شعلة أسيتيلان / أحادي الأوكسيد لثنائي الآزوت هي الأفضل للعينّات ذات محتوى مرتفع من المواد المذابة أو التي تحتوي على الفوسفات (phosphates) أو السولفات (sulfates) أو الألمنيوم (aluminium) أو السيليس (silice)، وبصفة عامة من الأفضل استعمال شعلة أسيتيلان / أحادي الأوكسيد لثنائي الآزوت إذا كان تركيب العيّنة معقّدا أو غير معروف.

5 . الاقتطاع :

يجب أن تقتطع العيّنات في قارورات من متعدد الإيثيلان أو متعدد البروبيلان نظيفة ثم تحمّض في أسرع وقت بعد الاقتطاع مع 8 ملل من حمض الكلورهيدريك (1.3)، للحدّ من العامل الهيدروجيني (pH) وتجنّب ترسّب كاربونات الكالسيوم (carbonate de calcium) ويجب تحليل العينات في أسرع وقت بعد اقتطاعها.

6. طريقة العمل

1.6 إعداد عيّنات التجربة :

إنّ العيّنات التي تحتوي على مواد خاصة بعد عملية التحميض، يجب أن تكون مصفاة لتجنب انسداد المقطّر والبخاخات.

يحضّر عدد كاف من الحوجلات المدرجة بـ 100 ملل، يضاف لكل حوجلة :

– 10 ملل من محلول كلورور اللانثان (chlorure de lanthane) (3.3)، إذا استعملت شعلة أسيتيلان/الهواء،

– أو 10 ملل من محلول كلورور السيزيوم (chlorure de césium) (4.3)، إذا استعملت شعلة أسيتيلان/أحادي الأوكسيد لثنائي الآزوت.

يضاف باستعمال ماصة، 10 ملل من العيّنة وتكمل إلى الحجم بواسطة حمض الكلورهيدريك (2.3).

إذا كانت تراكيز الكالسيوم أو المغنيزيوم في عيّنة المخبر أعلى من مجموعة التراكيز المبيّنة في الجدول 1، يستخدم أصغر حجم مناسب للعيّنة.

2.6 تجربة على بياض :

تجرى بالتوازي مع المعايرة، تجربة على بياض باستعمال نفس الكواشف ونفس الكميات وباتباع نفس طريقة العمل، لكن بتعويض حجم عيّنة التجربة المستعمل في (1.6) بحجم مطابق من الماء.

3.6 تحضير مجموعة المعايرة :

يضاف في مجموعة من سبع (7) حوجلات مدرّجة بـ 100 ملل :

– 10 ملل من محلول كلورور اللانثان (3.3)، إذا استعملت شعلة أسيتيلان/الهواء،

– أو 10 ملل من محلول كلورور السيزيوم (4.3) إذا استعملت شعلة أسيتيلان/أحادي الأوكسيد لثنائي الآزوت.

بواسطة ماصة، يضاف 0، 2,5، 5، 10، 15، 20 و25 ملل من محلول معاير من الكالسيوم – المغنيزيوم (7.3) ويخفف إلى معلم بواسطة حمض الكلورهيدريك (2.3).

تراكيز محاليل المعايرة مبيّنة في الجدول 2.

الجدول 1– طول الموجة ، مجموعات التراكيز المثالية

		كالسيوم	مغنيزيوم
طول الموجة (نانومتر)		422,7	285,2
تركيز العنصر الصغير (ملغ/ل)	شعلة أستيلان/ هواء (flamme acétylène/air)	3 إلى 50	0,9 إلى 5
	شعلة أستيلان/أحادي أوكسيد لثنائي الآزوت (flamme acétyléne/monoxyde de diazote)	2 إلى 20	0,2 إلى 2

الجدول 2– تراكيز محاليل المعايرة

حجم المحلول المعاير للكالسيوم والمغنيزيوم (Ca-Mg) (ملل)	0	2,5	5	10	15	20	25
تركيز الكالسيوم (ملغ/ل)	0	0,5	1	2	3	4	5
تركيز المغنيزيوم (ملغ/ل)	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

ملاحظة – تطبق هذه التراكيز إذا استعملت شعلة أسيتيلان/هواء (flamme acétylène/air). بالنسبة لشعلة أحادي الأوكسيد لثنائي الآزوت/أسيتيلان (flamme acétylène/monoxyde de diazote) يمكن أن يكون ضروريا استعمال تراكيز أخرى.

4.6 معايرة وتحديد :

تؤخذ القياسات على أطوال الموجة المبيّنة في الجدول 1 المشار إليه أعلاه، تمتص محاليل المعايرة والتجربة على بياض في ترتيب عشوائي مع مص محلول من حمض الكلورهيدريك (2.3) بين كل محلول.

تنشأ منحنيات المعايرة للكالسيوم والمغنيزيوم انطلاقا من الامتصاصات المقاسة بدلالة تراكيز الكالسيوم والمغنيزيوم.

من الأحسن أن يكون منحنى المعايرة خطيا بالنسبة لمجموعات التركيز المبيّنة سابقا. إذا كان غير خطي، يجب البحث عن مصدر الخطأ وتصحيحه ثم تكرر المعايرة.

تمتصّ محاليل التجربة مع مص حمض الكلورهيدريك (2.3) بين كل محلول وتحدد الامتصاصات.

ملاحظة :

* من الممارسات الحسنة التأكد من منحدر منحنى المعايرة على فترات منتظمة (مثال، كل عشر (10) عيّنات).

* عند استعمال شعلة أسيتيلان/الهواء، ينخفض تداخل المركبات المنكسرة للضوء التي تحتوي على الفوسفات (phosphates) أو السولفات (sulfates) أو الأليمنيوم (aluminium) أو السيليس (silice) وبإضافة كلورور اللانثان (chlorure de lanthane).

* عند استعمال شعلة أسيتيلان / أحادي أوكسيد لثنائي الآزوت يتم الحد من آثار التّأيّن بإضافة كلورور السيزيوم (chlorure de césium).

7. التعبير عن النتائج :

يستنتج من منحنى المعايرة، التراكيز الحقيقية للكالسيوم وللمغنيزيوم في محاليل التجربة وفي تجربة على بياض. من هذه القيم، تحسب تراكيز للكالسيوم والمغنيزيوم للعيّنة الأولية، مع أخذ بعين الاعتبار حجم حمض الكلورهيدريك المستعمل للتحمّض وحجم العيّنة المقتطعة (عادة 10 ملل)، من الحجم الكلي للحوجلة المدرّجة (100 ملل) ومن قيمة التجربة على بياض، كما يأتي :

إنّ تراكيز كتلة الكالسيوم، $Q_{ca,1}$ ، والمغنيزيوم، $Q_{Mg,1}$، المعبّر عنها بالميليغرام في اللتر (ملغ/ل)، معطاة في المعادلتين الآتيتين :

$$Q_{ca,1} = Q_{ca,2} \frac{FV_1}{V_0}$$

$$Q_{Mg,2} = Q_{Mg,1} \frac{FV_1}{V_0}$$

حيث :

$Q_{ca,2}$: هو تركيز الكالسيوم، بالميليغرام في اللتر (ملغ/ل)، المحسوب انطلاقا من منحنى المعايرة، مع الأخذ بعين الاعتبار القيمة المتحصّل عليها في التجربة على بياض.

$Q_{Mg,2}$: هو تركيز المغنيزيوم، بالميليغرام في اللتر (ملغ/ل)، المحسوب انطلاقا من منحنى المعايرة، مع الأخذ بعين الاعتبار القيمة المتحصّل عليها في التجربة على بياض.

***f* :** هو العامل، (1,008) من التخفيف الموافق إلى إضافة حمض الكلوريدريك (1.3) لعينة التجربة.

***Vo* :** هو الحجم بالميليلتر، من العينة الأولية (عادة، 10 ملل) مقتطعة للتحليل.

***V_1* :** هو الحجم، بالميليلتر (100ملل)، للحوجلة المدرجة بـ 100 ملل المبيّنة في (1.6).

إذا وجب التعبير عن الوحدات لكميات المادة، أي : بالميليمول في اللتر (mmol /l)، تستعمل المعادلتان الآتيتان :

$$C_{ca} = \frac{Q_{ca,1}}{40,1}$$

$$C_{Mg} = \frac{Q_{Mg,1}}{24,3}$$

يعبّر عن النتائج بالميليغرام (ملغ) بالتقريب من 0,02 ميليمول (mmol).