

قرارات، مقررات، آراء

المادة 2 : من أجل معايرة الفوسفور في الماء بقياس الطيف باستعمال موليبيدات الأمونيوم، فإن 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 موليبيدات الأمونيوم.

1 مجال التطبيق :

يحدد هذا المنهج تكنيات معايرة :

- الأورثوفوسفاتات (4)،
- الأورثوفوسفات بعد الاستخلاص بالمذيب (5)،
- الفوسفات قابل للتميم والأورثوفوسفاتات (6)،
- الفوسفور الإجمالي بعد التفكك (7) و (8).

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

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

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

2 التداخلات :

يستحسن التتحقق من وجود التداخلات من أجل التصرف حسب المقتنص والقضاء عليها.

1.2 السيليكات :

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

بعد 30 دقيقة من التفاعل، تم الحصول على القيمة المبينة 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 موليبيدات الأمونيوم، إجباريا.

إن وزير التجارة،

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

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

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 453-02 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 ربى الثاني عام 1432 الموافق 22 مارس سنة 2011 والمتعلق بتنوعية 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 المسموحة بها، المعدل والمتمم،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : تطبيقا لأحكام المادة 19 من المرسوم التنفيذي رقم 39-90 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 موليبيدات الأمونيوم، إجباريا.

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

3 المبدأ :

تفاعل الأيونات الأورثوفوسفاتية مع محلول حمضي يحتوي على أيونات الموليبيدات والأنتموان لتشكيل مركب أنتيمونيل-فوسفوموليبيدات.

يرجع هذا المركب بواسطة حمض الأسكوربيك لتشكيل مركب أزرق الموليبيدان بلون فاقع. تقاس امتصاصية هذا المركب لتحديد تركيز الأورثوفوسفاتات الموجودة.

يعاير متعدد الفوسفات وبعض المركبات الفوسفورية العضوية إلى أورثوفوسفاتات بالتمعدن بواسطة البيرسلفاتات. تجرى عملية التمعدن بواسطة حمض النتريك وحمض الكبريت، إلى الأورثوفوسفاتات المتفاعلة مع الموليبيدات.

يتم تحويل عدد كبير من المركبات الفوسفورية العضوية إلى أورثوفوسفاتات بالتمعدن بواسطة البيرسلفاتات. تجرى عملية التمعدن بواسطة حمض النتريك وحمض الكبريت عند ضرورة المعالجة الطاقوية.

4 معايرة الأورثوفوسفاتات :

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 الفوسفاتات، يستحسن استخدام الماء مقطراً مرتين في جهاز مصنوع كلياً من الزجاج.

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

يدخل 500 ملل ± 5 ملل من الماء في وعاء بيشر سعة 2 لتر. تضاف بعناية مع الرج والتبريد المستمر 500 ملل ± 5 ملل من حمض الكبريت $C = 1,84$ غ / ملل. يخلط جيداً ويترك محلول ليبرد في درجة حرارة الوسط.

2.1.4 محلول حمض الكبريت (H_2SO_4) $\approx C = 4,5$ مول / لتر.

يدخل 500 ملل ± 5 ملل من الماء في وعاء بيشر سعة 2 لتر. يضاف بعناية مع الرج والتبريد المستمر 500 ملل ± 5 ملل من حمض الكبريت (1.1.4). يخلط جيداً ويترك محلول ليبرد في درجة حرارة الوسط.

3.1.4 محلول حمض الكبريت (H_2SO_4) $\approx C = 2$ مول / لتر.

يدخل 300 ملل ± 3 ملل من الماء في وعاء بيشر سعة

الجدول-تأثير أيونات السيليكات على نتيجة التحليل

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

2.2 الزرنيخات :

تُنتج الزرنيخات لوناً مماثلاً لتلك التي ينتجها الأورثوفوسفاتات. هذا التداخل يمكن القضاء عليه عن طريق إرجاع الزرنيخات إلى الزرنيخيت (1.1.4.4.4) عن طريق ثيوسلفاتات الصوديوم (9.1.4).

3.2 الكبريت (S) على شكل سولفيور :

تُقبل تراكيز الكبريت (S) على شكل سولفيور التي تصل إلى 2 ملخ / لتر كبريت (S). يمكن خفض التراكيز العالية إلى مستوى مقبول بتمرير غاز النيتروجين من خلال عينة التجربة المحمدية [تحمض طبقاً (1.4.6)].

4.2 الفلورور (F) :

تُقبل تراكيز الفلورور التي تصل إلى 70 ملخ / لتر. ثُبّط التراكيز الأعلى من 200 ملخ / لتر تطهّر اللون تماماً.

5.2 المعادن الناقلة :

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

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

3.5.2 لا يتدخل النحاس (Cu) الذي يصل تركيزه إلى 10 ملخ / لتر.

6.2 مياه البحر :

إن التغيرات في الملوحة لها تأثير ضعيف جداً على شدة اللون.

7.2 النتريت :

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

ملاحظة :

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

8.1.4 كاشف تعويض التفكّر والتلوين :

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

ملاحظة :

يبقى هذا الكاشف مستقرًا لمدة أسبابع عند تخزينه في ثلاجة في قنينات زجاجية عنبرية.

9.1.4 محلول ثيوسولفات الصوديوم خماسي التمييـه ρ (Na₂S₂O₃,5H₂O) = 12 غ/لتر.

يذوب 0,05 ± 0,05 غ من ثيوسولفات الصوديوم خماسي التمييـه في 100 ملل ± 5 ملل من الماء. يضاف 0,05 غ ± 0,005 غ من كربونات الصوديوم المجفـف (Na₂CO₃) كعامل للحفظ.

ملاحظة :

يبقى هذا الكاشف مستقرًا لمدة 4 أسبابع، على الأقل، عند تخزينه في قنينات زجاجية عنبرية.

10.1.4 محلول الأم للأورثوفوسفات المعايـر،

$\rho_p = 50$ ملـغ/لتر:

تجفـف بعض الغرامات من ثنائي هيدروجينوفوسفات البوتاسيـوم (KH₂PO₄) حتى كتلة ثابتة عند 105 °C.

يذوب 0,2197 غ ± 0,0002 غ من (KH₂PO₄) في 800 ملل ± 10 ملل من الماء في حوجلة مـدـرـجـة 1000 مـلـلـ. يضاف 10 ملل ± 0,5 ملل من حمض الكبريت (2.1.4) ويـكـمـلـ الحـجـمـ بالـمـاءـ.

من الممكن أيضـاـ استخدام محلول الأم المتـوـفـرـ فيـ السـوقـ.

ملاحظة :

يبقى هذا محلول مستقرًا لمدة ثلاثة أشهر، على الأقل، عند تخزينه في وعاء زجاجي مغلـقـ جـيـداـ، يـنـصـحـ بالـتـبـرـيدـ فيـ حـوـالـيـ 4 °C.

11.1.4 محلول الأورثوفوسفات المعايـر،

$\rho_p = 2$ ملـغـ/ـلـتـرـ:

بواسطة ماصـةـ يـدـخـلـ 20 مـلـلـ ± 0,01 مـلـلـ منـ المـحـلـوـلـ الأمـ لـلـأـورـثـوـفـوـسـفـاتـ المـعـاـيـرـ (10.1.4) فيـ حـوـجـلـةـ مـدـرـجـةـ 500 مـلـلـ. يـكـمـلـ الحـجـمـ بـالـمـاءـ وـيـخـلـطـ جـيـداـ.

يـخـضـرـ ويـسـتـخـدـمـ هـذـاـ المـحـلـوـلـ فـيـ نـفـسـ يـوـمـ الـعـمـلـ.

1 لـترـ. يـضـافـ بـعـنـيـاـةـ معـ الرـجـ وـالـتـبـرـيدـ المـسـتـمـرـ 110 مـلـلـ ± 2 مـلـلـ منـ حـمـضـ الـكـبـرـيـتـ (1.1.4). فيـ حـوـجـلـةـ مـدـرـجـةـ، يـخـفـفـ حتـىـ 500 مـلـلـ ± 2 مـلـلـ بـالـمـاءـ وـيـخـلـطـ جـيـداـ.

4.1.4 محلول هيدروكسـيدـ الصـودـيـومـ C ≈ (NaOH) 2 مـولـ /ـ لـترـ.

تـذـوـبـ 80 غ ± 1 غـ منـ حـبـيـبـاتـ هـيـدـرـوـكـسـيـدـ الصـودـيـومـ فيـ المـاءـ، تـتـرـكـ حتـىـ تـبـرـدـ وـتـخـفـفـ إـلـىـ 1 لـترـ بـالـمـاءـ.

5.1.4 محلول حـمـضـ الـأـسـكـورـبـيـكـ (C₆H₈O₆)
 $\rho = 100$ غ / لـترـ: تـذـوـبـ 10 غ ± 0,5 غـ منـ حـمـضـ الـأـسـكـورـبـيـكـ فيـ 100 مـلـلـ ± 5 مـلـلـ منـ المـاءـ.

مـلـاـظـةـ :

يبقىـ المـحـلـوـلـ مـسـتـقـرـاـ لـمـدـدـ أـسـبـوـعـيـنـ إـنـاـ تمـ تـخـزـيـنـهـ فيـ وـعـاءـ زـجـاجـيـ عـنـبـرـيـ مـوـضـوـعـ فيـ ثـلاـجـةـ، يـمـكـنـ اـسـتـخـدـامـهـ طـالـماـ لـمـ يـظـهـرـ عـلـيـهـ أـيـ لـونـ.

6.1.4 مـوـلـيـبـدـاتـ حـمـضـيـ،ـ المـحـلـوـلـ Iـ :

تـذـوـبـ 13 غ ± 0,5 غـ منـ سـبـاعـيـ مـوـلـيـبـدـاتـ الـأـمـوـنـيـوـمـ ربـاعـيـ التـمـيـيـهـ [NH₄]₆Mo₇O₂₄,4 H₂O] فيـ 100 مـلـلـ ± 5 مـلـلـ منـ المـاءـ. يـذـوـبـ 0,35 غ ± 0,05 غـ منـ طـرـطـرـاتـ الـبـوـتـاـسـيـوـمـ وـالـأـنـتـيـمـ وـانـ جـزـئـيـ التـمـيـيـهـ [K(SbO) C₄H₄O_{6,1/2} H₂O] فيـ 100 مـلـلـ ± 5 مـلـلـ منـ المـاءـ.

يـضـافـ مـحـلـوـلـ الـمـوـلـيـبـدـاتـ إـلـىـ 300 مـلـلـ ± 5 مـلـلـ منـ حـمـضـ الـكـبـرـيـتـيـكـ (1.1.4) معـ التـحـريـكـ المـسـتـمـرـ. يـضـافـ مـحـلـوـلـ الـطـرـطـرـاتـ وـيـخـلـطـ جـيـداـ.

مـلـاـظـةـ :

يبقىـ هـذـاـ كـاـشـفـ مـسـتـقـرـاـ لـمـدـدـ شـهـرـيـنـ (2)، علىـ الأـقـلـ، عـنـدـ تـخـزـيـنـهـ فيـ قـنـيـنـاتـ زـجـاجـيـ عـنـبـرـيـةـ.

7.1.4 مـوـلـيـبـدـاتـ حـمـضـيـ،ـ المـحـلـوـلـ IIـ :

يـضـافـ بـحـذـرـ 230 مـلـلـ ± 0,5 مـلـلـ منـ حـمـضـ الـكـبـرـيـتـ (1.1.4) إـلـىـ 70 مـلـلـ ± 5 مـلـلـ منـ المـاءـ ثـمـ يـبـرـدـ. يـذـوـبـ 13 غ ± 0,5 غـ منـ سـبـاعـيـ مـوـلـيـبـدـاتـ الـأـمـوـنـيـوـمـ ربـاعـيـ التـمـيـيـهـ [NH₄]₆MO₇O₂₄,4H₂O] فيـ 100 مـلـلـ ± 5 مـلـلـ منـ المـاءـ وـيـتمـ إـضـافـتـهـ إـلـىـ مـحـلـوـلـ الـحـمـضـيـ وـيـخـلـطـ جـيـداـ يـذـوـبـ 0,35 غ ± 0,05 غـ منـ طـرـطـرـاتـ الـبـوـتـاـسـيـوـمـ وـالـأـنـتـيـمـ وـانـ جـزـئـيـ التـمـيـيـهـ [K(SbO) C₄H₄O_{6,1/2} H₂O] فيـ 100 مـلـلـ ± 5 مـلـلـ منـ المـاءـ. يـضـافـ إـلـىـ مـحـلـوـلـ حـمـضـ الـمـوـلـيـبـدـاتـ وـيـخـلـطـ جـيـداـ.

يـسـتـخـدـمـ هـذـاـ كـاـشـفـ عـنـدـمـاـ تـكـوـنـ العـيـنـةـ مـحـمـضةـ بـوـاسـطـةـ حـمـضـ الـكـبـرـيـتـ (2.1.4) (الـنـقـاطـ 6ـ وـ 7ـ وـ 8ـ).

3.4 اقتطاع العينات :

13.4 الاقتطاع :

تجمع عينات المخبر من الأفضل في قنینات من الزجاج أو من متعدد الإثيلين أو متعدد كلورور الفينيل . في حالة تراكيز ضعيفة من الفوسفات، تستخدم قنینات زجاجية.

يجب تجنب استخدام قنینات اقتطاع العينات المزودة باغطية لأنها يمكن أن تحتوي على الفوسفور.

2.3.4 تحضير عينة التجربة :

تصفي 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 مل من الماء المسخن مسبقاً بين حوالي 30°م و 40°م. يتخلص من مياه الشطف. تصفي العينة وتترمى 10 مل الأولى من المصفي . يجمع الباقي في قنينة زجاجية نظيفة وجافة للشروع فوراً في معايرة الأورثوفوسفات (4.4.4).

إذا كان العامل الهيدروجيني (pH) للمصفي 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 ذلك غسل أغشية التصفية المسؤولة على أنها حالية من الفوسفور وفقاً لهذه الطريقة.

4.4 طريقة العمل :

1.4.4 عينة التجربة :

تقطع عينة التجربة بحجم أقل أو يساوي 40 مل. هذا الحجم الأقصى مناسب لتحديد تراكيز الأورثوفوسفات التي تصل حتى $\rho_p = 0,8$ 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.

ملاحظة :

يحتوي 1 مل من هذا محلول المعاير على 2 ميكروغرام من الأورثوفوسفات.

12.1.4 حمض الكلورهيدريك، (HCl) $\rho = 1,19$ غ / ملل.

13.1.4 حمض الكلورهيدريك، (HCl) $c = 2,5$ مول / لتر. يضاف بحذر 200 مل ± 10 مل من حمض الكلورهيدريك (12.1.4) في 500 مل ± 10 مل من الماء. يخلط ويترك للتبريد في درجة حرارة الوسط . يكمل إلى 1000 مل بالماء.

2.4 الأجهزة :

1.2.4 مطياف، من نوع الموشور، بشبكة أو بمصفاة، قادر على استقبال أحواض ضوئية بسمك 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، يمكن قياس الامتصاص في 700 نانومتر.

ملاحظة :

ينخفض حد كشف المنهج إذا كان من الممكن توفير مطياف قادر على استقبال أحواض ضوئية بسمك 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 الكلورهيدريك (13.1.4) في درجة حرارة حوالي 40°م إلى 50°م، ثم تتطهف بعناء بالماء. لا تستخدم مواد التنظيف التي تحتوي على الفوسفات.

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

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

4.3.4.4 إنشاء منحنى المعايرة :

يُمثّل بيانياً الامتصاص (في الترatisib) بدلالة كمية الفوسفور (في الفاصل)، يعبر عنه بالملغ من الفوسفور في اللتر (ملغ/ل) من محاليل المعايرة. تكون العلاقة بين الامتصاص والتركيز خطية. يُحدد ميل المنحنى.

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

4.4.4 المعايرة :

1.4.4.4 تطور اللون :

1.1.4.4.4 طريقة عمل عادية :

يوضع بواسطة ماصة حجم مختار من عينة التجربة (1.4.4.4). Vs، في حوجلة مدرجة بحجم 50 ملل وإذا اقتضى الأمر، تخفف إلى حوالي 40 ملل \pm 2 ملل بالماء. تجرى العملية كما هو مبين في (2.3.4.4).

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

ينقل بواسطة ماصة حجمية 40 ملل كحد أقصى من عينة التجربة في حوجلة مدرجة بحجم 50 ملل. يضاف 0,4 ملل من حمض الكبريت (2.1.4) و 1 ملل من محلول حمض الأسكوربيك (5.1.4) و 1 ملل من محلول الثيوسلفات (9.1.4)، يخلط ويترك لتفاعل الارجاع لمدة 10 د \pm 1 د. يضاف 2 ملل من محلول II الموليبيدات الحمضي (7.1.4). يكمل بالماء ويخلط جيداً.

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 ملوونة تجرى العملية كما هو موضح أدناه.

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

يطرح امتصاص هذا محلول 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 العينة

تركيز الأورثوفوسفات (ملغ/لتر)	حجم عينة التجربة (ملل)	سمك الحوض الضوئي (ملم)
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 أو 50	40

2.4.4 تجربة على بياض :

تجرى، تزامناً 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 مدرجة سعتها 50 ملل، أحجام مناسبة من محلول الأورثوفوسفات المعاير (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 $P_F = 0,04 \text{ ملغ/لتر} \pm 0,4 \text{ ملغ/لتر}$.

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

2.3.4.4 تطور اللون :

مع المرج يوضع في كل قارورة 1 ملل من حمض الأسكوربيك (5.1.4) و 2 ملل من محلول I من حمض الموليبيدات (6.1.4). يكمل بالماء ويخلط جيداً.

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.

يستخدم الماء في الحوض المرجعي.

2.2.5 الإيثanol (C₂H₅OH)

3.2.5 الأورثوفوسفات، محلول معايير $\rho_p = 0.5$ ملخ / لتر.

ينقل بواسطة ماصة 5 ملل ± 0,01 ملل من محلول الأم للأورثوفوسفات المعايير (10.1.4) في حوجلة مدرجة بخط 500 ملل، يكمل الحجم بالماء ويخلط جيدا.

يحضر ويستعمل هذا محلول في نفس يوم الاستخدام.

3.5 اقتطاع العينات :

تجري العملية كما هو مبين في (3.4).

4.5 طريقة العمل :

14.5 عينة التجربة :

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

2.4.5 تجربة على بياض :

تجري، 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 محليل 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 سعة 500 ملل. يخفف كل محلول حتى 350 ملل ± 10 ملل بالماء، يقفل ويرج ويخلط. تمثل هذه محليل، على التوالي، تراكيز الأورثوفوسفات، ρ_p ، تساوي 0,002 ملخ / لتر و 0,004 ملخ / لتر و 0,006 ملخ / لتر و 0,008 ملخ / لتر و 0,01 ملخ / لتر.

2.3.4.5 تطور اللون :

يوضع، بالرُّجُّ، في كل وعاء للفصل 7 ملل ± 0,1 ملل من محلول حمض الأسكوربيك (5.1.4) و 14 ملل ± 0,1 ملل من محلول I من الموليبيدات الحمضية (6.1.4).

يضاف بعد 15 دقيقة، 40 ملل ± 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 ± 0,01 ملل من كل نوع من المستخلصات العليا من 1-هكسانول في سلسلة من قوارير حوجلات مدرجة 50 ملل.

5.4 التعبير عن النتائج :

1.5.4 الحساب :

يحسب تركيز الأورثوفوسفات (orthophosphates) ρ_p ، ويُعبر عنه بال مليغرام في اللتر (ملخ / لتر)، حسب المعادلة الآتية :

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

حيث:

A : هو امتصاص عينة التجربة.

A_0 : هو امتصاص التجربة على بياض.

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

V_{max} : هو حجم الحوجلة المدرجة (50 ملل) ويُعبر عنه بالمليلتر (ملل):

V_s : هو الحجم الحقيقي لعينة التجربة. يُعبر عنه بالمليلتر (ملل).

تسجل التراكيز الكتليلية للفوسفور دون أن تتعدي ثلاث أرقام معتبرة كالتالي :

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

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

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

ملاحظة :

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

5 معايرة الأورثوفوسفات بعد الاستخلاص بالمنذيب :

1.5 التطبيق :

تطبق هذه التقنية فقط عندما يكون تركيز الفوسفات في العينة أقل من 0,01 ملخ / 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 للتتميّه والأورثوفوسفات:

1.6 الكواشف:

تستعمل الكواشف المحددة 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 المبيّنة في (2.4).

3.6 اقتطاع العينات:

1.3.6 الاقتطاع:

تجري العملية كما هو مبيّن في (1.3.4).

2.3.6 تحضير عينة التجربة:

تصفي 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°C و 10°C) في هذه الأثناء توضع في درجة حرارة الوسط قبل التصفيّة.

يضاف 1 مل ل من حمض الكبريت (2.1.4) لكل 100 مل من عينة التجربة التي تمت تصفيتها، وذلك للحصول على عامل هيروجيني (pH) حوالي 1. يحفظ محلول المصفي في البرودة بعيداً 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 مل، على الأكثر، من عينة التجربة (2.3.6) في حوجلة مخروطية، إذا اقتضى الأمر، يخفف إلى حوالي 40 مل ± 2 مل 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 مل و 35 مل. يبرد ويضبط العامل الهيدروجيني (pH) ما بين 3 و 10 بواسطة محلول هيدروكسيد الصوبيوم (4.1.4) وينقل إلى حوجلة مدرجة سعتها 50 مل. يخفف بالماء إلى حوالي 40 مل.

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

2.4.6 تجربة على بياض:

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

يضاف 1 مل ± 0,2 مل من الإيثانول (2.2.5) في كل حوجلة ويكمّل كل محلول حتى الحجم المحدد به-هكسانول.

3.3.4.5 القياسات الطيفية:

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

4.3.4.5 إنشاء منحنى المعايرة:

يُمثل الامتصاص بيانياً (في التراتيب) بدلاله كمية الفوسفور (في الفواصل) ويعبر عنها بال مليغرام من الفوسفور في اللتر من محليل 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) لمحلول المعايرة.

2.4.4.5 القياسات الطيفية:

تجري العملية كما هو مبيّن في (3.3.4.5).

5.5 التعبير عن النتائج:

يحسب تركيز الأورثوفوسفات، ρ_P ، ويعبر عنه بال مليغرام 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)، ويعبر عنه باللتر في المليغرام (لتر/ملغ).

تعطي النتيجة بتقرير 0,001 ملغ/لتر، ولكن يعبر عن القييم الأقل من 0,0005 ملغ/لتر بالشكل $\rho_P > 0,0005$ ملغ/لتر.

ملاحظة:

بالنسبة للتدخلات، ينبغي أن تجري 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 / ملخ).

V_{max} : هو حجم الحوجلة المدرجة (50 ملل) ويعبر عنه بالمليلتر (ملل).

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

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

تسجل التراكيز الكتالية للفوسفور كالتالي وذلك دون أن تتعدي ثلاثة أرقام معتبرة.

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

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

$\rho_p \leq 10$ ملخ / لتر بتقريب 0,1 ملخ / 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.(2) 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 ويرجّ المزيج حتى يذوب.

ملاحظة :

يبقى محلول مستقرًا لمدة أسبوعين، على الأقل، إذا كان في حالة تسبّع قصوى ومحفوظ في درجة حرارة الوسط وبعيدًا عن الضوء المباشر للشمس في قنينة زجاجية عبّرية من البوروسيليكات (borosilicate).

2.7 الأجهزة :

تستعمل الأجهزة المبيّنة في (2.4) وكذلك ما يأتي : قنّينات 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 حوجلات مخروطية سعتها 50 ملل، أحجام مناسبة من محلول المعاير 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 إلى 40 ملل \pm 2 ملل بالماء. تمثل هذه المحاليل تركيزات الأورثوفوسفات ρ_p ابتداءً من 0,04 ملخ / لتر إلى 0,4 ملخ / لتر.

يجرى العمل وفقاً 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 $pH > 1$ ويفغلي برفق لمدة حوالي 30 د. ثم تواصل العملية وفقاً (1.4.6).

2.3.4.6 تطور اللون :

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

3.3.4.6 القياسات الطيفية :

تجري العملية كما هو محدد في (3.3.4.4).

4.3.4.6 إنشاء منحنى المعايرة :

تجري العملية كما هو محدد في (4.3.4.4).

4.4.6 المعايرة :

1.4.4.6 تطور اللون :

تجري العملية وفقاً (2.3.4.6)، وذلك باستخدام عينة التجربة (1.4.6).

2.4.4.6 القياسات الطيفية :

تجري العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

5.6 التعبير عن النتائج :

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

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

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

ملاحظة :

- ثلاثون (30) دقيقة كافية عموماً لتمعدن مركبات الفوسفور. تميّه بعض الأحماض الفوسفورية يتطلب الوصول إلى 90° د.

- كل وجود للزرنيخات يمثل تداخلاً. في حين كل الزرنيخ الموجود أصلاً يتآكسد إلى زرنيخات في الشروط المذكورة في هذه الفقرة، وبالتالي يسبب إذن تداخلات.

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

24.7 تجربة على بياض :

تجري تزامناً مع المعايرة تجربة على بياض وذلك بإتباع نفس طريقة العمل وباستخدام نفس كميات كواشف المعايرة، ولكن باستبدال عينة التجربة بالماء.

3.4.7 المعايرة :

1.3.4.7 تحضير محاليل المعايرة :

تنقل، بواسطة ماصة حجمية، إلى الحوجلات المخروطية سعتها 100 مل، أحجام مناسبة من محلول المعاير للأورثوفوسفات (11.1.4)، على سبيل المثال 1 مل و 2 مل و 3 مل و 4 مل و 5 مل و 6 مل و 7 مل و 8 مل و 9 مل و 10 مل. تخفف بالماء إلى حوالي 40 مل. تمثل هذه المحاليل تراكيز الأورثوفوسفات ppm ابتداء من 0,04 ملخ / لتر إلى 0,4 ملخ / لتر. تجري العملية وفقاً (1.4.7) ابتداء من الجملة "تضاف 4 مل من محلول بيرسلفات البوتاسيوم (1.1.7) ويغلى برفق لمدة 30 د تقريباً".

2.3.4.7 تطور اللون :

يضاف بالرّاج في كل حوجلة سعتها 50 مل، 1 مل من حمض الأسكوربيك (5.1.4)، ثم بعد 30 ثانية 2 مل من محلول II الموليبيدات الحمضي (7.1.4). يكمل الحجم بالماء ويخلط جيداً.

3.3.4.7 القياسات الطيفية :

تجري العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

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

تنظف قبيل العمل القنينات أو الحوجلات بالإضافة 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، ثم تشطف بالماء.

تكرر طريقة العمل هذه عدة مرات وتحفظ الأوعية مغلقة.

3.7 اقتطاع العينات :

1.3.7 الاقتطاع :

تجري عملية الاقتطاع كما هو مبين في (1.3.4).

2.3.7 تحضير العينة للتجربة :

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

إذا كان الفوسفور الكلي المذاب المراد تحديده، تصفى العينة طبقاً (2.3.6).

4.7 طريقة العمل :

1.4.7 عينة التجربة :

إن الأكسدة بالبيرسلفات (persulfate) ليست لها مردودية جيدة 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 عينة 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 تقريباً. 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 مدرجة 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 :

ستعمل 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، $c_{\text{NaOH}} = 8 \text{ مول/لتر}$

تدبّب $64 \pm 1 \text{ غرام}$ من حبيبات هيدروكسيد الصوديوم في $150 \pm 10 \text{ مل من الماء}$ ، تبرد وتخفّف إلى $200 \text{ مل} \pm 10 \text{ مل}$ بالماء. تحفظ في قارورة من متعدد الأيثيلين.

2.8 الأجهزة :

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

1.2.8 كرة كلاهيل (Kjeldahl)، 200 مل.

3.8 اقتطاع العينات :

1.3.8 الاقتطاع :

تجري العملية كما هو مبين في (1.3.4).

2.3.8 تحضير عينة التجربة :

يضاف 1 مل من حمض الكبريت (2.1.4) في 100 مل 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 الحالّة، يضبط بمحلول هيدروكسيد الصوديوم (4.1.4) أو حمض الكبريت (3.1.4). يحفظ في البرودة بعيداً عن الضوء حتى عملية التحليل.

إذا كان مطلوب تحديد الفوسفور المذاب الإجمالي، تصفى العينة وفقاً 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 مل من عينة التجربة (2.3.8) كحد أقصى في كرة كلاهيل Kjeldahl (1.2.8).

4.3.4.7 إنشاء منحنى المعايرة :

تجري العملية كما هو محدد في (4.3.4.4).

4.4.7 المعايرة :

1.4.4.7 تطور اللون :

تحضر عينة التجربة حسب (1.4.7) وتجري العملية طبقاً لـ (2.3.4.7).

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

يضاف 3 مل من كاشف تعويض العكارنة والتلوّن (8.1.4) إلى الحجم المختار لعينة التجربة الممعدنة ببيرسلفات. يخفّف إلى 50 مل بالماء وتقاس الامتصاصية. تطرح الامتصاصية من هذا محلول من القيمة المقاسة طبقاً لـ (3.3.4.4).

2.4.4.7 القياسات الطيفية :

تجري العملية كما هو مبين في (3.3.4.4).

5.7 التعبير عن النتائج :

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

$$\rho_P = \frac{(A - A_0) V_{\max}}{f X V_S}$$

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 الملigram (لتر / ملغ).

V_{\max} : هو حجم الحوجلة المدرجة (50 مل) ويعبر عنه بالمليلتر (ملل).

V_S : الحجم الحقيقي لعينة التجربة ويعبر عنه بالمليلتر (ملل).

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

تسجل تراكيز كتلة الفوسفور كالتالي وذلك دون أن تتعدي ثلاثة أرقام معتبرة :

- $\rho_P > 0,1 \text{ ملغ / لتر}$ بتقرير 0,001 ملغ / لتر.

- $\rho_P > 10 \text{ ملغ / لتر}$ بتقرير 0,01 ملغ / لتر.

- $\rho_P \leq 10 \text{ ملغ / لتر}$ بتقرير 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 منحنى المعايرة :

تُجرى العملية كما هو محدد في (4.3.4.4).

4.4.8 المعايرة :

1.4.4.8 تطور اللون :

تُجرى العملية طبقاً لـ(2.3.4.8) باستخدام عينة 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 ، ويعبر عنها بال مليغرام في لتر (ملغ/ لتر)، وذلك باستعمال المعادلة الآتية :

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

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 الحوجلة 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 تلك المرتبطة بإضافة حمض الكبريت.

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

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

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

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

ملاحظة :

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

يضاف بعذانية 2 ملل من حمض الكبريت (1.1.8) ويرج ليختزل. تضاف منظمات الغليان وتُسخن ببطء حتى ظهور دخان أبيض. بعد التبريد، يضاف قطرة بقطرة، وبعذانية 0,5 ملل من حمض النيتريت (2.1.8) بالرّج والتسخين حتى يختفي الدخان الأحمر، بعد التبريد، تواصل المعالجة إذا اقتضى الأمر بإضافة قطرة بقطرة من حمض النيتريت، بالرّج حتى الحصول على محلول شفاف وعديم اللون.

يبَرُّد ويضاف 10 ملل من الماء بحذر مع الرّج المستمر ويُسخَّن حتى ظهور أدخنة بيضاء. بعد التبريد، يضاف بعذانية 20 ملل من الماء مع الرّج المستمر.

يضاف بعذانية أثناء تبريد محلول، ومع الرّج المستمر، محلول هيدروكسيد الصوديوم (3.1.8) لضبط العامل الهيدروجيني (pH) إلى قيمة تتراوح بين 3 و 10. بعد التبريد ينقل محلول في حوجلة مدرجة بـ 50 ملل. تشطف كرة كلداهيل (Kjeldahl) بقليل من الماء وتضاف مياه الشطف إلى محتوى الحوجلة.

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

2.4.8 تجربة على بياض :

تجري، تزامناً مع المعايرة، تجربة على بياض وذلك باتباع نفس طريقة العمل وباستخدام نفس كميات الكواشف للمعايرة، ولكن باستبدال عينة التجربة بالماء.

3.4.8 المعايرة :

13.4.8 تحضير محلائل المعايرة :

تنقل، بواسطة ماصة حجمية، إلى كرة كلداهيل (Kjeldahl) سعتها 200 ملل، أحجام مناسبة من محلول المعايرة 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.

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

تجري العملية وفقاً لـ(14.8) ابتداءً من الجملة "يضاف بعذانية 2 ملل من حمض الكبريت (1.1.8) ويرج ليختزل.....".

2.3.4.8 تطور اللون :

يضاف إلى كل حوجلة سعتها 50 ملل مع الرّج، 1 ملل من حمض الأسكوربيك (5.1.4)، ثم بعد 30 ثانية 2 ملل من محلول II الموليبيدات الحمضية (7.1.4). يكمل إلى الحجم بالماء ويخلط جيداً.

بتسجيل المنتجات الصيدلانية المستعملة في الطب البشري،

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 124-08 المؤرخ في 9 ربیع الثانی عام 1429 الموافق 15 أبریل سنة 2008 الذي يحدد صلاحيات وزير العمل والتشغيل والضمان الاجتماعي،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 15 رمضان عام 1416 الموافق 4 فبراير سنة 1996 الذي يحدد شروط وكيفيات تقديم وإلصاق القسمية على المنتوجات الصيدلانية،

- وبمقتضى القرار الوزاري المشترك المؤرخ في 17 جمادی الثانية عام 1424 الموافق 16 غشت سنة 2003 والمتضمن إنشاء لجنة تعويض الأدوية وتحديد مهامها وتنظيمها وسيرها، لا سيما المادة 15 منه،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 28 صفر عام 1429 الموافق 6 مارس سنة 2008 الذي يحدد قائمة الأدوية القابلة للتعويض من قبل الضمان الاجتماعي، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى القرار المؤرخ في 28 صفر عام 1429 الموافق 6 مارس سنة 2008 الذي يحدد التسعيرات المرجعية المعتمدة كأساس لتعويض الأدوية وكيفيات تطبيقها، المعدل والمتمم،

يقرر ما يأتي :

المادة الأولى : يعدل هذا القرار قائمة الأدوية القابلة للتعويض من قبل هيئات الضمان الاجتماعي الملحة بالقرار المؤرخ في 28 صفر عام 1429 الموافق 6 مارس سنة 2008 والمذكور أعلاه، كما يأتي :

وزارة العمل والتشغيل والضمان الاجتماعي

قرار مؤرخ في 28 شعبان عام 1439 الموافق 14 مايو سنة 2018، يعدل القرار المؤرخ في 28 صفر عام 1429 الموافق 6 مارس سنة 2008 الذي يحدد قائمة الأدوية القابلة للتعويض من قبل الضمان الاجتماعي.

إنّ وزير العمل والتشغيل والضمان الاجتماعي،

- بمقتضى القانون رقم 11-83 المؤرخ في 21 رمضان عام 1403 الموافق 2 يوليو سنة 1983 والمتصل بالتأمينات الاجتماعية، المعدل والمتمم، لا سيما المادة 59 منه،

- وبمقتضى القانون رقم 05-85 المؤرخ في 26 جمادی الأولى عام 1405 الموافق 16 فبراير سنة 1985 والمتصل بحماية الصحة وترقيتها، المعدل والمتمم،

- وبمقتضى المرسوم رقم 27-84 المؤرخ في 9 جمادی الأولى عام 1404 الموافق 11 فبراير سنة 1984 الذي يحدد كيفية تطبيق العنوان الثاني من القانون رقم 11-83 المؤرخ في 21 رمضان عام 1403 الموافق 2 يوليو سنة 1983 والمتصل بالتأمينات الاجتماعية، المعدل والمتمم،

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

- وبمقتضى المرسوم التنفيذي رقم 284-92 المؤرخ في 5 محرم عام 1413 الموافق 6 يوليو سنة 1992 والمتصل

رمز التسمية الدولية المشتركة	التسمية الدولية المشتركة	الشكل	المقادير	شروط خاصة للتعويض
"	"	"	"	... (بدون تغيير) ...
09	علم الغدد الصماء والهرمونات			
09 R	مضادات هرمون النمو			... (بدون تغيير) ...
09 R 156	لنريوتيد، أسيتات على شكل لنريوتيد	محلول حقنة تحت الجلد معقمة تحرير مطول في حقنة معلوّة مسبقا	60 مع 0,5 مل	يعوض فقط بوصفة أولية وسنوية استشفائية من الأطباء المختصين في أمراض الغدد وداء السرطان، وكذا بوصفة لتجديد العلاج خلال الفاصل الزمني بين الوصفة (الأولية - السنوية) من أي طبيب مختص في أمراض الغدد وداء السرطان.