

Beynəlxalq standart
Su keyfiyyəti – pH-in təyin edilməsi

MÜƏLLİF HÜQUQU QORUNAN SƏNƏD

© ISO 2008

Bütün hüquqlar qorunur. Başqa hal nəzərdə tutulmayıbsa, bu nəşrin heç bir hissəsi, aşağıda göstərilən ünvanda olan ISO-dan və ya ISO -nun üzv orqanından yazılı icazə olmadan, elektron və ya mexaniki, fotokopiya və mikrofilm də daxil olmaqla, heç bir formada və ya heç bir vasitə ilə çoxaldıla və ya istifadə edilə bilməz.

ISO Müəllif Hüquqları Bürosu

Case Postale 56 • CH-1211 Cenevrə 20

Tel: + 41 22 749 01 11

Faks: + 41 22 749 09 47

E-mail: copyright@iso.org

Veb-sayt: www.iso.org

İsveçrədə nəşr edilmişdir.

Mündəricat

Ön söz

Giriş

- I. Əhatə dairəsi
- II. Normativ istinadlar
- III. Terminlər və təriflər
- IV. Prinsip
- V. Müdaxilələr
- VI. Reaktivlər
- VII. Avadanlıq
- VIII. Nümunə götürmə
- IX. Prosedur

Hazırlıq

Ölçmə cihazlarının kalibrlənməsi və tənzimlənməsi

Nümunələrin ölçülməsi

- X. Nəticələrin ifadəsi
- XI. Test hesabatı

Əlavə A (məlumat üçün) İlkin standart istinad məhlullarının pH dəyərləri

Əlavə B (məlumat üçün) Axın sistemlərində operativ ölçmələr

Əlavə C (məlumat üçün) Sahədə ölçmələr (yerində ölçmə)

Əlavə D (məlumat üçün) Aşağı ion gücü olan suda pH dəyərinin ölçülməsi

Əlavə E (məlumat üçün) Performans məlumatları

Ədəbiyyat

Ön söz

ISO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı), milli standartlar orqanlarının (ISO üzv orqanları) qlobal bir federasiyasıdır. Beynəlxalq Standartların hazırlanması işi normal olaraq ISO texniki komitələri vasitəsilə aparılır. Texniki komitədə iştirak ilə maraqlanan hər bir üzv orqanın həmin komitədə təmsil olunmaq hüququ vardır. ISO ilə əlaqəli dövlət və qeyri-hökumət təşkilatları da bu işdə iştirak edirlər. ISO, elektrotexniki standartlaşdırmanın bütün məsələlərində Beynəlxalq Elektrotexniki Komissiya (IEC) ilə sıx əməkdaşlıq edir.

Beynəlxalq Standartlar, ISO/IEC Direktivlərinin II hissəsində verilən qaydalara uyğun olaraq tərtib edilmişdir.

Texniki komitələrin əsas vəzifəsi Beynəlxalq Standartların hazırlanmasıdır. Texniki komitələr tərəfindən qəbul edilən Beynəlxalq Standartların layihələri səsvermə üçün üzv orqanlara göndərilir. Standartların Beynəlxalq Standart olaraq nəşr edilməsi üçün səs verən üzv orqanların ən azı 75 %-nin razılığı lazımdır.

Bu sənədin bəzi elementlərinin patent hüquqları ola bilər. ISO, hər hansı bir patent hüququnun müəyyən edilməsinə görə məsuliyyət daşımır.

ISO 10523, ISO/TC 147 Texniki Komitəsi, Su keyfiyyəti, SC 2 Alt Komitəsi, Fiziki, kimyəvi və biokimyəvi metodlar tərəfindən hazırlanmışdır.

Bu ikinci nəşr texniki cəhətdən yenidən işlənmiş birinci nəşri (ISO 10523: 1994) ləğv və əvəz edir.

Giriş

Suyun pH dəyərinin ölçülməsi bir çox nümunə üçün böyük əhəmiyyət kəsb edir. Yüksək və aşağı pH dəyərləri birbaşa və ya dolayısı ilə su orqanizmləri üçün zəhərlidir. pH su mühitinin aşındırıcı xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsində ən faydalı parametrdir. Həmçinin, su təmizləmə proseslərinin səmərəli işləməsi və onların idarə edilməsi (məs. Flokulyasiya və xlor dezinfeksiya), içməli suların plumbosolventsiyasına nəzarət və çirkab sularının bioloji təmizlənməsi üçün vacibdir.

Bu Beynəlxalq Standartda nəzərdə tutulan elektrometrik üsullar potensialın ölçülməsinə əsaslanır, iki yarım hüceyrədən birinin ölçü elektrodu, digəri isə istinad elektrodu elektrokimyəvi elementin fərqi potensial fərqi ölçməyə əsaslanır. Ölçmə elektrodunun potensialı, ölçü məhlulunun hidrogen ion aktivliyinin bir funksiyasıdır (İstinad [5]).

Böyük praktik əhəmiyyətini, universallığını və dəqiqliyini nəzərə alaraq, bu Beynəlxalq Standartda yalnız pH şüşə elektrodundan istifadə edərək ölçmə təsvir edilmişdir. İstinad elektrodunda tətbiq olunan elektrolitlər maye, polimer və ya gel şəklində ola bilər.

Su keyfiyyəti - pH təyin edilməsi

XƏBƏRDARLIQ - Bu Beynəlxalq Standartı istifadə edən şəxslər normal laboratoriya təcrübəsi ilə tanış olmalıdırlar. Bu Beynəlxalq Standartın istifadəsi ilə əlaqədar hər hansı bir təhlükəsizlik problemini həll etməyi nəzərdə tutmur. İstifadəçinin məsuliyyəti müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq təcrübələrini qurmaq və hər hansı bir milli tənzimləmə şərtlərinə uyğunluğu təmin etməkdir.

Vacib məlumat - Bu Beynəlxalq Standarta uyğun olaraq aparılan sınaqların müvafiq təlim keçmiş işçilər tərəfindən aparılması vacibdir.

1 Əhatə dairəsi

Bu Beynəlxalq Standart yağış, içməli və mineral sularda, üzgüçülük sularında, yerüstü və yeraltı sularında, məişət və sənaye tullantı sularında, ion gücü $I=0,3$ mol/kq-dan aşağı pH 2 ilə 12 aralığında torpaq ekstraksiyalarında (keçiriciliyi $\gamma_{25}^{\circ C} < 2000$ mS/m) temperaturu $0^{\circ C}$ ilə $50^{\circ C}$ aralığında həlledicilərin pH dəyərinin müəyyən edilməsi üçün bir metod müəyyən edir.

2 Normativ istinadlar

Aşağıdakı istinad sənədləri bu sənədin tətbiqi üçün əvəzolunmazdır. Tarixi istinadlar üçün yalnız istinad edilən nəşr tətbiq edilir. Tarixsiz istinadlar üçün istinad edilən sənədin ən son nəşri (hər hansı bir dəyişiklik daxil olmaqla) tətbiq olunur.

ISO 3696, Analitik laboratoriya istifadəsi üçün su - Texniki şərtlər və test üsulları

ISO 4796-2, Laboratoriya şüşə qabları – Butulkalar - 2-ci hissə: Konusşəkilli butulkalar

ISO 5667-3, Su keyfiyyəti - Nümunə götürmə - 3-cü hissə: Suyun qorunması və istifadəsi ilə bağlı nümunələr üçün təlimatlar

3 Terminlər və təriflər

Bu sənədin məqsədləri üçün aşağıdakı terminlər və təriflər tətbiq olunur.

3.1

pH

məhlulda hidrogen ionlarının aktivliyinin ölçülməsi

QEYD 1 - ISO 80000-9 [1] uyğunlaşdırılmışdır.

Qeyd 2 - Bir reaksiyanın turşu və ya qələvi olması, mövcud hidrogen ionlarının aktivliyi ilə müəyyən edilir.

3.2

pH dəyəri

molar hidrogen-ion aktivliyinin (a_H) -1-ə nisbətinin baza 10-a logarifması

$$\text{pH} = -\lg a_H = -\lg(m_H \gamma_H / m^\circ)$$

Burada

a_H , hidrogen ionlarının nisbi (molallıq əsaslı) aktivliyidir;

γ_H - hidrogen ionlarının m_H -dəki molal aktivlik əmsalı;

m_H , hidrogen ionlarının molallığı, hər kilo üçün molardır;

m° standart molallıqdır.

Qeyd 1 - ISO 80000-9 [1] uyğunlaşdırılmışdır.

Qeyd 2 - pH dəyəri mütləq ölçü xarakteristikasıdır.

Qeyd 3 Tək ion aktivliyinin ölçüsü olaraq pH (PS) (PS = ilkin standart) ölçülə bilməz. Buna görə, mümkün qədər yaxından hesablamaq və onu izləməyə imkan vermək üçün ilkin istinad materiallarının məhlullarının pH-ı (PS) qurulur. Bu, platin/hidrogen elektrodunun potensialının hidrogen ionlarının aktivliyinə olan termodinamik asılılığından asılı olan və bu köçürülməyən hüceyrələrdən istifadə edərək diffuziya cərəyanını istisna edən bir elektrokimyəvi ölçmə üsulu ilə əldə edilir.

4 Prinsip

pH dəyərinin təyin edilməsi, uyğun bir pHmetr istifadə edərək, elektrokimyəvi hüceyrənin potensial fərqi ölçməyə əsaslanır.

Bir nümunənin pH-ı, dissosiasiya tarazlığı səbəbiylə temperaturdan da asılıdır. Buna görə nümunənin temperaturu həmişə pH ölçümü ilə birlikdə ifadə edilir.

5 Analizə mane olan amillər

Ölçmələrdəki kənar çıxma pH elektrodunda, xüsusən də membranda, diafraqmada və ölçü məhlulunda əlavə gərginliklər nəticəsində yaranır və səhv ölçmə ilə nəticələnir. Həm kalibrlemə/tenzimləmə, həm də ölçmə oxşar şəraitdə (məsələn temperatur, axın xüsusiyyətləri, ion gücü) həyata keçirilərsə, bu kənar çıxmalar ən aşağı salınır.

Ölçmə elektrodunun membranındakı keyfiyyətin itməsi və çöküntülər (örtüklər) (məsələn, kalsium karbonat, metalların hidrosidləri, yağ, mazot) pH elektrodunun meyilliliyinin açıq şəkildə azalmasına, uzun reaksiya müddətlərinə anionlara və kationlar qarşı çarpaz həssaslıqların yaranmasına səbəb olur.

Diafraqmanın üzərindəki çöküntülər (örtüklər) və ya digər çöküntülər (məsələn, gümüş xlorid, gümüş sulfid və zülallar) ölçü məhlulunun elektrikle təmas etməsinə mane olur. Diafraqmadakı qüsurlar ölçmə məhlullarının durultma təsirini ölçməklə müəyyən edilə bilər.

Elektrolit və ölçü məhlulu arasındakı reaksiyalar diafraqmada çöküntülərlə nəticələnərsə, daxili elektrolit körpüsü (məsələn, KCl/KCl + AgCl) və ya inert elektrolitləri olan elektrolit körpüsü (məsələn, kalium nitrat, $c(\text{KNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$) nümunə məhlulu ilə istinad elektrolitlər arasındakı reaksiyalar olur.

Xüsusilə aşağı keçiriciliyi olan sularda yüksək diffuziya gərginliyi meydana gələ bilər. Qarışdırıcı effektlər və yaddaş effektləri (ölçü məhlulunun istinad elektroduna geri yayılması) ölçülərdə sapmalara səbəb ola bilər. Bu zaman xüsusi pH elektrodları (məsələn torpaq diafraqması və ya AgCl-siz istinad elektrolitlərinin həlli olan daxili körpü) istifadə edilməlidir.

Tamponlama qabiliyyəti aşağı olan sularda pH dəyəri çox asanlıqla dəyişə bilər (məsələn, havadan karbon qazının daxil olması və ya itirilməsi və ya şüşə qablardan qələvi maddələrin udulması ilə). Bu hallarda uyğun materiallardan istifadə etmək və qapalı axın sistemində ölçmə aparmaq məsləhət görülür.

pH elektrodunun yaxınlığında qazların buraxılması əlavə müdaxilələrə və beləliklə pH dəyərinin dəyişməsinə səbəb ola bilər. Suspenziyalarda, ölçmələr zamanı sapmalar ola bilər. Bu vəziyyətdə, nümunə tamamilə doldurulmuş və qapalı bir flakonda yerləşdirin və daha sonra şəffaf səthdə ölçmə həyata keçirin.

Yeraltı suları və ya karbon qazı ilə zəngin mineral suları ölçərkən ölçümdə sapmalar ola bilər. Bu hallarda ölçmə zamanı yüksək təzyiq altında karbon qazı ilə doyma və deqazasiya baş verə bilər və bu da orijinal pH dəyərinin dəyişməsinə səbəb ola bilər.

Fe (II) və/və ya sulfid ehtiva edən anaerobun suda pH dəyəri də hava ilə təmasda dəyişir.

Sulu məhlulların pH dəyərinə temperaturun təsiri üçün 7.2, 7.3 və 9 -cu bəndə baxın.

6 Reaktivlər

Başqa hal göstərilmədiyi təqdirdə, yalnız tanınmış analitik dərəcəli reaktivlərdən istifadə edin.

6.1 Distillə edilmiş və ya deionlaşdırılmış su - məsələn ISO 3696, 2-ci dərəcəli olan, elektrik keçiriciliyi $<0,1 \text{ mS/m}$ -ə uyğun olan deionlaşdırılmış su.

6.2 Bufer məhlullar -pHmeterlərin kalibrlənməsi üçün ölçüləri qeyri-dəqiqlik ilə təsdiqlənmiş standart məhlullar.

Saxlanma və sabit qalma ilə əlaqədar istehsalçının təlimatlarına əməl edin.

Sertifikatlaşdırılmış standart məhlullar mövcud deyilsə və standart məhlullarının qurum daxilində hazırlanması zəruridirsə, Əlavə A-ya baxın. Standart məhlulları qurum daxili hazırlanması istisna edilməlidir.

Atmosferdəki karbon qazı standart məhlullarına, xüsusən də qələvi pH-a təsir göstərir. Baş boşluğundakı qazın Headspace-dəki qoruyucu qazla təmizlənməsi sabitliyi artırır. Bütün standart bufer məhlulları üçün qabların tez-tez açılması və bağlanması və kiçik miqdarda məhlul götürmələrdən çəkinin. Reaktiv şüşəsinə ilk açılış vaxtını qeyd edin.

6.3 Maye ilə doldurulmuş istinad elektrodları üçün elektrolitlər. İstehsalçı tərəfindən tövsiyə olunan elektrolit məhlullarından istifadə edin.

6.4 Kalium xlorid məhlulu, c (KCl) = 3 mol/l. KCl məhlulunu istinad elektrodları üçün elektrolit olaraq hazırlamaq üçün uyğun miqdarda bərk kalium xlorid istifadə edin və suda həll edin (6.1).

7 Aparatlar

7.1 Nümunə götürmə butulkası, möhürlənə bilən, düz dibli, polietilen və ya şüşədən olmalıdır, məs. ISO 4796-2, 100 WS təyinatına uyğun olan laboratoriya butulkası. İstifadə olunan tıxac növü nümunə qabından bütün havanın xaric olmasına imkan verməlidir.

7.2 Temperatur ölçmə cihazı, 0,5 ° C -dən çox olmayan ölçü qabiliyyətinə malik olan cihaz. İstilik sensoruna (7.2.2) üstünlük verilir.

7.2.1 0,5 ° C miqyaslı termometr.

7.2.2 pH elektroduna ayrılmış və ya inteqrasiya edilmiş temperatur sensoru, məsələn. Pt 100, Pt 1000 və ya mənfi temperatur əmsalı.

Cihaz səbəbiylə temperatur ölçmə sapmaları kalibrli bir termometrə qarşı düzəldilməlidir.

7.3 pHmeter, tənzimləmə üçün aşağıdakı vasitələri təmin edir:

- a) pH elektrodunun sıfır nöqtəsi (və ya ofset gərginliyi);
- b) pH elektrodunun meyliyi;
- c) pH elektrodunun temperaturu;
- d) giriş müqaviməti $>10^{12} \Omega$.

Üstəlik, pH dəyərinin və ya gərginliyin oxunuşlarını vermək üçün pHmeterin ekranını dəyişdirmək mümkün olacaq.

pH ölçmə cihazında pH dəyərinin oxunması 0,01 və ya daha yaxşı olmalıdır.

pH sayğacının əl ilə və ya avtomatik rutin kalibrəmə ilə təmin edilməsi bu Beynəlxalq Standart çərçivəsində məhdudlaşdırıcı bir xüsusiyyət deyil.

QEYD Satışda olan pHmeteri tərəfindən həyata keçirilən temperatur kompensasiyası Nernst tənliyinə əsaslanır; yeni temperaturdan asılıdır və pH dəyərinin göstərilməsində elektrodların müvafiq nəzəri meyliyi nəzərə alınır. Bununla birlikdə, ölçmə məhlulunun pH dəyərindən temperatur asılılığını kompensasiya etmir.

7.4 Şüşə elektrod və istinad elektrod.

Şüşə elektrodların zəncir sıfır nöqtəsi nominal pH elektrod dəyərindən $\Delta \text{pH} = 0,5$ (istehsalçının elan etdiyi dəyər) çox olmamalıdır. Praktiki meyliyin dəyəri nəzəri yamacın ən azı 95 % -ni təşkil etməlidir.

İstinad elektrodları olaraq elektrolit məhlulları 0,1 ml/gündən 2 ml/günə qədər olan elektrodlardan istifadə edin.

Elektrolit məhlulu olan istinad elektrodları üçün həddindən artıq hidrostatik təzyiqin yaranmasını təmin edin, istinad elektroddakı elektrolitin doldurulma səviyyəsinin müvafiq olaraq bufer məhlulundan və ya ölçmə məhlulundan daha yüksək olmalıdır. Təzyiqli istinad elektrodlarından da istifadə etmək mümkündür.

Məhdud tətbiqlərdə, bərkimiş elektrolit (elektrolit geli və ya elektrolitin polimerizəti) olan istinad elektrodları da istifadə oluna bilər. Elektrodları istehsalçının təlimatlarına uyğun olaraq saxlayın.

Aşağı keçiriciliyə malik nümunələr üçün yüksək elektrolit axılması olan elektrodlardan istifadə edilməlidir. Əgər keçiricilik $> 30 \text{ mS/m}$ -dən çox olarsa, istinad elektrodlarında elektrolit geli və ya polimerizat istifadə etmək də mümkündür. Ümumiyyətlə, elektrolit gəlləri və ya polimerizatlar üçün diafraqma

içerisindəki mübadilənin elektrolitin boşalması ilə deyil, əlaqəli ionların yayılması nəticəsində baş verdiyinə əmin olun.

7.5 Qarışdırıcı Test ilə hava arasında minimum qaz mübadiləsi ilə işləyən qarışdırıcı və ya qarışdırıcı.

8 Nümunə götürmə

Su nümunəsindəki kimyəvi, fiziki və ya bioloji proseslər nəticəsində pH dəyəri sürətlə dəyişə bilər.

Bu səbəbdən, pH dəyərinin dərhal nümunə götürmə nöqtəsində ölçülməsi məsləhət görülür.

Əgər bu mümkün deyilsə, bir nümunə qabında su nümunəsi götürün (7.1).

Nümunə qabını doldurarkən, qaz mübadiləsindən çəkinin, məsələn nümunə ilə ətraf hava arasında karbon qazı.

Qabı tamamilə doldurun və bağlayın, məsələn möhkəm bir tıxac ilə. Nümunələr daşınma və saxlama zamanı sərin yerdə (2 °C-8 °C) və qaranlıqda saxlanılmalıdır (ISO 5667-3).

Nümunə götürmə qabı, suyun dibinə qədər uzanan bir boru vasitəsilə su nümunəsi qabdan daşana qədər doldurulur.

Laboratoriyada pH dəyərini ən qısa müddətdə ölçün. Nümunələr laboratoriyada ölçüldükdə, analiz edilməli olan pH dəyərində olan nəqliyyat və saxlamanın mümkün təsirlərini yoxlayın.

Müəyyən növ su matrisləri üçün nümunə götürmə strategiyalarına xüsusi diqqət yetirin (bax: ISO 5667-3).

Tipik olaraq, nümunə götürmə və nəqliyyat laboratoriyada pH dəyərini ölçərkən əsas qeyri-müəyyənlik faktorlarıdır. Buna görə də ərazidəki ölçmələrin nəticələri çox vaxt daha yüksək müəyyənliyə malik olur.

9 Prosedur

9.1 Hazırlıq

pH elektrodu ilə işləyərkən istehsalçının göstərişlərinə əməl edin. pH elektrodunun funksionallığını vaxtaşırı və sınaqlarla yoxlayın. (9.2).

Kalibrləmə üçün standart bufer məhlullar hazırlayın. Avtomatik bufer identifikasiyası olan cihazlar üçün istehsalçının kalibrləmə təlimatlarına əməl edin.

Nümunənin ölçülməsinin iki bufer dəyərləri arasında olması üçün bufer məhlulları seçin.

Daxili bir temperatur sensoru olmayan bir pH elektrodunu istifadə edərkən, bir temperatur sensorunu test məhluluna batırın.

Ölçmə üçün istehsalçının təlimatlarına uyğun olaraq butulkanı və ya istinad elektrodunu və ya tək çubuqlu pH elektrodunu hazırlayın.

Ölçmə cihazını işə salın; avtomatik bufer identifikasiyası olan cihazlar üçün kalibrləmə məqsədilə hazırlanmış bufer məhlullarının saxlanılan məlumatlarını aktivləşdirin.

Bufer və nümunə məhlullarının temperaturunu ölçün.

Mümkünsə, bufer və nümunə eyni temperaturda olmalıdır.

Temperatur sensoru yoxdursa cihazı ölçmə temperaturuna uyğunlaşdırın.

Bufer məhlullarının pH dəyərlərini mövcud temperaturdan asılı olaraq müvafiq sertifikatlardan götürün (bufer nümunələri üçün Əlavə A-a baxın) və ya avtomatik bufer tanımadan istifadə edin.

9.2 Ölçmə cihazlarının kalibrlənməsi və tənzimlənməsi

İstehsalçının təlimatlarına uyğun olaraq, gözlənilən pH dəyər aralığının bufer məhlullarından istifadə edərək (iki nöqtəli kalibrləmə) pH elektrodunu iki nöqtədə kalibr edin. Daha sonra, müəyyən edilmiş məlumatlara əsaslanaraq cihazları əl ilə tənzimləyin. Avtomatik ölçmə cihazları üçün hazırlanmış bufer məhlullarının ölçü cihazının proqram təminatında saxlanılan bufer məhlullarının məlumatlarına uyğun olmasını təmin edin.

pH elektrodunu və temperatur sensorunu, ümumiyyətlə sıfır nöqtəsini tənzimləmək üçün istifadə olunan pH 7-də olan birinci buferə batırın. Ardından, şüşə elektrodun yaxınlığında sızan istinad elektrolitlərinin səbəb olduğu kalium xloridin zənginləşməsinin qarşısını almaq üçün qarışdırın.

Qarışdırıcını söndürün və ölçmə cihazında kalibrləmə proseduruna başlayın. Avtomatik qurğular ölçmənin sabitliyini müstəqil olaraq müəyyənləşdirir, bu dəyəri saxlayır və sıfır nöqtəsini tənzimləyir.

Əl ilə tənzimlənən cihazlardan istifadə edərkən, istehsalçının təlimatında başqa hal nəzərdə tutulmayıbsa, əvvəlcə pH 7-də sıfır nöqtəsini tənzimləyin.

Su istifadə edərək (6.1) ölçmələrdən əvvəl, ölçmə zamanı və sonra pH elektrodunu və temperatur sensorunu yaxşıca yuyun.

pH elektrodunu ikinci bufer məhlula batırın və qarışdırın. Qarışdırıcını söndürün və ölçmə cihazında ikinci bufer üçün kalibrləmə proseduruna başlayın. Avtomatik qurğular ölçmənin sabitliyini müstəqil olaraq müəyyənləşdirir, bu dəyəri saxlayır və meyilliyi tənzimləyir. Əl ilə tənzimlənən cihazlar üçün, ikinci bufer pH dəyərinə çatmaq üçün meyilliyi tənzimləyin.

İstifadə olunan bufer məhlullarının iki yeni nümunəsində pH elektrodunun tənzimlənməsinin nəticəsini yoxlayın.

Kalibrləmə, istifadə olunan bufer məhlulları ilə deyil, digər bir bufer vasitəsilə yoxlanılmalıdır.

Ölçmələr müvafiq təyin olunmuş nöqtədən 0,03-dən çox kənara çıxmamalıdır. Əks təqdirdə, proseduru təkrarlayın və lazım olduqda pH elektrodunu dəyişdirin.

Kalibrləmə nəticəsində sıfır nöqtəsini və pH elektrodunun meyilliyini ölçmə temperaturu ilə birlikdə qeyd edin.

Geniş bir pH diapazonu üçün pH elektrodunun vəziyyəti və ya bufer məhlullarının keyfiyyəti ilə bağlı məlumat tələb olunarsa, pH elektrodunu iki nöqtədən çox, ümumiyyətlə beş nöqtədə kalibr edin (çox nöqtəli kalibrləmə, baxın İstinad [8]).

9.3 Nümunələrin ölçülməsi

Mümkünsə, nümunələri kalibrləmə zamanı olduğu kimi eyni şəraitdə ölçün və nümunə götürmə butulkasında pH dəyərini təyin edin (7.1).

Məhlulları dəyişdirərkən, pH elektrodunu və ölçmə qabını distillə edilmiş və ya deionlaşdırılmış su ilə (6.1) yuyun, sonra mümkünsə növbəti məhlulu ölçün. Lazım gələrsə proseduru digər nümunələrlə təkrarlayın.

pH ölçmələrinin axın sistemlərindəki operativ ölçmələr, aşağı ion gücü olan suların ölçmələri, yerdəki ölçmələr və artan təzyiq altında olan suların ölçmələri (dəniz suyu; yerüstü sular və sənaye suyu) kimi xüsusiyyətlər Əlavə B, C və D -də təsvir edilmişdir.

Maye palçıqda qatı maddələrin kütləvi konsentrasiyası <5 % olmalıdır.

10 Nəticələrin ifadəsi

Ümumiyyətlə, pH miqdarı üçün dəyər bir onluq ilə ifadə olunur. Yalnız bilinməyən məhlulun tərkibi bufer məhlullarının tərkibinə bənzəyirsə və kalibrlemə keyfiyyəti bunu əsaslandırarsa, ikinci onluğu bildirmək məqsədəuyğundur. Qeyd olunan şərtlər yerinə yetirilməsə də ikinci onluq tələb olunarsa, bu qərarın qəbul edilməsinin səbəbləri test hesabatında göstərilməlidir.

Ölçmə temperaturunu da bildirin.

NÜMUNƏ

pH dəyəri 9,8

Ölçmə temperaturu $\theta = 16,4 \text{ }^\circ \text{C}$

11 Test hesabatı

Test hesabatında ən azı aşağıdakı məlumatlar olmalıdır:

- a) nümunənin tam identifikasiyası üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- b) istifadə olunan nümunə götürmə metodu (bax: Maddə 8);
- c) bu Standarta istinadla birlikdə istifadə edilən test üsulu;
- d) bu Standartda göstərilməyən və ya istəyə bağlı hesab edilən bütün əməliyyat məlumatları ilə birlikdə nəticələrə təsir edə biləcək hər hansı bir hadisənin təfərrüatları;
- e) ölçmə şərtləri;
- f) alınmış test nəticəsi (ləri) (bax Maddə 10).

Əlavə A

(məlumat üçün)

İlkin standart istinad məhlullarının pH dəyərləri

A.1 İlkin standart istinad məhlullarının pH dəyərlərinin temperaturdan asılılığı

Cədvəl A.1 - İstinada [5] uyğun olaraq əsas standart istinad məhlullarının pH dəyərlərinin nümunələri

Temperatur °C	Doymuş kalium hidrogen tartrat	Kalium hidrogen ftalat 0.05 mol/kg	Fosfat 0.025 mol/kg	Boraks 0.01 mol/kg	Sodium karbonat/sod ium hidrogen karbonat 0.025 mol/kg
0	— ^a	4,000	6,984	9,464	10,317
5	— ^a	3,998	6,951	9,395	10,245
10	— ^a	3,997	6,923	9,332	10,179
15	— ^a	3,998	6,900	9,276	10,118
20	— ^a	4,000	6,881	9,225	10,062
25	3,557	4,005	6,865	9,180	10,012
30	3,552	4,011	6,853	9,139	9,966
35	3,549	4,018	6,844	9,102	9,926
37	3,548	4,022	6,841	9,088	9,910
40	3,547	4,027	6,838	9,068	9,889
50	3,549	4,050	6,833	9,011	9,828

a 25 ° C -dən aşağı temperaturda istifadə edilə bilməz.

A.2 Standart istinad məhlullarının genişləndirilmiş qeyri-müəyyənlikləri [pH (S)]

Beynəlxalq razılaşdırılmış əsas bufer məhlullarına (bax DIN 19266 [3]) əlavə olaraq, ikinci dərəcəli, texniki və istifadəyə hazır bufer məhlullar da mövcuddur. Cədvəl A.2 bu bufer üçün istənilən qeyri-müəyyənlikləri göstərir.

Cədvəl A.2 - Standart istinad məhlullarının u[pH(S)] genişlənmiş qeyri - müəyyənlikləri (istinad [7])

Bufer növü	Gözlənilən qeyri -müəyyənlik $k^a=2$
İlkin	0.003 ilə 0.006 arasında

İkinci dərəcəli (birincisi ilə eyni kompozisiya)	0.003 ilə 0.006 arasında
İstifadəyə hazır buferlər, texniki bufer məhlullar (əgər varsa, birincilərdən fərqli kompozisiya)	≤0.01

a Əhatə faktoru.

Əlavə B

(məlumat üçün)

Axın sistemlərində əməliyyat ölçüləri

B.1 Birbaşa kalibrləmə və tənzimləmə

Prosesdən çıxarıla bilən ölçü zəncirləri 9.2 -ə uyğun olaraq tənzimlənir.

B.2 Ölçmə zəncirlərinin dolaylı kalibrlənməsi və tənzimlənməsi

Bu üsul, pH dəyərinin təyin olunacağı mühitdən ölçü zəncirlərinin çıxarılması mümkün olmadıqda və ya böyük səy tələb olunduqda istifadə edilə bilər. İkinci bir pH ölçmə cihazı və ikinci bir pH elektrodundan istifadə etmək lazımdır. Bu metodun qeyri -müəyyənliyi birbaşa düzəlişlə müqayisədə daha yüksəkdir.

İstismara verildikdə 9.2-ə uyğun olaraq tənzimlənərək istifadə olunan proses ölçmə cihazının funksionallığını nümayiş etdirin və sənədləşdirin.

Mümkünsə, proses seriyası ölçmələrinin yaxınlığında ölçüləcək proses suyundan nümunə götürün və o anda proses pH elektrodunun ölçdüüyü dəyəri qeyd edin.

Tənzimlənmiş pH sayğacından istifadə edərək nümunəni ölçün. Nümunə götürmə zamanı qüvvədə olan və proses ardıcılığı ilə əldə edilən pH dəyərini müqayisə edin və pH elektrodunun sıfır nöqtəsini və ya ofset gərginliyini əl ilə təyin edərək ikisini balanslaşdırın (pH sayğacı ilə bağlı istehsalçının məlumatlarına baxın).

Bu bir nöqtəli kalibrləmə olduğundan, proses ölçmə zəncirlərinin praktik meyilliyi müəyyən edilmir. Buna görə pH dəyərlərinin yalnız məhdud bir

diapazonu ölçülə bilər. Proses ölçmə zəncirinin meyliyndəki dəyişikliyi nəzərə alın.

B.3 Ölçmə

Davamlı rutin ölçmə mobil, ümumiyyətlə axan, orta bir cihazda aparıldığı üçün avadanlıqlarla əlaqədar əlavə tədbirlər lazım ola bilər. Ölçmələr artan təzyiqlə altında və/və ya axan bir mühitdə aparılırsa, potensialın dəyişməsi ilə müşayiət olunan sərhəd təbəqələrində və diffuziya proseslərində dəyişikliklər mümkündür. Buna görə də, ölçmələr mümkün qədər vahid olan şəraitdə aparılır. Bu vəziyyətdə, pH dəyərinin ifadəsi mütləq göstərilən dəyərin etibarlı olduğu ölçü şərtləri ilə bağlı məlumatları ehtiva etməlidir.

Xüsusilə keçiriciliyi <10 mS/m olan sular üçün, axınının əvvəlcədən təyin olunduğu və idarə oluna biləcəyi bir ölçü kamerasından istifadə etmək məntiqlidir. Üstəlik, bu cür axın avadanlığı hissəciklərin yığılmasını və çirklənməni minimuma endirir və təmizlənməsi asandır. Məlumatlar prosesin istifadəçisi tərəfindən lazım gəldikdə toplanır.

İstinad elektrodlarında, keçiricilik > 30 mS/m olduqda elektrolit gel və ya polimerizat da istifadə edilə bilər. Qarışdırıcı təsirlərin və ya axının təsirinin azalması üçün elektrolit axılması nöqtələrinin simmetrik tənzimlənməsində ölçmənin dəqiqliyini artırır; lakin bu vacib deyil.

Ümumiyyətlə, elektrolit gəlləri və ya polimerizatlar üçün, diafraqma içərisindəki mübadilənin elektrolitin boşalması ilə deyil, əlaqəli ionların yayılması ilə təmin olunmasını təmin edin. Müxtəlif tərkibli mühitlər arasında dəyişərkən (məsələn, <5 mS/m keçiriciliyi olan suyun davamlı ölçülməsi və bufer məhlulu) əlavə müdaxilə potensialları yarana bilər. Bu hallarda dolayı düzəliş tətbiq etmək daha məqsəduyğun ola bilər.

Davamlı yüksək elektrolit konsentrasiyasını təmin etmək üçün duz rezervuarları olan istinad elektrodlarından istifadə etmək mümkündür.

Qeyri-müəyyənliyə kontribusiyaları hesablamaq üçün, hədəf dəyər, aralıq dəyər və ya orta dəyərlər üçün nəzarət kartlarından əldə edilən dəyərlər istifadə edilə bilər.

Əlavə C

(məlumat üçün)

Sahə ölçməsi (yerində ölçmə)

C.1 Kalibrləmə və tənzimləmə

pH elektrodlarını və pH sayğaclarını 9.2 -ə uyğun olaraq kalibr edin və tənzimləyin.

C.2 Ölçmə

Su nümunəsi üzərində ölçmə aparmadan əvvəl pH elektrodunu deionlaşdırılmış və ya distillə edilmiş su ilə təmizləyin (6.1).

Mümkün olduğu təqdirdə, təyin ediləcək suya elektrodları daxil edin. Güclü su axınlarından çəkinin, ancaq dayanıqlı suda ölçmə zamanı elektrodları yavaş-yavaş hərəkət etdirin. Əks təqdirdə, xarakterik nümunəni ölçmə qabına köçürün, mümkünə qabın dibinə qədər uzanan elastik bir boru vasitəsilə su nümunəsini daşana qədər doldurun. pH elektrodunu batırın.

Birbaşa səth suyunda ölçərkən pH elektrodunu suyun altına mümkün qədər dərinə batırın.

pH elektrodunun batırılmasından əvvəl homogenləşdirmək lazım ola bilər.

Nümunədən qazların çıxmasına və ya havanın udulmasına səbəb ola biləcək güclü qarışdırmadan çəkinin.

Qarışdırmağı dayandırın və ekran sabitləşdikdən sonra nümunənin ölçüsünü oxuyun. Avtomatik sürüşmə idarəetmə ilə ölçmə cihazlarından istifadə edərkən, göstərilən dəyərin sabitləşməsini gözləyin. Lazım gələrsə, digər eyni alt nümunələrlə ölçməni təkrarlayın. Daha yüksək keçiriciliyə malik olan nümunələr üçün ölçmə qabiliyyətinin pH vahidinin 0,1 və ya daha yaxşı olması lazımdır.

Ölçmədən sonra pH elektrodunu deionlaşdırılmış və ya distillə edilmiş su ilə yaxşıca yuyun. Çirkab suların və ya sızıntı sularının nümunələrini ölçərkən, heç olmasa kran suyundan istifadə edin. Şüşə membranda və ya membranda çöküntülərin aradan qaldırılması üçün elektrod istehsalçısının təmizləmə təlimatlarına əməl edin.

Aşağı keçiriciliyə malik nümunələr üçün yüksək elektrolit axıdılması olan elektrodlardan istifadə edilməlidir (bax 7.4).

Əlavə D

(məlumat üçün)

D.1 Kalibrlemə və tənzimləmə

PH elektrodlarını və pH sayğaclarını 9.2 -ə uyğun olaraq kalibr edin və tənzimləyin.

Kalibrlemə, aşağı bufer tutumlu standart bir məhlul ilə yoxlanılmasını tələb edərsə, ya C və ya D bufer məhlulunu duruldun (bax Cədvəl A.1).

D.2 Ölçmə

Aşağı ion gücü (keçiriciliyi 5 mS/m) və aşağı tamponlama qabiliyyəti olan suda pH dəyərinin ölçülməsi xüsusi ölçü şərtləri tələb edir.

Aşağı ion tərkibli nümunələrdə (10^{-3} mol/l), ion tərkibi KCl (1 mol/l) əlavə edilərək 0,01 (10^{-2} mol/l)-dən yuxarı qaldırıla bilər.

pH dəyərini ölçmək üçün xüsusi pH elektrodları lazımdır. Elektrolitin istinad elektrodundan daha çox axılmasını təmin edən diafraqmalı (məsələn, torpaq diafraqmaları) olan istinad elektrodlarının tətbiqi faydalıdır.

Ölçmə məhlulunun müqavimətini və beləliklə səpələnmə sahələrinin təsirini minimuma endirmək üçün ölçmə elektrodu ilə istinad elektrodu arasındakı məsafə kiçik olmalıdır.

Mümkünsə, istinad elektrodundan elektrolit məhlulu ölçmə elektroduna çatmamalıdır. Buna nail olmaq üçün, ölçmə borusundan davamlı yeni ölçmə məhlulunu axıtmalı və axın istiqamətində istinad elektrodunu ölçmə elektrodundan sonra yerləşdirilməlidir.

Aşağı ion tərkibli nümunələrdə pH sayğacının cavab intervalları əhəmiyyətli dərəcədə uzana bilər. İstehsalçının təlimatlarına əməl edin.

Karbon dioksid kimi pH dəyərini təsir edən qazlar nümunədən buraxıla və ya həll edilə bilər; buna görə hava ilə təması minimuma endirin.

Əlavə E
(məlumat üçün)

Performans məlumatları

Cədvəl E.1-dəki statistik məlumatlar 2006-cı ilin mart ayında aparılan laboratoriyalararası sınaq nəticəsində əldə edilmişdir.

Cədvəl E.1 - Performans məlumatları

Numunə	Matris	Kənarlaşmadan təminatdan sonra laboratoriyaların sayı	Kənarlaşmada təminatdan sonra nəticələr sayı	Arılaşdırılanlar sayı	Ümumi orta kənarlaşmalar (olmadan)	Təkrarlanmanın standart sapması	Təkrarlanmanın deyişmə əmsali	Təkrarlanan istehsalın standart sapma sı	Təkrarlanan istehsalın deyişmə əmsali	pH diapazonu ^a
		n_L	n	n_{AP} %	\bar{x}	s_r	$CV(r)$ %	s_R	$CV(R)$ %	
1	İçməli su	15	45	16,7	7,97	0,030	0,37	0,076	0,95	7,86 to 8,12
2	İçməli su	17	51	5,6	6,40	0,011	0,18	0,032	0,50	6,35 to 6,46
3	Çay suyu	17	51	5,6	7,61	0,038	0,50	0,138	1,8	7,32 to 7,83
4	Çay suyu	18	54	0,0	6,36	0,019	0,29	0,053	0,83	6,28 to 6,44
5	Tullantı su	17	51	5,6	7,92	0,029	0,37	0,085	1,1	7,78 to 8,09
6	Tullantı su	18	54	0,0	5,45	0,043	0,78	0,181	3,3	5,06 to 5,75

^a ən aşağıdan ən yüksək laboratoriya aralığına qədər, kənara çıxma olmadan.