

**Suyun Keyfiyyəti - Civənin təyini - Zənginləşdirilmə
ilə və zənginləşdirilmədən atom absorpsiya
spektrometrindən (AAS) istifadə üsulu**

**Water quality - Determination of mercury - Method
using atomic absorption spectrometry (AAS) with
and without enrichment**

LAZIMDIR



Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olmadan tam və ya hissə-hissə yenidən çap oluna, çoxaldıla və yayıla bilməz.

Elçin İsaqzadə küç., 7-ci köndələn

Telefon: +994125149603

Email: office@azstand.gov.az

MÜQƏDDİMƏ

1. Bu standart Azərbaycan Respublikasının Ekologiya və Təbii Sərvətlər Nazirliyi tərəfindən işlənilib hazırlanıb və "Ekologiya" standartlaşdırma üzrə Texniki Komitə (AZSTAND-09) tərəfindən təqdim edilib.

2. Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun _____ sayılı _____ 2024-cü il tarixli qərarı ilə təsdiq edilmişdir.

3. Bu standart ISO 12846:2012(E) beynəlxalq standartı ilə eynidir (İDT).
This standart is identical (İDT) to the International Standard ISO 12846:2012(E).

4. İlk dəfə tətbiq edilir.

5. Dövlət standartında müəyyən edilən tələblərin beynəlxalq standartlara, norma, qayda və tövsiyələrə və digər dövlətlərin müvafiq mütərəqqi milli standartlarına, elm, texnika və texnologiyanın müasir nailiyyətlərinə əsaslanmasını müəyyən etmək üçün standartın dövrü yoxlama müddəti 1 ildir.

MÜNDƏRİCAT

Ön söz	V
Giriş	VI
1 Tətbiq sahəsi	1
2 Normativ istinadlar	2
3 Prinsip.....	3
4 Mane olan amillər	1
5 Nümunələrin toplanması və içməli, yerüstü, yerüstü və yağış suyu nümunələri üçün ilkin emal.....	2
6 Qalay (II) xlorid reduksiyasından və birləşmə yolu ilə zənginləşdirildikdən sonra civənin təyini	3
6.1 Reaktivlər və standartlar	6
6.2 Aparat və alətlər	7
6.3 Instrumental quraşdırma	7
6.4 Prosedur	7
6.5 Hesablama	3
7 Zənginləşdirmədən qalay(II) xlorid reduksiyasından sonra civənin təyini.....	7
7.1 Reaktivlər və standartlar	7
7.2 Aparat və alətlər	8
7.3 Nümunələrin toplanması və içməli, yerüstü, yerüstü və yağış suyu nümunələri üçün ilkin emal.....	12
7.4 Tullantı su nümunələrinin toplanması və ilkin təmizlənməsi	12
7.5 Instrumental quraşdırma.....	12
7.6 Prosedur	12
7.7 Hesablama	12
8 Nəticələrin ifadəsi	12
9 Test hesabatı.....	12
Əlavə A(məlumat üçün) Fəaliyyət məlumatları	13
Bibliografiya.....	15

ÖN SÖZ

ISO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı) milli standartlar orqanlarının (ISO üzv qurumlarının) dünya üzrə federasiyasıdır. Beynəlxalq Standartların hazırlanması işi adətən ISO-nun texniki komitələri vasitəsilə həyata keçirilir. Texniki komitənin yaradıldığı mövzu ilə maraqlanan hər bir üzv qurum həmin komitədə təmsil olunmaq hüququna malikdir. ISO ilə əlaqədə olan dövlət və qeyri-hökumət təşkilatları da işdə iştirak edirlər. ISO bütün elektrotexniki standartlaşdırma məsələlərində Beynəlxalq Elektrotexniki Komissiya (IEC) ilə sıx əməkdaşlıq edir.

Beynəlxalq standartlar ISO/IEC Direktivlərinin 2-ci hissəsində verilmiş qaydalara uyğun olaraq hazırlanır.

Texniki komitələrin əsas vəzifəsi Beynəlxalq Standartları hazırlamaqdır. Texniki komitələr tərəfindən qəbul edilmiş Beynəlxalq Standartların layihələri səsvermə üçün üzv orqanlara göndərilir. Beynəlxalq Standart kimi dərc edilməsi üçün səs verən üzv qurumların ən azı 75%-nin təsdiqi tələb olunur.

Bu sənədin bəzi elementlərinin patent hüquqlarının predmeti ola biləcəyi ehtimalına diqqət yetirilir. ISO bu cür patent hüquqlarının hər hansı və ya hamısının müəyyən edilməsinə görə məsuliyyət daşımır.

ISO 12846 Texniki Komitə ISO/TC 147, *Suyun keyfiyyəti, Alt Komitə SC 2, Fiziki, kimyəvi və biokimyəvi üsullar* tərəfindən hazırlanmışdır.

ISO 12846-nın bu ilk nəşri texniki cəhətdən yenidən işlənmiş nəşrləri (ISO 5666:1999, ISO 16590:2000) ləğv edir və əvəz edir.

GİRİŞ

Təbii su mənbələrində civə birləşmələri ümumiyyətlə 0,1 µq/l-dən az olan çox aşağı konsentrasiyalarda olur. Daha yüksək konsentrasiyalar, məsələn, sənaye çirkab sularında tapıla bilər. Civənin həm qeyri-üzvi, həm də üzvi birləşmələri ola bilər. Civə çöküntülərdə və şlamlarda da toplanır.

Nümunədəki hissəciklərin iştirakı ilə bütün civə birləşmələrini tam parçalamaq üçün əlavə bişirmə proseduru lazımdır. Əvvəlki müqayisə məlumatlarının əhəmiyyətli miqdarı bunu aydın şəkildə nümayiş etdirdiyi təqdirdə əlavə bişirməyə ehtiyac olmur.

Aşağı konsentrasiya diapazonunda etibarlı ölçmələr üçün ən yüksək təmizlikdə reaktivlər, təmiz qablar, laboratoriyada civəsiz hava və çox sabit ölçmə sistemi vacibdir.

Bu Beynəlxalq Standart, mövcud metodların üstünlüklərini yeni təkmilləşdirmələr və texnika ilə birləşdirən AAS tərəfindən civənin əvvəlcədən zənginləşdirmə mərhələsi ilə və ya olmadan təyin edilməsi üçün mövcud standartların ən müasir təftişidir. Aşağıdakı üsullar nəzərə alınır:

A) Zənginləşdirilməmiş üsullar:

- ISO 5666:1999, *Suyun keyfiyyəti — Civənin təyini*;
- EN 1483:2007, *Suyun keyfiyyəti — Civənin təyini — Atom absorbsiya spektrometrindən istifadə etməklə*.

B) Zənginləşdirmə üsulları:

- ISO 16590:2000, *Suyun keyfiyyəti — Civənin təyini — Birləşmə yolu ilə zənginləşdirmə üsulları*;
- EN 12338:1998, *Suyun keyfiyyəti — Civənin təyini — Birləşmə yolu ilə zənginləşdirmə üsulları*.

AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASININ DÖVLƏT STANDARTI

Suyun Keyfiyyəti - Civenin təyini - Zənginləşdirilmə ilə və zənginləşdirilmədən atom absorbsiya spektrometrindən (AAS) istifadə üsulu

AZS ISO 12846:2024

Water quality - Determination of mercury - Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment

Tətbiq edilmə tarixi “ ” “ 2024-cü il

Suyun keyfiyyəti - Civenin təyini - Zənginləşdirilmə ilə və zənginləşdirilmədən atom absorbsiya spektrometrindən (AAS) istifadə üsulu

XƏBƏRDARLIQ – Bu Beynəlxalq Standartda nümunənin mühafizəsi üçün əhəmiyyətli miqdarda istifadə edilən kalium bromat kanserogendir və müvafiq təhlükəsizlik tədbirləri görülməlidir. Hər hansı qalıq bromatın utilizasiyadan əvvəl bromidə azaldılması yolu ilə zərərsizləşdirilməsi üçün ehtiyat tədbirləri görülməlidir.

Bu Beynəlxalq Standartdan istifadə edən şəxslər normal laboratoriya təcrübəsi ilə tanış olmalıdırlar. Bu standart, əgər varsa, onun istifadəsi ilə bağlı bütün təhlükəsizlik problemlərini həll etməyi nəzərdə tutmur. Müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq təcrübələrini qurmaq və hər hansı milli tənzimləmə şərtlərinə uyğunluğu təmin etmək istifadəçinin məsuliyyətidir.

VACİBDİR - Bu Beynəlxalq Standarta uyğun olaraq aparılan sınaqların müvafiq ixtisaslı işçi heyəti tərəfindən həyata keçirilməsi tamamilə vacibdir. Civə və civə birləşmələri çox zəhərliyədir. Tərkibində civə olan və ya ola bilən nümunələr və məhlullarla işləyərkən son dərəcə ehtiyatlı olmaq lazımdır.

1 TƏTBİQ SAHƏSİ

Bu Beynəlxalq Standart içməli, yerüstü, qurut, yağış və tullantı sularında civenin təyini üçün iki üsulu müəyyən edir. Birinci üsul üçün (6-cı bənddə təsvir edilmişdir) Hg-nin, məsələn, qızıl/platin adsorberində birləşmə yolu ilə zənginləşdirmə mərhələsi istifadə olunur. 7-ci bənddə verilmiş metod üçün zənginləşdirmə mərhələsi buraxılmışdır.

Metodun seçimi mövcud avadanlıqdan, matrisdən və maraq dairəsindən asılıdır. Hər iki üsul suda civenin təyini üçün uyğundur. Zənginləşdirmə metodu (6-cı bəndə baxın) adətən 0,01 µq/l-dən 1 µq/l-ə qədər praktiki iş diapazonuna malikdir. Validasiya sınağının iştirakçıları tərəfindən bildirilmiş kəmiyyət həddi (KH) (bax. Əlavə A) 0,008 µq/l olmuşdur. KH-dakı bu məlumat bu Beynəlxalq Standartın istifadəçisinə istiqamət verir və laboratoriyaya aid xüsusi məlumatlara əsaslanan performans məlumatlarının qiymətləndirilməsini əvəz etmir. Nəzərə almaq lazımdır ki, xüsusi alətlərlə (məsələn, tək civə analizatorları) daha aşağı KH-lara nail olmaq mümkündür.

Zənginləşdirməsiz metod (7-ci bənddə) adətən 0,05 µq/l-dən başlayan praktik iş diapazonuna malikdir. Qiymətləndirmə sınağının iştirakçıları tərəfindən bildirilmiş KH (Əlavə A-ya baxın) 0,024 µq/l olmuşdur. Zənginləşdirmə mərhələsini buraxmaqla və/yaxud nümunə(ləri) durulaşdırmaqla daha yüksək konsentrasiyaların müəyyən edilib-edilməməsi xüsusi tətbiq əsasında istifadəçinin ixtiyarındadır. Hər iki metodun həssaslığı seçilmiş iş şəraitindən asılıdır.

Əvvəlcədən konsentrasiya olmadan 0,002 µq/l-ə qədər çox aşağı Hg konsentrasiyalarını təyin etmək üçün başqa bir imkan atom flüoresan spektrometriyasının tətbiqidir (bax: ISO

17852). Xüsusi atom-udma civə analizatorları əvvəlcədən konsentrasiya olmadan 0,010 µq/l-ə qədər müəyyən etməyə imkan verir.

Ümumiyyətlə, Hg-nin iz konsentrasiyalarının AAS (və ya AFS) ilə müəyyən edilməsi laboratoriyada təmiz iş şəraitindən və əhəmiyyətsiz aşağı Hg blankları ilə yüksək təmizlikli kimyəvi maddələrin istifadəsindən asılıdır.

QEYD: Bu Beynəlxalq Standart, müvafiq şəraitdə yerinə yetirilən əlavə bişirilmə addımından və uyğun metodun yoxlanılmasından sonra sənaye və məişət tullantı sularına tətbiq oluna bilər (bax 7.4). Anaerob azaldıcı sənaye tullantıları üçün potensial nümunənin dayanıqlığı məsələsi (civə itkisi) hərtərəfli nəzərdən keçirilməlidir.

2 NORMATIV İSTİNADLAR

Aşağıdakı sənədlər tam və ya qismən bu sənəddə normativ olaraq istinad edilir və onun tətbiqi üçün zəruridir. Tarixli istinadlar üçün yalnız istinad edilən nəşr tətbiq edilir. Tarixsiz istinadlar üçün istinad edilən sənədin ən son nəşri (hər hansı düzəlişlər daxil olmaqla) tətbiq edilir.

ISO 3696, *Analitik laboratoriya istifadəsi üçün su — Spesifikasiya və sınaq üsulları*

ISO 5667-1, *Suyun keyfiyyəti — Nümunə götürmə — 1-ci hissə: Nümunə alma proqramlarının dizaynı və seçmə üsulları üzrə təlimat*

ISO 5667-3, *Suyun keyfiyyəti — Nümunə götürmə — 3-cü hissə: Su nümunələrinin mühafizəsi və işlənməsi*

ISO 8466-1, *Suyun keyfiyyəti — Analitik metodların kalibrlənməsi və qiymətləndirilməsi və performans xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsi - 1-ci hissə: Xətti kalibrləmə funksiyasının statistik qiymətləndirilməsi*

ISO 8466-2, *Suyun keyfiyyəti — Analitik metodların kalibrlənməsi və qiymətləndirilməsi və performans xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsi - 2-ci hissə: Qeyri-xətti ikinci dərəcəli kalibrləmə funksiyaları üçün kalibrləmə strategiyası*

3 PRİNSİP

Mono və ya ikivalentli civə və üzvi civə birləşmələri də $\text{KBrO}_3\text{-KBr}$ ilə oksidləşmə yolu ilə ikivalentli civəyə çevrilir və sonra turşu mühitində qalay(II)xlorid vasitəsilə elementar formaya salınır.

Sonra inert qaz və ya civəsiz hava axınının köməyi ilə elementar civə məhluldan çıxarılır.

Alternativ olaraq, nümunələr bixromat/ HNO_3 ilə saxlanıla və müvafiq şəraitdə bişirilə bilər (məsələn, kalium permanqanat/kalium peroksodisulfatdan istifadə etməklə). Bu texnika bu Beynəlxalq Standartın bir hissəsi deyil və ona görə də istifadəçi tərəfindən müvafiq qaydada təsdiq edilməlidir.

Zənginləşdirmə mərhələsi tətbiq edilərsə, civə (atom buxarı şəklində) tərkibində cüzi miqdarda civə olan inert qaz axınında uyğun qızdırıcı və adsorbent (məsələn, qızıl-platin cuna) olan kvars boruya daşınır, adsorbsiya olunur.

İstifadəçi məqsədə uyğunluğunu nümayiş etdirdiyi halda birləşmə prinsipinə əsaslanan digər adsorbentlərə icazə verilir.

Civə daha sonra adsorbentin sürətli qızdırılması ilə (minimum 600 °C-də desorbsiya) buraxılır və daha sonra daşıyıcı qaz axınında absorbanın radiasiya şüasında 253,7 nm-də ölçüldüyü udma hüceyrəsinə daşınır. atom udma spektrometri. Konsentrasiyalar kalibrləmə əyrisindən və ya standart əlavə metodundan istifadə etməklə hesablanır.

Zənginləşdirmə mərhələsi buraxılırsa, civə birbaşa küvetə daşınır. Absorbanlar həmçinin 253,7 nm dalğa uzunluğunda ölçülür.

4 MANE OLAN AMİLLƏR

Civə ilə nümunə götürmə və reaksiya qablarının divarlarında mübadilə reaksiyalarının, yeni adsorbsiya və desorbsiyaların baş verməsi riski var. Buna görə də 6.2.5.2-dəki təlimatlara dəqiq əməl edilməlidir.

Civə buxarı müxtəlif plastiklər vasitəsilə yayıla bilər; boru materialının seçimində bu fenomen nəzərə alınmalıdır. Şüşə və ya xüsusi plastik borular, məsələn, FEP boruları [FEP = perfluoro(etenpropen)] istifadə edilməlidir. Silikon borular, məsələn, uyğun deyil.

Qızıl, gümüş və platin kimi asanlıqla azaldıla bilən elementlər elementar civə ilə birləşir və buna görə də təzyiçə səbəb ola bilər. Bundan əlavə, yodid civə siqnalının ciddi şəkildə boğulmasına səbəb olan əhəmiyyətli bir müdaxilədir.

Uçucu üzvi maddələr UB (UV) diapazonunu udmaq qabiliyyətinə malikdir və bunu kompensasiya etmək üçün avtomatik fon korreksiyasından istifadə edilsə də, bu, siqnalın səsküy nisbətinin pisləşməsi ilə nəticələnir.

Civə buxarının azaldılması və soyulmasından əvvəl bütün məhlullar eyni temperatura (<25 °C) gətirilməlidir. Küvet pəncərələrində suyun kondensasiyasının qarşısı alınmalıdır, məsələn, kyuvetanı, məsələn, infraqırmızı lampa ilə qızdırmaqla.

QEYD: Qalay(II) xlorid aparatın qalayla geniş şəkildə çirklənməsinə səbəb olur. Eyni sistemdə daha sonra qalay müəyyən edilməli olduqda əhəmiyyətli müdaxilələr baş verir.

Cədvəl 1-də müdaxiləyə səbəb olmadığı məlum olan ölçmə məhlulunda bəzi matris elementlərinin yol verilən maksimum konsentrasiyaları təqdim edilir. Verilmiş konsentrasiyalardan yuxarı sadalanan elementlər orijinal siqnalı 10%-dən çox azaltmaqla əhəmiyyətli müdaxilələrə səbəb ola bilər. Müdaxilə effektləri 100 nq/l standartla sınaqdan keçirilmişdir.

Cədvəl 1 Ölçmə məhlulunda bəzi matrisin elementlərinin yol verilən konsentrasiyaları

Bərpaedici	Dəyərlər mq/l
Orta	SnCl ₂ (6.1.8) 0,5 mol/l HCl
Element	
Cu(II)	500
Ni(II)	500
Ag(I)	1
I(-I)	0,1
As(V)	0,5
Bi(III)	0,5
Sb(III)	0,5
Se(IV)	0,05

5 İÇMƏLİ, YERÜSTÜ, YERALTI VƏ YAĞIŞ SUYU NÜMUNƏLƏRİNİN TOPLANMASI VƏ İLKİN EMALI

Yalnız ISO 5667-1 və ISO 5667-3-də göstəriləyi kimi 6.2.5.2-də göstərilən nümunə götürmə qablarından istifadə etməklə nümunə götürməni həyata keçirin.

Nümunə götürmə qabında civə olmadığına və adsorbsiya və ya diffuziya nəticəsində civə itkisinə səbəb olmadığına əmin olun.

Aşağıdakı yanaşma ilə nümunələrin laboratoriyaya çatdırılmasından sonra kombine edilmiş qorunma və emal mərhələsi həyata keçirilir.

100 ml nümunəyə 1,0 ml xlorid turşusu (6.1.7) əlavə etməklə nümunələri stabilləşdirin, yaxşı olar ki, sahədə nümunə götürmə zamanı. Sahə nümunəsi zamanı turşu ilə işləməkdən qaçmaq və çirkənmə riskini minimuma endirmək üçün nümunə götürməzdən əvvəl xlorid turşusunun (6.1.7) laboratoriyada şüşəyə qoyulması tövsiyə olunur. Bu halda şüşə əvvəlcə nümunə ilə yuyulmadan doldurulmalıdır. Nümunələr laboratoriyaya gəldikdən sonra 100 ml nümunəyə 2 ml kalium bromid/kalium bromat reaktivi (6.1.4) əlavə edin. Nümunələr toplandıqdan sonra 48 saat ərzində saxlanılmalıdır. Bromid/bromat reaktivinin əlavə edilməsi üçün icazə verilən maksimum vaxt yığıldıqdan sonra 6 gündür. Nümunələrin ən azı 30 dəqiqə dayanmasına icazə verin. Sərbəst brom səbəbiylə sarı rəng 30 dəqiqədən sonra itərsə, daha 1 ml kalium bromid/kalium bromat reaktivi (6.1.4) əlavə edin və nümunələrin daha 30 dəqiqə dayanmasına icazə verin.

QEYD: Reaktivin əlavə edilməsi nəticəsində yaranan nümunənin durulaşma əmsalını hesablamaq üçün nümunənin həcmi, məsələn, həm tam nümunə şüşəsini, həm də boş və quru nümunə şüşəsini çəkməklə müəyyən edilə bilər.

XƏBƏRDARLIQ - Nümunə götürən işçilər üçün potensial təhlükəyə görə nümunəyə bromat/bromid reaktivi laboratoriyada əlavə etmək məqsədəuyğundur.

Nəzərə alın ki, həcmnin korreksiyası vacibdir.

Eyni miqdarda reaktivlərdən ibarət blank (boş nümunə) (6.1.9) hazırlayın və müvafiq nümunə ilə birlikdə təhlil edin. Nümunələrə əlavə olaraq kalium bromid/kalium bromat reaktivi (6.1.4) əlavə olunarsa, kalibrlemə üçün istifadə olunan standartlara da eyni miqdarda əlavə edilməlidir.

Konservləşdirilmiş nümunələr saxlanacaqsa, onları toplandıqdan sonra 2 həftə ərzində təhlil edin. Maksimum saxlama müddəti yığıldıqdan sonra 4 həftədir. Nümunənin qeyri-kafi sabitliyinin göstəricisi sərbəst bromun artan istehlakı nəticəsində yaranan rəngsizləşmədir.

Bütün su nümunələri üçün sahə blankı hazırlayın və tələb olunduğu kimi təhlil edin. Nümunələrin toplanmasında istifadə edildiyi kimi eyni tipli qabdan və eyni miqdarda bütün reaktivlərdən istifadə edin. Boş sahə nümunəsinə blank nümunə kimi yanaşın.

Əgər tullantı suları təhlil ediləcəksə, nümunələrin ilkin təmizlənməsi ilə bağlı 7.4-ə baxın.

6 QALAY (II) XLORİD REDUKSİYASINDAN VƏ BİRLƏŞMƏ YOLU İLƏ ZƏNGİNLƏŞDİRİLDİKDƏN SONRA CİVƏNİN TƏYİNİ

6.1 Reaktivlər və standartlar

Reaktivlər və suda civə qarışığı ola bilər. Yüksək həssaslıq üçün ultra təmiz reaktivlərdən və ya təyin olunan məhlulda civənin ən aşağı konsentrasiyasından az civə saxlayan reaktivlərdən istifadə edin.

6.1.1 Su, bütün nümunə preparatları və durulaşmalar üçün İSO 3696-da göstəriləndiyi kimi 1-ci dərəcəli tələblərə cavab verən təmizliyə malik.

6.1.2 Kalium bromat məhlulu, $c(\text{KBrO}_3) = 0,033 \text{ 3 mol/l}$.

1,39 q kalium bromatı 250 ml suda həll edin (6.1.1). Kalium bromat, lazım gələrsə, mufel sobasında gecə ərzində $250 \text{ }^\circ\text{C} \pm 20 \text{ }^\circ\text{C}$ -də qızdırılaraq təmizləne bilər.

Məhlul təxminən 1 ay stabildir.

6.1.3 Kalium bromid məhlulu, $c(\text{KBr}) = 0,2 \text{ mol/l}$.

5,95 q kalium bromidi 250 ml suda həll edin (6.1.1). Lazım gələrsə, kalium bromid mufel sobasında gecə ərzində $300 \text{ }^\circ\text{C} \pm 20 \text{ }^\circ\text{C}$ -də qızdırmaqla təmizləne bilər.

Həll təxminən 1 ay stabildir.

6.1.4 Kalium bromid/kalium bromat reaktivi.

Bərabər həcmdə kalium bromat (6.1.2) və kalium bromid məhlulu (6.1.3) qarışdırılır. 200 ml ümumi həcm 100 nümunəni bişirməyə imkan verəcəkdir.

QEYD: Kalium bromat/bromid ehtiyat məhlulu üçün əvvəlcədən qarışdırılmış ampulalar ticarətdə mövcuddur. Bu reaktivin tərkibində cüzi civə konsentrasiyaları olduğu aşkar edilmişdir.

Reaktiv bir neçə gündən bir neçə həftəyə qədər sabit qala bilər. Bu məqam yoxlanılmalıdır. Məhlul rəngsiz olmalıdır.

6.1.5 Hidroksilammonium xlorid məhlulu, $\rho(\text{NH}_4\text{ClOH}) = 120 \text{ q/l}$.

6,0 q hidroksilammonium xlorid suda (6.1.1) 50 ml-lik ölçülü kolbada həll edilir və xəttə qədər artırılır. Bu məhlul 1,0 ml SnCl_2 məhlulu (6.1.8) əlavə edilməklə və Hg-siz N_2 ilə 500 ml/dəq sürətlə təmizləne bilər. Axın inyeksiya sistemləri məhlulun təmizlənməsi üçün daha az SnCl_2 tələb edə bilər. Məhlul təxminən 1 ay stabildir.

QEYD: Askorbin turşusu məhlulu (L-askorbin turşusu, 100 q/l) da icazə verilir. Bu bərpa prosedurunun məqsədlərinə uyğunluğunu nümayiş etdirmək Beynəlxalq Standartın istifadəçisindən asılıdır.

6.1.6 Nitrat turşusu, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ q/ml}$.

QEYD: Nitrat turşusu həm $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ q/ml}$ [$w(\text{HNO}_3) = 650 \text{ q/kq}$], həm də $\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ q/ml}$ [$w(\text{HNO}_3) = 690 \text{ q/Kq}$] şəklində mövcuddur. Hər ikisi də civə tərkibinin əhəmiyyətsiz olması şərtilə bu üsulda istifadə üçün uyğundur.

Reaktivlər və suda civə qarışığı ola bilər. Yüksək həssaslıq üçün ultra təmiz reaktivlərdən və ya ən aşağı analit konsentrasiyası ilə müqayisədə xüsusilə aşağı civə tərkibli reaktivlərdən istifadə edin.

6.1.7 Xlorid turşusu, (HCl), $w(\text{HCl}) = 360 \text{ q/kq}$ [$\rho(\text{HCl}) = 1,19 \text{ q/ml}$].

Metodun iş diapazonundan asılı olaraq nümunəni və standartları sabitləşdirmək üçün istifadə edilən xlorid turşusu aşağıdakı prosedurdan istifadə etməklə daha da təmizləne bilər.

1 l turşuya 1 ml qalay (II) xlorid məhlulunu (6.1.8) əlavə edin. Məhlulu arqon, azot və ya hava ilə üfürün, məs. 15 dəqiqə ərzində 2 l/dəq axın sürətində. HCl-də ilkin SnCl_2 konsentrasiyası 0,002 % təşkil edir.

6.1.8 Qalay(II) xlorid məhlulu, $\rho(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 20 \text{ q/l}$.

50 ml xlorid turşusuna 10,0 q qalay (II) xlorid dihidrat əlavə edin (6.1.7). Həll etmək üçün qızdırın. 500 ml su ilə durulaşdırılır (6.1.1). Hər hansı civə izlərini aradan qaldırmaq üçün məhlulu arqon və ya azotla üfürün, məs. 15 dəqiqə ərzində 2 l/dəq axın sürətində.

QEYD: Bu məhlulun hazırlanması üçün istifadə edilən xlorid turşusu analitik dərəcəli ola bilər, çünki mövcud olan hər hansı civə üfürülmə zamanı çıxarılır.

6.1.9 Reaktiv blankı.

Hər 100 ml üçün 1,0 ml xlorid turşusu (6.1.7) və 2 ml kalium bromid/kalium bromat reaktivi (6.1.4) olan məhlul hazırlayın. Nümunə və standart hazırlıq üçün istifadə olunan eyni reaktivlərin blankı hazırlamaq üçün istifadə edilməsi vacibdir. Blanka nümunə kimi yanaşın.

Davamlı axın sistemində reaktiv blankı avtomatik müdaxilələrin çıxarılması üçün fon kimi işlədilir. Bu məhlulda civə olub-olmaması yoxlanılmalı və bildirilən kəmiyyət limitindən (KH) iki dəfə artıq olduğu aşkar edilərsə, rədd edilməli və məqbul dərəcədə aşağı civə konsentrasiyası olan reaktivlərdən istifadə etməklə yenidən hazırlanmalıdır.

6.1.10 Civə standart məhlulları.

Bütün standartlar nümunələr kimi kalium bromid/kalium bromat reaktivinin (6.1.4) eyni konsentrasiyasını ehtiva etməlidir. Bromid səviyyəsinin artması civə signalını boğur.

6.1.10.1 Civə standart məhlulu A, $\rho(\text{Hg}) = 1000 \text{ mq/l}$.

Satışda mövcud olan kəmiyyət standart məhlullarından istifadə edin. Bu məhlul ən azı 6 ay davamlıdır.

Alternativ olaraq, ultra-saf kimyəvi maddələrdən (99,99 %/99,999 % kütlə payı təmiz) hazırlanmış məhluldan istifadə edin. 0,135 4 q civə (II) xlorid HgCl_2 -ni 20 ml suda həll edin (6.1.1). 5 ml nitrat turşusu (6.1.6) əlavə edin və 100 ml su ilə durulaşdırın (6.1.1).

XƏBƏRDARLIQ - Qeyri-üzvi duzu qurutmayın, o, çox zəhərli və uçucudur.

6.1.10.2 Civə standart məhlulu B, $\rho(\text{Hg}) = 10 \text{ mq/l}$.

1 ml ehtiyat məhlulu A (6.1.10.1) həcmli borosilikat kolbasında reaktiv blankı (6.1.9) ilə 100 ml-ə qədər durulaşdırılır. Həftəlik hazırlayın.

6.1.10.3 Civə standart məhlulu C, $\rho(\text{Hg}) = 100 \text{ µq/l}$.

1 ml standart məhlulu B (6.1.10.2) həcmli borosilikat kolbasında reaktiv blankı (6.1.9) ilə 100 ml-ə qədər durulaşdırılır. Məhlulu istifadə günü hazırlayın.

6.1.10.4 Civə standart məhlulu D, $\rho(\text{Hg}) = 1 \text{ µq/l}$.

1 ml standart məhlulu C (6.1.10.3) həcmli borosilikat kolbasında reaktiv blankı (6.1.9) ilə 100 ml-ə qədər durulaşdırılır. Hər bir ölçmə seriyasından əvvəl məhlulu təzə hazırlayın.

6.1.10.5 Kalibrləmə standartları.

D standart məhlulunun ardıcıl durulaşdırılması ilə maraq dairəsini əhatə edən minimum beş civə kalibrləmə standartını hazırlayın (6.1.10.4). Hər bir kalibrləmə standartı 100 ml borosilikat ölçülü kolbalarda hazırlanır və hər birinə 1,0 ml xlorid turşusu (6.1.7) və 2 ml kalium bromid/kalium bromat reaktivi (6.1.4) əlavə olunmalıdır. Əgər plastik kolbalar civə (0) buxarını keçirə bilərsə, onlardan istifadə edilməməlidir. İstifadə günündə hazırlayın.

Reaktiv blank məhlulunun matrisi standart məhlulların matrisi ilə eyni olmalıdır. Məsələn, 0,01 µq/l - 0,1 µq/l konsentrasiya diapazonu üçün aşağıdakı kimi davam edin:

Müvafiq olaraq civə standart məhlulu D (6.1.10.4)-dən 1 ml, 3 ml, 5 ml, 7 ml və 10 ml götürməklə və onu reaktiv blankı (6.1.9) ilə dəqiqliklə 100 ml-ə qədər durulaşdırmaqla 0,010 µq/l, 0,030 µq/l, 0,050 µq/l, 0,070 µq/l və 0,100 µq/l konsentrasiyalı beş kalibrləmə standartını hazırlayın.

Məsələn, 0,005 µq/l - 0,050 µq/l konsentrasiya diapazonu üçün aşağıdakı kimi davam edin.

D (6.1.10.4) civə ehtiyat məhlulundan müvafiq olaraq 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 4 ml və 5 ml götürməklə və onu reaktiv blankı (6.1.9) ilə dəqiqliklə borosilikat ölçülü kolbalarda 100 ml-ə qədər durulaşdırmaqla 0,05 µq/l, 0,010 µq/l, 0,020 µq/l, 0,040 µq/l və 0,050 µq/l konsentrasiyalı kalibrləmə standartları hazırlayın.

6.1.11 Nitrat turşusu təmizləyici qarışığı.

Nitrat turşusunu (6.1.6) bərabər həcmdə su (6.1.1) ilə durulaşdırın.

6.1.12 Kalium bromid/kalium bromat təmizləmə qarışığı.

Hər 100 ml üçün suda (6.1.1) əlavə olunacaq 1,0 ml xlorid turşusu (6.1.7) və 2 ml kalium bromid/kalium bromat reaktiv (6.1.4) olan məhlul hazırlayın. Lazım olduğu kimi hazırlayın və möhürləyin.

6.2 Cihaz və avadanlıqlar

İstifadədən əvvəl bütün şüşə qabları durulaşdırılmış nitrat turşusu (6.1.6), sonra bir neçə dəfə su ilə (6.1.1) yaxşıca yuyun.

6.2.1 Atom absorbsiya spektrometri.

Atom absorbsiya spektrometri (AAS) ilə təchiz olunmalıdır:

- avtomatlaşdırılmış axın vurulması və ya fasiləsiz axın (6.2.3) və ya əl və ya yarı avtomatik partiya sisteminə əsaslanan uyğun soyuq buxar generasiya sistemi;
- kvarts və ya
- şüşə boru atomizatoru;
- fon düzəlişi.

Avtomatlaşdırılmış müstəqil civə axını sistemləri də uyğundur. Onlar daha aşağı konsentrasiya diapazonuna imkan verir. Bütün sistemlər üçün məqsədə uyğunluğu nümayiş etdirmək istifadəçidən asılıdır.

6.2.2 Civənin təyini üçün şüalanma mənbəyi.

$\lambda = 253,7$ nm civə rezonans xəttində intensiv şüalanma yayan mənbə, məsələn:

- içi boş katod lampası;
- gücləndirilmiş içi boş katod lampası;
- elektrodsuz boşalma lampası;
- aşağı təzyiqli civə lampası;
- yüksək ayırdetmə ilə birlikdə davamlı şüalanma mənbəyi (məsələn, ksenon qısa qövs lampası)

AA-spektrometr.

6.2.3 Davamlı axınlı buxar generatoru.

Əsasən aşağıdakılardan ibarət uyğun civə aksesuarından istifadə edin:

6.2.3.1 Peristaltik nasos, mäs. dörd kanal üçün nümunə, tullantı, reduksiya məhlulu və daşıyıcı məhlulu ayrıca pompalamaq üçün boru ilə.

6.2.3.2 Klapanlar, qaz axınının seçilməsi üçün.

6.2.3.3 İnteqrasiya olunmuş kütlə axını tənzimləyicisi, sistem proqram təminatı vasitəsilə daşıyıcı qaz axınının idarə edilməsinə və monitorinqinə imkan verən.

6.2.3.4 Reaksiya borusu və ya reaksiya kamerası, reaktiv axınlarının qarışdırmaq və civəni (I/II) Hg(0) vəziyyətinə salmaq üçün

6.2.3.5 Qaz/maye ayırıcı, qazı mayedən ayırmaq üçün.

6.2.3.6 Məlumat stansiyasına nəzarət, müvafiq kompüter və idarəetmə sistemi ilə tam avtomatik seçmə əməliyyatını təmin edən.

6.2.3.7 Avtomatik nümunə götürən.

Davamlı axın prinsipi hər nümunədən sonra reaksiya borusu və ya reaksiya kamerasının (6.2.3.4) təmizlənməsi ehtiyacını aradan qaldırır.

6.2.4 Uyğun qızdırılan kvars borusu və birləşmə ilə zənginləşdirməyə imkan verən adsorbent (məsələn, qızıl-platin cuna).

İstifadəçi məqsədə uyğunluğunu nümayiş etdirdiyi təqdirdə birləşməyə imkan verən digər adsorbentlərə icazə verilir. Hg-nin desorbsiyası 600 °C-də (minimum temperaturda) aparılmalıdır.

6.2.5 Laboratoriya avadanlığı.

6.2.5.1 Ümumi.

Çox aşağı konsentrasiyalarda civənin təyini üçün çirklənmə və itki kritik əhəmiyyət kəsb edir. Potensial çirklənmə mənbələrinə düzgün təmizlənməmiş laboratoriya aparatları və laboratoriya mühitində ümumi çirklənmə daxildir. Mikroelement nümunələri ilə işləmək üçün təmiz laboratoriya iş sahəsi istifadə edilməlidir. Havanın keyfiyyətinə xüsusi diqqət yetirilməlidir. Laboratoriya havasının nümunələrdəki analit konsentrasiyası ilə müqayisədə əhəmiyyətsiz dərəcədə aşağı Hg blankına malik olmasını təmin etmək lazımdır. Nümunə ilə təmasda olan bütün təkrar istifadə edilə bilən laboratoriya alətləri istifadə etməzdən əvvəl təmizlənməlidir. Laboratoriya avadanlıqları nitrat turşusu ilə təmizləyici qarışıqda (6.1.11) ən azı 48 saat isladılmalıdır və üç dəfə su ilə yuyulmalıdır (6.1.1). Bundan sonra laboratoriya qabını kalium bromid/kalium bromat təmizləyici qarışığı (6.1.12) ilə doldurun və 24 saat saxlayın. Sərbəst bromu çıxarmaq üçün artıq hidrosilammonium xlorid məhlulu (6.1.5) əlavə edin, boşaltın və üç dəfə su ilə yuyun (6.1.1). Birdəfəlik (bir dəfə istifadə olunan) plastik laboratoriya ləvazimatlarında cüzi civə çirklənməsi müəyyən edildiyi halda, xüsusi təmizləmə tələb olunmur. Təmizlənməmiş laboratoriya qabları təkrar çirklənmədən qorunmalı və istifadəyə hazır olana qədər təmiz yerdə saxlanmalıdır.

6.2.5.2 Saxlama/nümunə emalı şüşələri.

Nümunələrin saxlanması, toplanması və emalı üçün, məsələn, flüorlu etilen propilen (FEP), borosilikat şüşə və ya kvarsdan hazırlanmış nümunə qabları tövsiyə olunur. Hg buxarının qapaqaltı yivlər vasitəsilə buxarlanmasının qarşısını almaq üçün şüşələrdə qaz keçirməyən qapaqların olması vacibdir.

6.3 Instrumental tənzimləmə

Alət istehsalçısının təlimatında göstəriləndiyi kimi cihazları konfigurasiya edin.

İstifadə günü boruları yoxlayın və lazım olduqda dəyişdirin. Avtomat nümunə götürən (avtosampler), buxar generatoru və şüşə boru atomizatoru arasındakı bütün boru məsafələri minimum uzunluqda saxlanılmalıdır.

Reaktiv rezervuar(lar)ını reaktiv blankı (6.1.9) və qalay(II) xlorid məhlulu (6.1.8) ilə doldurun.

Pompanı işə salın və məhlulların borulardan düzgün və sabit axın nisbətində vurulduğundan əmin olun. Qalay (II) xlorid məhlulunun (6.1.8) blanka/nümunə axını nisbəti vacibdir və ardıcıl olmalıdır.

Lazımı qaz axını təmin etmək üçün inert qazı yandırın. Axın sürətləri alət istehsalçısının tövsiyələrinə uyğun olaraq təyin edilməlidir.

6.4 İşin gedişi

Kəmiyyət təhlili üçün alət proqram təminatının icrası prosedurlarını tərtib edin. Alət istehsalçısının tövsiyələrinə uyğun olaraq davamlı axınlı buxar generatoru (6.2.3) və zənginləşdirmə sistemi (6.2.4) üçün işləmə prosedurlarını qurun.

Ölçməni həyata keçirməzdən dərhal əvvəl 10 ml nümunə, standart və ya reaktiv blank

məhlulu (6.1.9) üçün 100 µl hidrosilammonium xlorid məhlulu (6.1.5) əlavə edin. Bu, nümunədən sarı rəngin yox olması artıq bromun çıxarılmasını göstərir. Əlavə kalium bromid/kalium bromat reaktiv (6.1.4) olan nümunələr və blanklardan artıq bromu çıxarmaq üçün əlavə hidrosilammonium xlorid məhlulu (6.1.5) də lazım ola bilər.

Qaz/mayə separatoruna axan reaktiv blankı (6.1.9) və qalay (II) xlorid (6.1.8) ilə sabit udma fonuna nəzarət edərək sistemin tarazlaşdırılmasını təmin edin. Əgər kifayət qədər gözləməsək, detektorun fon xətti analiz dövrü ərzində dəyişə bilər.

Tələb olunan prosedurdan istifadə edərək standartları, nümunələri və blankları ardıcıl olaraq təhlil edin və ya aşağıdakı qaydada təhlili avtomatik həyata keçirin.

Standartlar, nümunələr və blankları avtomatik nümunə götürmə qabına yükləyin və avtomatik nümunə götürmə proqramını işə salın. Nümunə axını daxilində reaktiv blankının təhlili çirklənmənin baş verib-vermədiyini müəyyən edəcək. Əhəmiyyətli dərəcədə çirklənmə aşkar edilərsə, analitik nəticələr şübhə altına düşə bilər.

Civə konsentrasiyaları diapazondan kənarında olan nümunələr üçün yeni sınaq hissələrini elə durulaşdırın ki, onların konsentrasiyası kalibrlemə diapazonuna uyğun olsun. Alternativ olaraq, 7-ci bəndə uyğun olaraq nümunələri yenidən təhlil edin (zənginləşdirmədən). Əgər bişirilmiş nümunə durulaşdırılırsa, həlledici kimi reaktiv blank məhlulundan (6.1.9) istifadə edin.

6.4.1 Standart kalibrlemə metodundan istifadə etməklə təhlil

Kalibrlemə əyrisini aşağıdakı kimi qurun.

6.1.10.5-ə uyğun olaraq civə kalibrlemə məhlullarını hazırlayın. Kalibrlemə və reaktiv boş məhlullarının absorpsiyasını ölçün.

Əldə edilmiş nəticələr seriyasından xətti kalibrlemə qrafiki üçün tənliyi qurun (bax: ISO 8466-1). Adətən, bu addım AAS sisteminin inteqrasiya edilmiş alət proqram təminatının köməyi ilə həyata keçirilir.

Kalibrlemə funksiyasının etibarlılığını müntəzəm olaraq yoxlayın.

ISO 8466-2-yə uyğun olaraq qeyri-xətti kalibrlemə funksiyalarına da icazə verilir, lakin, ümumiyyətlə, kalibrlemə funksiyası xətti olmalıdır.

6.4.2 Standart əlavəetmə metodu ilə kalibrlemədən istifadə edərək təhlil

Standart əlavəetmə metodunun istifadəsi matris effektləri ilə bağlı səhvləri kompensasiya edə bilər, bir şərtlə ki, əlavə xətlər baş verməsin və standart əlavə olunmuş nümunələrin qatılığı xətti iş diapazonunda olsun, yəni: nəticələr kalibrlemə əyrisinin xətti bölgəsində olsun. Əlavə edilmiş civə konsentrasiyasının nümunənin həcminə və gözlənilən civə konsentrasiyasına uyğun olduğundan əmin olun.

6.5 Hesablama

6.5.1 Kalibrlemə əyrisindən istifadə etməklə hesablama

Hesablamada nümunə götürmə və nümunənin ilkin emalı zamanı durulaşdırma əmsalını və əgər uyğun olarsa, hər hansı digər durulaşdırma addımlarını nəzərə alın. (1) tənliyindən istifadə edərək civə konsentrasiyasını hesablayın. Kütlə konsentrasiya adətən alət proqramının köməyi ilə müəyyən edilir.

$$\rho = \frac{(A - A_s) \cdot V_M}{b \cdot V_P} \quad (1)$$

Burada,

- ρ nümunədə civənin konsentrasiyasıdır, litr başına mikroqramla, µq/l;
- A ölçmə məhlulunun udulması və ya inteqrasiya olunmuş uduculuğudur;
- A_s boş məhlulun udulması və ya inteqrasiya olunmuş uduculuğudur;
- b kalibrlemə əyrisinin mailliyi və həssaslığın ölçüsüdür, l/µq;
- V_P ölçmə məhlulunu hazırlamaq üçün istifadə olunan nümunənin həcmi, ml;

V_M ölçmə məhlulunun həcmidir, ml.

6.5.2 Standart əlavə etmə metodu ilə hesablama

Nümunəyə standart məhlullar əlavə etməklə və civə konsentrasiyalarını addım-addım artırmaqla istinad məhlulları hazırlayın.

Standart əlavə olunmuş ölçmə məhlullarının ölçülmüş absorpsiyasından istifadə edərək kalibrləmə əyrisini qurun (6.4.1). Kalibrləmə əyrisini $A = 0$ absorpsiyasına ekstrapolyasiya etməklə nümunə məhlulunun konsentrasiyasını əldə edin.

Eynilə, boş məhlulun civə konsentrasiyasını təyin edin və nümunə üçün əldə edilmiş nəticədən dəyəri çıxın. Alternativ olaraq, xətti reqressiya ilə qiymətləndirmə aparın.

Hesablamada əlavə durulaşdırma addımlarını kompensasiya edin.

7 ZƏNGİNLƏŞDİRMƏDƏN QALAY (II) XLORİD REDUKSİYASINDAN SONRA CİVƏNİN TƏYİNİ

7.1 Reaktiv və standartlar

Bax 6.1

7.2 Aparatlar və cihazlar

İstifadədən əvvəl bütün şüşə qabları durulaşdırılmış nitrat turşusu (6.1.6), sonra bir neçə dəfə su ilə (6.1.1) yaxşıca yuyun.

Bütün aparatlar və alətlər 6.2-də göstərilədiyi kimi olmalıdır, lakin zənginləşdirmə sistemi olmadan 6.2.4-də qeyd edilmişdir.

7.3 İcməli, yerüstü, yeraltı və yağış suyu nümunələri üçün nümunələrin toplanması və ilkin emal edilməsi

5-ci bəndə bax.

7.4 Tullantı su nümunələri üçün nümunələrin toplanması və ilkin təmizlənməsi

Nümunə götürməni ISO 5667-1 və ISO 5667-3 standartlarında göstərilədiyi kimi aparın, lakin yalnız 6.2.5.2-də göstərilən nümunə götürmə qablarından istifadə edin.

Nümunə götürmə qabında civə olmadığından və adsorbsiya və ya diffuziya nəticəsində civə itkisinə səbəb olmadığından əmin olun.

Aşağıdakı yanaşma ilə, nümunələr laboratoriyaya gəldikdən sonra çirkab su nümunələri üçün kombine edilmiş qorunma və bişirilmə mərhələsi həyata keçirilir.

100 ml nümunəyə 1,0 ml xlorid turşusu (6.1.7) əlavə etməklə nümunələri stabilləşdirin, sahədə nümunə götürmə zamanı əlavə edilsə daha məqsədəuyğundur. Sahədə turşu ilə işləməkdən qaçmaq və çirklənmə riskini minimuma endirmək üçün nümunə götürməzdən əvvəl xlorid turşusunun (6.1.7) laboratoriyada şüşəyə qoyulması tövsiyə olunur. Bu halda şüşə nümunə ilə yuyulmadan doldurulmalıdır. Nümunələr toplandıqdan sonra 48 saat ərzində saxlanılmalıdır. Laboratoriyaya gəldikdən sonra 100 ml nümunəyə 2 ml kalium bromid/kalium bromat reaktivi (6.1.4) əlavə edin. Nümunələrin ən azı 24 saat dayanmasına icazə verin. Sərbəst brom səbəbiylə sarı rəng bu müddət ərzində davam etmirsə, daha 1 ml kalium bromid/kalium bromat reaktivi (6.1.4) əlavə edin və daha 24 saat dayanmasına icazə verin.

QEYD: Reaktivin əlavə edilməsi nəticəsində yaranan nümunənin durulaşdırma əmsalını hesablamaq üçün nümunənin həcmi, məsələn, həm tam nümunə şüşəsini, həm də boş, quru nümunə şüşəsini çəkməklə müəyyən edilə bilər.

XƏBƏRDARLIQ - Nümunə götürən işçilərin sağlamlığına və təhlükəsizliyinə potensial risklər olduğuna görə bromat/bromid reaktivi laboratoriyada əlavə edilməlidir.

Nəzərə alın ki, nümunənin həcmi korreksiya olunmalıdır.

Eyni miqdarda reaktivlərdən ibarət reaktiv blankını (6.1.9) hazırlayın və müvafiq nümunə ilə birlikdə təhlil edin. Əgər nümunələrə əlavə kalium bromid/kalium bromat reaktiv (6.1.4) əlavə edilərsə, eyni miqdarlar kalibrəmə üçün istifadə olunan standartlara əlavə edilməlidir.

Konservləşdirilmiş nümunələr saxlanacaqsa, toplandıqdan sonra 2 həftə ərzində onları təhlil edin.

Bütün sulu nümunələr üçün sahə blankı hazırlayın və tələb olunduğu kimi təhlil edin. Nümunələrin toplanmasında istifadə edilən eyni tipli konteynerdən və eyni miqdarda bütün reaktivlərdən istifadə edin. Boş sahə blankına nümunə kimi yanaşın.

7.5 Instrumental tənzimləmə

Bax 6.3

7.6 İşin gedişi

Kəmiyyət təhlili üçün alət proqram təminatının icrası prosedurlarını tərtib edin. Alət istehsalçısının tövsiyələrinə uyğun olaraq davamlı axınlı buxar generatoru (6.2.3) üçün işləmə prosedurlarını qurun.

Bu yanaşmanın istifadəçisi yüksək civə tərkibli tullantı su nümunələrini təhlil edərkən civənin ötürülməsi ilə bağlı problemlərin qarşısını almaq üçün lazımı tədbirlər görməlidir. Tərkibində çox aşağı civə olan digər nümunə matrisləri də təhlil ediləcəksə, onları başqa bir sistemdə və ya ən azı başqa nümunə partiyasında işlətməyi düşünün. Daşıma problemlərinin düzgün nəzərə alındığını nümayiş etdirmək istifadəçidən asılıdır.

Prosedurun sonrakı mərhələləri 6.4-də təsvir edilmişdir.

7.7 Hesablama

Bax 6.5.

8 Nəticələrin hesablanması

Nəticələr hər bir nümunə üçün istifadə edilən durulaşdırma faktorlarını tətbiq etməklə müvafiq vahidlərlə ifadə edilir. Nəticələri iki əhəmiyyətli rəqəmlə bildirin.

NÜMUNƏ

Civə (Hg) 0,17 µq/l.

Civə (Hg) 0,078 µq/l.

9 Sınaq hesabatı

Bu sınaq hesabatında ən azı aşağıdakı məlumatlar olmalıdır:

- Beynəlxalq Standarta (ISO 12846) istinadla birlikdə istifadə edilən sınaq metodu;
- nümunənin tam eyniləşdirilməsi;
- 8-ci bəndə uyğun olaraq ifadə edilmiş alınan sınaq nəticələri;
- Beynəlxalq Standartda göstərməyən və ya istəyə bağlı hesab edilən hər hansı təfərrüatlar, habelə nəticələrə təsir göstərə bilən hər hansı hadisənin təfərrüatları

ƏLAVƏ A
(məlumat üçün)
Keyfiyyət məlumatları

2010-cu ilin mart/aprel aylarında Almaniya IWW Su Mərkəzi tərəfindən laboratoriyalararası yoxlama sınağı təşkil edildi. Avstriyadan (n = 1), Fransadan (n = 1), Almaniya (n = 11), Macarıstandan (n = 3) İsrail (n = 2), İtaliya (n = 1), Meksika (n = 1), Hollandiya (n = 1), Norveç (n = 3), Rusiya Federasiyası (n = 1) və Slovakiyadan (n = 1) iyirmi altı laboratoriya bu sınaqda iştirak etmişdir. Dörd fərqli su nümunəsi təhlil edildi:

- Nümunə A:** İçməli su
(Muelheim, Almaniyanın İctimai Su Təchizatı)
- Nümunə B:** Membranla süzölmüş səth suyu (əlavə bişirilmə tələb olunmur); (0,45 µm məsamə ölçüsü filtrləri)
(Ruhr çayı, Muelheim yaxınlığında, Almaniya)
- Nümunə C:** Oksigenin Kimyəvi Sərfi (COD) (təxminən 20 mq/l O₂) aşağı olan məişət tullantı suları
(Almaniyanın Duisburq şəhərindəki çirkab su təmizləyici qurğunun tullantıları)
- Nümunə D:** Oksigenin Kimyəvi Sərfi (COD) yüksək olan tullantı suları (təxminən 500 mq/l O₂)
(qida istehsalçısının sənaye tullantı suyu)

İzlənə bilən civə istinad dəyərləri (X) Alman Milli Metrologiya İnstitutu (PTB) tərəfindən təmin edilmişdir. Ölçmələr ikiqat izotop durulaşması ilə kütlə spektrometri (IDMS) vasitəsilə aparılmışdır. ISO 5725-2-yə uyğun olaraq qiymətləndirilmiş nəticələrin statistik məlumatları Cədvəl A.1-dən A.3-ə qədər verilmişdir.

**Cədvəl A.1 - 7-ci bənddə təsvir edilən metod üçün keyfiyyət məlumatları
(zənginləşdirmə olmadan), standart kalibrlemə proseduru**

Nümunə	Matris	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> %	<i>X</i> µq/l	\bar{x} µq/l	η %	<i>S_R</i> µq/l	<i>C_{V,R}</i> %	<i>S_r</i> µq/l	<i>C_{V,r}</i> %
A	içməli su	19	57	0,0	0,091 3	0,094 6	103, 7	0,013 6	14,4	0,006 0	6,3
B	süzölmüş səth suyu	17	51	15,0	0,853	0,841	98,6	0,040 5	4,8	0,014 0	1,7
C	tullantı suları, aşağı COD	18	54	10,0	3,593	3,596	100, 1	0,222 1	6,2	0,073 3	2,0
D	tullantı suları, yüksək COD...	20	60	0,0	8,54	8,69	101, 8	0,939	10,8	0,195	2,2

l	nəticələri imtina edildikdən sonra qalan laboratoriyaların sayı
n	nəticələri imtina edildikdən sonra qalan fərdi nəticələrin sayı
o	kənar göstəricilərin faizi
X	təyin edilmiş dəyər
\bar{x}	nəticələrin ümumi orta qiyməti
η	bərpa dərəcəsi
s_R	təkrar istehsalın standart kənarçıxması
$C_{V,R}$	təkrar istehsalın dəyişmə əmsali
S_r	təkrarlanmanın standart kənarçıxması
$C_{V,r}$	təkrarlanmanın dəyişmə əmsali

Cədvəl A.2 — 7-ci bənddə təsvir edilən metod üçün keyfiyyət məlumatları (zənginləşdirmə olmadan), standart əlavə kalibrləmə metodu

Nümu nə	Matris	l	n	o %	X $\mu\text{q/l}$	\bar{x} $\mu\text{q/l}$	η %	s_R $\mu\text{q/l}$	$C_{V,R}$ %	S_r $\mu\text{q/l}$	$C_{V,r}$ %
A	içməli su	10	26	0,0	0,091 3	0,092 2	101, 0	0,009 7	10,6	0,003 8	4,1
B	süzülmüş səth suyu	10	28	0,0	0,853	0,846	99,1	0,030 5	3,6	0,007 1	0,8
C	tullantı suları, aşağı COD	9	25	10,7	3,593	3,789	105, 5	0,228 3	6,0	0,069 0	1,8
D	tullantı suları,yüksək COD	9	25	10,7	8,54	8,92	104, 4	0,475	5,3	0,205	2,3

Simvolların izahı üçün Cədvəl A.1-ə baxın.

Cədvəl A.3 — Standart kalibrəmə proseduru (zənginləşdirmə ilə) 6-cı bənddə təsvir edilən metod üçün keyfiyyət məlumatları

Nümunə	Matris	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> %	<i>X</i> μq/l	\bar{x} μq/l	η %	<i>s_R</i> μq/l	<i>C_{V,R}</i> %	<i>S_r</i> μq/l	<i>C_{V,r}</i> %
A	İçməli su	6	18	0,0	0,091 3	0,089 5	98,0	0,005 1	5,7	0,003 3	3,7
B	süzülmüş səth suyu	6	18	0,0	0,853	0,856	100, 3	0,032 5	3,8	0,009 2	1,1
C	tullantı suları, aşağı COD	6	18	0,0	3,593	3,645	101, 4	0,122 5	3,4	0,050 3	1,4
D	tullantı suları, yüksək COD	6	18	0,0	8,54	8,55	100, 1	0,402	4,7	0,064	0,7

Simvolların izahı üçün Cədvəl A.1-ə baxın.

BİBLİOQRAFIYA

- [1] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [1] ISO 5725-2, Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (həqiqiliyi və dəqiqliyi) - 2-ci hissə: Standart ölçmə metodunun təkrarlanma və təkrarlanma qabiliyyətinin müəyyən edilməsi üçün əsas üsul
- [2] ISO 17852, Water quality — Determination of mercury — Method using atomic fluorescence spectrometry
- [2] ISO 17852, Suyun keyfiyyəti - Civənin təyini - Atom floresan spektrometrindən istifadə üsulu
- [3] Farey, B.J., Nelson, L.A. and Rolph, M.G. Rapid Technique for the Breakdown of Organic Mercury Compounds in Natural Waters and Effluents. *Analyst*, 103, 1978, pp. 656-660
- [3] FAREY, B.J., NELSON, L.A. və ROLPH, M.G. Təbii sulara və tullantı sularında üzvi civə birləşmələrinin parçalanması üçün sürətli texnika. *Analitik*, 103, 1978, s.656-660
- [4] Farey, B.J. and Nelson, L.A. Break-down of Organomercurials. *Analytical Chemistry*, 50, 1978, p. 2147
- [4] FAREY, B.J. və NELSON, L.A. Organomercurials parçalanması. *Analitik kimya*, 50, 1978, s. 2147
- [5] Welz, B. and Sperling, M. *Atomic Absorption Spectrometry*, 3rd edition, Wiley-VCH, 1999
- [5] WELZ, B. və SPERLING, M. *Atomic Absorption Spectrometry*, 3-cü nəşr, Wiley-VCH, 1999
- [6] Hatch, W. and Ott, W. Determination of sub-microgram quantities of mercury by atomic absorption spectrometry. *Analytical Chemistry*, 40, 1968, pp. 2085-2087
- [6] HATCH, W. və OTT, W. Atom absorpsiya spektrometri ilə civənin mikroqramaltı kəmiyyətlərinin təyini. *Analitik kimya*, 40, 1968, s. 2085-2087

Əsas sözlər: suyun keyfiyyəti, civenin təyini, atom, qalay, reaktivlər

ƏLƏMƏT



Rəsmi nəşr
“Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu”
Publik hüquqi şəxs

AZS ISO 12846:2024
**Suyun Keyfiyyəti - Civənin təyini - Zənginləşdirilmə
ilə və zənginləşdirilmədən atom absorbsiya
spektrometrindən (AAS) istifadə üsulu**