

**AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASI STANDARTLAŞDIRMA,
METROLOGİYA VƏ PATENT ÜZRƏ DÖVLƏT KOMİTƏSİNİN
KOLLEGİYA QƏRARI**

№ 006

Bakı

şəhəri

10

iyul 2015

Dövlət standartlarının təsdiq edilməsi haqqında

Azərbaycan Respublikası Prezidentinin 22 noyabr 1998-ci il tarixli 26 nömrəli Fərmanı ilə təsdiq edilmiş “Beynəlxalq (regional) və dövlətlərarası standartların, normaların, qaydaların və tövsiyələrin Azərbaycan Respublikası ərazisində tanınması və tətbiq edilməsi Qaydaları”nın 2, 3, 6 və 7-ci bəndlərini və Azərbaycan Respublikası Prezidentinin 2009-cu il 31 avqust tarixli 155 nömrəli Fərmanı ilə təsdiq edilmiş “Azərbaycan Respublikası Standartlaşdırma, Metrologiya və Patent üzrə Dövlət Komitəsi haqqında Əsasnamə”nin 8.12 və 8.45-cibəndləri rəhbər tutularaq **qərara alınır:**

1. Beynəlxalq standartlar əsasında hazırlanmış aşağıdakı dövlət standartları təsdiq edilsin.

1.1. AZS 807-2015 (ISO5666-1999) “Suyun keyfiyyəti. Civənin təyini” (1 nömrəli əlavə).

1.2 AZS 808-9-2015 (ISO 6107-9-1997) “Suyun Keyfiyyəti – Lüğət Hissə 9. Əlifba sırası üzrə siyahı və mövzuların cədvəli” (2 nömrəli əlavə).

1.3 AZS 809-1-2015 (ISO 8689-1:2000) “Suyun keyfiyyəti – Çayların bioloji təsnifatı. Hissə 1: Bentik (suyun dibindəki) makroonurğasızların tədqiqi əsasında alınan bioloji keyfiyyət məlumatının təfsiri üzrə təlimat” (3 nömrəli əlavə).

1.4 AZS 809-2-2015 (ISO 8689-2:2000) “Suyun Keyfiyyəti - Çayların Bioloji Təsnifatı Hissə II:Bentik makroonurğasızlar sinfi üzrə aparılan tədqiqatlardan götürülmüş bioloji keyfiyyət haqqında məlumatın təqdimatına dair rəhbər sənəd” (4 nömrəli əlavə).

1.5 AZS 832-2015 (ISO 14015-2001) “Ətraf mühitin idarə edilməsi. İstehsal sahələrinin və təşkilatların ekoloji qiymətləndirilməsi. Prinsiplər və struktur sxem” (5 nömrəli əlavə).

1.6 AZS 833-1-2015 (ISO 10304-1:2007) “Suyun keyfiyyəti - İonların maye xromatoqrafiya üsulu ilə həll olmuş anionların təyini. Hissə I: Bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, fosfat və sulfatın təyinatı” (6 nömrəli əlavə).

1.7 AZS 834-5-2015 (ISO 10381-5-2005) “Torpağın keyfiyyəti - Nümunə götürmə. Hissə 5: Torpağın çirklənməsi ilə əlaqədar olaraq şəhər və sənaye sahələrinin tədqiqatına dair prosedurlar haqqında təlimat” (7 nömrəli əlavə).

1.8 AZS 834-6-2015 (ISO 10381-6-2009) “Torpağın keyfiyyəti - Nümunə götürmə. Hissə 6 - Laboratoriyada mikrobioloji proseslərin, biokütlənin və müxtəlifliyin təhlili məqsədi ilə aerob şəraitdə torpaq nümunələrinin yığılması, işlənməsi və saxlanması üzrə tövsiyələr” (8 nömrəli əlavə).

1.9 AZS 835-2015 (ISO 14001-2004) “Ətraf mühitin idarəetmə sistemləri. İstifadə üçün təlimata dair tələblər. Prinsiplər və struktur” (9 nömrəli əlavə).

1.10 AZS 836-2015 (ISO 14004-2004) “Ətraf mühitin idarəetmə sistemləri. Prinsiplər, sistemlər və fəaliyyət üsullarına dair ümumi təlimat qaydaları” (10 nömrəli əlavə).

2. Qanunvericilik və hüquq ekspertizası şöbəsinə (R.Vəliyev) tapşırılsın ki, bu Qərarın 1-ci bəndi ilə təsdiq edilmiş dövlət standartlarının Azərbaycan Respublikasının Hüquqi Aktların Dövlət Reyestrinə daxil edilməsi üçün 3 gündən gec olmayaraq Azərbaycan Respublikasının Ədliyyə Nazirliyinə göndərilməsini təmin etsin.

3. Texniki tənzimləmə və standartlaşdırma şöbəsinə (N. Tağıyev) tapşırılsın ki, bu Qərarın 1-ci bəndi ilə təsdiq edilmiş dövlət standartlarının qeydiyyatına alınmasını təmin etsin.

4. Azərbaycan Standartlaşdırma və Sertifikatlaşdırma İnstitutuna (S.Abdullayev) tapşırılsın ki, bu Qərarın 1-ci bəndi ilə təsdiq edilmiş dövlət standartlarının texniki tənzimləmə və standartlaşdırma üzrə texniki normativ hüquqi aktların dövlət fonduna daxil edilməsini təmin etsin.

5. Ümumi şöbəyə (X.Həsənovaya) tapşırılsın ki, aidiyyəti struktur bölmələrini bu Qərarla tanış etsin.

6. Bu Qərarın icrasına nəzarəti öz üzərimdə saxlayıram.

Kollegiyanın sədri,

Azərbaycan Respublikası Standartlaşdırma,

Metrologiya

və

Patent

üzrə

Dövlət

Komitəsinin

sədri

Ramiz Həsənov

Azərbaycan Respublikası
Standartlaşdırma, Metrologiya və
Patent üzrə Dövlət Komitəsi
Kollegiyasının “ _____ ”

2015-ci il tarixli _____

nömrəli Qərarı ilə təsdiq edilmişdir.

Əlavə 1

AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASININ DÖVLƏT STANDARTI

Suyun keyfiyyəti.

Civənin təyini

**AZS 807- 2015
(ISO5666-1999)**

MÜQƏDDİMƏ

1. Ekologiya üzrə Texniki Komitə tərəfindən (TK-09) İŞLƏNİB-HAZIRLANIB, MÜZAKİRƏ EDİLİB (20 may 2015-ci il) və TƏQDİM EDİLİB.

2. Bu standart ISO 5666-1999 “Water quality - Determination of mercury” beynəlxalq standartının autentik tərcüməsidir.

3. İlk dəfə tətbiq edilir.

4. 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 ilkin yoxlama müddəti 2020-ci il, dövrü yoxlama müddəti 5 ildir.

AZƏRBAYCAN RESPUBLİKASININ DÖVLƏT STANDARTI

Suyun keyfiyyəti
Civənin təyini
2015

AZS 807-

(ISO 5666 – 1999)

Water quality
Determination of mercury

1 TƏTBİQ SAHƏSİ

Standart civənin suda, məsələn yeraltı, səth və çirkab sularında təyini üçün iki metod təklif edir.

Bənd 4-də təsvir edilən metodda qalay (II)- xlorid reduksiyaedici maddə kimi istifadə olunur. Bənd 5-də verilən metodda natrium- tetrahidroboratdan reduksiyaedici maddə kimi istifadə edilir. Metodun seçimi mövcud avadanlıq və

matrisdən (Bax. bənd 3) asılıdır. Hər iki metod civənin $0,1\mu\text{q/l}$ -dən $10\mu\text{q/l}$ -ə qədər qatılıqda təyin edilməsi üçün uyğundur. Əgər su nümunəsi durulaşdırılırsa daha yüksək qatılıqlar təyin edilə bilər.

2 NORMATİV İSTİNADLAR

Aşağıdakı normativ sənədlər özlərində elə müddəaları ehtiva edir ki, onlar bu standartın müddəalarından ibarətdir. Müddətli istinadlar üçün bu nəşrlərdən hər hansı birinə növbəti düzəlişlər və yaxud onların dəyişiklik edilmiş variantı tətbiq olunmur. Bununla belə, bu standart əsasən, razılaşma bağlamış tərəflər aşağıda göstərilmiş normativ sənədlərin ən son redaktə olunmuş variantını tətbiq etmə imkanlarını araşdırmağa təşviq edilir. Müddətsiz istinadlar üçün istinad olunmuş normativ sənədin sonuncu nəşri tətbiq olunur. IEC və ISO üzvləri hazırda qüvvədə olan Beynəlxalq Standartların reyestrini saxlayır.

ISO 5667–1:1980 Water quality - Sampling - Part 1: Guidance on the design of sampling programmes. (Suyun keyfiyyəti. Hissə I: Nümunə proqramlarının tərtibinə dair Təlimat)

ISO 5667–2:1991 Water quality - Sampling - Part 2: Guidance on sampling techniques. (Suyun keyfiyyəti. Hissə II: Nümunə götürmə üsullarına dair Təlimat)

ISO 5667 – 3:1994 Water quality — Sampling — Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples (Suyun keyfiyyəti. Hissə III: Nümunələrin saxlanması və onlarla davranış üzrə Təlimat)

3 ANALİZƏ MANE OLAN ÜMUMİ AMİLLƏR

Civə ilə əlaqədar reaksiya qablarının divarlarında mübadilə reaksiyalarının, yəni adsorbsiya (bərk və ya məsaməli cisimlərin səthi ilə qaz yaxud mayələrin udulması) və desorbsiyanın (adsorbentlərin səthindən maddələrin ayrılması) əmələ gəlməsi riski var (Bax. 4.4).

Civə buxarı müxtəlif plastiklərdən diffuziya edə (ətrafa yayıla) bilər; bu amil sınaq materialının seçimində nəzərə alınmalıdır. Şüşə və yaxud xüsusi plastik borular, məsələn, perfluoro (etilen-propilen) (FEP) borulardan istifadə edilə bilər. Silikon borular məqsədəuyğun deyil.

Uçucu üzvi maddələr ultrabənövşəyi sahələrə hopa bilər və civə ilə səhv salına bilər. Bunlar daha çox hallarda məhlulun tamamilə qırmızı rəng almasına qədər kalium- permaqanat əlavə edilmək və 10 dəqiqəlik müddət ərzində təsirsiz qazla havalandırmaqla civə birləşmələrinin azaldılmasından öncə

kənarlaşdırılır. Tez-tez qeyri-səciyyəvi hopma vasitəsilə bu cür qarışma həm də baza (ilkin) kompensasiya sistemində istifadə edilməklə aradan qaldırıla bilər.

Bütün məhlullar civə buxarının azaldılması və çıxarılmasından öncə eyni temperatura ($<25^{\circ}\text{C}$) gətirilməlidir. Küvet (balaca vanna) divarlarında suyun kondensasiyasının qarşısını almaq üçün küveti, misal üçün infraqırmızı lampa ilə qızdırmaq olar.

Məhlulda başqa elementlərin mövcudluğu səbəbindən baş verən qarışımlar reduksiyaedici maddə seçimindən asılıdır. Cədvəl 1-də sadalanmış element birləşmələri bunlardan artıq olan həddən aşağı dərəcəli nəticələrə səbəb ola bilər.

Əgər reduksiyaedici maddə kimi natrium- tetrahidroborat əvəzinə qalay (II)- xloriddən istifadə edilərsə, ağır metalların havada az qarışması baş verər. Axın sistemlərindən istifadə etdikdə ağır metallar səbəbindən qarışma effektləri Cədvəl 1-də göstəriləndən az ola bilər.

Cədvəl 1. Analiz edilən nümunədə (matrisdə) bir sıra mane olan elementlərin qatılıqları. mq/l

Analizə mane olan element	NaBH ₄ birbaşa reduksiya	NaBH ₄ birbaşa reduksiya	SnCl ₂ birbaşa reduksiya
mühit	0,5 mol/l HCl	5 mol/l HCl +0,2 q/l Fe (III)	0,5 mol/l HCl
Cu (II)	10	10	500
Ni (II)	1	500	500
Ag (I)	0,1	10	1
I	100	10	0,1
As (V)	0,5	0,5	0,5
Bi (III)	0,05	0,5	0,5
Sb (III)	0,5	0,5	0,5
Se (IV)	0,005	0,005	0,005

Qalay (II)- xlorid aparatın elə çox çirklənməsinə səbəb olur ki, əgər bundan sonra natrium-tetrahidroboratdan istifadə olunarsa, analiz xətalrı çox yüksək olur. Buna görə də reduksiya qalay (II)-xlorid və natrium-tetrahidroboratla ayrı-ayrı sistemlərdə paralel şəkildə aparılmalıdır.

XƏBƏRDARLIQ – Civə və civə birləşmələri çox zəhərli (toksik). Tərkibində civə olan və yaxud ola biləcək nümunələrlə və məhlullarla müstəsna ehtiyatlı davranmaq tələb olunur.

4 ZƏNGİNLƏŞDİRİLMƏDƏN CİVƏNİN QALAY (II)-XLORİDLƏ REDUKSIYA ETMƏKLƏ TƏYİNİ

4.1 Metodun prinsipi

Bir və ya ikivalentli civə qalay (II) xlorid vasitəsilə turşu mühitində element formasına qədər reduksiya edilir. Elementşəkilli civə daha sonra məhluldan təsirsiz qaz və yaxud civəsiz hava ilə çıxardılır və atomar qaz formasında küvetə ötürülür. Atom absorpsiya spektrometr cihazında 253.7 nm dalğa uzunluğunda atomar civənin udma qabiliyyəti ölçülür və qatılığı kalibrlənmə əyrisi vasitəsi ilə müəyyən edilir.

4.2. Analizə mane olan amillər.

Qeyd: Həmçinin 3-cü bəndə baxın.

$> 0,1$ mq/l qatılıqlı yodit civə ilə kompleks əmələ gətirir, bu da analizə mane olur. Bu halda natrium tetrahidroborat reduksiyaedici ilə (Bax bənd 5) kimi başqa metod zəruridir.

Qalay (II)-xlorid məhlulunun oksidləşmə-reduksiya potensialın yüksək olmadığı üçün civə-sulfid kimi qeyri-üzvi civə birləşmələri və üzvi civə birləşmələri parçalanma aparmadan tam reduksiya edə bilmir.

4.3 Reaktivlər

4.3.1 Ümumi tələblər

Analiz üçün “əlahiddə təmiz”, “analiz üçün təmiz” kateqoriyalı reaktivlər və tam civədən azad edilmiş suyun istifadəsi mütləqdir. Suyun və reaktivlərin tərkibindəki civənin qatılığı təyin olunabilən ən az qatılıqdan belə dəfələrlə az olmalıdır.

4.3.2 Azot turşusu, $p(\text{HNO}_3)=1,40$ q/ml

4.3.3 Sulfat turşusu, $p(\text{H}_2\text{SO}_4)=1,84$ q/ml

4.3.4 Hidrogen-xlorid turşusu, $p(\text{HCl})=1,16$ q/ml

4.3.5 Kalium-permanqanat məhlulu

50 qram kalium-permanqanatı (KMnO_4) 1000 ml suda həll edin.

4.3.6 Stabilləşdirici məhlul

5 qram kalium-bixromatı $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 500 ml azot turşusunda (Bax. bənd 4.3.2) həll edin və su ilə 1000 ml-ə qədər durulaşdırın.

XƏBƏRDARLIQ – Kalium-bixromat zəhərliidir. Bərk maddə və yaxud onun məhlulları ilə ehtiyatlı davranmaq tələb olunur.

4.3.7 Kalium-tiosulfat məhlulu

40 qram kalium tiosulfatı $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 1000 ml suda həll edin.

4.3.8 Hidroksilammonium-xlorid məhlulu

10 qram hidroksilammonium-xloridi NH_4OCl 100 ml suda həll edin.

4.3.9 Qalay (II)-xlorid məhlulu

5 qram qalay (II) xlorid dihidratı $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 30 ml hidrogenxlorid turşusunda (Bax. 4.3.4) həll edin; 100 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın. Axın sistemlərində az qatılıqlı məhlulundan, misal üçün 100 ml-də 0,5 q istifadə edin. Bu məhlula su əlavə etməklə artıq konsentrasiya olunmuş qarışıqdan gündəlik təzə qarışıq hazırlayın. ISO 8689-un bu hissəsinin məqsədləri üçün ISO 5667, ISO 7828, ISO 8265 və ISO 9391 və aşağıdakılarda verilən termin və anlayışlar tətbiq olunur.

Əgər blank nümunəsi üçün yüksək nəticə əldə edilirsə, civə qalıqlarını çıxarmaq üçün 30 dəqiqə ərzində məhlulun ortasından azot keçirin.

4.3.10 Əsas civə məhlulu I, $c(\text{Hg})=100\text{mq/l}$

108,0 mq civə (II) oksidini, HgO 10 ml sabitləşdirici məhlulda (4.3.6) həll edin, 1000 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın.

Bu məhlulun 1 ml-i 0,1 mq civəyə müvafiqdir.

I əsas məhlulun satışda mövcud olan civə standartından hazırlanması mümkündür. Bu məhlul ən azı bir il üçün sabitdir.

4.3.11 Əsas civə məhlulu II, $c(\text{Hg})=1\text{mq/l}$

10 ml sabitləşdirici məhlulu (4.3.6) 10 ml əsas məhlula (4.3.10) əlavə edin və 1000 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın. Bu məhlulun 1 ml-i 1 μq civəyə müvafiqdir.

Bu məhlul təxminən bir həftəlik stabilliyini qoruyur.

4.3.12 Civənin standart məhlulu (1), $c(\text{Hg})=100\mu\text{q/l}$

10 ml stabil məhlulu (4.3.6) 100 ml əsas məhlula (4.3.11) əlavə edin və 1000 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın. Bu məhlulun 1 ml-i 100 nq civəyə uyğun gəlir.

Bu məhlulu istifadə ediləcəyi gün hazırlayın.

4.3.13 Civənin standart məhlulu (2) $p(\text{Hg})=50\mu\text{q/l}$

10 ml stabil məhlulu (4.3.6) 50 ml əsas məhlula (4.3.11) əlavə edin və 1000 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın. Bu məhlulun 1 ml-i 50 nq civəyə uyğun gəlir.

Bu məhlulu istifadə ediləcəyi gün hazırlayın.

4.3.14 Civənin kalibrlənmə məhlulları

Kalibrlənmə məhlullarını analiz edilən nümunə məhlullarının həcmi və gözlənilən civə qatılıqları üzrə hazırlayın:

0,5 $\mu\text{q/l}$ -dən 5 $\mu\text{q/l}$ -ə qədər qatılıq üzrə misal üçün, aşağıdakı məhlullar hazırlanır:

- 6 ədəd 100 ml həcmli kolbalara müvafiq olaraq 1 ml, 2 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml və 10 ml standart civə məhlulu (2) (4.3.13) tökülür.

- Hər bir 100 ml həcmli kolbaya 1 ml stabil məhlul (4.3.6) əlavə edin.

- Ölçü xəttinə qədər su ilə doldurun və yaxşıca qarışdırın.

Bu kalibrləmə məhlullarının tərkibində müvafiq olaraq 0,5 µq/l, 1 µq/l, 3 µq/l, 4 µq/l və 5 µq/l civə vardır. Məhlullar bilavasitə ölçmələrdən öncə hazırlanır. Kalibrlənmə iki paralel məhlullar seriyası ilə də icra oluna bilər.

4.3.15 Reaktiv sınaq məhlulu

1000 ml suya 10 ml sabitləşdirici məhlul (4.3.6) əlavə etməklə ölçmə məhlulunun həcminə uyğun gələn həcmdə sınaq məhlulu hazırlayın. (4.6) nümunəsi üçün eyni olan parçalanma prosedurundan istifadə edin. Hər bir təhlil qrupuna reaktiv blankı daxil edin.

4.3.16 Şüşə qabları yaxalamaq üçün məhlul.

Təxminən 500 ml suya 150 ml azot turşusu əlavə edin və 1000 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın.

4.4 Cihazlar

4.4.1 Ümumi tələb

İstifadədən öncə bütün şüşə qablar yaxşıca durulaşdırılmış azot turşusu (4.3.16) ilə yuyulmalı və bir neçə dəfə su ilə yaxalanmalıdır (4.3.1).

4.4.2 Monitoring sistemi ilə atom absorbsiya spektometri

Cihazın sistem qurğusu göstərişə müvafiq sazlanmalıdır.

4.4.3 Civənin təyini üçün şüalanma mənbəyi kimi içi boş katod və ya elektrodsuz elektrik boşaldıcı lampası.

4.4.4 Civənin təyini üçün köməkçi avadanlıq (Şəkil 1-ə baxın):

- Daxili diametri təxminən 2 sm, uzunluğu ən azı 15 sm olan, (AAS-Atom Absorbsiya Spektrofotometriya cihazından asılı olaraq), kvarts pəncərəli, borosilikat şüşə və yaxud kvarts küvetdən ibarət olan absorbsiya xanası;

- Hava dövryyə nasosu (misal üçün membran nasos, peristaltik nasos), 1 l/dəq-dən 2 l/dəq-ə qədər gücündə, plastik birləşdirici borularla (bağlı sistem) və yaxud təzyiqi azaldan klapanlı təsirsiz qaz silindri (açıq sistem) ilə;

- Plastik (Bax. bənd 3) borucuqla birlikdə su sərfini ölçən (açıq sistem). Açıq sistem civənin yüksək qatılıqlar üçün daha əlverişlidir;

- Diaqramda göstərildiyi kimi 100 ml, 250 ml və yaxud 1000 ml yastıdıbli şüşədən ibarət olan reaksiya qabı, kipləşdirilmiş şüşə tıxac, 1-ci dərəcə məsaməli şüşə lehmə ilə birlikdə butulka yuyan əlavə;

- Ölçü modulu üçün isitmə mənbəyi, suyun kondensasiyasının qarşısını almaq üçün yetərlidir.

Ölçü modulunun temperaturu təhlil boyunca eyni olmalıdır.

Bağlı sistemin nümunəsi Şəkildə 1-də göstərilmişdir.

Şəkil 1 – Civənin qalay (II) xloridlə təyinatı üçün aksesuarlar (yardımcı vasitələr) (bağlı sistem)

Açar sözlər

1. Absorbsiya xanası, diametr 2 sm; uzunluğu 15 sm
2. Hava sirkulyasiya nasosu 1 l/dəq-dən 2 l/dəq-ə qədər tutumlu
3. Kipləşdirilmiş şüşə tıxac
4. Şüşədən ibarət reaksiya qabı: 100 ml, 250 ml, yaxud 1000 ml tutumlu
5. Şüşə lehmə

Qeydlər:

1. Nasos və borucuqlar üçün plastik materialın seçiminə diqqət yetirilməlidir (3-cü bəndə baxın)
2. Davamlı axın və yaxud axın inyeksiya sistemi alternativ kimi mümkündür. İstehsalçı tərəfindən verilmiş göstərişlərə əməl olunmalıdır.

4.4.5 100 ml, 200 ml və 1000 ml həcmli şüşə qablar.

4.4.6 1 ml, 5 ml və 10 ml-lik pipetlər (damcı tökənlər)

Qeyd: Pipetlərdənsə, dozatordan istifadə etmək əlverişlidir, bundan sonra xırda çirkəndiricilərin əmələ gəlmə riski əhəmiyyətli dərəcədə azaldılır.

4.5 Nümunə götürmə və nümunələrin ilkin emalı

Nümunə götürməyi ISO 5667-1, ISO 5667-2 və ISO 5667-3-ə müvafiq olaraq yerinə yetirin.

Tərkibində borosilikat şüşə, kvarts, polisunfon (PSU) və yaxud ftorlaşdırılmış etilen-propilen polimerizat (FEP) olan nümunə qablarından istifadə edin.

Nümunə qabının tərkibində civə olmadığına və hopma nəticəsində civənin itməsinə səbəb olmadığına əmin olun.

Məsələn, qabın divarlarında hopma (adsorbsiya) səbəbindən itkiləri məhdudlaşdırmaq üçün 10 ml sabitləşdirici məhlul (4.3.6) əlavə edin və nümunə ilə 1000 ml-ə qədər doldurun.

Nümunənin 1 pH-a malik olmasını və dixromatın normadan artıq olduğunu göstərən sarı-narıncı rəngdə olduğunu yoxlayın.

Əgər zəruridirsə, əlavə sabitləşdirici məhlul əlavə edin və hesablamalarda müvafiq həcmdə düzəltmə faktoru daxil edin.

4.6 Kalium permanqanat/kalium peroksodisulfatdan istifadə etməklə qaynatma metodu

Aşağıdakı kimi nəm kimyəvi parçalanma prosedurunı həyata keçirin. Alternativ olaraq, əlavə A, B və yaxud C-də göstərilmiş parçalanma metodlarının birindən istifadə edin, lakin həmin metodun səmərəli olmasını nəm parçalanma metodu ilə müqayisədə ekvivalent olduğunu yoxlayın.

- 100 ml sabitləşdirilmiş (4.5-ə baxın) su nümunəsini və yaxud müvafiq həcmdə (maksimum 1000 ml) nümunəni 4.5-də sadalanan materillərdən birindən düzəldilmiş şüşəyə boşaldın.

- Diqqətlə 15 ml kalium permanqanat məhlulu (4.3.5), 1 ml azot turşusu (4.3.2) və 1 ml kükürd turşusu (4.3.3) əlavə edin.

- Hər bir əlavədən sonra qarışığı yaxşıca çalxalayın.

- Məhlulun 15 dəqiqə qalmasına imkan verin, sonra 10 ml kalium-peroksodisulfat məhlulu (4.3.7) əlavə edin.

- Ağzı çox kip bağlanmamış şüşəni istilik blokuna və yaxud su vannasına yerləşdirin və 95 °C-də 2 saat qaynadın.

- Qaynama müddətində kalium-permanqanatın normadan artıq olduğuna əmin olun. Əgər zəruridirsə, əlavə olunmuş kalium permanqanatın miqdarını artırın və yaxud daha kiçik nümunədən başlayın.

- Məhlulu otaq temperaturuna qədər soyudun.

- Əgər müxtəlif nümunə həcmələri və müvafiq olaraq müxtəlif reaktiv həcmələrindən istifadə olunmuşdursa, qaynamanı spesifik həcmə qədər durulaşdırın.

- Qaynadılmış məhlulu mümkün qədər tez analiz edin.

- Su nümunəsi əvəzinə əlavə edilmiş sabitləşdirici məhlula (4.3.6) uyğun gələn həcmdə sudan (4.3.1) istifadə etməklə reaktiv sınaq məhlulunu da eyni üsulla hazırlayın.

Qeyd: Permaqanat sınaq problemləri yarada bilər. Bu halda permaqanat cəmləşməsi azaldılmalıdır, bu şərtlə ki, üzvi maddənin tərkibi aşağı olsun, yaxud digər qaynatma metodundan istifadə olunmalıdır (Əlavə A, B və ya C-yə baxın).

4.7 Prosedur

4.7.1 Ümumi tələblər

Ölçmə proseduruna başlamazdan əvvəl alət (4.4.2) parametrlərini istehsalçının göstərişlərinə uyğun düzəldin və hopma xanasını tənzimləyin.

Əgər qaynama məhlulu 4.6-dakı göstərişlərə uyğun hazırlanmışdırsa, ölçmədən əvvəl bütöv qaynama məhluluna 5 ml (və ya əgər tələb olunursa, daha çox) hidrosilammonium məhlulu əlavə edin. 5 ml hidrosilammonium-xlorid adətən normadan artıq oksidləşən reaktivləri azaltmağa və çökmüş manqan-dioksidini həll etmək üçün kifayətdir. Əgər məhlul 30 dəqiqədən sonra aydınlaşmasa, hidrosilammonium-xloridin digər əlavəsini artırın.

Əgər təhlil üçün tam qalıqsız bölünən nümunə götürülürsə, nümunə məhlulunu spesifik həcmə qədər, misal üçün 200 ml doldurun.

Ölçmə məhlulunu (qaynama məhlulunu və yaxud durulaşma hissəsini) reaksiya qabına boşaldın və analiz aparatına qoşun.

Hər bir 100 ml ölçmə məhluluna 2 ml qalay (II) xlorid məhlulu əlavə edin.

Əgər azaldıcı reaktiv mexaniki olaraq əlavə edilmişdirsə, reaksiya qabını qalay (II) xlorid məhlulu əlavə olunmasından dərhal sonra analiz aparatına qoşun.

Ölçmə məhlulunun daha böyük həcmi üçün (1000 ml-ə qədər) azaldıcı reaktivin həcmi maksimum 5 ml həcmdə artırın.

Hava sirkulyasiyalı nasoslu qapalı sistemdə sabit hopmaya nail olana qədər havanı 1 l/dəq-dən və 2 l/dəq-ə qədər səviyyədə reaksiya qabı və hopma xanasından keçirin.

Açıq sistemdə ölçmə məhlulunu cəvəz sızılmış hava və yaxud təsirsiz qazla təmizləyin və ən yüksək hündürlüyü, yaxud daha yaxşısı, ən yüksək sahəni ölçün.

Axın sürətini istehsalçının göstərişlərinə müvafiq olaraq tənzimləyin və onu ölçmə boyunca saxlayın.

Kalibrləmə (4.3.14) və reaktiv sınaq məhlullarını (4.3.15) su nümunəsi ilə eyni üsulla ölçün.

4.7.2 Standart kalibrləmə metodundan istifadə etməklə analiz

Kalibrləmə əyrisini aşağıdakı kimi hazırlayın.

a) Civə kalibrləmə məhlulunu bənd 4.3.14-də təsvir edilən şəkildə hazırlayın.

b) Kalibrləmənin hopmasını və reaktiv sınaq məhlullarını bənd 4.7.1-də göstərildiyi kimi ölçün.

c) Əldə edilmiş nəticələrdən alınan xətlə kalibrləmə xəttindən bərabərlik düzəldin.

4.7.3 Kalibrləmənin standart əlavə metodundan istifadə etməklə təhlil

Standart əlavə metodundan istifadə məhlul effektləri səbəbindən səhvləri sığortalaya bilər, bu şərtlə ki heç bir əlavə səhvlər baş vermir və durulaşdırılmış ölçmə məhlullarının hopmaları xətti işçi səviyyədə dayanır, yəni nəticələr kalibrləmə əyrisinin xətti bölgəsindədir. Əlavə edilmiş civə birləşməsinin nümunənin həcminə və gözlənilən civə tərkibinə uyğun gəldiyini təmin edin. Nümunə kimi, 50 ml-lik nümunə həcmi və 1 µq/l-lik civə birləşməsi üçün aşağıdakı kimi hərəkət edin:

a) Dörd 100 ml-lik şüşə qabların hər birinin içərisinə 50 ml ölçmə məhlulu qoyun (4.7.1).

b) Şüşə qabların üçünə müvafiq olaraq 0,5 ml, 1,0 ml və yaxud 1,5 ml standart civə məhlulu (1) (4.3.12) əlavə edin. Yüksək hədlər 1 µq/l, 2 µq/l və 3 µq/l civəyə uyğun gəlir.

c) Bütün dörd şüşə qablardakı civə birləşmələrini 4.7.1-dəki göstərişlərə müvafiq olaraq ölçün.

d) Sınaq məhlulu ilə (4.3.15) eynilə su nümunəsi üçün istifadə edilmiş prosedurdan istifadə edin.

4.8 Hesablama

4.8.1 Kalibrləmə əyrisindən istifadə etməklə hesablama

Aşağıdakı formuladan istifadə etməklə civənin sıxlığını hesablayın:

burada

P civənin nümunədəki sıxlığı, mkq/litr;

A su nümunəsinin hopması və yaxud inteqrasiyalı hopma;

As sınaq məhlulunun hopması və yaxud inteqrasiyalı hopma;

b kalibrləmə əyrisinin və həssaslıq ölçməsinin maililiyi, mkq/litr;

Vp Ölçmə məhlulunu hazırlamaq üçün istifadə edilmiş nümunənin həcmi, ml;

VM Ölçmə məhlulunun həcmidir, ml.

4.8.2 Standart əlavə metodu ilə hesablama

Durulaşdırılmış ölçmə məhlullarının (4.7.3) ölçülmüş hopmalarından istifadə etməklə kalibrləmə əyrisi hazırlayın. İstinad məhlulları nümunəni standart məhlullarla durulaşdırmaqla düzəldilmişdir və tərkibində civə sıxlığının mərhələli artmaları vardır.

Kalibrləmə əyrisinin hopma $A=0$ olduğunda ekstrapolyasiyası vasitəsilə nümunə məhlulunun sıxlığını əldə edin. Eynilə də sınaq məhlulunun civə sıxlığını təyin edin və nümunə üçün əldə edilmiş nəticədən çıxardın. Alternativ olaraq, qiymətləndirməni xətti reqressiya vasitəsilə aparın.

Hesablamada istənilən əlavə durulaşdırma addımları üçün vəziyyəti tarazlaşdırın.

4.9 Nəticələrin ifadəsi

Nəticələr barəsində litrdə mikroqramlarla və onların ətrafında ən yaxın $0,1 \mu\text{q/l}$ -ə uyğun məlumat verin.

NÜMUNƏLƏR

Civə (Hg) $0,7 \mu\text{q/l}$

Civə (Hg) $2,0 \mu\text{q/l}$

4.10 Sınaq hesabı

Hesabat bu Beynəlxalq Standarta istinad etməli və aşağıdakı təfsilatlardan ibarət olmalıdır:

- a) su nümunəsinin təyinatı;
- b) Bənd 4.9-da qeyd olunduğu kimi nəticə;
- c) nümunənin ilkin emalı və qaynatma metodu;
- d) bu metoddan bütün kənara çıxmalar və nəticəyə təsir göstərə bilən bütün halların təfsilatları.

5 ZƏNGİNLƏŞDİRİLMİŞ NATRIUM-TERAHİDROBROMAT AZALDILMASINDAN SONRA CİVƏNİN TƏYİNİ

5.1 Prinsip

Bir və ya ikivalentli civə natrium-tetrahidroborat vasitəsilə turşu mühitində element formasına qədər azaldılır. Elementşəkilli civə daha sonra məhluldan təsirsiz qaz axınının köməyi ilə çıxardılır və buraxılmış hidrogenlə birlikdə atomar qaz formasında küvetə qoyulur. Hopma əmsalı loqarifmi atomar

hopma spektrometrinin radiasiya şüalanmasında 253,7 nm dalğa uzunluğunda ölçülür. Sıxlıqlar kalibrləmə əyrisindən istifadə etməklə hesablanır.

Qarışıqlar

Qeyd: Həmçinin, bax bən 3.

Ölçmə məhlulunda >1 mq/l nikel və $>0,1$ mq/l gümüş sıxlıqları cívənin təyinatına maneçilik törədir. 1:1 nisbətində durulaşdırılmış hidroxlorid turşusu və dəmir (III) məhlulunun mövcud olduğu təqdirdə 500 mq/l-ə qədər nikel və 10 mq/l-ə qədər gümüş heç bir qarışıqlığa səbəb olmur.

5.3 Reaktivlər

Bənd 4.3-də sadalanmış reaktivlərə əlavə olaraq, qalay (II)-xlorid məhlulundan başqa aşağıdakı məhlullar tələb olunur:

5.3.1 Natrium-tetrahidroborat məhlulu

3 qram natrium-tetrahidroboratı NaBH_4 və 1 qram natrium-hidroksidi NaOH az miqdarda suda həll edin.

100 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın və kağız filtdən keçirin.

Məhlul yalnız bir neçə günlüyə sabitdir.

Axın sistemlərində aşağı sıxlıqlar istifadə oluna bilər, misal üçün 100 ml suda 0,02 qram natrium tetrahidroborat və 0,03 qram natrium hidroksid.

Bu məhlulu istifadə edilən gün hazırlayın.

5.3.2 Dəmir bufer məhlulu

14 qram dəmir (III)-nitrat nonahidratı $\text{Fe}(\text{NO})_3 \times 9\text{H}_2\text{O}$ suda həll edin və 100 ml-ə qədər su ilə durulaşdırın.

Məhlulları gündəlik hazırlayın.

5.4 Aparat (cihaz)

5.4.1 Çıxarma qurğusu

Bu proses böyük həcmdə hidrogen əmələ gətirir. Buna görə də əmələ gəlmiş hidrogeni kənarlaşdırmaq üçün cihaz vacibdir.

5.4.2 Müvafiq monitoring sistemi ilə birlikdə atom absorbsiya (hopma) spektrometri (AAS). Sistemi göstəricilərə müvafiq olaraq sazlayın.

5.4.3 Cívənin təyinatı üçün radiasiya mənbəyi, misal üçün içi boş katod və yaxud elektrodsuz boşaltma lampası

Aşağıdakılardan ibarət olan cívə aksesuarları (Şəkil 1-ə baxın):

- Daxili diametri təxminən 2 sm, uzunluğu ən azı 15 sm olan, (AAS-Atom Absorbsiya Spektofotometriya alətindən asılı olaraq), kvars pəncərəli, borosilikat şüşə və yaxud kvars küvetdən ibarət olan absorbsiya (hopma) xanası;
- Təzyiq azaldan klapanlı təsirsiz qaz silindri (misal üçün, azot və yaxud argon);

- Plastik borucuqla birlikdə suölçən;
- Misal üçün, 100 ml və yaxud 250 ml-lik ikiboğazlı yastıdıbli şüşədən ibarət olan reaksiya qabı, 29/32 kipləşdirilmiş şüşə tıxac, butulka yuyan əlavə və qaz tətbiq etmək üçün borucuq ilə birlikdə;
- Ölçü modulu üçün isitmə mənbəyi, suyun kondensasiyasının qarşısını almaq üçün yetərlidir.

Ölçü xanasının temperaturu təhlil boyunca eyni olmalıdır.

Açıq sistemin nümunəsi Şəkil 1- də göstərilmişdir.

Qeydlər:

1. Nasos və borucuqlar üçün plastik materialın seçiminə diqqət yetirilməlidir (3-cü bəndə baxın).
2. Davamlı axın və yaxud axın inyeksiya sistemi alternativ kimi mümkündür. İstehsalçı tərəfindən verilmiş göstərişlərə əməl olunmalıdır.

Şəkil 2 – Natrium-tetrahidrobortla cəvənin təyini üçün yardımçı cihaz (açıq sistem)

Açar sözlər

1. Hopma xanası, diametri 2 sm; uzunluğu 15 sm
2. NaBH_4 məhlulu
3. Təsirsiz qaz
4. Axın ölçən
5. Reaksiya qabı, iki boğazlı, yastıdıbli şüşə, 100 ml və ya 200 ml

5.5 Nümunəgötürmə və nümunənin ilkin emalı

Bənd 4.5-də prosedura əməl edin.

5.6 Qaynama metodu

Bənd 4.6-dakı prosedurlara riayət edin.

5.7 Prosedur

5.7.1 Hazırlıq mərhələləri

a) Ölçmə proseduruna başlamazdan öncə alət (Bax. bənd 5.4.1) parametrlərini istehsalçının göstərişlərinə uyğun düzəldin və hopma xanasını tənzimləyin.

b) Əgər qaynama məhlulu bənd 4.6-dakı göstərişlərə uyğun hazırlanmışdırsa, ölçmədən dərhal əvvəl bütöv qaynama məhluluna 5 ml (və ya əgər tələb olunursa, daha çox) hidrosilammonium-xlorid məhlulu (4.3.8) əlavə edin. 5 ml hidrosilammonium-xlorid adətən, normadan artıq oksidləşən reaktivləri azaltmağa və çökmüş manqan- dioksidi həll etmək üçün kifayətdir. Əgər məhlul 30 dəqiqədən sonra aydınlaşmasa, hidrosilammonium-xloridin digər əlavəsini artırın.

c) Əgər təhlil üçün tam qalıqsız bölünən nümunə götürülürsə, nümunə məhlulunu spesifik həcmə qədər, misal üçün 200 ml-ə qədər doldurun.

d) Reaksiya şüşəsindəki hər 10 ml ölçmə məhluluna 0,5 ml natrium-xlorid duzu (4.3.4) əlavə edin.

e) Ölçmə məhlulunu (qaynama məhlulunu və yaxud durulaşmış hissəciyi) reaksiya qabına boşaldın və analiz aparatına yerləşdirin.

f) Hər bir 10 ml ölçmə məhluluna 2 ml natrium-tetrahidroborat məhlulu (5.3.1) əlavə edin.

50 ml-lik ölçmə məhlulu üçün 7,5 ml natrium-tetrahidroborat məhlulu əlavə edin.

g) Təsirsiz qazın axını ilə civəni hopma xanasına ötürün. Axın sürətini istehsalçının göstərişlərinə müvafiq olaraq tənzimləyin və onu ölçmə boyunca saxlayın.

h) Əgər nümunə məhlulunun nikel və yaxud gümüş tərkibi yüksəkdirsə (Cədvəl 1-ə baxın), 25 ml ölçmə məhlulu əlavə etməzdən öncə 25 ml natrium xlorid turşusunu (4.3.4) və 0,5 ml dəmir bufer məhlulunu (5.3.2) reaksiya qabına yerləşdirin. Əgər kiçik ölçmə hissəciklərindən istifadə edildirsə, bu məhlulları 25 ml-ə qədər su ilə doldurun.

i) Kalibrləmə (4.3.14) və sınaq məhlullarını (4.3.15) su nümunəsi ilə eyni üsulla ölçün.

5.7.2 Standart kalibrləmə metodundan istifadə etməklə analiz

Bənd 4.7.2-dəki prosedura əməl edin.

5.7.3 Kalibrləmənin standart əlavə metodundan istifadə etməklə təhlil

Bənd 4.7.3-dəki prosedura əməl edin.

5.8 Hesablanma

Bənd 4.8-dəki prosedura riayət edin.

5.9 Nəticələrin ifadəsi

Bənd 4.9-dakı prosedura riayət edin.

5.10 Sınaq hesabatı

Bənd 4.10-dakı prosedura əməl edin.

6 DƏQİQLİK MƏLUMATI

1996-cı ilin yanvarında Almaniyada aparılmış laboratoriyalarası sınaq Cədvəl 2-də verilmiş qiymətlərlə nəticələnmişdir:

Cədvəl 2 – Dəqiqləşdirmə məlumatı

Bütün laboratoriyalar										
Nümunə	L	n	NAP %	Mütləq dəyər	X $\mu\text{q/l}$	σ_R $\mu\text{q/l}$	VC_R %	σ_r $\mu\text{q/l}$	VC_r %	Bərpa %
A	21	62	9	0,819	0,831	0,2500	30,1	0,1310	15,8	101,5
B	20	59	13	1,474	1,459	0,3918	26,9	0,1855	12,7	99,0
C	21	68	0	5,732	5,799	1,3745	23,7	0,5746	9,9	101,2
Qalay (II) xloridlə azaldılma										
Nümunə	L	n	NAP %	Mütləq dəyər	X $\mu\text{q/l}$	σ_R $\mu\text{q/l}$	VC_R %	σ_r $\mu\text{q/l}$	VC_r %	Bərpa %
A	13	37	14	0,819	0,737	0,2165	29,4	0,0729	9,9	90,0
B	13	36	14	1,474	1,335	0,3800	28,5	0,1949	14,6	90,6
C	13	37	14	5,732	5,588	0,8359	15,0	0,2359	4,2	97,5
Natrium-tetrahidroboratla azaldılma										
Nümunə	L	n	NAP %	Mütləq dəyər	X $\mu\text{q/l}$	σ_R $\mu\text{q/l}$	VC_R %	σ_r $\mu\text{q/l}$	VC_r %	Bərpa %
A	8	22	0	0,819	0,991	0,2424	24,5	0,1932	19,5	121,0
B	7	21	13	1,474	1,68	0,3339	19,9	0,1691	10,1	114,0
C	8	23	0	5,732	6,51	1,3047	20,0	0,2811	4,3	113,6
Nümunə A: içməli su; Nümunə B: səth suyu; Nümunə C: çirkab suyu; L laboratoriyaların nömrəsi; n dəyərlərin sayı; NAP tullantıların faizi; X orta cəm; σ_R təkrar əmələ gəlmənin standart kənara çıxması; VC_R təkrar əmələ gəlmənin dəyişmə əmsalı; σ_r təkrar olunmanın standart kənara çıxması; VC_r təkrar olunmanın dəyişmə əmsalı.										

ƏLAVƏ A

(məlumat xarakterli)

ULTRASƏS QAYNAMA METODU

A.1 Əlavə cihaz

A.1.1 Temperaturu tənzimlənən ultasəs vannası, ən azı 240 Volt/l güc sıxlıqlı və qaynama qablarının ölçüsünə və sayına müvafiq.

A.1.2 Ultrasəs qaynama üçün yivli qapaqlı **borosilikat şüşə və yaxud plastik** (misal üçün, polisulfon) **qaynama qabları**

A.2 Qaynama

4.5-də təsvir olunduğu kimi sabitləşdirilmiş 100 ml, yaxud daha kiçik həcmli su nümunəsini qaynama qabına boşaldın;

Diqqətlə 1 ml kalium permanqanat məhlulu (4.3.5), 1 ml azot turşusu (4.3.2), 1 ml kükürd turşusu (4.3.3) və 2 ml kalium-peroksodisulfat (4.3.7) əlavə edin;

Hər bir əlavədən sonra yaxşıca çalxalayın;

Qaynama qabının ağzını möhkəm bağlayın və onu 30 dəqiqə müddətində 50°C-də ultrasəs vannasına yerləşdirin;

Məhlulu otaq temperaturuna qədər soyudun;

Əgər müxtəlif nümunə həcmələri və müvafiq olaraq müxtəlif maddə həcmələrindən istifadə olunmuşdursa, qaynamanı spesifik həcmə qədər durulaşdırın;

Qaynadılmış məhlulları mümkün qədər tez analiz edin.

Su nümunəsi əvəzinə əlavə edilmiş sabitləşdirici məhlulla (4.3.6) uyğun gələn həcmdə sudan (4.3.1) istifadə etməklə sınaq məhlulunu da eyni üsulla hazırlayın və analiz edin.

ƏLAVƏ B

(məlumat xarakterli)

AVTOKLAV QAYNAMA METODU

B.1 Əlavə cihaz

B.1.1 Rəngsiz pireks şüşədən düzəldilmiş, polipropilen yivli qapaqları və yaxud uyğun gələn qapaqları olan 100 ml-lik qaynama butulkaları. Butulkalar və qapaq 120°C temperatura və 200 kPa təzyiqə davam gətirməlidir.

B.1.2 Qaynama butulkalarına uyğunlaşa bilən avtoklav

Avtoklavın temperatur və təzyiqə davamlılığı ən azı qaynama butulkalarına müvafiq olmalıdır. Avtoklavın buxar buraxmaq üçün ucluğu, temperatur tənzimləmələrinə uyğunlaşa bilən klapanı və təzyiqölçən cihazı olmalıdır. Avtoklava, həmçinin, quraşdırılma tənzimləyici-qızdırıcı cihaz və yaxud qızdırıcı boşqab lazımdır.

B.2 Qaynama

Bənd 4.5-də təsvir olunduğu kimi sabitləşdirilmiş 40 ml su nümunəsini qaynama qabına boşaldın.

10 ml azot turşusu (4.3.2) əlavə edin.

Şüşənin ağzını möhkəm bağlayın və onu avtoklava yerləşdirin.

İstehsalçının göstərişlərinə müvafiq olaraq 30 dəqiqə müddətində 120 °C temperatura qədər qızdırın.

Otaq temperaturuna qədər soyudun, həll olmamış maddənin çökməsinə imkan verin və təhlil üçün aydın mayedən istifadə edin. Qaynamadan sonra nümunənin 0,45 µm membran filtrindən və yaxud sentrifuqadan (bərk hissəciklərin mərkəzdənqaçma qüvvəsinin təsiri ilə toplanması) keçirilməsi zəruri ola bilər.

Əgər müxtəlif nümunə həcmələri və müvafiq olaraq müxtəlif reaktiv həcmələrindən istifadə olunmuşdursa, qaynamanı spesifik həcmə qədər durulaşdırın.

Qaynadılmış məhlulu mümkün qədər tez analiz edin.

Su nümunəsi əvəzinə əlavə edilmiş sabitləşdirici məhlulla (4.3.6) uyğun gələn həcmdə sudan (4.3.1) istifadə etməklə sınaq məhlulunu da eyni üsulla hazırlayın.

ƏLAVƏ C

(məlumat xarakterli)

MİKRODALĞALI QAYNAMA METODU

C.1 Əlavə reagentlər

C.1.1 Natrium-xlorid turşusu, $p(\text{HCl})=1,19$ q/ml

C.2 Əlavə cihaz

C.2.1 Mikrodalğalı soba (enerjini nümunələrə bərabər paylamaq üçün proqramlaşdırıla bilən gücə malik)

Qeyd: Mikrodalğalı soba korroziyaya qarşı davamlı olmalı və yaxşı havalandırılmalıdır ki, istənilən turşu buxarları qaz tutan boruda toplansın. Bütün elektronik cihazlar sistemin təhlükəsiz fəaliyyəti ilə əlaqədar korroziyaya qarşı mühafizə olunmalıdır.

C.2.2 Plastik qablar, 100 ml tutumlu, cəmi həcmi təxminən 140 ml, politetrafluoroetan (PTFE) və yaxud pelfluoroalkoksidən (PFA) düzəldilmiş, təxminən 1000 kPa təzyiqə davamlı hava klapanı ilə təchiz olunmuşdur.

Qeyd: İstehsalçının göstərişlərinə ciddi şəkildə əməl olunmalıdır.

C.3 Prosedur

Bənd 4.5-də təsvir olunduğu kimi sabitləşdirilmiş 50 ml su nümunəsini qaynama qabına boşaldın;

8 ml azot turşusu (4.3.2) və 24 ml natrium-xlorid duzu (C.1) əlavə edin.

Fırladın və ən azı 5 dəqiqə dayanmağa imkan verin;

Şüşə qabın ağzını möhkəm bağlayın və onu mikrodalğalı sobaya yerləşdirin;

Sobanı C.4-də müəyyənləşdirilmiş tənzimləmə proseduruna uyğun qızdırın;

Qabı mikrodalğalı sobadan götürün və onu otaq temperaturuna qədər soyudun. Həddən artıq təzyiqi aradan götürmək üçün havalandırın (ventilyasiyalı şkaf).

Əgər müxtəlif nümunə həcmələri və müvafiq olaraq müxtəlif reagent həcmələrindən istifadə olunmuşdursa, qaynamanı spesifik həcmə qədər durulaşdırın.

Qaynadılmış məhlulu mümkün qədər tez analiz edin.

Su nümunəsi əvəzinə əlavə edilmiş sabitləşdirici məhlula (4.3.6) uyğun gələn həcmdə sudan (4.3.1) istifadə etməklə sınaq məhlulunu da eyni üsulla hazırlayın.

C.4 Mikrodalğalı sobanın tənzimlənməsi

Mikrodalğalı sobanın tənzimlənməsi onun istifadəsindən əvvəl vacib mərhələdir. Bu prosedur sobanın müəyyən tənzimlənməsinin faktiki olaraq təchiz edilmiş enerjiyə (effektiv gücə) necə uyğun gəldiyini göstərməlidir.

Mikrodalğalı soba müəyyən dövrlərdən bir tənzimlənməlidir. Mikrodalğalı sobanın necə tənzimlənməsi istehsalçı tərəfindən quraşdırılmış elektron sistemdən asılıdır. Əgər soba üzrə xətti münasibət təchiz edilmiş enerji və tənzimləmə şkalası arasında dayanırsa, kalibrləmə iki tənzimləmədə (misal üçün, 40% və 100% enerji) həyata keçirilə bilər. Bununla belə, xətti tənzimləmə aparılması tövsiyə olunur.

Əgər tənzimləmə şkalası təchiz edilmiş enerjinin birbaşa funksiyası deyilsə, daha çox tənzimləmələrdə uyğunlaşdırma tələb olunur. İstehsalçının göstərişlərinə riayət edilməlidir.

Azərbaycan Respublikası
Standartlaşdırma, Metrologiya və
Patent üzrə Dövlət Komitəsi
Kollegiyasının “_____”
2015-ci il tarixli _____
nömrəli Qərarı ilə təsdiq edilmişdir.