

BEYNƏLXALQ STANDART - ISO 10304-1

İkinci nəşr

15-08-2007

Su keyfiyyəti - İonların maye xromatoqrafiyası ilə həll olunan anionların təyini

1 -ci hissə:

Brom, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, fosfat və sulfatın təyini

İstinad nömrəsi

ISO 10304-1:2007(E)

© ISO 2007

ISO 10304-1:2007(E)

PDF-dən İmtina Haqqında Bildiriş

Bu PDF faylının daxilində müxtəlif yazı tipləri ola bilər. Adobe-nin lisenziya siyasətinə uyğun olaraq bu fayl çap oluna və ya baxıla bilər, lakin redaktə edən kompüterə lisenziyalaşdırılmamış və quraşdırılmamış yazı tipləri redaktə edilməyəcəkdir. Bu faylı yükləndiyi zaman tərəflər Adobe-nin lisenziya siyasətini pozmamaları məsuliyyətini qəbul edirlər. ISO Mərkəzi Katibliyi bu sahədə heç bir məsuliyyət daşımır.

Adobe, "Adobe Systems Incorporated" şirkətinin ticarət nişanıdır.

Bu PDF faylını yaratmaq üçün istifadə olunan proqram məhsullarının təfərrüatlarını Ümumi Məlumat bölməsində tapa bilərsiniz; PDF yaratmaq parametrləri çap üçün optimallaşdırılmışdır. Faylın ISO üzv orqanları tərəfindən istifadəyə yararlı olmasını təmin etmək üçün bütün işlər yerinə yetirilmişdir. Bununla əlaqədar bir problem tapıldığı təqdirdə, aşağıda göstərilən məlumatlar vasitəsilə Mərkəzi Katibliyə məlumat verin.

MÜƏLLİF HÜQUQU QORUNAN SƏNƏD

© ISO 2007

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. Müdaxilələr
- IV. Prinsip
- V. Reaktivlər
- VI. Avadanlıq
- VII. Nümunə götürmə və nümunənin əvvəlcədən təmizlənməsi
- VIII. Prosedur
- IX. Hesablama
- X. Nəticələrin ifadəsi
- XI. Test hesabatı

Əlavə A (məlumat üçün) Performans məlumatları

Əlavə B (məlumat üçün) Yoxlanmış müdaxilələr

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 10304-1 - ISO/TC 147 Texniki Komitəsi, Su keyfiyyəti, SC 2 Alt Komitəsi, Fiziki, kimyəvi və biokimyəvi metodlar tərəfindən hazırlanmışdır.

ISO 10304-1-in bu ikinci nəşri texniki cəhətdən yenidən işlənmiş ISO 10304-1: 1992 və ISO 10304-2: 1995 standartlarını ləğv və əvəz edir.

ISO 10304, suyun keyfiyyəti - ionların maye xromatoqrafiyası ilə həll olunan anionların təyin edilməsi başlığı altında aşağıdakı hissələrdən ibarətdir:

1 -ci hissə: Bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, fosfat və sulfatın təyin edilməsi

3 -cü hissə: Xromat, yodid, sulfid, tiosiyonat və tiosulfatın təyin edilməsi

4 -cü hissə: Çirkliliyi az olan suda xlorat, xlorid və xloritin təyin edilməsi

Giriş

İstifadəçi bilməlidir ki, müəyyən problemlər ISO 10304 -ün bu hissəsində nəzərdə tutulmayan əlavə şərtlərin göstərilməsini tələb edə bilər.

Su keyfiyyəti - İonların maye xromatoqrafiyası ilə həll olunan anionların təyini

1 -ci hissə:

Bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, fosfat və sulfatın təyini

XƏBƏRDARLIQ - Bu Beynəlxalq Standartı istifadə edən şəxslər normal laboratoriya təcrübəsi ilə öncədən tanış olmalıdırlar. Bu standartın istifadəsi bütün təhlükəsizlik problemlərini həll etməyi nəzərdə tutmur. Müvafiq təhlükəsizlik və sağlamlıq tədbirlərini qurmaq və hər hansı milli tənzimləmə şərtlərinə uyğunluğu təmin etmək istifadəçinin məsuliyyətidir.

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

1 Əhatə Dairəsi

ISO 10304-ün bu hissəsi suda həll olunan bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, ortofosfat və sulfatın suda məsələn içməli sular, yeraltı sular, yerüstü sular, tullantı suları, sızıntı suları və dəniz suyunda ionların maye xromatoqrafiyası ilə təyin edilməsi üçün bir metod müəyyən edir.

Tətbiqin aşağı həddi bromid və nitrit üçün $\geq 0,05$ mq/l, xlorid, flüorid, nitrat, ortofosfat və sulfat üçün isə $\geq 0,1$ mq/l-dir. Tətbiqin aşağı həddi matrisdən və qarşılaşılan müdaxilələrdən asılıdır.

Əgər nümunənin uyğun öncədən təmizlənməsi (məsələn, iz analizləri üçün şərtlər, konsentrasiya əvvəli texnika) tətbiq edilirsə və/və ya ultrabənövşəyi (UV) detektor (bromid, nitrat və nitrit üçün) istifadə olunursa iş diapazonu aşağı konsentrasiyalara qədər genişləndirilə bilər (məsələn, $\geq 0,01$ mq/l).

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 5667-3, Su keyfiyyəti - Nümunə götürmə - III hissə: Su nümunələrinin qorunması və işlənməsinə dair təlimat

ISO 8466-1, Su keyfiyyəti -Analitik metodların kalibrlənməsi və qiymətləndirilməsi və performans xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsi-I hissə: Xətti kalibrləmə funksiyasının statistik qiymətləndirilməsi

ISO 8466-2, Su keyfiyyəti -Analitik metodların kalibrlənməsi və qiymətləndirilməsi və performans xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsi – II hissə: Xətti olmayan ikinci dərəcəli kalibrləmə funksiyaları üçün kalibrləmə strategiyası

3 Müdaxilələr

3.1 Üzvi turşular

Mono və ya dikarboksilik turşular kimi alifatik üzvi turşular anionların ayrılmasına mane ola bilər.

3.2 Sulfit

Sulfit, avto-oksidləşmə səbəbiylə sulfat üçün müsbət bir təsirə səbəb ola bilər. Bu halda nümunə pH 10-a çatdırılır, lazım gələrsə sulfitin sabitləşməsi üçün formaldehid məhlulu əlavə oluna bilər.

3.3 Metallar

Anionlara müdaxilə edən metalların olması (məsələn, qələvi torpaq metalları, keçid metalları, ağır metallar) mütləq yoxlanılmalıdır və bu xüsusi kation dəyişdiricilərinin köməyi ilə aradan qaldırıla bilər (məsələn, H formalı və ya Na formalı kartric).

QEYD - Nümunə matrisindən asılı olaraq, H formalı kation dəyişdiricilərin istifadəsi flüorid və nitrit itkisinə səbəb ola bilər.

4 Prinsip

Nümunə, lazım olduqda, bərk maddələri (Maddə 7-ə bax), sulfid və metal ionlarını çıxarmaq üçün əvvəlcədən təmizlənir. Anionlar (bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, ortofosfat və sulfat), maye xromatoqrafiya ilə ayrılır, stasionar faza olaraq anion mübadilə qatranı və elüentlər olaraq zəif mono və izokratik və ya gradient elüsiya üçün dibazik turşuların duzlarının sulu məhlulları tətbiq olunur (məsələn, karbonat, hidrogenkarbonat, hidrogenoksid elüent) (5.10). Dedeksiya, keçiricilik detektoru (KD) vasitəsi ilə aparılır.

KD-lərdən istifadə edərkən, elüentlərin kifayət qədər aşağı keçiricilik nümayiş etdirməsi vacibdir. Bu səbəbdən, KD-lər ümumiyyətlə elüentin keçiriciliyini azaldan və nümunə növlərini müvafiq turşularına çevirəcək bir bastırıcı cihazla (kation mübadilə cihazı) birləşdirilir.

QEYD - Bu təhlili aparmaq üçün UV detektoru tələb olunmur, lakin daha yüksək həssaslıq tələb olunarsa və/və ya KD-yə matris müdaxiləsi olarsa, bromid, nitrat və ya nitrit üçün istifadə oluna bilər. İstifadə edildikdə, bromid, nitrat və nitrit $\lambda = 200$ nm ilə $\lambda = 215$ nm arasında ölçülə bilər.

Lazım olan ayırma şərtlərinə (6.2) uyğun olmasını təmin etmək üçün R həll etməsini yoxlayın. UV bir KD ilə birlikdə istifadə edilə bilər. UV birbaşa absorpsiyayı ölçür.

Kalibrlemə ISO 8466-1 və ya ISO 8466-2 (8.2)-də göstərilədiyi kimi aparılır. Xüsusi hallarda, genişləndirilmiş iş diapazonları (məsələn, iki konsentrasiya onilliyi) tətbiq oluna bilər.

Kalibrlemə funksiyasının etibarlılığını yoxlamaq üçün nəzarət təcrübələri lazımdır və təkrar təyin etmələr lazım ola bilər.

Matris müdaxilələri gözləndikdə standart əlavə metodunun istifadəsi tələb oluna bilər (8.3).

5 Reaktivlər

Yalnız tanınmış analitik dərəcəli reaktivlərdən istifadə edin. Reaktivləri, başqa hal göstərilmədiyi təqdirdə, nominal kütlənin ± 1 % dəqiqliyi ilə ölçün. 5.2 ilə 5.5 arasında sadalanan reaktivlər, elüentlərin hazırlanması üçün nümunə hesab edilə bilər (5.10).

5.1 ISO 3696 -da müəyyən edilən birinci dərəcəli su.

5.2 Natrium hidrokarbonat, NaHCO₃.

5.2 Natrium karbonat, Na₂CO₃

5.4 Natrium hidroksid, NaOH

5.5 Kalium hidroksidi, KOH

5.6 Bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, ortofosfat və sulfatı ehtiva edən standart məhlullar, hər biri ρ = 1000 mg/l.

Müvafiq və tələb olunan spesifikasiyaya malik tək anion və qarışıq anion ehtiyat məhlulları satışda mövcuddur. Bu məhlullar bir neçə ay ərzində sabit qalır.

Alternativ ehtiyat məhlullarının hazırlanması üçün Cədvəl 1-ə baxın. Müvafiq təmizləmədən sonra duzları müvafiq olaraq həll edin.

Cədvəl 1- Ehtiyat məhlulları üçün kütlə hissəsi və öncədən təmizlənmə

Təyin edilmiş anionlar	İstifadə ediləcək duz ^a	Kütlə, q	Ən azı (105 ± 5) ° C-də qurudularaq öncədən təmizlənməlidir
Brom	NaBr	1,287 7	6 saat
Xlorid	NaCl	1,648 4	2 saat
Flüorid	NaF	2,210 0	1 saat
Nitrat	NaNO ₃	1,370 7	24 saat
Nitrat	NaNO ₂	1,499 8	1 saat
Ortofosfat	KH ₂ PO ₄	1,433 0	1 saat
Sulfat	Na ₂ SO ₄	1,478 6	1 saat

^a adekvat və tələb olunan spesifikasiyaya malik alternativ duzlardan istifadə oluna bilər.

5.7 Brom, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, ortofosfat və sulfat standart məhlulları

5.7.1 Ümumi

Gözlənilən konsentrasiyalardan asılı olaraq, ehtiyat standart məhlullardan (5.6) brom, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, ortofosfat və sulfat konsentrasiyalarından ibarət tək və ya qarışıq standart məhlullar hazırlayın. Standart məhlulları polietilen butulkalarda saxlayın.

5.7.2 Bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, ortofosfat və sulfat qarışıq standart məhlulu üçün nümunə, hər biri $\rho = 10$ mq/l.

Ehtiyat standart məhlulların (5.6) hər birindən 1,0 ml olmaqla 100 ml -lik həcmli bir flakona əlavə edin və qabın qalan həcmi qədər su doldurun (5.1).

Qaranlıqda 2°C -dən 8°C -ə qədər polietilen şüşələrdə saxlanılırsa, məhlullar 1 həftə saxlana bilər.

5.8 Bromid, xlorid, flüorid, nitrat, nitrit, ortofosfat və sulfat kalibrlemə məhlulu

Nümunədə gözlənilən konsentrasiyalardan asılı olaraq, standart məhlulu (5.7.2) istifadə edin və gözlənilən iş diapazonunda mümkün qədər bərabər paylanmış 5-10 kalibrlemə məhlulu hazırlayın.

Məsələn, 0,05 mq/l ilə 0,5 mq/l aralığında aşağıdakı kimi hərəkət edin:

20 ml həcmli flakonlara 100 μl , 200 μl , 300 μl , 400 μl , 500 μl , 600 μl , 700 μl , 800 μl , 900 μl və ya 1000 μl həcmli standart məhlul (5.7 .2) damcıladın və su ilə duruldun (5.1).

Bu kalibrlemə məhlullarında anionların konsentrasiyası uyğun olaraq: 0,05 mq/l, 0,1 mq/l, 0,15 mq/l, 0,2 mq/l, 0,25 mq/l, 0,3 mq /l, 0,35 mq/l, 0,4 mq/l, 0,45 mq/l və ya 0,5 mq/l-dir.

Hər dəfə istifadə günündə kalibrlemə məhlullarını hazırlayın.

5.9 Boş

Həcmli bir flakonı (məsələn, 100 ml) su ilə doldurun (5.1).

5.10 Eluentlər

5.10.1 Ümumi

Eluent hazırlamaq üçün istifadə edilən bütün suyu deqazasiya edin. Bakteriyaların və ya yosunların böyüməsini minimuma endirmək üçün 3 gündən sonra təzə elüentlər hazırlayın.

Eluent seçimi seçilmiş sütun və detektordan (məsələn UV və ya keçiricilik) asılıdır. Ayırıcı sütun və eluentin seçilmiş birləşməsi rezolyusiyaya 6.2-də göstərilən tələblərə cavab verməlidir

5.10.3-də eluent kompozisiya nümunəsi yalnız KD bastırıcı texnikasına aiddir. Buna baxmayaraq, bastırılmamış KD texnikası (həmçinin UV dedektoru) bu üsula daxildir.

Ümumi eluentlər üçün reaktivlərin seçimi 5.2 ilə 5.5 arasında verilmişdir.

QEYD: Eluentin konsentratlardan hazırlanmasının uğurlu olduğu sübut edilmişdir.

5.10.2 Natrium karbonat/natrium hidrokarbonat konsentratı

Eluent konsentrat hazırlamaq üçün:

28,6 q natrium karbonat (5.3) və 8,4 q natrium hidrogen karbonatı (5.2) 1000 ml həcmli bir flakona əlavə edin.

Suda həll edin (5.1) və su əlavə edin.

Məhlulda 0,27 mol/l natrium karbonat və 0,1 mol/l natrium hidrokarbonat var.

Bu məhlul şüşə və ya polietilen butulkalarda 2° C-dən 8° C-ə qədər saxlanıldıqda bir neçə ay sabit qalır.

5.10.3 Natrium karbonat/natrium hidrogenkarbonat elüenti

Bu standartda uyğun olaraq anionların təyin edilməsi üçün aşağıdakı elüent tətbiq olunur:

20 ml konsentratı (5.10.2) 2000 ml həcmli bir flakona əlavə edin və su ilə duruldun (5.1).

Məhlulda 0,0027 mol/l natrium karbonat və 0,001 mol/l natrium hidrokarbonat var.

6 Aparatlar

Adi laboratoriya aparatları və xüsusən:

6.1 İon xromatoqrafiya sistemi. Ümumiyyətlə, aşağıdakı komponentlərdən ibarətdir (bax Şəkil 1).

6.1.1 Elüent anbarı və qazdan təmizləyici qurğu.

6.1.2 Metalsız HPLC (maye xromatoqrafının yüksək effektivli nasosu).

6.1.3 Müvafiq həcmdə bir nümunə (məsələn, 0,02 ml) çəkmə sistemi və ya avtomatik nümunə götürmə cihazı olan nümunə inyeksiya sistemi.

6.1.4 Göstərilən ayırma performansını ilə ayırıcı sütun (6.2).

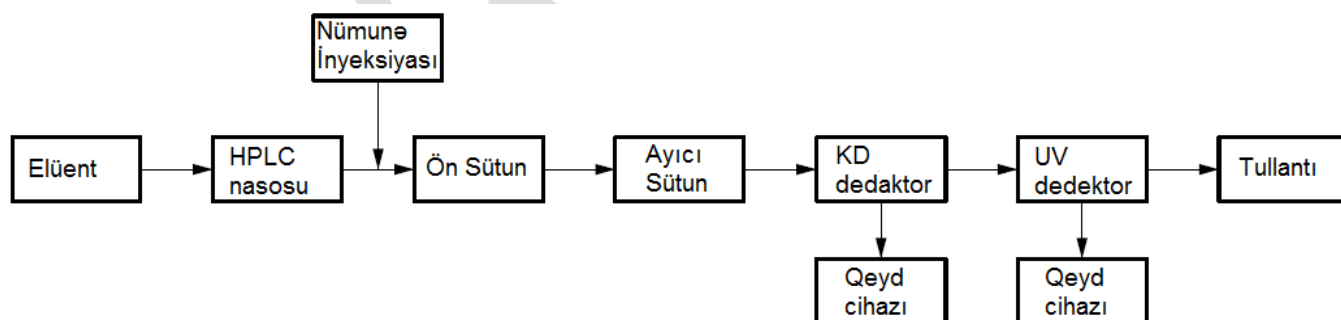
6.1.5 Keçiricilik detektoru (KD).

6.1.6 Ultrabənövşəyi (UV) detektoru, məs. 190 nm-dən 400 nm-ə qədər dalğa uzunluğu aralığında işləyən bir spektrofotometr istəyə bağlı olaraq bir KD ilə birlikdə istifadə olunur və ya alternativ olaraq yalnız bromid, nitrat və ya nitrit təyin olunarsa istifadə edilir.

6.1.7 Qeyd cihazı (məsələn, məlumatların toplanması və qiymətləndirilməsi üçün proqram təminatı olan kompüter).

6.1.8 Lazım gələrsə, ön sütunlar (bax 3.3 və Qeyd 8.3).

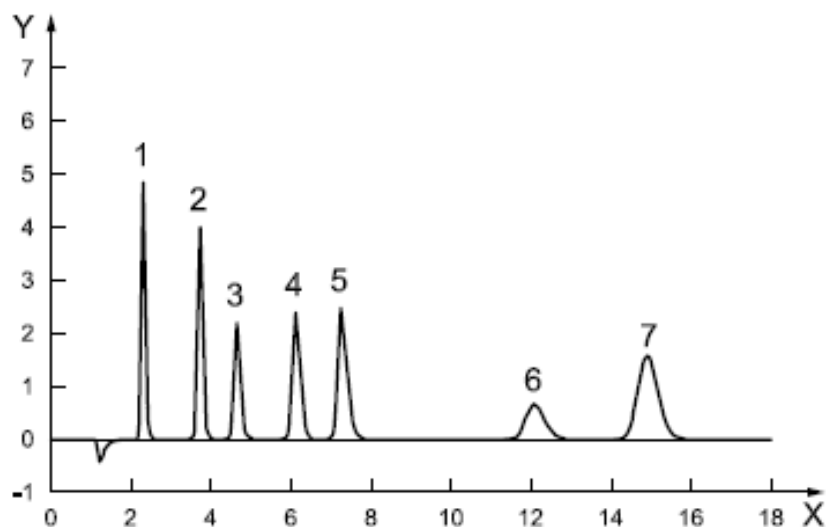
Şəkil 1 — İon xromatoqrafik sistemi



6.2 Ayırıcı sütun üçün keyfiyyət tələbləri

Nümunələrin və standart məhlulların xromatoqramlarında (bax Şəkil 2), maraqlı anionu ilə ən yaxın zirvəsi arasındakı pik həll etmə R 1,3 -dən aşağı düşməməlidir [bax: Tənlik (1) və Şəkil 3].

Ayrılma şərtləri, mümkün müdaxilə edən anionların maraqlı anionuna müdaxilə etməyəcəyi şəkildə olmalıdır.



Şəkil 2 ISO 10304-ün bu hissəsinə uyğun gələn standart bir məhlulun xromatoqramına nümunə

Qrafikdə qeyd edilənlər:

X saxlama müddəti, t_R , min

Y keçiricilik, $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$

Pik^a - İon Konsentrasiyası, mg/l

1	Flüorid	3
2	Xlorid	5
3	Nitrit	5
4	Bromid	10
5	Nitrat	10
6	Ortofosfat	10
7	Sulfat	10

Şərtlər

Ön sütun İon dəyişdiricisi

Sütun İon dəyişdiricisi

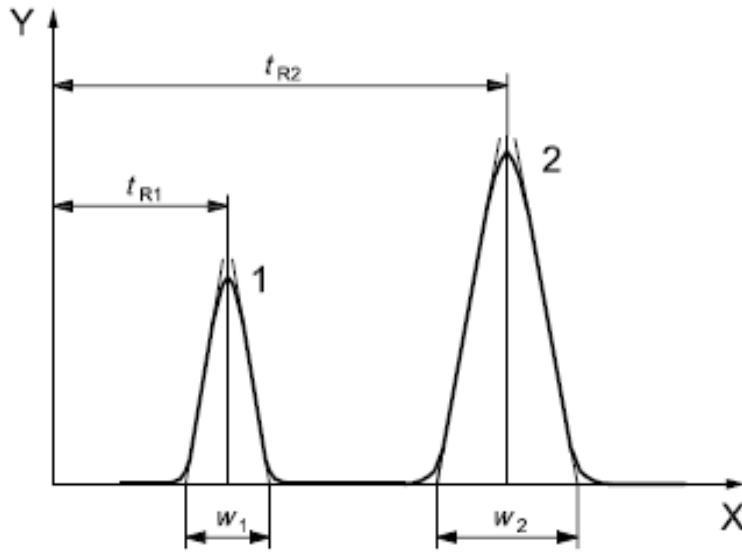
Elüent 2,7 mmol/l Na_2CO_3 + 1,0 mmol/l NaHCO_3

Elüent axını sürəti 1,2 ml/dəq

Deteksiya KD

İnyeksiya həcmi 25 μl

^a Elüent ardıcılığı və saxlama müddəti, t_R , sütunun növünə və seçici tərkibinə görə dəyişə bilər.



Şəkil 3 - Maksimum həlli hesablaşmaq üçün parametrlərin qrafik təsviri, R

Açar sözlər

X saxlama müddəti, t_R , s

Y siqnalı

w zirvənin eni, s

1 zirvə 1

2 zirvə 2

(1) Tənlikdən istifadə edərək R pik həllini hesablayın:

Burada:

tR1, ilk zirvənin saxlanma müddətidir (saniyələrlə);

tR2, ikinci zirvənin saxlanma müddətidir (saniyələrlə);

w1, birinci oxun zaman oxundakı zirvə enidir (saniyələrlə);

w2, ikinci oxun zaman oxundakı zirvə enidir (saniyələrlə).

QEYD W1 və W2 əsas zirvələri Gauss zirvələri üzərində bərabərbucaqlı üçbucaqlar qurularaq əldə edilir.

7 Nümunə götürmə və nümunənin öncədən təmizlənməsi

Nümunə götürmək üçün təmiz flakonlardan istifadə edin.

ISO 5667-3-də göstəriləyi kimi nümunələri sabitləşdirin.

QEYD 1 Bakterial fəaliyyətlər və anionların hissəciklərə adsorbsiyası anionların çevrilməsinə səbəb ola bilər (məs.nitrat, nitrit, ortofosfat). Nümunə götürmə zamanı 0,45 µm filtrasiya mərhələsi bakteriya və hissəcikləri təmizləyə bilər.

Daşınma üçün nümunələri qaranlıqda 2° C ilə 8° C temperatur arasında saxlayın.

Qeyd 2 pH dəyərlərinin dəyişdirilməsi analiz zamanı nümunədə çöküntüyə səbəb ola bilər. Çöküntünün qarşısını almaq olar inyeksiyadan əvvəl nümunə pH -ı elüentin pH -na uyğunlaşdırılması.

Analizatora inyeksiya etməzdən əvvəl, zəruri hallarda hissəcikləri ayırmaq üçün nümunəni membran filtdən (məsəmə ölçüsü 0,45 µm) süzün.

Nümunənin membran vasitəsilə mümkün çirklənməsinin qarşısını alın (məsələn, membranı az miqdarda nümunə ilə yuyun və filtratın birinci hissəsini atın).

Kalibrlemə məhlullarını (5.8) və boş məhlulu (5.9) nümunə məhlulu ilə eyni şəkildə təmizləyin.

8 Prosedur

8.1 Ümumi

Alət istehsalçısının təlimatlarına uyğun olaraq ion xromatoqrafiya sistemini (6.1) qurun.

Elüenti işə salın və sabit bir təməl xətt gözləyin.

8.2-də göstərildiyi kimi kalibrlemə aparın. Nümunələri, kalibrleməni (5.8) və boş məhlulu (5.9) 8.3 -də təsvir edildiyi kimi ölçün.

QEYD Aşağı konsentrasiyalar (məsələn, 0,01 mq/l) bu üsulla müəyyən edilə bilər, lakin bu laboratoriya mühit şərtləri və avadanlıqlarla məhdudlaşacaq. İstifadə olunan suyun və reaktivlərin keyfiyyəti analitik nəticələrin düzgünlüyünə təsir edəcək. Daha aşağı tətbiq həddinə çatmaq üçün əvvəlcədən konsentrasiya üsullarından istifadə edilə bilər.

8.2 Kalibrlemə

Analitik sistem ilk dəfə qiymətləndirildikdə ölçü üçün bir kalibrlemə funksiyasını aralıqlarla qurun (məsələn, ISO 8466-1 və ya ISO 8466-2-də göstərildiyi kimi). Aşağıdakı nümunə kimi:

5.8 və 7 -ci bənddə göstərildiyi kimi kalibrlemə məhlullarını hazırlayın.

Kalibrlemə məhlullarını inyeksiya edin (bax 5.8 və Maddə 7).

Saxlama müddətlərini kalibrlemə məhlulları ilə müqayisə edərək xüsusi anionların zirvələrini müəyyənləşdirin (5.8). Saxlama müddətlərinin sapması bir qrup içərisində $\pm 10\%$ -dən çox olmamalıdır.

Regressiya xəttini hesablamaq üçün əldə edilən məlumatlardan istifadə edin.

Ümumiyyətlə, kalibrlemə metodu yalnız ISO 8466-1 və ya ISO 8466-2-də göstərildiyi kimi bir konsentrasiya onluğunu əhatə edən bir kalibrlemə

strategiyası ilə məhdudlaşmır. Bir konsentrasiyadan ondan artıq dərəcədə kalibrləmə aparıldıqda, ISO 8466-1 və ya ISO 8466-2-də göstərilənlərlə müqayisədə dəqiqlik itkisi baş verə bilər.

Lazım gələrsə, müəyyən edilmiş kalibrləmə funksiyasını tənzimləyin (məsələn, iş aralığının aşağı və yuxarı üçdə birində fərqli anion konsentrasiyalarının standart məhlullarını ölçün).

8.3 Ölçmə

Kalibrləmə funksiyasını qurduqdan sonra, nümunəni (7-ci bəndə baxın) xromatoqrafa inyeksiya edin və yuxarıda təsvir edildiyi kimi zirvələri ölçün (8.2).

Qeyd 1 Qatı hissəciklər və üzvi birləşmələr (məsələn, mineral yağlar, yuyucu vasitələr və humik turşular) ayırıcı sütunun ömrünü qısaldır. Onlar qütbü olmayan bir faza (məsələn, kartric) filtr mərhələsi tətbiq etməklə kənarlaşdırıla bilərlər.

Bir ön sütunun istifadəsi yalnız üzvi maddələrlə çox yüklənmiş suların analizi üçün deyil (3.1), həm də analitik ayırıcı sütunu qorumaq üçün tövsiyə edilir.

Qeyd 2 Ümumiyyətlə, iki fərqli ön sütun istifadə edilə bilər: analitik ayırıcı sütunu ilə eyni və ya oxşar qətran materialı olan və funksional olmayan qətranla dolu olan.

Analitin konsentrasiyası kalibrləmə aralığını aşarsa, nümunəni su ilə duruldun və ya daha yüksək iş diapazonu üçün ayrı bir kalibrləmə funksiyası yaradın və yenidən analiz edin.

Analitin konsentrasiyası kalibrləmə aralığından daha azdırsa, aşağı iş diapazonu üçün ayrıca bir kalibrləmə funksiyası qurun və lazım olduqda yenidən təhlil edin.

Matris müdaxilələri gözlənilirsə, nəticələri təsdiqləmək üçün standart əlavə metodundan istifadə edin (alkoqollu nümunənin saxlanma müddətini orijinal nümunə ilə müqayisə edərək zirvələri yoxlayın).

Blank məhlulu (5.9) nümunə ilə eyni şəkildə ölçün.

9 Hesablama

İstifadə olunan kalibrlemə funksiyasına görə pik sahələri və ya pik yüksəkliklərdən istifadə edərək məhlulda olan anionların hər litr üçün mikroqram və ya milliqramda kütlə konsentrasiyasını hesablayın (8.2).

Bütün durultma addımlarını nəzərə alın.

10 Nəticələrin ifadəsi

Nəticələri maksimum iki əhəmiyyətli rəqəmlə bildirin.

NÜMUNƏ

Sülfat (SO_4^{2-}) 51 mq/l

Nitrat (NO_3^-) 0,64 mq/l

Nitrat, nitrit və ortofosfatın nəticələri də $\text{NO}_3\text{-N}$, $\text{NO}_2\text{-N}$ və $\text{PO}_4\text{-P}$ olaraq ifadə edilə bilər.

Cədvəl 2 - Konversiya faktorları

Bu nəticələri vurun	Bu konvensiya əmsalı ilə	Bu məlumatlar üçün
NO_3^-	0,225 9	$\text{NO}_3\text{-N}$
$\text{NO}_3\text{-N}$	4,426 8	NO_3^-
NO_2^-	0,304 5	$\text{NO}_2\text{-N}$
$\text{NO}_2\text{-N}$	3,284 6	NO_2^-
PO_4^{3-}	0,326 1	$\text{PO}_4\text{-P}$
$\text{PO}_4\text{-P}$	3,066 2	PO_4^{3-}

11 Test hesabatı

Test hesabatında ən azı aşağıdakı məlumatlar olmalıdır:

- a) ISO 10304 -ün bu hissəsinə istinad;
- b) su nümunəsinin identifikasiyası;
- c) 10-cu maddəyə uyğun olaraq nəticələrin ifadəsi;
- d) müvafiq olduqda nümunə öncədən təmizlənməsinin təsviri;
- e) bu metoddan hər hansı bir sapma və nəticələrə təsir edə biləcək hallar haqqında hesabat.

Əlavə A

(məlumat üçün)

Performans məlumatları

Laboratoriyalar arası sınaqlar Avstriya, Belçika, Fransa, Almaniya, İtaliya, Hollandiya və İngiltərədəki laboratoriyalar tərəfindən aparılmışdır. Metodda göstərilən keyfiyyət parametrlərinə uyğun olaraq müxtəlif alətlər və digər analitik şərtlər istifadə olunub.

Nümunə matrisinin təsviri üçün Cədvəl A.1 -ə baxın.

ISO 5725-2 uyğun olaraq performans məlumatları Cədvəl A.2-dən A.8-ə qədər verilmişdir.

CV_{xo} prosedurunun dəyişmə əmsalları (ISO 8466-1-ə bənzər müəyyən edilmiş kalibrlemə funksiyalarından əldə edilir) Cədvəl A.9-da verilmişdir. Məlumatlar yuxarıda göstərilən laboratoriyalararası sınaqlarda iştirak edən laboratoriyalardan əldə edilir.

Cədvəl A.1 - Nümunə matrisinin təsviri (M)

No	Matris	Tarix
M1	Sintetik	1986
M2	İçməli su	1986
M3	Alqaqollu içməli su	1986
M4	Səth suyu (Reyn çayı)	1986
M5	Təmizlənmiş sənaye çirkab suları (COD, O: 770 mg/l)	Mart 1987
M6	Təmizlənmiş məişət çirkab suyu (COD, O: 90 mg/l)	Mart 1987
M7	Təmizlənmiş məişət çirkab suyu (COD, O: 70 mg/l)	Mart 1987
M8	Sənaye çirkab suyu	Oktyabr 1997
M9	Məişət çirkab suyu (COD, O: 300 mg/l; DOC, C: 47 mg/l)	Noyabr 1987
M10	Təmizlənmiş məişət çirkab suyu (alqaqollu nümunə M9)	Noyabr 1987
M11	Təmizlənmiş məişət çirkab suyu (COD, O: 60 mg/l; DOC, C: 13 mg/l)	Noyabr 1987
M12	Təmizlənmiş məişət çirkab suyu (alqaqollu nümunə M11)	Noyabr 1987
M13	Təmizlənmiş sənaye çirkab suları (COD, O: 400 mg/l; Cl: 3 500 mg/l)	Noyabr 1987
M14	Təmizlənmiş sənaye çirkab suları (alqaqollu nümunə M13)	Noyabr 1987
M15	Süni kanalizasiya, qlükoza ilə alkollaşdırılmış (DOC, C: 165 mg/l)	Noyabr 1987
M16	Sintetik standart həll	March 1989
M17	Məişət çirkab suyu	March 1989
M18	Təmizlənmiş məişət çirkab suyu (COD, O: 550 mg/l; elektrik keçiriciliyi, 1 100 µS/cm)	March 1989
M19	Sintetik standart həll	Oktyabr 1988
M20	Yüksək üzvi yüklü çay suyu (Reyn çayı)	Oktyabr 1988
M21	Çay suyu (alqaqollu nümunə M20)	Oktyabr 1988
M22	Sintetik dəniz suyu	Oktyabr 1988
M23	Yüksək üzvi və qeyri-üzvi yüklə zəngin zibildən sızan su	Oktyabr 1988
M24	Çirkli su. IC metoduna görə müəyyən etmək (həmçinin fotometriya kimi digər üsullar) humik turşuların çox olması səbəbindən mümkün deyildi.	Oktyabr 1988

COD: Kimyəvi oksigen tələbatı

DOC: Həll olmuş üzvi karbon

Cədvəl A.2 - Bromid üçün performans məlumatları

Nüm unə	Matris	l	n	o %	X _{ref} mg/ l	x mg/ l	η %	s _R mg/l	CV _R %	s _r mg/ l	CV _r %
M1	Sintetik	29	109	9,2	2,00	1,97	98,6	0,129	6,5	0,08	4,0
M3	İçməli su	26	96	15,8	1,03	1,01	98,1	0,11	10,6	0,057	5,7
M5	Sənaye	9	33	0,0	—	54,9	—	7,66	14,0	1,92	3,5
M9	Məişət	16	57	3,5	—	0,17	—	0,044	25,7	0,014	8,2
M10	Məişət	26	95	4,2	8,17	8,32	102	0,49	5,9	0,181	2,2
M11	Məişət	18	65	1,5	—	0,20	—	0,052	25,7	0,013	6,3
M12	Məişət	26	98	6,1	3,20	3,19	99,6	0,156	4,9	0,087	2,7
M13	Sənaye	24	89	9,0	—	145	—	6,49	4,5	2,97	2,1
M14	Sənaye	24	92	0,0	175	172	98,7	9,88	5,7	2,85	1,7
M15	Sintetik tullantı suyu	26	95	8,4	6,00	5,98	99,7	0,309	5,2	0,158	2,6
M16	Sintetik	12	43	8,5	1,50	1,49	99,3	0,06	3,7	0,03	2,5
M17	Məişət	12	44	6,4	—	0,65	—	0,04	6,1	0,03	3,8
M18	Məişət	12	47	0,0	—	0,49	—	0,05	9,8	0,03	6,9

Simvollar:

l-hər bir səviyyəyə görə fərqlənməyən fərdi analitik dəyərlərin sayı;

n - kənarlaşdırıldıqdan sonra laboratoriyaların sayı;

o - təkrarlanan təyinatlardan kənar dəyərlərin faizi;

x_{ref} - qəbul edilmiş istinad dəyəri;

x - ümumi ortalama;

η - bərpa dərəcəsidir;

s_R - təkrar istehsal oluna bilən standart sapma;

CV_R - təkrar istehsal olunma qabiliyyətin dəyişmə əmsalı;

s_r - təkrar oluna bilən standart sapma;

CV_r - təkrarlanma qabiliyyətinin dəyişmə əmsalıdır.

Cədvəl A.3 - Xlorid üçün performans məlumatları

Nüm unə	Matris	l	n	o %	X _{ref} mg/ l	x mg/ l	η %	S _R mg/ l	CV _R %	s _r mg/ l	CV _r %
M1	Sintetik	33	122	5,4	15,0	15,4	103	0,947	6,2	0,279	1,8
M2	İçməli su	30	108	15,6	—	21,6	—	1,03	4,8	0,313	1,5
M3	İçməli su	30	111	12,6	31,6	29,9	94,7	1,44	4,8	0,580	1,9
M4	Çay suyu	31	112	11,8	—	13,3	—	1,0	7,5	0,275	2,1
M5	Sənaye	7	27	0,0	3670	3658	99,7	122	3,3	52,5	1,4
M6	Məişət	7	27	0,0	236	228	96,5	11,3	4,9	5,02	2,2
M7	Məişət	7	27	0,0	404	377	93,4	11,9	3,2	3,71	1,0
M8	Sənaye	13	54	0,0	694	707	102	58,8	9,3	17,7	2,5

Simvolların tərifi üçün Cədvəl A.2 -yə baxın

Cədvəl A.4 - Flüorid üçün performans məlumatları

Nüm unə	Matris	l	n	o %	X _{ref} mg/ l	x mg/ l	η %	S _R mg/ l	CV _R %	s _r mg/ l	CV _r %
M1	Sintetik	29	104	13,3	1,00	1,03	103	0,07	6,7	0,028	2,7
M3	İçməli su	27	98	15,5	2,14	2,09	97,5	0,189	9,1	0,086	4,1

Simvolların tərifi üçün Cədvəl A.2 -yə baxın

Cədvəl A.5 - Nitrat üçün performans məlumatları

Nüm unə	Matris	l	n	o %	X _{ref} mg/ l	x mg/ l	η %	S _R mg/l	C V _R %	s _r mg/ l	CV _r %
M1	Sintetik	31	116	15,9	25,0	25,8	103	1,3	5,1	0,403	1,6
M2	İçməli su	31	116	15,3	—	5,37	—	0,414	7,7	0,112	2,1
M3	İçməli su	35	131	3,0	15,4	14,2	92,6	2,58	18,2	0,4	2,8
M4	Çay suyu	36	131	3,7	—	11,0	—	2,1	19,0	0,223	2,0
M5	Sənaye	9	30	14,3	2,64	3,27	124	0,761	23,3	0,143	4,4
M6	Məişət	9	28	20,0	1,44	1,36	94,1	0,122	9,0	0,062	4,6
M7	Məişət	9	27	22,9	2,76	2,73	99,0	0,103	3,8	0,066	2,4
M8	Sənaye	11	39	18,8	—	14,6	—	4,22	28,9	0,362	2,5
M9	Sənaye	8	31	12,9	—	0,114	—	0,05	43,8	0,013	11,4
M11	Məişət	19	69	13,0	—	0,175	—	0,038	21,5	0,013	7,4
M12	Məişət	25	93	11,8	3,14	3,21	102	0,122	3,8	0,071	2,2
M13	Sənaye	21	77	13,0	—	4,18	—	0,473	11,3	0,187	4,5
M14	Sənaye	22	83	4,8	34,2	34,1	99,7	2,3	6,8	0,823	2,4
M17	Məişət	14	50	9,1	—	9,22	—	0,209	2,3	0,11	1,2
M18	Məişət	14	55	0,0	—	3,91	—	0,106	2,7	0,06	1,5
M19	Sintetik	9	35	2,8	17,7	17,7	99,7	0,894	5,1	0,655	3,7
M20	Çay suyu	8	29	17,1	—	41,8	—	2,64	6,3	1,27	3,0
M21	Çay suyu	9	34	2,9	54,1	51,7	95,4	2,62	5,1	0,902	1,8
M22	Dəniz suyu	6	24	14,3	4,43	3,97	89,7	0,421	10,6	0,39	9,8
M23	billərdən sızan tullantı suyu	9	35	0,0	—	46,5	—	0,249	4,8	1,27	2,7

Simvolların tərifi üçün Cədvəl A.2 -yə baxın

Cədvəl A.6 - Nitrit üçün performans məlumatları

Nüm unə	Matris	l	n	o %	X _{ref} mg/ l	x mg/ l	η %	S _R mg/l	CV R %	s _r mg/ l	CV _r %
M1	Sintetik	30	110	10,6	2,0	2,11	106	0,179	8,5	0,063	3,0
M3	İçməli su	30	107	10,1	3,77	4,19	111	0,36	8,0	0,146	3,5
M12	Məişət	21	71	23,9	5,0	5,03	101	0,166	3,3	0,188	2,3

M13	Sənaye	
M14	Sənaye	
M17	Məişət	
M18	Məişət	

Simvolların tərifi üçün Cədvəl A.2 -yə baxın

Cədvəl A.7 - Ortofosfat üçün performans məlumatları

Nüm unə	Matris	l	n	o %	X _{ref} mg/l	X mg/l	η %	S _R mg/l	CV _R %	s _r mg/l	CV _r %
M1	Sintetik	32	117	0,0	3,0	2,7	90,0	0,838	31,0	0,228	8,4
M3	İçməli su	31	108	1,8	2,0	1,62	81,2	0,594	36,5	0,176	10,8
M6	Məişət	7	24	11,1	6,30	7,41	117	0,89	12,1	0,35	5,5
M9	Məişət	22	81	0,0	—	10,5	—	2,13	20,4	0,346	3,3
M10	Məişət	23	84	4,8	16,5	16,4	99,8	1,92	11,7	0,582	3,6
M12	Məişət	21	79	7,6	3,0	2,79	93,0	0,245	8,8	0,134	4,8
M13	Sənaye	17	61	0,0	—	4,45	—	0,843	18,9	0,241	5,4
M14	Sənaye	18	68	11,8	14,5	13,9	96,1	1,07	7,7	0,581	4,2
M15	Sintetik tullantı suyu	21	75	17,3	7,0	6,68	95,5	0,51	7,6	0,135	2,0
M16	Sintetik	12	44	6,4	6,0	6,03	101	0,253	4,2	0,06	1,1
M17	Məişət	12	47	0,0	—	6,30	—	1,05	16,6	0,13	2,1
M18	Məişət	12	46	2,1	—	5,21	—	0,78	14,9	0,1	2,0

Simvolların tərifi üçün Cədvəl A.2 -yə baxın

Cədvəl A.8 - Sulfat üçün performans məlumatları

Nüm unə	Matris	l	n	o %	X _{ref} mg/l	X mg/l	η %	S _R mg/l	CV _R %	s _r mg/l	CV _r %
M1	Sintetik	32	118	9,2	20,0	20,0	100	0,972	4,9	0,407	2,0
M2	İçməli su	33	118	7,8	—	75,0	—	3,16	4,2	1,03	1,4
M3	İçməli su	33	121	5,5	85,0	82,2	96,6	3,98	4,8	1,3	1,6
M4	Çay suyu	34	123	3,9	—	27,0	—	2,05	2,3	0,62	7,6
M5	Sənaye	10	39	0,0	793	792	99,8	48,3	6,1	13,9	1,8
M6	Məişət	9	31	11,4	185	180	97,4	5,11	2,8	3,5	1,9
M7	Məişət	9	35	0,0	92,0	89,0	96,7	3,92	4,4	1,02	1,2

Simvolların tərifı üçün Cədvəl A.2 -yə baxın

Cədvəl A.9- ISO 8466-1-də qeyd edildiyi qaydada prosedurun dəyişmə əmsalı (CVX0) ilə göstərilən performans xüsusiyyətlərinin qiymətləndirilməsi.

Anion	Yoxlanan iş aralığı mg/l			CV _{x0} %
Bromid	0,1 to 1	to	1 to 10	0,6 to 3,8
Xlorid	0,5 to 5	to	5 to 50	0,5 to 2,5
Flüorid	0,02 to 0,2	to	0,5 to 5	1,2 to 3,3
Nitrat	0,5 to 5	to	10 to 100	0,7 to 3,8
Nitrit	0,1 to 1	to	1 to 10	1,2 to 3,5
Ortafostaf	0,5 to 5	to	10 to 100	1,3 to 3,3
Sulfat	1 to 10	to	10 to 100	0,8 to 4,5

Əlavə B

(məlumat üçün)

Yoxlanılan müdaxilələr

Anionlar arasında konsentrasiyada böyük fərqlər olsa belə, çarpaz həssaslıqlar (həll etmənin olmaması) nadir hallarda müşahidə olunur. Bu üsul, analit ilə ən yaxın pik arasında $R = 1,3$ -dən (bax 6.2, Şəkil 3) aşağı düşmədiyi müddətcə tətbiq olunur. Aşağıdakı məlumatlar ISO 10304-1: 1992 və ISO 10304-2: 1995 üçün eksperimental olaraq yoxlanılmışdır. İstifadəçi üçün yalnız məlumat xarakterli təqdim olunur.

Cədvəl B.1 - Yoxlanılan müdaxilələr

Kütləvi konsentrasiyanın həll olunan/müdaxilə edən ion nisbəti (Başqa cür göstərilməyibsə KD)	Müdaxilə edən ionun maksimum yoxlanmış konsentrasiyası
Br ⁻ /Cl ⁻ 1:500	Cl ⁻ 500
Br ⁻ /PO ₄ ³⁻ 1:100	PO ₄ ³⁻ 100
Br ⁻ /NO ₃ ⁻ 1:50	NO ₃ ⁻ 100
Br ⁻ /SO ₄ ²⁻ 1:500	SO ₄ ²⁻ 500
Br ⁻ /SO ₃ ²⁻ 1:50	SO ₃ ²⁻ Həmişə müdaxilə edə bilər
Cl ⁻ /NO ₂ ⁻ 1:50	NO ₃ ⁻ 5
Cl ⁻ /NO ₃ ⁻ 1:500	NO ₃ ⁻ 500
Cl ⁻ /SO ₄ ²⁻ 1:500	SO ₄ ²⁻ 500
F ⁻ /Cl ⁻ 1:500	Σ of all ions 400
NO ₃ ⁻ /Br ⁻ 1:100	Br ⁻ 100
NO ₃ ⁻ /Cl ⁻ 1:500	Cl ⁻ 500
NO ₃ ⁻ /Cl ⁻ (UV) 1:2 000	Cl ⁻ 500
NO ₃ ⁻ /SO ₄ ²⁻ 1:500	SO ₄ ²⁻ 500
NO ₃ ⁻ /SO ₄ ²⁻ (UV) 1:1 000	SO ₄ ²⁻ 500
NO ₃ ⁻ /SO ₃ ²⁻ 1:50	SO ₃ ²⁻ Həmişə müdaxilə edə bilər
NO ₂ ⁻ /Cl ⁻ 1:250	Cl ⁻ 100
NO ₂ ⁻ /Cl ⁻ (UV) 1:10 000	Cl ⁻ 500
NO ₂ ⁻ /NO ₃ ⁻ 1:500	NO ₃ ⁻ 500
NO ₂ ⁻ /PO ₄ ³⁻ 1:50	PO ₄ ³⁻ 20
NO ₂ ⁻ /SO ₄ ²⁻ 1:500	SO ₄ ²⁻ 500
NO ₂ ⁻ /SO ₄ ²⁻ (UV) 1:1 000	SO ₄ ²⁻ 500
PO ₄ ³⁻ /Br ⁻ 1:100	Br ⁻ 100
PO ₄ ³⁻ /Cl ⁻ 1:500	Cl ⁻ 500
PO ₄ ³⁻ /NO ₃ ⁻ 1:500	NO ₃ ⁻ 500
PO ₄ ³⁻ /NO ₂ ⁻ 1:100	NO ₂ ⁻ 500
PO ₄ ³⁻ /SO ₄ ²⁻ 1:500	SO ₄ ²⁻ 500
PO ₄ ³⁻ /SO ₃ ²⁻ 1:50	SO ₃ ²⁻ Həmişə müdaxilə edə bilər
SO ₄ ²⁻ /Cl ⁻ 1:500	Cl ⁻ 500
SO ₄ ²⁻ /NO ₃ ⁻ 1:500	NO ₃ ⁻ 400
SO ₄ ²⁻ /SO ₃ ²⁻ 1:50	SO ₃ ²⁻ Həmişə müdaxilə edə bilər
SO ₄ ²⁻ /I ⁻ 1:500	I ⁻ —
SO ₄ ²⁻ /S ₂ O ₃ ²⁻ 1:500	S ₂ O ₃ ²⁻ —