



جمهوری اسلامی ایران

فونداستوندارو و تحقیقات صنعتی ایران

مشماره استاندارد ایران

۷۴۸۳



چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی

وعمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید. همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد "کیفیت آب - اندازه گیری میوه"

رئیس	سمت یا نمایندگی
اسدی قشلاق, یعقوب (دکترای شیمی تجزیه)	دانشگاه علم و صنعت ایران
اعضاء	
()	
()	
()	
طباطبایی, طاهره ()	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی



اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی	_____ (لیسانس علوم تغذیه)
	<u>دبیر</u>
اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی	_____ (فوق لیسانس)
	<u>شیمی</u>

فهرست مندرجات صفحه

پیشگفتار الف

مقدمه ب

هدف و دامنه کاربرد ۱

مراجع الزامی ۱

مزاحمت‌های عمومی ۲

اندازه گیری جیوه پس از احیا با کلرید قلع (II) بدون عمل غنی سازی ۵

تعیین جیوه پس از احیا با سدیم تترا هیدروبورات بدون عمل غنی سازی ۱۸

پیوست الف ۲۵

پیوست ب ۲۷

پیوست پ ۲۹

پیوست ت ۳۲

در منابع آب طبیعی، عموماً ترکیبات جیوه با غلظت های خیلی کم (کمتر از ۰/۱ میکروگرم در لیتر) وجود دارند. غلظت های بالاتر احتمالاً در فاضلابها یافت می شوند. جیوه می تواند در رسوبات و لجن انباشته شود. احتمال وجود ترکیبات معدنی و آلی جیوه نیز وجود دارد.

به منظور تجزیه کامل ترکیبات جیوه، یک مرحله هضم ضروری می باشد. حذف عمل هضم، فقط در صورتی ممکن است، که غلظت جیوه بدون این آماده سازی قابل اندازه گیری باشد.

برای اندازه گیری جیوه در غلظت های کم، وجود معرفهای خیلی خالص، ظروف واکنش تمیز، آزمایشگاه با هوای عاری از جیوه و یک سیستم اندازه گیری پایدار ضرورت دارد. به منظور بررسی شرایط غیر متعارف دیگری که ممکن است در اندازه گیری مسئله ای را ایجاد کند، باید مطالعاتی صورت گیرد. ضروری است که آزمونها بر اساس این استاندارد و توسط افراد مجرب انجام گیرند.

پیشگفتار

استاندارد " کیفیت آب _ اندازه گیری جیوه " که توسط کمیسیون فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در دویست و هشتاد و پنجمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۲/۱۰/۱۳ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده سه قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استاندارد های ملی ایران در موقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوطه مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استاندارد های ملی ایران باید از آخرین تجدید نظر آنها بهره گیری کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است : **1-ISO 5666:1999 Water**

quality- Determination of mercury.

کیفیت آب – اندازه گیری جیوه

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشهای اندازه گیری جیوه در آب مثلا (در آبهای زیر زمینی، آبهای سطحی و فاضلابها) میباشد.

در روش ارایه شده در بند ۴، کلرید قلع (II) و در روش ارایه شده در بند ۵، سدیم تترا هیدرو بورات به عنوان عامل احیا کننده مورد استفاده قرار میگیرد. انتخاب روش، بستگی به تجهیزات موجود و بافت نمونه دارد (به بند ۳ مراجعه شود). هر دو روش برای تعیین جیوه در محدوده غلظت ۰/۱ تا ۱۰ میکروگرم در لیتر مناسب میباشد. غلظت های بالاتر نیز قابل اندازه گیری می باشد، چنانچه نمونه با آب رقیق شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب میشود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، آخرین چاپ و/ یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ آب برای مصارف آزمایشگاهی – ویژگیها و روش های آزمون.

۲-۲ استاندارد ملی ایران ۲۳۴۷ : سال ۱۳۶۶ روش نمونه برداری آب.

۳ مزاحمت‌های عمومی

در مورد جیوه احتمال واکنش های تبادلی مثل جذب سطحی^۱ و واجذبی^۲ روی دیواره ظروف واکنش وجود دارد (به بند ۴-۴ مراجعه شود).

بخار جیوه می تواند از پلاستیک‌های مختلف به بیرون منتشر شود. این پدیده باید در انتخاب جنس لوله ها مورد توجه قرار گیرد. به همین منظور میتوان از لوله های شیشه ای یا پلاستیکی خاص به عنوان مثال لوله های پر فلئورو (اتیلن-پروپیلن) FEB^۳ استفاده کرد. لوله های سیلیکونی برای این منظور مناسب نمی باشند.

مواد آلی فرار میتوانند طول موجهای ناحیه UV را جذب کنند و موجب ایجاد خطا در اندازه گیری جیوه شوند. قسمت اعظم این مواد را میتوان با افزودن پتاسیم پرمنگنات تا حدی که رنگ محلول به رنگ قرمز پایدار برسد و همچنین عبور یک گاز بی اثر به مدت ۱۰ دقیقه قبل از احیای ترکیبات جیوه، حذف کرد. اغلب میتوان مزاحمت‌های ایجاد شده در اثر جذب غیر معمول را با استفاده از سیستم تصحیح زمینه حذف نمود.

همه محلولها قبل از احیا و متصاعد شدن بخار جیوه باید به دمای یکسانی (کمتر از ۲۵ درجه سلسیوس) برسند. برای جلوگیری از انباشته شدن آب روی شیشه های سل میتوان آنرا مثلا با استفاده از لامپ مادون قرمز گرم کرد.

1- Adsorption
2-Desorption
3- Perfluoro(ethylene-propylene)

مزاخمت هایی که بدلیل حضور سایر عناصر در بافت نمونه روی میدهد، بستگی به انتخاب عامل احیا کننده دارد. غلظت عناصر در مقادیری بیشتر از آنچه در جدول ۱، نوشته شده است باعث میشود که نتایج بیش از حد پایین باشد.

مزاخمت های ناشی از فلزات سنگین، در صورت استفاده از کلرید قلع (II) در مقایسه با سدیم تترا هیدرو بورات بعنوان عامل احیا کننده کاهش می یابد. در صورت استفاده از روش های در جریان^۱، مزاخمت های ناشی از فلزات سنگین، کمتر از مقادیر مشخص شده در جدول ۱ می باشد.

اگر بعد از کلرید قلع (II)، از سدیم تترا هیدرو بورات استفاده شود، مزاخمت قابل ملاحظه ای به خاطر وجود قلع، در دستگاه ایجاد خواهد شد. بنابراین برای احیا با کلرید قلع (II) و سدیم تترا هیدرو بورات سیستم های مجزا ضروری میباشد.

یادآوری مهم

جدول ۱- غلظت های قابل قبول برقی عناصر در بافت یک مملول اندازه گیری بر مسب میلی گرم در

لیتر

SnCl ₂	NaBH ₄	NaBH ₄	()
/ HCl	HCl +	/ HCl	

	/ Fe(III)		
۵۰۰	۱۰	۱۰	Cu(II)
۵۰۰	۵۰۰	۱	Ni(II)
۱	۱۰	۰/۱	Ag(I)
۰/۱	۱۰	۱۰۰	I ⁻
۰/۵	۰/۵	۰/۵	As(V)
۰/۵	۰/۵	۰/۰۵	Bi(III)
۰/۵	۰/۵	۰/۵	Sb(III)
۰/۰۵	۰/۰۵	۰/۰۰۵	Se(IV)

۴ اندازه گیری میوه پس از امیا با کلرید قلع (II) بدون انجام عمل غنی سازی^۱

۴ - ۱ اساس روش

جیوه ۱ یا ۲ ظرفیتی توسط کلرید قلع (II) در محیط اسیدی به شکل فلزی احیا میشود. سپس جیوه فلزی به کمک جریان گاز بی اثر یا هوای بدون جیوه به شکل گاز اتمی از محلول به سل منتقل میشود. جذب، در طول موج ۲۵۳/۷ نانومتر بوسیله بیناب سنج جذب اتمی، اندازه گیری شده و غلظت آن با استفاده از منحنی برسنجی محاسبه میشود.

۲-۴ مزایای آنها

یادآوری- ()

دید در غلظتهای بیشتر از ۰/۱ میلی گرم در لیتر، بدلیل تشکیل کمپلکس های جیوه باعث مزاحمت در اندازه گیری می شود. در این حالت روش دیگری نظیر احیا با سدیم تترا هیدرو بورات (مطابق بند ۵) لازم است. ترکیبات مختلف غیر آلی جیوه نظیر سولفید جیوه و ترکیبات آلی جیوه، بدلیل مقدار پتانسیل احیا محلول کلرید قلع (II)، بدون عمل هضم نمیتوانند بطور کامل احیا شوند.

۳-۴ مواد لازم

کلیه مواد مورد استفاده باید دارای خلوص تجزیه ای و حاوی مقادیر ناچیز جیوه باشند. مقدار جیوه آب و مواد باید در مقایسه با کمترین غلظت آنالیت، ناچیز باشد.

۱-۳-۴ آب، آب دو بار تقطیر یا آبی با خلوص مشابه.

۲-۳-۴ نیتریک اسید، با چگالی ۱/۴۰ گرم بر میلی لیتر.

۳-۳-۴ سولفوریک اسید با چگالی ۱/۸۴ گرم بر میلی لیتر.

۴-۳-۴ هیدرو کلریک اسید با چگالی ۱/۱۶ گرم بر میلی لیتر.

۵-۳-۴ مملول پتاسیم پرمنگنات

۵۰ گرم پتاسیم پرمنگنات ($KMnO_4$) را در مقداری آب حل نموده و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۳-۶ مملول پایدار کننده

۵ گرم پتاسیم دی کرومات ($K_2Cr_2O_7$) را در ۵۰۰ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) حل کرده و با آب تا حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

یادآوری مهم -

۴-۳-۷ مملول پتاسیم پراکسودی سولفات

۴۰ گرم پتاسیم پراکسودی سولفات ($K_2S_2O_8$) را در مقداری آب حل نموده و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۳-۸ مملول هیدروکسیل آمین هیدرو کلرید

۱۰ گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلرید ($NH_2OH.HCl$) را در مقداری آب حل نموده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۳-۸ مملول کلرید قلع (II)

۵ گرم کلرید قلع (II) دو آبه را در ۳۰ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند ۴-۳-۴) حل کرده و با آب تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. به هنگام استفاده از روش های در جریان از محلولی با غلظت کم، مثلاً ۰/۵ گرم در ۱۰۰ میلی لیتر استفاده کنید. این محلول را با رقیق کردن محلولهای غلیظتر، بطور تازه تهیه کنید. برای حذف جیوه احتمالی در محلول شاهد (بند ۴-۶)، بهتر است گاز نیتروژن را به مدت ۳۰ دقیقه از محلول عبور دهید.

۱۴-۳-۱۰ مملول ذخیره شماره ۱ جیوه، با غلظت ۱۰۰ میلی گرم در لیتر

۱۰۸/۰ میلی گرم اکسید جیوه II (HgO) را در ۱۰ میلی لیتر محلول پایدار کننده (بند ۴-۳-۶) حل کرده و با آب تا حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۱ میلی لیتر این محلول معادل ۰/۱ میلی گرم جیوه می باشد.

ممکن است محلول ذخیره شماره ۱ از استاندارد جیوه که به طور تجاری در دسترس است تهیه شود. این محلول حداقل یک سال پایدار است.

۱۴-۳-۱۱ مملول ذخیره شماره ۲ جیوه، با غلظت ۱ میلی گرم در لیتر

۱۰ میلی لیتر محلول پایدار کننده (بند ۴-۳-۶) را به ۱۰ میلی لیتر محلول ذخیره شماره ۱ (بند ۴-۳-۱۰) بیفزایید و با آب حجم آنرا به ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. ۱ میلی لیتر این محلول معادل ۱ میکرو گرم جیوه می باشد.

این محلول حدود یک هفته پایدار است.

۱۴-۳-۱۲ مملول شماره یک استاندارد جیوه با غلظت ۱۰۰ میکرو گرم در لیتر

۱۰ میلی لیتر محلول پایدار کننده (بند ۴-۳-۶) را به ۱۰۰ میلی لیتر محلول ذخیره شماره ۲ (بند ۴-۳-۱۱) افزوده و با آب تا حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. ۱ میلی لیتر این محلول معادل ۱۰۰ نانوگرم جیوه می باشد.

این محلول را روزانه تهیه کنید.

۱۳-۳-۱۴ مملول شماره ۲ استاندارد جیوه باغلظت ۵۰ میکروگرم در لیتر

۱۰ میلی لیتر محلول پایدار کننده (بند ۴-۳-۶) را به ۵۰ میلی لیتر محلول ذخیره شماره ۲

(بند ۴-۳-۱۱) اضافه کرده و با آب تا حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. ۱ میلی لیتر این محلول معادل ۵۰

نانوگرم جیوه می باشد. این محلول را در روز آزمایش تهیه کنید.

۱۴-۳-۱۴ مملولهای برسنجی^۱ جیوه

متناسب با غلظت محلول های اندازه گیری جیوه، محلولهای برسنجی را تهیه کنید.

برای تهیه محلول هایی در محدوده غلظت های ۰/۵ تا ۵ میکرو گرم در لیتر به شرح زیر عمل کنید.

۱-۱۴-۳-۱۴ با پیپت به ترتیب ۱, ۲, ۴, ۶, ۸ و ۱۰ میلی لیتر از محلول شماره ۲ استاندارد جیوه (بند ۴-

۳-۱۳) را در ۶ بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری بریزید.

۲-۱۴-۳-۱۴ ۱ میلی لیتر محلول پایدار کننده (بند ۴-۳-۶) را به هر یک از بالن های حجمی ۱۰۰ میلی

لیتری اضافه کنید.

۳-۱۴-۳-۱۴ تا خط نشانه با آب پر کرده و کاملاً هم بزنید.

این محلولهای برسنجی به ترتیب حاوی ۰/۵, ۱, ۲, ۳, ۴ و ۵ میکروگرم در لیتر جیوه می باشند. این محلولها

باید قبل از هر سری اندازه گیری ها به طور تازه تهیه شوند. در صورتی که برسنجی دستگاه دو بار انجام

گیرد، یک سری دیگر محلول تهیه کنید.

۱۵-۳-۱۴ مملول شاهد^۱

1- Calibration

1- Blank

متناسب با حجم محلول اندازه گیری محلول شاهد را تهیه کنید، برای این کار ۱۰ میلی لیتر محلول پایدار کننده (بند ۴-۳-۶) را به مقداری آب بند (۴-۳-۱) افزوده و تا حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر، رقیق کنید. برای هضم محلول شاهد از همان روش هضم نمونه (با حجم یکسان) استفاده کنید (مطابق بند ۴-۶).

۱۴-۳-۱۶ مملول شستشو برای شیشه آلات

۱۵۰ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) به ۵۰۰ میلی لیتر آب اضافه کرده و تا حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۱۴-۴ وسایل و دستگاههای لازم

یادآوری-

()

()

۱-۴-۱۴ **بیناب سنج جذب اتمی** با سیستم پایشگر^۲. یک دستگاه با سیستم تصحیح زمینه توصیه می شود.

۲-۴-۱۴ **منبع تابش** برای اندازه گیری جیوه، یک لامپ حفره ای توخالی یا لامپ تخلیه بدون الکتروود جیوه استفاده می شود.

۳-۴-۱۴ **ابزار جانبی مورد نیاز** برای اندازه گیری جیوه (شکل ۱)، شامل:

۱-۳-۴-۱۴ سل جذب شامل یک شیشه بوروسیلیکات یا سل کوارتز^۱، با قطر داخلی در حدود ۲ سانتی متر و طول دست کم ۱۵ سانتی متر با شیشه های انتهایی کوارتز^۲ (بسته به دستگاه بیناب سنج جذب اتمی).

2-Monitoring
1- Cuvette
2 - End-windows

۴-۳-۲ پمپ هوا (مانند پمپ غشایی، پمپ پرستالتیک^۱) با ظرفیت ۱ تا ۲ لیتر در دقیقه، با لوله

های پلاستیکی (سیستم بسته) یا سیلندرهای گاز بی اثر با سوپاپ اطمینان (سیستم باز).

۴-۳-۳ جریان سنج با لوله های پلاستیکی (سیستم باز). برای غلظت های زیاد جیوه، سیستم باز مناسب

تر می باشد.

۴-۳-۴ ظروف واکنش شامل بالن های ته صاف با گنجایش ۱۰۰، ۲۵۰، و ۱۰۰۰ میلی لیتر (مشابه

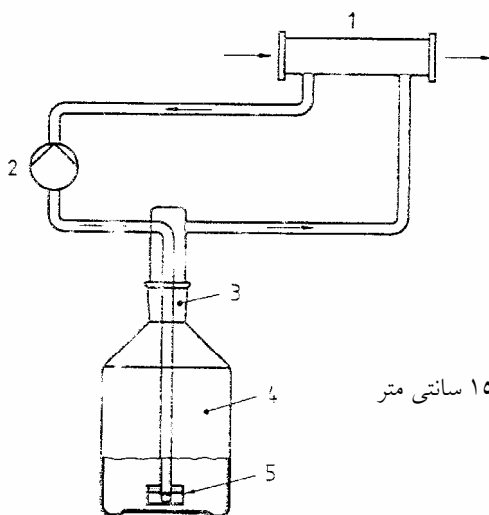
شکل ۱) با درپوش شیشه ای سمباده ای و گاز شوری با فیلتر شیشه ای^۲ با خلل و فرج شماره ۱.

۴-۳-۵ منبع گرمایی برای گرم کردن سل اندازه گیری، به نحوی که از انباشته شدن بخار آب

جلوگیری کند.

دمای سل اندازه گیری باید در طول مدت آنالیز یکسان باشد.

سیستم بسته در شکل ۱ نشان داده شده است.



۱- سل جذب با قطر داخلی ۲ سانتی متر و طول ۱۵ سانتی متر

۲- پمپ هوا با ظرفیت ۱ تا ۲ لیتر بر دقیقه

۳- درپوش سمباده ای شیشه ای ۲۹/۳۲

۴- ظرف واکنش با گنجایش ۱۰۰، ۲۵۰، و ۱۰۰۰ میلی لیتر

۵- فیلتر شیشه ای

3- Peristaltic pump

4-Glass frit

شکل ۱- ابزار جانبی مورد نیاز برای اندازه گیری میوه با کلرید قلع(II) (سیستم بسته)

یادآوری ۱-

یادآوری ۲-

۱۴-۱۴-۱۴ **بالن های حجمی** با گنجایش ۱۰۰، ۲۰۰، ۱۰۰۰ میلی لیتر.

۱۴-۱۴-۱۴ **پیپت های حجمی** ۱، ۵، ۱۰ میلی لیتری.

یادآوری -

۵-۱۴ نمونه برداری و آماده سازی نمونه^۲

نمونه برداری را مطابق استاندارد ملی ایران ۲۳۴۷: سال ۱۳۶۶ انجام دهید.

برای نمونه برداری از ظروف با جنس شیشه، بوروسیلیکات، کوارتز، پلی سولفون^۲ یا اتیلن-پروپیلن فلوئوره^۳ پلیمری شده، استفاده کنید.

مطمئن شوید که ظروف نمونه برداری حاوی جیوه نبوده و با جذب جیوه باعث اتلاف آن نشود.

برای جلوگیری از اتلاف جیوه که به دلایل مختلف از جمله جذب دیواره های ظرف روی میدهد، ۱۰ میلی

لیتر محلول پایدار کننده (بند ۳-۴-۶) را به بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری ریخته و با نمونه آب مورد آزمون

به حجم برسانید. بررسی کنید که pH نمونه تقریباً ۱ بوده و رنگ آن زرد نارنجی که نشان دهنده مازاد دی

1-Dispensing Apparatus

1- Pretreatment

2- Polysulfone (PSU)

3- Fluoridized ethylene-propylenr (FEP)

کرومات است، باشد. در صورت لزوم، محلول پایدار کننده بیشتری اضافه کنید و ضریب مناسب تصحیح حجم را در محاسبات وارد کنید.

۶-۴ روش هضم با استفاده از پتاسیم پرمنگنات / پتاسیم پراکسو دی سولفات

عمل هضم شیمیایی تر را به روش زیر انجام دهید. یکی از روشهای هضم مشخص شده در پیوست الف، ب یا پ را بکار ببرید.

۱-۶-۴ ۱۰۰ میلی لیتر نمونه آب پایدار شده یا یک حجم مناسب (بیشینه ۱۰۰۰ میلی لیتر) از آن را به داخل بالن حجمی از جنس مواد بیان شده در (بند ۴-۵) بریزید (V_p).

۲-۶-۴ به محلول بند (۴-۶-۱) (به ازای هر ۱۰۰ میلی لیتر) ۱۵ میلی لیتر محلول پتاسیم پرمنگنات (بند ۴-۳-۵)، ۱ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) و ۱ میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۴-۳-۳) را به دقت اضافه کنید.

۳-۶-۴ پس از هر بار اضافه کردن محلولها، مخلوط را خوب به هم بزنید.

۴-۶-۴ محلول را به مدت ۱۵ دقیقه ساکن بگذارید، سپس ۱۰ میلی لیتر پتاسیم پراکسو دی سولفات (بند ۴-۳-۷) اضافه کنید.

۵-۶-۴ بالن را در حالیکه در پوش آن محکم بسته نشده است، روی منبع حرارتی یا حمام آب قرار داده و در دمای ۹۵ درجه سلسیوس به مدت ۲ ساعت هضم کنید. در طول مدت عمل هضم، از وجود مازاد پتاسیم پرمنگنات اطمینان حاصل کنید. در صورت لزوم مقدار پتاسیم پرمنگنات را افزایش دهید یا آزمایش را با حجم های کمتری از نمونه آغاز کنید.

۶-۶-۴ بگذارید محلول تا دمای اتاق سرد شود.

۷-۶-۴ در صورت استفاده از حجم های متفاوت نمونه پایدار شده، حجم های متناسبی از معرف را به

کار بگیرید. محلولهای هضم را تا حجم معینی با آب بند (۴-۳-۱) رقیق کنید (V_M).

به عنوان مثال اگر ۱۰۰ میلی لیتر نمونه آب پایدار شده جهت آنالیز برداشته شود، آن را به حجم ۲۰۰ میلی لیتر برسانید.

۸-۶-۴ محلولهای هضم را هر چه سریعتر آنالیز کنید.

۹-۶-۴ یک محلول شاهد با روش بیان شده در بند ۴-۳-۱۵ تهیه کنید و بجای استفاده از نمونه پایدار

شده، هم حجم آن از آب (بند ۴-۳-۱) که حاوی محلول پایدار کننده (بند ۴-۳-۶) می باشد، استفاده کنید.

یادآوری-

۷-۴ روش آزمون

۱-۷-۴ الزامات عمومی

قبل از شروع عمل اندازه گیری، پارامترهای دستگاه را مطابق دستورالعمل سازنده تنظیم کنید و سل های جذب را سوار کنید.

اگر محلول هضم مطابق دستورات (بند ۴-۶) آماده شود، بلافاصله قبل از اندازه گیری به محلول هضم، ۵

میلی لیتر محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید (بند ۴-۳-۸) اضافه کنید. معمولا ۵ میلی لیتر

هیدروکسیل آمین هیدرو کلرید برای احیای مازاد عوامل اکسید کننده و حل کردن رسوب دی اکسید منگنز

کافی می باشد. اگر محلول پس از ۳۰ دقیقه شفاف نشود، مقدار بیشتری هیدروکسیل آمونیوم کلرید اضافه کنید.

محلول اندازه گیری را به ظرف واکنش ریخته و به دستگاه تجزیه ای وصل کنید.

به ۱۰۰ میلی لیتر محلول اندازه گیری، ۲ میلی لیتر محلول کلرید قلع (II) (بند ۴-۳-۹) را اضافه کنید. چنانچه حجم محلول اندازه گیری زیاد باشد (تا ۱۰۰۰ میلی لیتر)، حجم عامل احیا کننده را حداکثر تا ۵ میلی لیتر افزایش دهید.

اگر عامل احیا کننده بصورت دستی اضافه شود، ظرف واکنش را بلافاصله پس از افزودن محلول کلرید قلع (II) به دستگاه متصل کنید.

در یک سیستم بسته هوا را با استفاده از پمپ هوا، با سرعت ۱ تا ۲ لیتر در دقیقه از ظرف واکنش و سل جذب عبور دهید تا یک جذب پایدار حاصل شود.

در یک سیستم باز، با استفاده از جریان هوای فشرده (بدون جیوه) یا یک گاز بی اثر، جیوه را از داخل محلول اندازه گیری خارج کرده و ارتفاع قله یا ترجیحا سطح زیر قله را اندازه بگیرید.

سرعت جریان را مطابق با دستورالعمل سازنده تنظیم کنید و آنرا در طول مدت اندازه گیری ثابت نگهدارید. جذب محلولهای برسنجی (بند ۴-۳-۱۴) و محلولهای شاهد (بند ۴-۳-۱۵) را همانند نمونه آب اندازه گیری کنید.

۴-۷-۲ آنالیز با استفاده از روش برسنجی استاندارد

منحنی برسنجی را به شکل زیر تهیه کنید:

۴-۷-۲-۱ محلولهای برسنجی جیوه را مطابق (بند ۴-۳-۱۴) تهیه کنید.

۲-۲-۷-۴ جذب محلولهای برسنجی و شاهد را مطابق (بند ۴-۷-۱) اندازه بگیرید.

۳-۲-۷-۴ معادله خط برسنجی را از نتایج بدست آمده تعیین کنید.

۳-۷-۴ آنالیز با استفاده از برسنجی روش افزایش استاندارد^۱

استفاده از روش افزایش استاندارد می تواند خطاهای ناشی از بافت^۲ (محیط) نمونه را جبران کند به شرط آنکه افزایش، باعث بروز خطایی نشود و جذب محلولهای اضافه شده^۳ در محدوده خطی منحنی برسنجی باشد. مطمئن شوید که غلظت جیوه اضافه شده با حجم نمونه و مقدار جیوه قابل انتظار همخوانی داشته باشد. برای مثال در یک حجم نمونه ۵۰ میلی لیتری و غلظت جیوه مورد انتظار ۱ میکروگرم در لیتر به شکل زیر عمل کنید:

۱-۳-۷-۴ به هر چهار ظرف واکنش ۱۰۰ میلی لیتری، ۵۰ میلی لیتر محلول اندازه گیری (محلول آماده

شده به روش بندهای ۴-۶ و ۴-۷-۱) بریزید.

۲-۳-۷-۴ به سه ظرف به ترتیب ۰/۵، ۱، و ۱/۵ میلی لیتر محلول استاندارد جیوه ۱ (بند ۴-۳-۱۲)

اضافه کنید. این محلولها به ترتیب معادل ۱، ۲، و ۳ میکروگرم در لیتر جیوه می باشند.

۳-۳-۷-۴ جذب جیوه را در هر چهار ظرف، مطابق دستورالعمل (بند ۴-۷-۱) اندازه بگیرید.

۴-۳-۷-۴ روش را برای محلول شاهد (بند ۴-۳-۱۵) تکرار کنید.

۸-۴ روش مناسبه

۱-۸-۴ روش مناسبه با استفاده از منحنی برسنجی

غلظت جیوه را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

1-Standard addition

2-Matrix

3- Spiked

$$\rho = \frac{(A - A_s).V_M}{b.V_p}$$

که در آن

ρ غلظت جیوه در نمونه بر حسب میکروگرم در لیتر؛

A جذب یا سطح زیر قله نمونه آب؛

A_s جذب یا سطح زیر قله محلول شاهد؛

b شیب منحنی برسنجی به عنوان شاخص حساسیت بر حسب لیتر بر میکروگرم؛

V_p حجم نمونه آب پایدار شده مورد استفاده در تهیه محلول اندازه گیری بر حسب میلی لیتر؛

V_M حجم محلول اندازه گیری (منظور حجم آبی که طبق مراحل بند ۴-۶ و ۴-۷-۱ برای آنالیز آماده شده

است) بر حسب میلی لیتر می باشد.

۲-۸-۱۴ روش مناسبه با استفاده از روش افزایش استاندارد

منحنی برسنجی را با استفاده از جذب اندازه گیری شده محلولهای اندازه گیری (بند ۴-۷-۳) تهیه کنید.

محلولهای شاهد از مخلوط کردن نمونه و محلولهای استاندارد بدست می آید و شامل افزایش مرحله ای

جیوه می باشد.

غلظت محلول نمونه را بروش برون یابی^۱ منحنی برسنجی در جذب صفر بدست آورید. به طرز مشابه

غلظت جیوه را در محلول شاهد تعیین کرده و حاصل را از نتایج بدست آمده برای نمونه کم کنید و ارزیابی

را بروش رگرسیون خطی انجام دهید.

محاسبه را برای مراحل بعدی رقیق سازی تکرار کنید.

۹-۴ بیان نتایج

نتایج را بر حسب میکروگرم در لیتر گزارش کنید و آنها را با تقریب ۰/۱ میکروگرم در لیتر گرد کنید.

مثالها: جیوه ۰/۷ میکروگرم در لیتر

جیوه ۲/۰ میکروگرم در لیتر

۱۰-۴ گزارش آزمون

گزارش باید ضمن اشاره به این استاندارد، شامل جزئیات زیر باشد:

۱-۱۰-۴ مشخصات نمونه آب.

۲-۱۰-۴ نتیجه آزمون مطابق بند ۴-۹.

۳-۱۰-۴ ارجاع به شماره این استاندارد.

۴-۱۰-۴ روش آماده سازی و هضم نمونه.

۵-۱۰-۴ هرگونه تغییر در روش آزمون و جزئیات تمام شرایطی که می توانند روی نتایج تاثیر داشته

باشند.

۶-۱۰-۴ تاریخ انجام آزمون.

۵ تعیین جیوه پس از امیا با سدیم تتراهیدروبوروات بدون عمل غنی سازی

۱-۵ اساس کار

جیوه یک یا دوظرفیتی توسط سدیم تتراهیدروبوروات در محیط اسیدی به جیوه فلزی احیا می شود. سپس

جیوه فلزی به کمک جریان گاز بی اثر و به شکل گاز تک اتمی از محلول جدا می شود و به همراه تیدروژن

آزاد شده بدون سل منتقل می شود. جذب در طول موج ۲۵۳/۷ نانومتر توسط دستگاه بیناب سنج جذب اتمی اندازه گیری شده و غلظت با استفاده از منحنی برسنجی محاسبه می شود.

۲-۵ مزاحمت ها

یادآوری -

نیکل در غلظت‌های بیشتر از ۱ میلی گرم در لیتر و نقره در غلظت‌های بیشتر از ۰/۱ میلی گرم در لیتر در اندازه گیری جیوه، ایجاد مزاحمت می کند. در حضور اسید هیدروکلریک رقیق شده با آب به نسبت ۱ به ۱ و محلول آهن (III)، نیکل تا ۵۰۰ میلی گرم در لیتر و نقره تا ۱۰ میلی گرم در لیتر ایجاد مزاحمت نمی کند.

۳-۵ مواد لازم

علاوه بر مواد ذکر شده در (بند ۴-۳)، بغیر از محلول کلرید قلع (II)، محلول‌های زیر لازم می باشد:

۳-۵-۱ مملول سدیم تتراهیدروبورات

۳ گرم سدیم تتراهیدروبورات (NaBH_4) و ۱ گرم سدیم هیدروکسید را در مقدار کمی آب حل کنید. با آب تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نموده و سپس با کاغذ صافی صاف کنید.

این محلول فقط برای چند روز پایدار می باشد.

در سیستم‌های در جریان، ممکن است که غلظت کمتری مورد استفاده قرار گیرد مثلاً ۰/۰۲ گرم سدیم تتراهیدروبورات و ۰/۰۳ گرم سدیم هیدروکسید در ۱۰۰ میلی لیتر آب.

این محلول را روز استفاده تهیه کنید.

۲-۳-۵ مملول بافر آهن

۱۴ گرم نیترات آهن (III) ۹ آبه ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کرده و تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق کنید. محلولها را روز استفاده تهیه نمایید.

۴-۵ دستگاهها و وسایل لازم

۱-۴-۵ ابزار استخراج

در این روش مقدار زیادی هیدروژن تولید می شود، بنابراین وجود ابزاری جهت دور کردن هیدروژن تولید شده لازم می باشد.

۲-۴-۵ **بیناب سنج جذب اتمی**، با یک سیستم پایشگر. سیستمی با تصحیح زمینه توصیه میشود.

۳-۴-۵ **منبع تابش** برای اندازه گیری جیوه، نظیر لامپ کاتد توخالی یا لامپ تخلیه بدون الکتروود.

۴-۴-۵ **ابزار جانبی لازم** برای اندازه گیری جیوه شامل:

۱-۴-۴-۵ سل جذب از جنس شیشه بوروسیلیکات یا سل کوارتزی با قطر داخلی حدود ۲ سانتی متر و

طول حداقل ۱۵ سانتی متر (بسته به دستگاه بیناب سنج جذب اتمی) با پنجره های کوارتزی.

۲-۴-۴-۵ سیلندر گاز بی اثر (نظیر گاز نیتروژن یا آرگون) با شیر کاهنده فشار.

۳-۴-۴-۵ جریان سنج با لوله های پلاستیکی .

۴-۴-۴-۵ بالن واکنش شامل بالن ته گرد و دودخانه ۱۰۰ یا ۲۰۰ میلی لیتری با درپوش سمباده ای

شیشه ای ۲۹/۳۲ و گازشور با لوله ای برای انتقال گاز.

۵-۴-۴-۵ منبع گرمایی برای سل اندازه گیری، مناسب برای جلوگیری از تراکم آب.

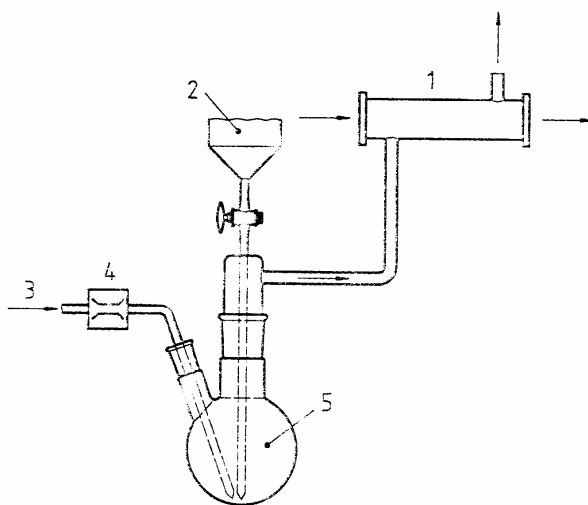
دمای سل اندازه گیری باید در طول مدت آنالیز ثابت باشد.

مثالی از سیستم باز در شکل ۲، آورده شده است.

()

یادآوری ۱-

یادآوری ۲-



۱- سل جذب با قطر داخلی ۲ و طول ۱۵ سانتی متر

۲- محلول سدیم تتراهیدروبورات

۳- گاز بی اثر

۴- جریان سنج

۵- ظرف واکنش، بالن دودخانه ته گرد، ۱۰۰ یا ۲۰۰ میلی لیتری

()

۵-۵ نمونه برداری و آماده سازی نمونه

نمونه برداری را مطابق (بند ۴-۵) انجام دهید.

۴-۵ روش هضم

روش هضم را مطابق (بند ۴-۶) انجام دهید.

۷-۵ روش آزمون

۱-۷-۵ مراحل تهیه

۱-۱-۷-۵ قبل از شروع عمل اندازه گیری، پارامترهای های دستگاه را مطابق دستورالعمل سازنده تنظیم

کنید (به بند ۵-۴-۱ مراجعه شود) و سل جذب را بر روی دستگاه سوار کنید.

۲-۱-۷-۵ اگر عمل هضم مطابق دستورات (بند ۴-۶) انجام شده است، بلافاصله قبل از

اندازه گیری به محلول هضم، ۵ میلی لیتر محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید (بند ۴-۳-۸) اضافه کنید.

معمولا ۵ میلی لیتر هیدروکسیل آمونیوم کلرید برای احیای مازاد عوامل اکسید کننده و حل کردن رسوب

دی اکسید منگنز کافی می باشد. اگر محلول پس از ۳۰ دقیقه شفاف نشود، مقدار بیشتری هیدروکسیل آمین

هیدروکلرید اضافه کنید.

۳-۱-۷-۵ به ازای هر ۱۰ میلی لیتر محلول اندازه گیری ۰/۵ میلی لیتر اسید هیدروکلرید

(بند ۴-۳-۴) را درون ظرف واکنش بریزید.

۴-۱-۷-۵ محلول اندازه گیری را به ظرف واکنش ریخته و به دستگاه تجزیه ای وصل کنید (شکل ۲).

۵-۱-۷-۵ به ازای هر ۱۰ میلی لیتر محلول اندازه گیری، ۲/۵ میلی لیتر محلول سدیم تتراهیدروبورات (

بند ۵-۳-۱) بیفزایید.

۶-۱-۷-۵ به ازای هر ۵۰ میلی لیتر محلول اندازه گیری ، ۷/۵ میلی لیتر محلول سدیم تتراهیدروبورات

بیفزایید.

۷-۱-۷-۵ جیوه را توسط جریان گاز بی اثر به سل جذب انتقال دهید. سرعت جریان را مطابق

دستورالعمل سازنده تنظیم کرده و آنرا در طول مدت اندازه گیری، ثابت نگهدارید.

۸-۱-۷-۵ اگر مقدار نیکل یا نقره محلول نمونه زیاد باشد (به جدول ۱ مراجعه شود)، قبل از افزودن

۲۵ میلی لیتر محلول اندازه گیری ، ۲۵ میلی لیتر اسید هیدروکلریک (بند ۴-۳-۴) و ۰/۵

میلی لیتر محلول بافر آهن (بند ۵-۳-۲) را به ظرف واکنش بریزید. اگر مقدار کمی از محلول اندازه گیری

استفاده شود، حجم آنرا با افزودن آب به ۲۵ میلی لیتر برسانید.

۹-۱-۷-۵ محلولهای برسنجی (بند ۴-۳-۱۴) و شاهد (بند ۴-۳-۱۵) را با همان روش ذکر شده برای

نمونه آب (مورد آنالیز)، اندازه بگیرید.

۲-۷-۵ آنالیز با استفاده از روش برسنجی استاندارد

مطابق (بند ۴-۷-۲) عمل کنید.

۳-۷-۵ آنالیز با استفاده از برسنجی افزایش استاندارد

مطابق (بند ۴-۷-۳) عمل کنید.

۵-۸ روش مناسبه

مطابق (بند ۴-۸) عمل کنید.

۵-۹ بیان نتایج

مطابق (بند ۴-۹) عمل کنید.

۵-۱۰ گزارش آزمون

مطابق (بند ۴-۱۰) عمل کنید.

پیوست الف

هضم بروش فرا صوتی

(اطلاعاتی)

الف. ۱. دستگاههای اضافی

الف.۱.۱. حمام فرا صوتی^۱ با دمای قابل تنظیم. چگالی قدرت کمینه ۲۴۰ وات بر لیتر و متناسب با اندازه و تعداد ظروف هضم.

الف.۱.۲. ظروف هضم از جنس شیشه بوروسیلیکات یا پلاستیک (نظیر پلی سولفون) با درپوش پیچی برای هضم فراصوتی.

الف. ۲. هضم

۱۰۰ میلی لیتر نمونه آب پایدار شده طبق (بند ۴-۵) یا حجم کمتری از نمونه را به ظرف هضم بریزید.
 ۱ میلی لیتر محلول پتاسیم پرمنگنات (بند ۴-۳-۵)، ۱ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲)، ۱ میلی لیتر سولفوریک اسید (بند ۴-۳-۳) و ۲ میلی لیتر پتاسیم پراکسودی سولفات (بند ۴-۳-۷) را با دقت به آن بیفزایید.

پس از هر بار افزایش، آنرا خوب تکان دهید.

ظرف هضم را محکم ببندید و آنرا به مدت ۳۰ دقیقه در حمام فراصوتی با دمای ۵۰ درجه سلسیوس قرار دهید.

بگذارید محلول تا دمای اتاق سرد شود.

اگر حجم های متفاوتی از نمونه و به تبع آن حجم های متفاوت معرف استفاده شده است، محلول هضم را تا حجم معینی رقیق کنید.

این محلولها را هر چه سریعتر آنالیز کنید.

محلول شاهد را به شرح زیر تهیه و آنالیز کنید:

بجای نمونه، هم حجم آن آب (بند ۴-۳-۱) که به آن محلول پایدارکننده (بند ۴-۳-۶) اضافه شده است، استفاده کنید.

پیوست ب

هضم بروش اتوکلاو

(اطلاعاتی)

ب.۱ دستگاههای اضافی

ب.۱.۱ ظروف^۱ هضم، با گنجایش ۱۰۰ میلی لیتر و ساخته شده از شیشه پیرکس بیرنگ با درپوش های پیچی از جنس پلی پروپیلن یا درپوش مناسب دیگر. ظروف و درپوشها باید در مقابل دمای ۱۲۰ درجه سلسیوس و فشار ۱۲۰ کیلو پاسکال مقاوم باشند.

ب.۱.۲ اتوکلاو که بالن های هضم در آن قرار گیرند.

بهتر است مقاومت گرمایی و مقاومت در برابر فشار اتوکلاو حداقل برابر مقاومت بالن های هضم باشد. اتوکلاو به یک شیر تخلیه هوا، یک شیر استریلیزاسیون با قابلیت تنظیم دما و یک ابزار اندازه گیری فشار نیاز دارد. اتوکلاو همچنین یک ابزار گرماده سرخود^۱ یا یک صفحه گرم کننده مجهز به تنظیم کننده گرما لازم دارد.

ب.۲ هضم

۴۰ میلی لیتر نمونه آب پایدار شده طبق (بند ۴-۵) را به بالن هضم بریزید.

۱۰ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲) را به آن بیفزایید.

بالن را محکم ببندید و آنرا در اتوکلاو قرار دهید.

اتوکلاو را به مدت ۳۰ دقیقه تا دمای ۱۲۰ درجه سلسیوس مطابق دستورالعمل سازنده گرم کنید.

بالن را تا دمای اتاق سرد کنید، بگذارید که مواد غیر محلول رسوب کند و از مایع شفاف برای آنالیز استفاده کنید.

ممکن است پس از عمل هضم، صاف کردن با استفاده از یک فیلتر غشایی ۰/۴۵ میکرومتر یا سانتریفوژ کردن، ضرورت داشته باشد.

اگر حجم های متفاوتی از نمونه و به تبع آن حجم های متفاوت معرف استفاده شده است، محلول هضم را تا حجم معینی رقیق کنید.

محلول هضم را هر چه سریعتر آنالیز کنید.

محلول شاهد را به شرح زیر تهیه و آنالیز کنید:

بجای نمونه، هم حجم آن، آب (بند ۴-۳-۱) که به آن محلول پایدارکننده (بند ۴-۳-۶) اضافه شده است استفاده کنید.

پیوست پ

هضم بروش امواج ریز^۱

(اطلاعاتی)

پ.۱ معرفیهای اضافی

پ.۱.۱ هیدروکلریک اسید، با چگالی ۱/۱۹ گرم بر لیتر.

پ.۲ سایر دستگاهها

پ.۲.۱ آون امواج ریز، با قدرت قابل برنامه ریزی که در آن انرژی بطور همگن روی نمونه ها توزیع شود.

یادآوری -

پ.۲.۲ ظروف پلاستیکی با گنجایش ۱۰۰ میلی لیتر و حجم کلی نزدیک به ۱۴۰ میلی لیتر، از جنس پلی تترا فلورواتان (PTFE)^۲ یا پرفلوئوروآلکوکسی (PFA)^۳ مجهز به یک شیر کمکی، مقاوم در برابر فشار تقریبی ۱۰۰۰ کیلو پاسکال.

1- Microwave

یادآوری-

پ.۳ روش آزمون

۵۰ میلی لیتر نمونه آب پایدار شده بروش (بند ۴-۵) را به ظرف هضم بریزید.

۸ میلی لیتر نیتریک اسید (بند ۴-۳-۲)، ۲۴ میلی لیتر هیدروکلریک اسید (بند پ.۱،۱) را به آن بیفزایید.

محلول را هم زده و به مدت ۵ دقیقه ساکن بگذارید.

ظرف هضم را محکم ببندید و آنرا در آون امواج ریز قرار دهید.

آون را مطابق تنظیمات مشروح در بند پ. ۴ گرم کنید.

ظرف را از آون امواج ریز بیرون آورده و تا دمای اتاق سرد کنید. مازاد فشار ظرف را تخلیه کنید.

اگر حجم های متفاوتی از نمونه و به تبع آن حجم های متفاوت معرف استفاده شده است، محلول هضم را

تا حجم معینی رقیق کنید.

این محلولها را هر چه سریعتر آنالیز کنید.

محلول شاهد را به شرح زیر تهیه و آنالیز کنید:

بجای نمونه، هم حجم آن آب (بند ۴-۳-۱) که به آن محلول پایدارکننده (بند ۴-۳-۶) اضافه شده است

استفاده کنید.

پ.۴ تنظیمات آون امواج ریز

تنظیم یک آون امواج ریز در موقع استفاده از آن، یک مرحله ضروری است. در این تنظیم باید مشخص شود که متناسب با برق مصرفی دستگاه چه تنظیمات مشخصی لازم است.

آون امواج ریز باید بطور متناوب تنظیم شود. تنظیم یک آون امواج ریز بستگی به نصب سیستم الکترونیکی توسط شرکت سازنده دارد. اگر در یک آون، ارتباط خطی بین قدرت و مقیاس تنظیم وجود داشته باشد، برسنجی در دو سری تنظیم (به عنوان مثال در ۴۰٪ و ۱۰۰٪ قدرت) انجام می گیرد. با این وجود توصیه می شود به منظور پایدارسازی خطی بودن رابطه، برسنجی در تنظیمات بیشتری صورت گیرد.

اگر مقیاس تنظیمات، رابطه مستقیمی با قدرت الکتریکی آون امواج ریز نداشته باشد تنظیمات بیشتر ضروری است. دستورالعمل شرکت سازنده باید مد نظر باشد.

پیوست ت

داده های دقت

(اطلاعاتی)

یک آزمون بین آزمایشگاهی در ژوئن سال ۱۹۹۶ در آلمان صورت گرفته و نتایج آن در جدول زیر آمده است.

	VC_r %	σ_r	VC R %	σ_R	\bar{X}	مقدار صمیع $\mu g/l$	NA $P \%$	n	\underline{L}	
%										
/	/	/	/	/	/	/				A
/	/	/	/	/	/	/				B
/	/	/	/	/	/	/				C



(II)										
نمونه	L	n	NA P %	$\mu\text{g/l}$	\bar{X}	σ_R	VC R %	σ_r	VC _r %	%
A				/	/	/	/	/	/	/
B				/	/	/	/	/	/	/
C				/	/	/	/	/	/	/
امیا با سدیم تترا هیدرو بورات										
نمونه	L	n	NA %P	$\mu\text{g/l}$	\bar{X}	σ_R	VC R %	σ_r	VC _r %	%
A				/	/	/	/	/	/	/
B				/	/	/	/	/	/	/
C				/	/	/	/	/	/	/
\bar{X} : A σ_R : B VC_R : C σ_r : L VC_r : n :NAP										



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

7483



Water quality - Determination of mercury

1st. Revision