



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

**Су сапасы
Құрамындағы сынапты анықтау
Амальгамдаумен байытуды қамтитын әдістер**

**Качество воды
Определение содержания ртути
Методы, включающие обогащение амальгамированием**

КР СТ ИСО 16590 – 2007

*(ISO 16590 - 2000 «Water quality — Determination of mercury
— Methods involving enrichment by amalgamation, IDT)*

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана



ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

**Су сапасы
Құрамындағы сынапты анықтау
Амальгамдаумен байытуды қамтитын әдістер**

КР СТ ИСО 16590 – 2007

*(ISO 16590 - 2000 «Water quality — Determination of mercury
— Methods involving enrichment by amalgamation, IDT)*

Ресми басылым

**Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)**

Астана

Алғысөз

**1 «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік қесіпорны ӘЗІРЛЕП ЕҢГІЗДІ**

**2 Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігінің
Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2007 жылғы 17 тамыздағы
№ 470 бұйрығымен БЕКІТІЛП ҚОЛДАНЫСҚА ЕҢГІЗІЛДІ**

**3 Осы стандарт ИСО 16590 – 2000 «Су сапасы. Құрамындағы сынапты
анықтау. Амальгамдаумен байытуды қамтитын әдістерге» қатысты бірдей
стандарт болып табылады, мәтінде қосымша талаптар көлбей қаріппен
ерекшеленген.**

**4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ**

**2012 жыл
5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕҢГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрія және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатының ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылыш шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

1	Көлданылу саласы	1
2	Нормативтік сілтемелер	1
3	Әдістің мәні	2
4	Реактивтер мен материалдар	3
5	Жабдық	4
6	Реактивтерді дайындау	6
7	Кедергі келтіретін әсерлер	10
8	Сынақтар жүргізу	12
9	Сынақтар хаттамасы	18
10	Нәтижелерді өлшеу дәлдігін бақылау	18
11	Қауіпсіздік техникасының талаптары	20
	А қосымшасы. Гидролиздің ультрадыбыс әдісі	21
	В қосымшасы. Гидролиздің автоклав әдісі	22
	С қосымшасы. Микротолқынды гидролиз әдісі	23
	Қосымша. Библиография	24

КР СТ ИСО 16590 – 2007

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

**Су сапасы
Құрамындағы сынапты анықтау
Амальгамдаумен байытуды қамтитын әдістер**

Water quality — Determination of mercury — Methods involving enrichment by amalgamation

Енгізілген күні 2008.07.01.

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт жер асты, жер беті және ағынды сулардың құрамындағы жалпы сынапты анықтау әдістерін белгілейді.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта мынадай стандарттарға сілтемелер пайдаланылады:

ҚР СТ ИСО/МЭК 17025-2001 Сынақ калибрлеу зертханаларының құзыярттілігіне қойылатын жасалты талаптар.

ҚР СТ ГОСТ Р 51592- 2003 Су. Сынамаларды іріктеуге қойылатын жасалты талаптар.

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Өлшеуге арналған зертханалық шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сыйнуықтар. Жасалы техникалық шарттар.

ГОСТ 2652-78 Калий бихроматы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 3118-77 Реактивтер. Тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4328-77 Реактивтер. Натрий гидроокисі. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4461-77 Реактивтер. Азот қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4517-87 Реактивтер. Таңдау кезінде қолданылатын комекші реактивтер мен ерітінділерді дайындау әдістері.

ГОСТ 5456-79 Реактивтер. Гидроксиламин гидрохлориді. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6344-73 Реактивтер. Тионесепнэр. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6709 – 72 Дистилденген су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 7298-79 Реактивтер. Күкірт-қышқыл гидроксиламині. Техникалық шарттар.

ҚР СТ ИСО 16590 - 2007

ГОСТ 10398-76 Реактивтер және ерекше таза заттар. Құрамындағы затты анықтаудың кешенде мөтикалық әдісі.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Техникалық шарттар.

ГОСТ 20288-74 Реактивтер. Төрт хлорлы коміртегі. Торт хлорлы коміртек. Техникалық шарттар.

ГОСТ 22673-77 Натрий трихлорацетаты. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-88 Жалты мақсатқа арналған және үлгілік зертханалық таразылар. Жалты техникалық шарттар.

ГОСТ 27025-86 Реактивтер. Сынақтар жүргізу бойынша жалты нұсқаулар.

ГОСТ 27567-87 Ерекше таза заттар. Калий пергаменттің қалпына келтіретін заттардың қоспаларын анықтау әдісі.

ГОСТ 29227-91 Зертханалық шыны ыдыс. Градусқа болінген тамишуырлар. 1-болім. Жалты талаптар

ГОСТ 29228 - 91 Зертханалық шыны ыдыс Градусқа болінген тамишуырлар. 2-болім. Күттү уақыты белгіленбекен градусқа болінген тамишуырлар.

ГОСТ 29229-91 Зертханалық шыны ыдыс. Градусқа болінген тамишуырлар. 3-болім. Күттү уақыты 15 с градусқа болінген тамишуырлар.

ГОСТ 29230-91 Зертханалық шыны ыдыс. Градусқа болінген тамишуырлар. 4-болім. Үрме тамишуырлар.

3 Әдістің мәні

Осы стандартта сынапты анықтаудың үш әдісі жазылған. Бірінші және екінші әдістер супардағы, мысалы, ыза супардағы жер беті немесе ағынды супарындағы концентрациясы 0,01-1мкг/дм³ сынапты анықтауға сәйкес келеді. Аса жоғары концентрациялар су сынамасын арастырған жағдайда белгіленеді.

Суда сынаптың жалпы болуы үлгіні гидролиздегеннен кейін анықталады. Егер анықтауға еритін сынап қосындылары ғана жататын болса, гидролиздер алдында сынама мембраналық сұзғі арқылы (0,45мкм) сүзіледі.

Бір және екі валентті сынап қалпына келтіргішпен, мысалы, қалайы хлоридімен (II), SnCl₂ немесе натрий тетрагидроборатымен, NaBH₄, қышқыл ортада қарапайым нысанға дейін қалпына келтіріледі. Содан кейін қарапайым сынапты ерітіндіден құрамында сынабы ең аз инертті газ ағыны көмегімен десорбциялайды және ауданы үлкен асыл металдың бетіне, мысалы, сынап адсорбцияланатын алтын/платина торға ауыстырылады. Сынап адсорбент тез қызған кезде белінеді және бұдан әрі газ-жеткізгіш ағындымен сәйкесті астаушаға ауыстырылады. Оптикалық тығыздық атомдық-абсорбциялық спектрометрдің сәуле бөлүу сәулесінде толқынның

ұзындығы 253,7 нм болғанда өлшенеді. Концентрациялар градусқа бөлінген кестені қолдану арқылы есептеледі.

Сынаптың барлық қосылыстарын толық ыдырату үшін гидролиз процедурасы талап етіледі. Гидролизді сынап концентрациясын ұқсас алдын ала өндесіз анықтауга болатыны белгілі болса, сонда ғана өндіргүе болады.

Осы стандартқа сәйкес жасалған талдауларды арнайы даярланған қызметкерлердің орындағаны өте маңызды.

Табиғи су көздерінде сынап қосылыстары әдетте өте аз концентрациялармен - 0,1мкг/дм³ кем концентрациямен кездеседі. Өте жоғары концентрацияларды, мысалы, ағын суларда кездестіруге болады. Бейорганикалық та, органикалық та сынап қосылыстары болуы мүмкін. Сынап тұнғыларда және қоқыстарға жиналады.

Ушинші әдіс – дитизонмен фотометрикалық анықтау.

Сынап иондары қышқыл ортада (рН 2-3) суда ерімейтін сынап дитизонатын $Hg(HDz)_2$ түзеді. Анықтама хлороформмен шайғындағаннан кейін түзілген қызығылт $Hg(HDz)_2$ және қалдық жасыл дитизон H_2Dz фотометриясына негізделген. Ерімейтін немесе кешенді сынап қосылыстарын, сондай-ақ метаил сынапты табу үшін анықтауды қышқылдан минералдаудан кейін жүргізу керек. Әдіс арапастырмай немесе концентрацияламай 0,025-тен 1,0мг/дм³ Hg^{2+} дейінгі арапалықта қышқылдан минералдағаннан кейін жер үсті және ағынды сулары үшін қолданылады. 250 см³ сынаманы өңдегеннен кейін 1дм³-де 0,01 мг анықтауга болады.

4 Реактивтер мен материалдар

Талдау кезінде «т.ү.т.» квалификациялы реактивтерді немесе құрамында сынабы өте аз реактивтерді пайдалану керек. Суда және реактивтерде сынаптың болуы аналиттің (талдау кезінде анықталатын заттың) ең аз концентрациясымен салыстырғанда өте аз болуға тиіс.

- 4.1 Дистилл су. ГОСТ 6709-72;
- 4.2 Бидистилденген су ГОСТ 4517 бойынша;
- 4.3 Азот қышқылы, $c (HNO_3)=1,40\text{г}/\text{см}^3$, т.ү.т.;
- 4.4 Күкірт қышқылы, $c (H_2SO_4)=1,84\text{г}/\text{см}^3$, т.ү.т.;
- 4.5 Тұз қышқылы, $c (HCl)=1,19\text{г}/\text{см}^3$, т.ү.т.;
- 4.6 Калий перманганаті, т.ү.т.
- 4.7 Калий бихроматы, $K_2Cr_2O_7$, т.ү.т.
- 4.8 Калий пероксодисульфаты, $K_2S_2O_8$, т.ү.т.
- 4.9 Тұз-қышқыл гидроксиламині, $H_2NOH-HCl$ т.ү.т.
- 4.10 Қалайы хлориді, $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ т.ү.т.
- 4.11 Сынап оксиді, HgO т.ү.т.
- 4.12 Натрий гидроксиді, т.ү.т.
- 4.13 Магний перхлораты, $Mg(ClO_4)_2$, т.ү.т. ірі түйіршікті

ҚР СТ ИСО 16590 - 2007

- 4.14 Натрий тетрагидробораты, т.ү.т.
- 4.15 Темір нитраты (ІІ), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, т.ү.т.
- 4.16 Натрий сульфиді $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- 4.17 Күкірт-қышқыл гидроксиламині $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ т.ү.т.
- 4.18 Несепнөр NH_2CONH_2 т.ү.т.
- 4.19 Натрий ацетаты $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ т.ү.т.
- 4.20 Комплексон III, 0,1 М ерітінді
- 4.21 Дитизон, $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$ т.ү.т
- 4.22 Тәртхлорлы көміртек т.ү.т.
- 4.23 Сынап хлориді HgCl_2 т.ү.т.
- 4.24 Хлороформ, т.ү.т.

5 Жабдық

Пайдаланар алдында барлық шыны ыдысты араласқан азот
қышқылымен жуып алады (6.20), содан кейін сумен бірнеше рет шаяды.

5.1 Градусталған тамшуырлар ГОСТ 29169, ГОСТ 29227,
ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29230 бойынша;

5.2 Зертханалық шыны ыдыс - цилиндрлер, олшектер, құтылар,
сынауықтар ГОСТ 1770 бойынша;

5.3 Фотометр, толқынының ұзындығы (490 – 610) нм қолданыстағы
нормативтік құжастар бойынша;

5.4 Қабатының қалыңдығы 1 және 2 см асташалар;

5.5 Айдауга арналған ыдыс: сыйымдылығы 500cm^3 екі ауызды құты,
тоңазытқыш және сыйымдылығы 100cm^3 тамшылық құйғы;

5.6 Сыйымдылығы 250cm^3 болғаш құйғы;

5.7 Рұқсат етілемегін абсолют қателігі $\pm 0,001\text{g}$ ең үлкен аралықтағы
арнайы дәлдік сынныты зертханалық таразы;

5.8 ауқымы 1,0-ден 14 pH бірлігіне дейін pH-метр;

5.9 СОПпр-2а-2-010, секундомер, шкала сыйымдылығы 30 мин, 60 с;

5.10 ГОСТ 13646 бойынша сынапты шыны термометр;

5.11 сынама іріктегіші;

5.12 су мониасы.

5.13 Атомдық-абсорбциялық спектрометр (AAC), мониторингтің
(бақылау) тиісті жүйесімен;

5.14 сынапты анықтау үшін сәуле шашу көзі, мысалы, поло-катодты
немесе электроддың разрядты шам;

5.15 құрамында мыналар:

- шыны немесе кварц тұтікті білдіретін, ішкі диаметрі 2 см, ұзындығы
15 см кем емес (AAC түріне байланысты) сіңіретін ұяшық және кварц
санылаулары;

- қуаттылығы $1-2\text{dm}^3/\text{мин}$, пластик тұтіктері бар (жабық жүйе) аяа

айдайтын сорғы (мысалы жарғакты сорғы, шлангтық сорғы);

- редукциялық клапанмен жабдықталған инертті газдың (мысалы, азоттың немесе аргонның) баллоны;

- пластик тұтіктері бар шығын өлшегіш;

- сыйымдылығы 100, 250 немесе 1000 cm^3 құтыны білдіретін, 1-суретте көрсетілгендей түбі жалпак, тығыздалған шыны тығыны және шыны корытпалы жуып-шаятын ыдысы бар реакциялық ыдыс;

- сініретін ұяшыққа арналған қыздыру аспабы,

- қыздыру элементі бар және асыл металдан алынған адсорбенті бар (мысалы, алтын/платина тор) кварц тұтік;

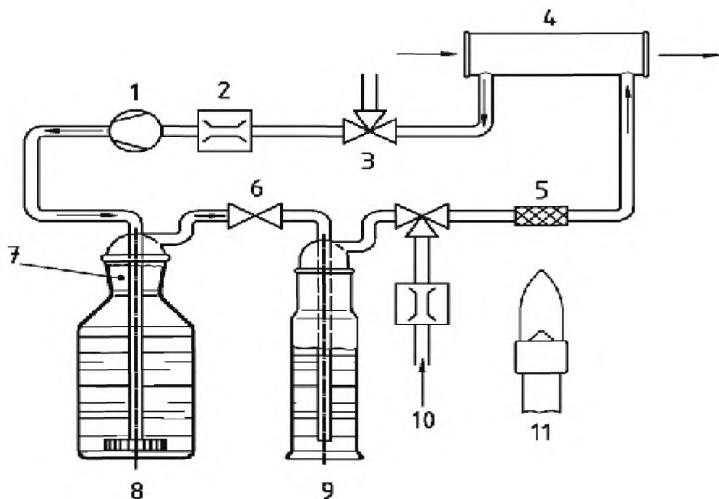
- сыйымдылығы 100 cm^3 , алдын ала сақтандыру клапаны бар газ-жуып-шаю құтысы;

- үш тарапты ысырма;

- ылғал сініруге арналған тұтік.

Жабық жүйенің үлгісі 1-суретте көрсетілген.

Ескертпе – Сорғылар мен тұтіктерге арналған пластик материалды тандау кезінде сактық шараларын қолдану керек. Үздіксіз ағынды жүйеге немесе ағынды-инъекциялық жүйеге рұқсат етіледі. Пайдаланушыға өндіруші берген нұсқауларды басшылыққа алу ұсынылады.

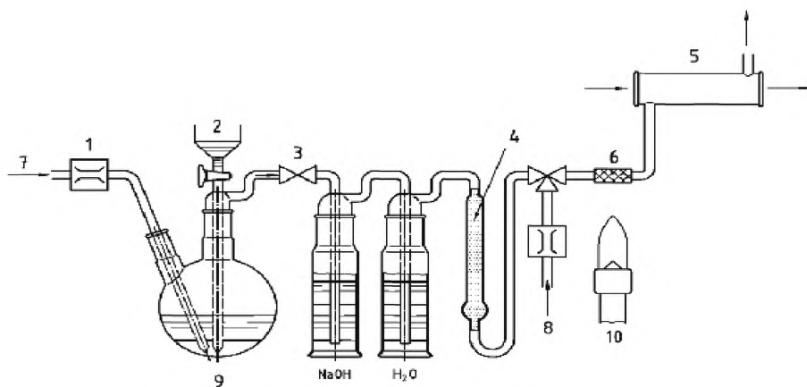


1- аяа-айдай сорғысы, қуаттылығы 1 – 2 $\text{dm}^3/\text{мин}$; 2- шығынөлшегіш; 3- үш тарапты ысырма; 4- сініретін ұяшық: ішкі диаметрі 2 см, ұзындығы 15 см; 5- алтын/платина тор; 6- сақтандыру клапаны; 7- тығыздалған шыны тығын; 8- реакциялық ыдыс , 100, 250 немесе 1000 cm^3 ; 9- SnCl_2 в H_2SO_4 ; 10- инертті газ; 11 қыздыру аспабы

1-сурет.

Калайы хлоридімен (II) қалпына келтірғеннен кейін және амальгамдаумен байытқаннан кейін сынапты анықтауга арналған жабдық (жабық жүйе)

2-суретте 2-әдісте пайдаланылған жабдықтың үлгісі берілген.



1 Шығынөлшегіш; 2-NaBH₄ ерітіндісі; 3-Сактандыру клапаны; 4-Ылғал сініргіш; 5-Сініретін ұшық; ішкі диаметрі 2см, ұзындығы 15см; 6-Алтын/платина тор; 7-Инертті газга арналған кірізу клапаны 1; 8-Инертті газга арналған кірізу клапаны 2; 9-Реакциялық құты, 100 немесе 250см³; 10-Қыздыру аспабы

Ескертулер

1 Осы әдісті пайдалану кезінде H₂ көп мөлшері болінеді. Шайғындау аспабын пайдалану үсінілілік.

2 Аппаратураны, үқсас метрологиялық немесе одан жақсы сипаттамалары бар олшегіш құтыны пайдалануға руқсат етіледі.

2-сурет.

Натрий тетрагидроборатымен қалпына келтірғеннен кейін және амальгамдаумен байытқаннан кейін сынапты анықтауга арналған жабдық (ашық жүйе)

6 Реактивтерді дайындау

Ерітінділерді дайындау кезінде ГОСТ 4517, ГОСТ 25794.2 талаптарын сақтау керек.

6.1 Калий перманганатының ерітіндісі

Калий перманганатының, KMnO₄, 50 г 1000см³ суға ерітеді.

6.2 Тұрактандырыштың ерітіндісі

Калий бихроматының, K₂Cr₂O₇, 5 г-мын 500см³ азот қышқылында (4.3) ерітеді де, көлемін сумен 1000см³ дейін жеткізеді.

6.3 Калий пероксадисульфатының ерітіндісі

Калий пероксадисульфатының, K₂S₂O₈, 40 г-мын 1000см³ суға ерітеді.

6.4 Тұз қышқылы гидроксиламиның ерітіндісі

Тұз қышқылы гидроксиламиның, $\text{H}_2\text{NOH}\text{-HCl}$, 10г-мын 1000cm^3 суға ерітеді.

6.5 Қалайы хлоридінің (II) ерітіндісі

Қалайы хлоридінің (II), $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 5 г-мын 30cm^3 тұз қышқылына (4.5) ерітеді де, көлемін сумен 100cm^3 дейін жеткізеді. Ағынды жүйелерде ете тәмен концентрациялы ерітіндіні, мысалы, 0,5г в 100cm^3 пайдалануға болады. Осындай ерітіндіні (концентрациясы ете тәмен) сол күні аса концентрациялы ерітіндіден, оны сумен араласатыра отырып, жаңадан дайындауды.

Егер бақылау сынамасы үшін ете жоғары нәтиже алынса, 30 минуттың ішінде сынап калдықтарын жою үшін азотты осы ерітінді арқылы өткізеді.

6.6 Күкірт қышқылы, 2н ерітінді.

H_2SO_4 т.ү.т. (тығызызы 1,84) 56 cm^3 бидистиллятпен 1dm^3 дейін араластырады. Ерітіндіні дитизиннің жұмыс ерітіндісінің шағын мөлшерімен дитизин ерітіндісі жасасыл болғанша шайқайды. Дитизиннің қалдық мөлшерін хлороформмен шайындауды.

6.7 Күкіртқышқыл гидроксиламиның, 10% ерітінді.

$(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$ т.ү.т. 10g –мын 90cm^3 бидистиллятта ерітеді. Ерітіндіні дитизонмен H_2SO_4 2н ерітіндісі сияқты тазартады.

6.8 Натрий ацетаты, 1моль/дм³ ерітінді.

$\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ т.ү.т. 136g -мын бидистиллятта ерітеді де, көлемін 1dm^3 дейін жеткізеді. Ерітіндіні дитизонмен H_2SO_4 2н ерітіндісі сияқты тазартады.

6.9 Комплексон III, 0,1моль/дм³ ерітінді.

Этилендиаминотетрасірке қышқылының екінатрий тұзының $\text{Na}_2\text{H}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2)$ $37,2$ г-мын ерітеді де, көлемін бидистиллятпен 1dm^3 дейін жеткізеді.

6.10 Дитизон.

Негізгі ерітінді. Дитизоннің $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$ т.ү.т. $0,1$ г-мын сыйымдаулығы 200cm^3 бөлгіш құйғыга салады да, 150 cm^3 төртхlorлы көміртегіде т.ү.т. ерітеді (10 мин бойы шайқаганнан кейін реактивтің барлығына дерлік ериді). Күңгірт-жасасыл ерітіндіні сыйымдаулығы 500 cm^3 бөлгіш құйғыга сүзеді де, қайтадан $0,1$ н аммиак ерітіндісінің 100 cm^3 –мен шайқайды.

Су фазасында сары алғышық аммонийдитизонат түрінде дитизин болады, органикалық фаза дитизинде бар қоспа есебінен сары немесе қызығылт түске боялады. Алынған су шайғынын 200cm^3 төртхlorлы көміртекпен араластырады, содан кейін H_2SO_4 екіқалыпты ерітіндісінің $10 - 15\text{ cm}^3$ еркін дитизиннің жасасыл реңкі пайда болғанга дейін қышқылданады. Ерітіндіні босаған дитизон толығымен органикалық фазага откөнше ыргақпен шайқайды. Осы операцияны $0,1$ н аммиак ерітіндісімен шайқаганнан кейін органикалық фаза түссіз болғанша қайталаїды. Дитизонаттың аммиак ерітіндісін төртхlorлы көміртегіден мұқият болған алады, жаңа жіберілген

ҚР СТ ИСО 16590 - 2007

200см³ хлороформды қосады, 15 см³ H₂SO₄ 2н ерітіндісін қышқылдатады да, дитизон хлороформ фазасына отіп біткене қатты шайқайды. Осылайша тазартылған дитизонның негізгі ерітіндісін 100см³ бидистиллятпен жуып-шаяды, күнгірт тұсті бөтелкеге ауыстырып құяды және 10см³ бидистиллятты және 1см³ H₂SO₄ 2н ерітіндісін қосады. Ерітінді сұықта және қараңғыда шамамен 6 ай сақталады. Аликвот болиекертір қажет жағдайда жасаудан тазартыла алады.

Жұмыс ерітіндісі. Дитизонның 1см³ тазартылған негізгі ерітіндісін оның концентрациясына сәйкес қабатының қалыңдығы 1см астауашада таза хлороформға қатынасы бойынша олшенген толқын ұзындығы 610нм болғанда оның оптикалық тығыздығы 0,450± 0,01 құрауы үшін жіберілген хлороформмен араластырады. Жаңа жасалған ерітіндінің күн сайын дайындауды. Ерітіндінің концентрациясы шамамен 10 мкг/см³.

6.11 Сынаптың стандартты ерітінділері (7.3 бойынша анықтау үшін)

Негізгі ерітінді. 0,1353г HgCl₂-ге т.ү.т. 30см³ концентратталған H₂SO₄ қосады және көлемін бидистиллятпен 1дм³ дейін жеткізеді. 1см³ ерітіндіде 0,100мг Hg²⁺ болады.

Жұмыс ерітіндісі. 10,0см³ негізгі ерітіндіні пайдаланар алдында 3см³ концентратталған H₂SO₄ қосады және көлемін бидистиллятпен 1дм³ дейін жеткізеді. 1 см³ ерітіндіде 0,001мг Hg²⁺ болады.

Калибрлеу қисығы. 0,00; 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 1,0мг/дм³ Hg²⁺ сәйкесті бар сынаптың 20,0см³ жұмыс ерітіндісін іріктеп алды да, көлемін бидистиллятпен 20 дм³ дейін жеткізеді және минерализацияланған сынама сияқты өндейді.

6.12 Сынаптың бастанқы ерітіндісі I, (Hg)=100мг/дм³.

108,0мг сынап оксидін (II), HgO, 10см³ ерітінді-тұрактандырығышта ерітеді және 1000см³ дейін сумен араластырады. 1см³ осы ерітінді 0,1 мг сынапқа сәйкес келеді.

Сынаптың бастанқы ерітіндісін I сынаптың стандартты ұлгісінен дайындауға болады. Ерітінді шамамен бір ай тұракты болып қалады.

6.13 Сынаптың бастанқы ерітіндісі II, (Hg)=1мг/дм³.

10см³ тұрактандырығыш ерітіндісін 10см³ бастипқы сынап ерітіндісіне I қосады да, сумен 1000см³ дейін араластырады. Осы ерітіндінің 1см³ 1мкг сынапқа сәйкес келеді. Ерітінді шамамен бір апта тұракты болып қалады.

6.14 Сынаптың стандартты ерітіндісі I, (Hg)=100 мкг/дм³.

10см³ тұрактандырығыш ерітіндісін 100см³ сынаптың бастанқы ерітіндісіне II қосады да, сумен 1000см³ дейін жеткізді. Осы ерітіндінің 1см³ 100мкг сынапқа сәйкес келеді.

Ерітіндіні оны пайдаланатын күні дайындауды.

6.15 Сынаптың стандартты ерітіндісі II, с (Hg)=10мкг/дм³.

Судың көмегімен 1cm^3 тұрактандырығыш ерітіндісінің көлемін және 10cm^3 стандартты ерітіндінің I көлемін 100cm^3 дейін жеткізеді. Осындай ерітіндінің 1cm^3 10 мкг сынапқа сәйкес келеді. Ерітінді тек шағын уақыт аралығы ішінде ғана тұракты және тікелей қолданар алдында дайындалуға тиіс.

6.16 Сынаптың стандартты ерітіндісі III, $(\text{Hg})=1\text{мкг}/\text{дм}^3$.

Судың көмегімен 1cm^3 тұрактандырығыш ерітіндісінің көлемін және 10cm^3 стандартты ерітіндінің II көлемін 100cm^3 дейін жеткізеді. Осындай ерітіндінің 1cm^3 1мкг сынапқа сәйкес келеді. Ерітінді тікелей қолданар алдында дайындалуға тиіс.

6.17 Сынаптың калибрлеу ерітінділері

Калибрлеу ерітінділерін талданатын ерітінділердің көлеміне сәйкес және олардағы сынаптың күтілетін концентрациясына сәйкес дайындаиды.

Мысалы, $0,01\text{-}0,1\text{мкг}/\text{дм}^3$ аралығындағы концентрациялар үшін мынадай жұмыстар орындалады:

- сыйымдылығы 100cm^3 өлшегіш құтылардан әрқайсысына сынаптың III стандартты ерітіндісінен сәйкесті $1,0\text{cm}^3$, $2,0\text{cm}^3$, $4,0\text{cm}^3$, $6,0\text{cm}^3$, $8,0$ және $10,0\text{cm}^3$ –нан тамшырумен өлшеп алады;

- әрбір құтыға 1cm^3 тұрактандырығыш ерітіндіден қосады;

- әрбір құтыны сумен таңбага дейін толтырады да, мұқият араластырады.

Осы калибрлеу ерітінділерінде сәйкес $0,01\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,02\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,04\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,06\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,08\text{мкг}/\text{дм}^3$ және $0,1\text{мкг}/\text{дм}^3$ сынап болады. Оларды тікелей әрбір өлшем сериясы алдында дайындаиды.

$0,1\text{-}1\text{мкг}/\text{дм}^3$ аралығындағы концентрациялар үшін II сынаптың стандартты ерітіндісін пайдалана отырып, сол операцияларды орындаиды. Осы жағдайда этalon ерітінділерде сәйкестігімен $0,1\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,2\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,4\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,6\text{мкг}/\text{дм}^3$, $0,8\text{мкг}/\text{дм}^3$ және $1\text{мкг}/\text{дм}^3$ сынап болады. Егер салыстырмалы түрде талданатын ерітінділердің үлкен көлемдері пайдаланылатын болса, онда этalon ерітінділердің көлемдері және, сәйкестігімен, қосылатын стандартты ерітінділердің саны үлгаяды. Ерітінділерді тікелей әрбір өлшем сериясы алдында дайындаиды.

Егер калибрлеу өлшемдері қайта жасалатын болса, ерітінділердің басқа жинағын дайындаиды.

6.18 Бақылау сынамасының ерітіндісі

Көлем 1000cm^3 жеткенше, 10cm^3 ерітінді-тұрактандырығышты сумен араластыра отырып, талданатын ерітіндінің көлеміне сәйкес келетін бақылау ерітіндісінің көлемін дайындаиды. Сынамаға арналған сияқты гидролиздің осындай процедурасын қолданады (7.1.1 қаранызы). Бақылау сынамасы бар процедура талдаудың әрбір сериясына қосылуға тиіс.

6.19 Газ-жұып-шаю ерітіндісі

$2,5\text{г}$ қалайы хлоридін (II), $\text{SnCl}_2\cdot2\text{H}_2\text{O}$, және $7,5\text{cm}^3$ күкірт қышқылын

ҚР СТ ИСО 16590 - 2007

аз ғана суға ерітеді де, 50 cm^3 дейін сүмен араластырады.

6.20 Шыны ыдысқа арналған жуып-шао ерітіндісі

150 cm^3 азот қышқылын сүмен 1000 cm^3 дейін араластырады.

6.21 Газ-жуып-шао ерітіндісі I: натрий гидроксиді ерітіндісі

10г NaOH -ын 100 cm^3 суға ерітеді.

6.22 Газ-жуып-шао ерітіндісі II: су, 4.2 сәйкес.

6.23 Ілғал сіңіргіш: магний перхлораты, $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$, ірі түйіршікті

6.24 Натрий тетрагидроборатының ерітіндісі

Аз ғана суға 3 г натрий тетрагидроборатын, NaBH_4 , және 1 г натрий гидроксидін NaOH араластырады. Көлемін дейін 100 cm^3 жеткізеді және қағаз сүзгіден өткізеді.

Ерітінді бірнеше күн ішінде ғана тұрақты.

Ағынды жүйелерде аз концентрацияға рұқсат етіледі, мысалы, 100 cm^3 суға 0,02 г натрий тетрагидробораты және 0,03 г натрий гидроксиды рұқсат етіледі.

Ерітіндіні пайдаланатын күні дайындау қажет.

6.25 Темірдің буфер ерітіндісі (III)

Суға 14 г темір нитратін (III), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, араластырады және көлемін сүмен 100 cm^3 дейін жеткізеді.

Ағынды жүйелер үшін ең аз концентрацияға рұқсат етіледі.

Жана ерітіндіні күн сайын дайындауды.

7 Кедергі келтіретін әсерлер

Сынаппен жұмыс істеу барысында реакциялық ыдыстың қабырғаларында ауыстыру реакциясы, атап айтқанда абсорбция және десорбциялау болады деген қауіп бар. Сондықтан шығынды шектеу максатында, мысалы, ыдыс қабырғаларындағы адсорбция себебінен 10 cm^3 тұрактандырығыш ерітіндісін қосады да, көлемін 1000 cm^3 дейін сыйнамамен жеткізеді.

Сыйнамада pH=1 болуга және бихроматтың артықшылығы туралы білдіретін қызығылт-сары реңді көрсетуге тиіс.

Егер осы жағдайларға қол жеткізілмесе, тағы тұрактандырығышты қосады және көлемді түзететін сәйкесті коэффициентті есепке қосады.

Сынап булары әр түрлі пластик материалдар арқылы өтеді. Осының салдарынан құбырлар материалын тандауға ерекше назар аудару керек. Шыны немесе арнайы пластмасса тұтіктерді, мысалы, FEP (FEP - перфтороэтенгексафтопропен сополимері) тұтіктерін пайдалануға болады. Мысалы, силикон тұтіктерді пайдалануға болмайды.

Үшпа органикалық заттар ультракүлгін ауқымда абсорбцияланған алады және қателікпен сынап деп қабылдануы мүмкін. Қоғтағен жағдайларда оларды ерітінді толығымен қызыл түске боялғаншы калий пергаментін коса

отырып, бұзады және 10 минут инертті газмен үрлей отырып жояды; бұл сынап қосылыстарын қалпына келтірер алдында жасалады. Қебіне спецификациялық емес абсорбцияның осындай әсері фондық өтеу жүйесін пайдалана отырып жоюға болады.

Барлық ерітінділер қалпына келтірер алдында және сынап буларын десорбциялар алдында бірдей температураға (20°C) дейін жеткізілуге тиіс. астауша терезелеріндегі су конденсациясын, егер астаушаны инфракызыл шаммен қыздырса, болдырмауға болады.

Матрицада басқа элементтердің болуы салдарынан орын болатын интерференция қалпына келтіргішті таңдауға байланысты. Егер элементтердің концентрациясы 1-кестеде берілген мәндерден асатын болса, бұл өте тәмен нәтижелерге әкелуі мүмкін.

Егер натрий тетрагидроборатын емес, қалайы хлоридін (II) пайдаланатын болса, ауыр металдардан аз интерференция туынтайтын. Ағынды жүйелер пайдаланылған кезде, ауыр металдар интерференциясының әсері 1-кестеге қарағанда аз болуы мүмкін.

Қалайы хлориді (II) жабдықты қалайымен өте катты ластағаны сондай, егер осыдан кейін натрий тетрагидроборатын пайдаланатын болса, едауір интерференция болады. Осының себебінен қалайы хлоридімен (II) және натрий тетрагидроборатымен қалпына келтіру процедуралары үшін жеке жүйелер пайдаланылады.

1-кесте – Талданатын ерітіндідегі кейбір матрицалық элементтердің рұқсат етілетін концентрациялары

Қалпына келтіріш	NaBH ₄	NaBH ₄	SnCl ₂
Орта HCl	0,5 моль/дм ³	0,5 моль/дм ³ HCl +	0,5 моль/дм ³ HCl
Элемент	Рұқсат етілетін концентрация (мг/дм ³)		
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	0,05	0,05

Талданатын ерітіндіде бар концентрациядағы никель $> 1\text{мг}/\text{дм}^3$ және концентрациядағы күміс $> 0,1\text{мг}/\text{дм}^3$, әрқашан сынапты анықтау процедурасына кедегі жасайды. 1:1 тұз қышқылы [сүмен 1000 см³ көлемге дейін араластырылған, 500 см³ тұз қышқылымен концентрацияланған (4.5)] және темір ерітіндісі (III) болғанда, 500 мг/ дм³ дейінгі концентрациядағы никель және 10 мг/ дм³ дейінгі концентрациядағы күміс интерференция

тудырмайды.

Асыл металл адсорбентін интерференцияны болдырmas үшін, қарсы жағдайда натрий тетрагидроборатымен бірге үшпа гидридтерді түзетін As, Sb және Se сиякты элементтерден пайда болуы мүмкін, < 100°C дейін салқындау кажет.

Металл иондары (мысалы, мыстың (II), мырыштың, күмістің, алтынның және палладианың) толығын ұзындығы 490 нм болғанда ең үлкен жарық сініретіні бар дитизонаттарды түзеді. Мыс пен мырыши иондары (II) 1-3 см³ 0,1 моль/дм³ комплексон ерітіндісін қосу арқылы байланыстырады, күміс иондары минералдау алдында AgCl түрінде түнбага шөгеді. Алтын мен палладий иондарының болуы, әдетте назарга алынбайды.

Анықтауга тиосульфат және иодид-иондары, сондай-ақ кез келген концентрациядағы иондары S²⁻ кедереңі жасайды. Үлкен концентрациядағы аниондар кешендерді (0,2 моль/дм³ Cl⁻, 0,01 моль/дм³ Br⁻, CN⁻, SCN⁻) түзеді. Атаптан аниондарды минералдаумен жосауды. Нитриттердің кедереңі келтіретін әсері нессенәрмен жойылады.

Күкіртқышқыл гидроксиоламинде қосу арқылы ең аз қышқылдау дитизонды дифенилтиокарбодиазонга айналдыратын болғандықтан, суда және минералдау өнімінде бар қышқылдатқыштарды қалпына келтіреді. Булану процесінде сынаптың жоюылының алдын алу үшін тез ұшатын иондарды Hg²⁺ сілтілі ортада натрий сульфидімен әсер етеп отырып, тұрақты иондарға [HgS₂]²⁻ ауыстырады.

8 Сынақтар жүргізу

*Су сынамаларын іріктеу, тасымалдау және сақтауга дайындау
ҚР СТ ГОСТ Р 51592 сәйкес жүргізеді.*

8.1 Қалайы хлоридімен (II) қалпына келтірғеннен кейін және амальгамдаумен байытқаннан кейін сынаптың болуын анықтау

Әдіс 0,01-ден 1 мкг/дм³ дейінгі концентрациялардағы сынаптың болуын анықтау үшін колданылады. Ең жоғарғы концентрациялар, егер сынаманы сүмен араластырса, анықталуы да мүмкін.

8.1.1 Сынамаларды алдын ала дайындау

Перманганатты және пероксидисульфатты пайдалана отырып, сынаманы дайындаудың гидролиз әдісі.

Төменде сипатталған ылғал химиялық гидролиз процедурасын жасаған дұрыс. Альтернатива ретінде А-С қосымшаларында берілген гидролиз әдістерінің бірін пайдалануға болады. Соңғы жағдайда, бірақ әдістің тиімділігін ылғал химиялық әдісімен салыстыра тексеру керек.

Судың 100 см³ тұрақтандырылған сынамасын немесе сынаманың талап

етілетін көлемін (ең жоғары 1000 cm^3) құтыға салады.

Калий перманганатының 15 cm^3 ерітіндісін, 1 cm^3 азот қышқылын (4.3) және 1 cm^3 күкірт қышқылын (4.4) абайлап қосады.

Қоспаны әрбір қосканнан кейін мұқият сілкілейді.

Ерітіндін 15 минут тұндырып қояды, содан кейін калий пероксодисульфатының 10 cm^3 ерітіндісін қосады.

Екі сағатқа қыздыру аспабы үстіндегі тығыз жабылмаған құтыға немесе температурасы 95°C су моншасына салады.

Гидролиз уақытында калий перманганатының артық болуын қамтамасыз етеді. Олай болмаган жағдайда, қосылатын калий перманганатының мөлшерін ұлғайтады немесе сынаманың аз көлемінен бастайды.

Ерітіндін бөлме температурасына дейін салқындалады.

Сынаманың әр түрлі көлемдерін, сыйкестігімен, реактивтердін, гидролизатың әр түрлі көлемдерін пайдалану кезінде берілген көлемге дейін араластырады.

Гидролизатты сол күн сынектан өткізеді.

Ұқсас тәсілмен су сынамасының орнына тұрактандырығыш ерітіндісімен бірге (5.2) судың тиісті көлемін (4.2) пайдалана отырып, бақылау сынамасының (5.18) ерітіндісін дайындайды.

Перманганат түссіздену проблемасын тудыра алады. Бұл жағдайда құрамында органикалық заттарың болуы төмен болса, не гидролиздің басқа әдісі қолданылса, (A-C қосымшаларын қараңыз) перманганат концентрациясы азаяды.

8.1.2 Өлшеу процедурасына дайындық

Өлшеу процедурасын бастамас бұрын өндіруші нұсқауларына сәйкес аспаптар параметрлері белгіленеді және сініретін ұшықты реттейді.

Егер гидролизат 7.1.1 тармағы бойынша дайындалса, тікелей өлшер алдында гидролизаттың барлық ерітіндісіне 5 cm^3 тұзқышқылы гидроксиламині ерітіндісін (немесе егер қажет болса, артырып) қосады. Әдетте артық қышқылдатқыштарды түсіру үшін және маргенацтің тұнған диоксидін еріту үшін тұз қышқылы гидроксиламинің 5 cm^3 ерітіндісі жеткілікті. Егер ерітінді 30 минут өткен соң мөлдір болмаса, тағы да тұз қышқылы гидроксиламинің қосады.

Талдау үшін сынаманың аликвот бөлігі алынған жағдайда, бірінші сынама ерітіндісін берілген көлемге дейін, мысалы, 200 cm^3 дейін жеткізеді.

Талданатын ерітіндін (гидролизат немесе сынаманың аликвот бөлігі) реакциялық ыдысқа салады және аналитикалық жабдыққа қосады.

Талданатын ерітіндін 100 cm^3 -на (немесе одан аз) қалайы хлоридінің (II) 2 cm^3 ерітіндісін қосады (5.5).

Егер қалпына келтірішті қолмен қосуға тұра келсе, реакциялық ыдысты жабдыққа қалайы хлориді ерітіндісін (II) қосканнан кейін бірден

косады.

Талданатын ерітінділердің көлемдері үлкен болған жағдайда (1000cm^3 дейін қоса), қалпына келтіргіштің көлемін ең көп дегендे 5cm^3 дейін арттырады.

Ауа-айдау сорғысымен жабық жүйеде: реакциялық ыдыс арқылы және асыл металл абсорбенті арқылы инертті газды $1-2\text{dm}^3/\text{мин}$ жылдамдықпен еткізеді. Адсорбцияны аяқтағаннан кейін сорғыны ажыратады да, уштарапты ысырманы ашады.

Ашық жүйеде: су сынамасын құрамында сынабы аз инертті газ ағынында десорбциялады.

Адсорбентті 600°C дейін тез қыздыру арқылы адсорбцияланған сынапты шығарады.

Сынап буларын талданатын ерітіндіден тіке сініру үшіншіна өтпеуге тиіс, мысалы, $75\text{cm}^3/\text{мин}$ жылдамдықпен ағып жатқан инертті газ ағынына орналастырады және ұшар шың биіктігін не, дұрысы, ұшар шың ауданын өлшайді.

Калибрлеу ерітінділерінің (5.17) және бакылау сынамасының (5.18) оптикалық тығыздығын су сынамасындағы сияқты тәсілмен өлшайді.

8.1.3 Стандартты калибрлеу әдісін пайдалану арқылы талдау

Осындай талдау үшін кисық түзетуді (градусталған кестені) дайындаиды:

Сынаптың калибрлеу ерітінділерін 5.17 бойынша дайындаиды.

Калибрлеу және бакылау ерітінділерінің оптикалық тығыздығын 7.1.2 тармақшасында сипатталғандай өлшайді.

Алынған нәтижелер сериясынан сызықтық калибрлеу сызығына сәйкес келетін тендеуді анықтайады.

8.1.4 Калибрлеу әдісін пайдалану арқылы стандартты қоспалармен талдау

Егер стандартты калибрлеу әдісі накты дәл нәтижелер, мысалы негізгі құрамалардың әсерінен бермесе, қателіктерді жинақтау болмаған, ал кестеде шығатын су сынамаларының оптикалық тығыздығы сызықтық жұмыс ауқымында болған жағдайда, яғни нәтижелер кисық түзетулердің сызықтық телімі ішінде болатын жағдайда стандартты қоспалар әдісін қолдану керек. Қосылған сынаптың концентрациясы сынамадагы сынаптың күтілген мөлшеріне сәйкес келуге тиіс. Үлгі үшін ($\text{көлемі } 50\text{cm}^3$ және сынаптың күтілетін концентрациясы $1\text{мкг}/\text{dm}^3$ үшін) мынадай әрекеттер орындалады.

Сыйымдылығы 100cm^3 төрт реакциялық құтылардың біріне талданатын ерітіндіден 50cm^3 –нан салады.

Осы құтылардың үшеуіне сынаптың стандарттың ерітіндісінің II $0,5\text{cm}^3$, $1,0\text{cm}^3$ немесе $1,5\text{cm}^3$ сойкестікпен қосады. Кисыққа тасталатын тастандылар сәйкестігімен тең, $0,1$, $0,2$ и $0,3\text{мкг}/\text{m}^3$.

Әрбір төрт құтының ішіндегі сынап концентрациясын 7.1.2 бойынша

өлшейді.

Бақылау сынамасы ертіндісі үшін талданатын ертіндіге сиякты процедураны орындаиды.

8.1.5 Есептер

- Тұзету қисығын қолдану арқылы жасалған есептер

Мынадай тендеуді пайдалана отырып, сынап концентрациясын есептейді:

$$C = \frac{(A - A_0) \times V_m}{b \times V_p} \quad (1)$$

мұнда C - сынамадағы сынап концентрациясы, дм^3 -ге микрограммен;

A - су сынамасының оптикалық тығыздығы немесе интеграцияланған тығыздығы;

A_0 - бақылау реактиві ертіндісінің оптикалық тығыздығы немесе интеграцияланған тығыздығы;

b - тұзету қисығының бұрыштық коэффициенті (сезімталдық шегі), микрограмға дм^3 -мен;

V_p - талданатын ертіндінің көлемі, см^3 -мен;

V_m - талданатын ертіндінің көлемі, см^3 .

- Стандартты қоспалар әдісін қолдану арқылы жасалған есептер

Су сынамасының табылған оптикалық тығыздығын және калибрлеу ертінділерінің, соның ішінде сынаманың (графикте шығып тұрған сынаптың көп мөлшері бар стандартты ертінділермен сынаманы сыза отырып) калибрлеу сзығын дайындаиды.

Талданатын ертіндідегі сынап концентрациясын калибрлеу сзығын нөлдік оптикалық тығыздыққа экстраполяциялау жолымен анықтайды. Осылайша бақылау реактиві ертіндісінде сынап концентрациясын анықтайды және осы мәнді талданатын ертінді үшін алынған шамадан есептеп шығарады.

Сынап концентрациясын сзықтық регрессия әдісін пайдалана отырып, есептеуге болады.

Осы есептерде кез келген қосымша араластыру процедурасын колдануға тұрақты болады.

8.1.6 Нәтижелерді өндеду

0,01мкг/дм³ дейін дәнгелектей отырып, нәтижелерді тіркейді.

Үлгі

Сынап (Hg) 0,04мкг/дм³;

Сынап (Hg) 0,20мкг/дм³.

8.2 Сынапты натрий тетрагидроборатымен қалпына келтіргеннен кейін және амальгамдаумен байытқаннан кейін анықтау

Әдіс 0,01мкг/дм³-ден 1мкг/дм³ дейінгі концентрациялардағы сынаптың болуын анықтау үшін қолданылады. Өте жоғары концентрацияларды да, егер су сынамасын арапастырса, анықтауға болады.

Ескерте: Сынаманы гидролизен алдын ала дайындау 7.1.1 тармағы бойынша жүргізіледі.

8.2.1 Өлшеуге дайындау

Өлшеу процедурасы басталар алдында аспап параметрлерін ендірушінің нұскауларына сәйкес белгілейді және сініретін ұшықты бабына келтіреді.

Егер гидролизат 7.1.1 тармағы бойынша дайындалса, тікелей өлшер алдында гидролизаттың барлық ерітіндісіне тұз қышқылы гидроксиламинің 5см³ ерітіндісін (немесе, қажет жағдайда көбірек) қосады.

Тұз қышқылы гидроксиламинің 5см³ әдетте қышқылдатқыштардың артығын қыскарту үшін және тұнған магний диоксидін еріту үшін жеткілікті. Егер ерітінді 30 минуттан кейін мөлдір болмаса, тұз қышқылы гидроксиламинің бір үлесін тағы да қосады.

Егер талдаулар жасау үшін сынаманың аликвот бөлігі іріктелсе, сынаманың ерітіндісін бірінші белгілі бір көлемге дейін, мысалы, 200см³ дейін жеткізеді.

Басында реакциялық құтыға 10см³ талданатын ерітіндіге 0,5см³ тұз қышқылын салады.

Талданатын ерітіндіні (гидролизат немесе сынаманың аликвот бөлігі) реакциялық құтыға салады да, анализаторға қосады.

Талданатын ерітіндінің 10см³-на натрий тетрагидроборатының 2,5см³ ерітіндісін қосады. Егер талданатын ерітіндінің көлемі 50см³ болса, натрий тетрагидроборатының 7,5 см³ ерітіндісін қосады.

Инертті газ ағынында (1 енгізу клапаны 2-суретте) сынапты адсорбциялайды және оны асыл металл адсорбентінен өткізеді.

Егер сынамада никель мен күміс кеп болса, реактивтік құтыға тұз қышқылының 25см³ (4,5) және темірдің буферлік ерітіндісінің (III) 0,5см³ талданатын ерітіндінің 25см³ қоспас бұрын салады.

Сынаманың шағын аликвот бөлшектерін пайдаланар кезінде, олардың көлемін сумен 25см³ дейін жеткізеді.

Адсорбцияланған сынапты адсорбентті 600°C дейін тез қыздыру арқылы бөледі.

Сынап буларын ағынының жылдамдығы, мысалға алғанда, 75см³/мин және талданатын ерітінді арқылы өтпейтін инертті газ ағынында сініру ұшығына салады. Одан кейін ұшар шың үшін биiktігін немесе, дұрысы, ұшар шың ауданын өлшейді.

Калибрлеу ерітінділерінің (5.17) және бакылау сынамасының

(518) оптикалық тығыздығын су сынамасы сиякты тәсілмен өлшейді.

8.2.2 Стандартты калибрлеу әдісі бойынша талдау

8.1.3 қараныз.

8.2.3 Калибрлеу әдісі бойынша стандартты қоспалармен талдау

8.1.4 қараныз.

8.2.4 Есептер

8.1.5 қараныз.

8.2.5 Нәтижелерді өндөу қараныз.

8.3 Дитизоны бар сынапты фотометрикалық анықтау

8.3.1 Минералданған сынаманы дайындау

Аспатты айдау үшін жинаиды. Ең көбі 2мг Hg^{2+} бар су сынамасының $10\text{-}250\text{cm}^3$ екі ауызды құтыға салады да, $NaOH$ 1н ерітіндісін pH 13-14 дейін құяды. Натрий сульфидінің қанықтан ерітіндісін қосқаннан кейін сынаманы $2\text{-}3\text{cm}^3$ қолемге дейін қуады. Құйғы арқылы концентратталған күкірт қышқылының 10cm^3 абалап қосады және сезінетін қоспа қоңыр түске боялғанша сол құйғы арқылы концентратталған азот қышқылының 5cm^3 қосады. Азот қышқылдары бұрқырап болінуді тоқтатқаннан кейін құты ішіндеғін қайнаганша қыздырауды және құтыдағы сұйықтық ашық-сары болғанга дейін қайнатады. Егер азот қышқылдарының болінүі минералдау аяқталғанға дейін тоқтаса, салқындағаннан кейін тағы да 1cm^3 азот қышқылының қосу қажет. Минералдаудың ашық-сары өнімін 20cm^3 бидистилляттен араластырады да, калий перманганатының кристаллтерін шағын улестермен араластыра отырып, сезінетін қоспа күлгін түске боялғанша қосады. Содан кейін кері тоқазытқышпен бірге тағы да 30 минут қыздырауды. Егер қыздыру процесінде ерітінді түссізденсе, тағы да калий перманганатының қосу қажет. Перманганаттың және марганецтің түзілген қос тоғызының немесе гидрототығының артық мөлшерін жою үшін құты ішінде $60^\circ C$ дейін салқындағаннан кейін күкірт қышқылы гидроксилиминің аз мөлшерін ($0,5\text{g}$) және қоспаны кері тоқазытқышпен тағы бір рет 3 мин қайнатады. Содан кейін минералдаудың ашық-сары немесе түссіз өнімін сыйымдылығы 100cm^3 олшегін құтыға құяды. Нитритті алып тастау үшін ерітіндіге 1 г несендерді қосады да, бидистилляттен белгіге дейін жеткізеді. Алынған сынама будан әрі «минералданған сынама» деп аталаады.

8.3.2 Минералданған сынамаға сынап жасау

0,02мг Hg^{2+} бар минералданған сынаманың $1\text{-}20\text{cm}^3$ бидистилляттың сыйымдылығы 250cm^3 болғаш құйғыға 20cm^3 дейін араластырады, күкірт қышқылы ерітіндісінің 2н 5cm^3 , натрий аacetаты ерітіндісінің 10cm^3 $1\text{моль}/\text{dm}^3$, комплексон ерітіндісінің III 2cm^3 $0,1\text{моль}/\text{dm}^3$ және күкірт қышқылы гидроксилиминің 10%-дық ерітіндісінің 1cm^3 қосады. Содан кейін

ҚР СТ ИСО 16590 - 2007

шамамен 5 мин дитизонның 20cm^3 жұмыс ерітіндісімен бірге шайқаиды. Фазаларды болғеннен кейін органикалық қабат құйғыга салынған мақта арқылы, тікелей астаушада сүзеді. Оптикалық тығыздықты таза хлороформға қатысты тоқын ұзындығы 490 нм болған кезде олшейді. Осындаі тәсілмен осындаі реактивтерімен бірге минерализацияны қоса отырып, бақылау сынамасын, сынама үшін мәннен алынғын тасталатын оптикалық тығыздықты оңдейді.

8.3.3 Есеп

Сынап ионының болуы Hg^{2+} (x) $\text{мг}/\text{дм}^3$ мына формууламен есептеледі:

$$X = \frac{c \cdot V_2 \cdot 20}{V_1 \cdot V_3}, \quad (2)$$

мұнда c – калибрлеу қысығы бойынша табылған сынап концентрациясы Hg^{2+} , $\text{мг}/\text{дм}^3$;

V_1 – минералданған сынамамен алған көлем, см^3 ;

V_2 – минералданған сынамамен бірге өлшегіш құтының сыйымдылығы, см^3 ;

V_3 – минерализациялау үшін алған сынама көлемі, см^3 .

9 Сынақтар хаттамасы

Сынақтар хаттамасы ҚР СТ ИСО/МЭК 17025 талаптарына сәйкес ресімделуге тиіс.

10 Нәтижелерді өлшеу дәлдігін бақылау

1995 жылы осы стандартта белгіленген әдістерге негізделген, зертханааралық сынақтар бағдарламасы өткізілді.

Сынамалардың типі:

Сынамалар №№ 1 және 2 ауыз су

Сынама № 3 жер беті суы

Сынама № 4 ағынды су

Сынап қосылысы ретінде 2-[(этилмеркуро)тио]-бензой қышқылы, натрий тұзы пайдаланылды.

Су сынамаларында сынаптың болуы осы стандартта белгіленген әдістер бойынша, одан басқа тәуелсіз зертханалық әдістер бойынша аныкталды.

Сынап тұзынан негізгі су ерітіндісі дайындалды. Негізгі ерітіндінің тиісті үлестері су сынамаларының берілген көлемдеріне үнемі араластыра отырып қосылды. Араластыру төрт сағатқа созылды, бұл толық араласуды қамтамасыз етті.

Осылайша дайындалған жасанды сынамалар бүрап жабылатын

тұындары бар ыдыстарға 1 дм³ көлемнен пошта арқылы жіберу үшін бөліп құйылды.

Барлық пайдаланылған ыдыстар боросиликат шыныдан жасалды.

2-кесте – Гидролиздің барлық әдістері бойынша жинақтық нәтижелер

Сына- маның №	L	N	NAP, %	Атаулы мән, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/ дм ³	VC _R , %	σ_r , мкг/ дм ³	VC _r , %	WFR, %
1	21	72	5	0,060	0,070 5	0,0274	38,8	0,0121	17,2	117,5
2	21	72	5	0,088	0,0854	0,0247	28,9	0,0128	15,0	97,0
3	21	72	5	0,283	0,260	0,0491	18,9	0,0230	8,8	91,9
4	21	71	0	0,800	0,756	0,2162	28,6	0,0634	8,4	94,5

мұнда L – катысатын зертханалардың жалпы саны
N – деңгейге арналған аналитикалық шамалардың мөлшері
NAP – Барлық зертханаларда жүргізілген кайта сынақтардан аналитикалық шамалардың ауытқу пайызы
– x – жалпы орташа мән
σ_R – өнімділіктің стандартты ауытқуы
VC_R – өнімділіктің ауытқу коэффициенті (катысты σ_R)
σ_r – қайталанудың стандартты ауытқуы
VC_r – қайталанудың ауытқу коэффициенті (катысты σ_r)
WFR – калпына келу жылдамдығы

3-кесте – 7.1.1 тармақшасында белгіленген гидролиз әдісі бойынша алынған нәтижелер (KMnO₄/R₂S₂O₈)

Сына- маның №	L	N	NAP, %	Атаулы мән, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/дм ³	VC _R , %	σ_r , мкг/дм ³	VC _r , %	WFR, %
1	6	24	0	0,060	0,075	0,0222	29,5	0,0112	14,9	125,0
2	6	23	0	0,088	0,099	0,0341	34,4	0,0176	17,7	112,5
3	6	22	0	0,283	0,305	0,0953	31,2	0,0368	12,1	107,8
4	6	22	0	0,800	0,695	0,2152	31,0	0,0736	10,6	86,9

Символдардың анықтамасын 2-кестеден қаранды.

4-кесте – А қосымшасында белгіленген гидролиз әдісі бойынша алынған нәтижелер (ультрадыбыс әдісі)

Сына- маның №	L	N	NAP, %	Атаулы мән, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/дм ³	VC _R , %	σ_r , мкг/дм ³	VC _r , %	WFR, %
1	3	10	0	0,060	0,089	0,0351	39,4	-	-	148,3
2	3	10	0	0,088	0,114	0,0430	37,7	-	-	129,5
3	3	10	0	0,283	0,294	0,0339	11,5	-	-	103,9
4	3	10	0	0,800	0,730	0,1721	23,6	-	-	91,3

Символдардың анықтамасын 2-кестеден қаранды.

ҚР СТ ИСО 16590 - 2007

5-кесте – В қосымшасында белгіленген гидролиз әдісі бойынша алынған нәтижелер (автоклав әдісі)

Сына- маның №	L	N	NAP, %	Атаулы мән, мкг/ дм ³	\bar{x} , мкг/ дм ³	σ_R , мкг/ дм ³	VC _R , %	σ_r , мкг/ дм ³	VC _r , %	WFR, %
1	4	11	0	0,060	0,0811	0,0503	73,0	-	-	135,2
2	4	11	0	0,088	0,076	0,0206	27,1	-	-	86,4
3	4	12	0	0,283	0,211	0,0315	24,4	-	-	74,6
4	4	11	0	0,800	0,777	0,3352	43,1	-	-	97,1

Символдардың анықтамасын 2-кестеден қараңыз.

6-кесте – С қосымшасында белгіленген гидролиз әдісі бойынша алынған нәтижелер (микротолқын әдісі)

Сына- маның №	L	N	NAP, %	Атаулы мән, мкг/ дм ³	\bar{x} , мкг/ дм ³	σ_R , мкг/ дм ³	VC _R , %	σ_r , мкг/ дм ³	VC _r , %	WFR, %
1	8	27	0	0,060	0,0655	0,0295	45,0	0,0142	21,7	109,2
2	8	28	0	0,088	0,0810	0,0152	18,8	0,0102	12,6	92,0
3	8	28	0	0,283	0,266	0,0218	8,2	0,0108	4,1	94,0
4	7	24	0	0,800	0,809	0,1796	22,2	0,0638	7,9	101,1

Символдардың анықтамасын 2-кестеден қараңыз.

11 Қауіпсіздік техникасы талаптары

Сынап және сынап қосылыстары оте уытты болып табылады. Құрамында сынабы бар немесе болуы мүмкін сынамалармен және ерітінділермен жұмыс істеу кезінде оте ұқыпты болу үсініледі.

Калий бихроматы уытты. Қатты материалмен және оның ерітінділерімен жұмыс істеу кезінде сақтау қаралары қолданылады.

Қышқыл ерітінділерін дайындауда, оларды сақтауда байланысты барлық жұмыстарды сорғыш шкафта жасау керек. Электрқұралдарымен жұмыс істеу кезінде қауіпсіздік техникасы талаптарын, сондай-ақ отқа қауілті және тез жсанатын заттармен жұмыс істеу ережесін қатаң сақтау қажет.

**А қосымшасы
(анықтамалық)**

Гидролиздің ультрадыбыстық әдісі

A.1 Жалпы ережелер

Осы қосымша гидролиздің қосымша міндетті емес әдісін сипаттайтын және сондықтан анықтамалық болып табылады. Осы стандартта көрсетілген әдісті пайдалану кезінде онда белгіленген барлық талаптарды толығымен сактау керек.

A.2 Қосымша аспаптар мен жабдық

A.2.1 Температуралы реттегіш бар ультрадыбыстық ванна, меншікті қуаттылығы - 240 Вт/дм³ кем емес. Ваннаның өлшемі гидролиз ыдыстарының өлшемінән және санына сәйкес келуге тиіс.

A.2.2 Бұрап жабылатын тығыздары бар боросиликат шыныдан немесе пластмассадан жасалған гидролиз ыдыстар (мысалы, полисульфон).

A.3 Гидролиз

Гидролиз ыдысын 100 см³ су сынамасына салады.

1 см³ калий перманганаты ерітіндісін, 1 см³ азот қышқылын, 1 см³ күкірт қышқылын және 2 см³ калий пероксидсульфаты ерітіндісін әрбір қосқаннан кейін жақсылап сілке отырып, абылап қосады.

Гидролиз ыдысын тығыздап жабады және 30 минут температурасы 50°C ультрадыбыс ваннасына салады.

Ерітіндін бөлме температурасына дейін салқыннатуға калдырады.

Сынамалардың басқа көлемдерін және сәйкестігімен, реактивтердің басқа көлемдерін пайдалану кезінде, гидролизаттарды берілген көлемге дейін араластыру керек.

Дайындағаннан кейін сынамаға талдау жасайды.

Осындай тәсілмен су сынамасының орнына тұрақтандырыш ерітінді қосылған судың тиісті көлемін қолдана отырып, бақылау сынамасын дайындауда, талдайды.

**В қосымшасы
(анықтамалық)**

Гидролиздің автоклав әдісі

В.1 Жалпы ережелер

Осы қосымшада гидролиздің қосымша міндетті емес әдісін сипатталған, сондықтан анықтамалық болып табылады. Осы стандартта көрсетілген әдісті пайдалану кезінде онда белгіленген барлық талаптарды толығымен сақтау керек.

В.2 Қосымша аспаптар мен жабдық

В.2.1 Гидролиз ыдыстары, сыйымдылығы 100 см³, түссіз боросиликат шыныдан жасалған, бұрап жабылатын полипропилен тығындары немесе басқа сәйкесті қақпақтары бар. Іздістар мен қақпақтар 120°C температураға және 200кПа қысымға шыдауға тиіс.

В.3 Гидролиз

Гидролиз ыдысын 40 см³ су сынамасына салады.

10 см³ азот қышқылын косады.

Гидролиз ыдысын тығыздан жабады да, автоклавқа салады.

Автоклавты пайдалану жөніндегі нұсқаулықты сақтай отырып, 30 минут 120° дейін қыздырады.

Бөлме температурасына дейін салқыннатады, ерімеген заттарды тұндырады және талдау үшін мөлдір сұйықтықты пайдаланады. Гидролизден кейін, 0,45 мкм мембранның сұзгіден сынаманы сұзу немесе оны үйіркілеу қажет болуы мүмкін.

Сынамалардың басқа көлемдерін және сәйкестігімен, реактивтердің басқа көлемдерін пайдалану кезінде, гидролизаттарды берілген көлемге дейін араластыру керек.

Дайындағаннан кейін сынамаға талдау жасайды.

Осындағы тәсілмен су сынамасының орнына тұрактандырылғыш ерітінді қосылған судың тиісті көлемін қолдана отырып, бақылау сынамасын дайындауда, талдайды.

**С қосымша
(анықтамалық)**

Микротолқынды гидролиз әдісі

C.1 Жалпы ережелер

Осы қосымшада гидролиздің қосымша міндетті емес әдісін сипатталған, сондыктан анықтамалық болып табылады. Осы стандартта көрсетілген әдісті пайдалану кезінде онда белгіленген барлық талаптарды толығымен сақтау керек.

C.2 Қосымша аспаптар мен жабдық

C.2.1 Бағдарлама берілген құаттылығы бар микротолқынды пеш.

Микротолқынды пеш жемірлуге төзімді болуға, барлық бөлінетін улы булар кетуі үшін сорғыш шкаф ішінде тұруға тиіс.

Пайдалану жөніндегі нұсқаулықты сақтау керек.

C.2.2 Сыйымдылығы 100 cm^3 , жалпы көлемі шамамен 140 cm^3 , политетрафторэтиленнен (PTFE) немесе перфторалкоксиядан (PFA) жасалған, шамамен 1000 кПа қысымаға шыдайтын шығынқы клапаны бар пластик гидролиз ыдыстары.

C.3 Процедура

Гидролиз ыдысына 50 cm^3 су сынамасын салады.

Азот қышқылының 8 cm^3 және тұз қышқылының 24 cm^3 қосады.

Араластырады да, кемі 5 минут тұндырады.

Үйдисті тығыздап жабады да, микротолқынды пешке орналастырады.

Пешті пайдалану жөніндегі нұсқаулықты сақтай отырып, қыздырады.

Үйдисті пештің ішінен алып шығады да, бөлме температурасына дейін сұытады.

Сынамалардың басқа көлемдерін және сәйкестігімен, реактивтердің басқа көлемдерін пайдалану кезінде, гидролизаттарды берілген көлемге дейін араластыру керек.

Дайындағанинан кейін сынамаға талдау жасайды.

Осындай тәсілмен су сынамасының орнына тұрақтандырғыш ерітінді қосылған судың тиісті көлемін қолдана отырып, бақылау сынамасын дайындаап, талдайды.

Қосымша
(анықтамалық)

Библиография

- [1] В.Р. Хэтч және В.Л. Отт: Сынапты субмикрограмм мөлшерлерімен атомдық-абсорбциялық спектроскопия әдісімен анықтау. *Anal. Chem.*, 40, 2085 (1968).
- [2] Б. Вельц және М. Шперлинг: *Atomabsorptionsspektrometrie*, 4-басылым, Wiley-VCH, Вайнхайм (1997).
- [3] Б. Вельц және М. ШУБЕРТ-ЯКОБС: Құрамындағы натрий тетрагидрокарбонатын азайтып және алтында жинап атомдық-абсорбциялық спектроскопия әдісімен сұық булар сынабын анықтау. *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 331, 324 (1988).

ӘОЖ 613.13/34

МСЖ 13.060.50

Түйінді сөздер: су сапасы, сынаптың болуын анықтау, интерференция, амальгамдау

Ескертулар үшін



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

Качество воды

Определение содержания ртути

Методы, включающие обогащение амальгамированием

СТ РК ИСО 16590 – 2007

(ISO 16590 - 2000 « Water quality — Determination of mercury — Methods involving enrichment by amalgamation, IDT)

Издание официальное

**Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

СТ РК ИСО 16590 - 2007

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 17 августа 2007 г. № 470

3 Настоящий стандарт является идентичным по отношению к ИСО 16590 – 2000 «Качество воды. Определение содержания ртути. Методы, включающие обогащение амальгамированием» с дополнительными требованиями, которые в тексте выделены курсивом.

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2012 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Сущность метода	2
4	Реактивы и материалы	3
5	Оборудование	4
6	Приготовление реагентов	6
7	Мешающие влияния	10
8	Проведение испытаний.	12
9	Протокол испытаний	18
10	Контроль погрешности	18
11	Требования техники безопасности	20
	Приложение А. Ультразвуковой метод гидролиза	21
	Приложение В. Автоклавный метод гидролиза	22
	Приложение С. Микроволновый гидролизный метод	23
	Приложение. Библиография	24

СТ РК ИСО 16590 – 2007

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Качество воды
Определение содержания ртути
Методы, включающие обогащение амальгамированием**

Water quality — Determination of mercury — Methods involving enrichment by amalgamation

Дата введения 2008.07.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения содержания общей ртути в подземных, поверхностных и сточных водах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК ИСО/МЭК 17025-2001 *Общие требования к компетентности испытательных калибровочных лабораторий.*

СТ РК ГОСТ Р 51592- 2003 *Вода. Общие требования к отбору проб.*

ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) *Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.*

ГОСТ 2652-78 *Калия бихромат. Технические условия.*

ГОСТ 3118-77 *Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.*

ГОСТ 4204-77 *Реактивы. Кислота серная. Технические условия.*

ГОСТ 4328-77 *Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.*

ГОСТ 4461-77 *Реактивы. Кислота азотная. Технические условия.*

ГОСТ 4517-87 *Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реагентов и растворов, применяемых при анализе.*

ГОСТ 5456-79 *Реактивы. Гидроксилимина гидрохлорид. Технические условия.*

ГОСТ 6344-73 *Реактивы. Тиомочевина. Технические условия.*

ГОСТ 6709 – 72 *Вода дистилированная. Технические условия.*

ГОСТ 7298-79 *Реактивы. Гидроксилимин сернокислый. Технические условия.*

ГОСТ 10398-76 *Реактивы и особо чистые вещества. Комплексонометрический метод определения содержания вещества.*

СТ РК ИСО 16590 – 2007

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия.

ГОСТ 20288-74 Реактивы. Углерод четыреххлористый. Технические условия.

ГОСТ 22673-77 Трихлорацетат натрия. Технические условия.

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия.

ГОСТ 27025 -86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний.

ГОСТ 27567-87 Вещества особо чистые. Метод определения примеси веществ, восстанавливающих перманганат калия.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1.Общие требования

ГОСТ 29228 - 91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки, градуированные без установленного времени ожидания.

ГОСТ 29229-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 3. Пипетки, градуированные со временем ожидания 15 с.

ГОСТ 29230-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные.

3 Сущность метода

Настоящий стандарт содержит три метода определения ртути. Первый и второй методы подходят для определения содержания ртути в водах, например, в грунтовых, поверхностных или сточных водах, с концентрацией (0,01-1) мкг/дм³. Более высокие концентрации могут устанавливаться при условии разбавления пробы воды.

Общее содержание ртути в воде определяется после гидролиза образца. Если определению подлежат только растворимые ртутные соединения, перед гидролизом пробы фильтруется через мембранный фильтр (0,45 мкм).

Одно- и двухвалентная ртуть восстанавливаются до элементарной формы восстановителем, например, хлоридом олова (II), SnCl₂ или тетрагидроборатом натрия, NaBH₄, в кислотной среде. Затем элементарную ртуть десорбируют из раствора с помощью потока инертного газа с незначительным содержанием ртути и переносят на поверхность благородного металла большой площади, например, золотую/платиновую сетку, на которой ртуть адсорбируется. Ртуть выделяется при быстром нагревании адсорбента и далее переносится потоком газа-носителя на подходящую кювету. Оптическая плотность измеряется при длине волн 253,7 нм в луче излучения атомно-абсорбционного спектрометра. Концентрации вычисляются с применением градуировочного графика.

Для полного разложения всех соединений ртути, требуется процедура гидролиза. Гидролиз можно не производить только в том случае, если

известно, что концентрацию ртути можно будет определить без подобной предварительной обработки.

Крайне важно, чтобы анализы, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, выполнялись подготовленным персоналом.

В природных источниках воды соединения ртути обычно встречаются в весьма малых концентрациях - менее 0,1 мкг/дм³. Более высокие концентрации можно встретить, к примеру, в сточных водах. Могут присутствовать как неорганические, так и органические соединения ртути. Ртуть может накапливаться в осадках и шламе.

Третий метод – фотометрическое определение с дитизоном.

Ионы ртути образуют в кислой среде (рН 2-3) нерастворимый в воде дитизонат ртути $Hg(HDz)_2$. определение основано на фотометрии образовавшегося оранжевого $Hg(HDz)_2$ и остаточного зеленого дитизона H_2Dz после экстракции хлороформом. Для обнаружения нерастворимых или комплексных соединений ртути, так же, как и металлический ртуть, определение следует проводить после окислительной минерализации. Метод применим для поверхностных и сточных вод после окислительной минерализации в границах (0,025-1,0) мг/дм³ Hg^{2+} без разбавления или концентрирования. При обработке 250 см³ пробы можно определить 0,01 мг в 1 дм³.

4 Реактивы и материалы

При анализе следует использовать реактивы квалификации «ч.д.а.» или реактивы с наименьшим возможным содержанием ртути. Содержание ртути в воде и реактивах должно быть пренебрежимо малым по сравнению с наименьшей концентрацией аналита (вещества, которое определяется при анализе).

- 4.1 Дистиллированная вода. ГОСТ 6709;
- 4.2 Вода бидистиллированная по ГОСТ 4517;
- 4.3 Азотная кислота, $c(HNO_3)=1,40 \text{ г}/\text{см}^3$, ч.д.а.;
- 4.4 Серная кислота, $c(H_2SO_4)=1,84 \text{ г}/\text{см}^3$, ч.д.а.;
- 4.5 Соляная кислота, $c(HCl)=1,19 \text{ г}/\text{см}^3$, ч.д.а.;
- 4.6 Калия перманганат, ч.д.а.
- 4.7 Калия бихромат, $K_2Cr_2O_7$, ч.д.а.
- 4.8 Калия пероксадисульфат, $K_2S_2O_8$, ч.д.а.
- 4.9 Гидроксиамин солянокислый, $H_2NOH\text{-HCl}$ ч.д.а.
- 4.10 Хлорид олова, $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ч.д.а.
- 4.11 Оксид ртути, HgO ч.д.а.
- 4.12 Гидроксид натрия, ч.д.а.
- 4.13 Перхлорат магния, $Mg(ClO_4)_2$, ч.д.а. крупнозернистый
- 4.14 Тетрагидроборат натрия, ч.д.а.
- 4.15 Нитрат железа (III), $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, ч.д.а.
- 4.16 Сульфид натрия $Na_2S \cdot 9H_2O$

- 4.17 Гидроксиламин сернокислый $(\text{NH}_2\text{OH})_2\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ ч.д.а.
- 4.18 Мочевина NH_2CONH_2 ч.д.а.
- 4.19 Ацетат натрия $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ч.д.а.
- 4.20 Комплексон III, 0,1 М раствор
- 4.21 Дитизон, $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$ ч.д.а
- 4.22 Четыреххлористый углерод ч.д.а.
- 4.23 Хлорид ртути HgCl_2 ч.д.а.
- 4.24 Хлороформ, ч.д.а.

5 Оборудование

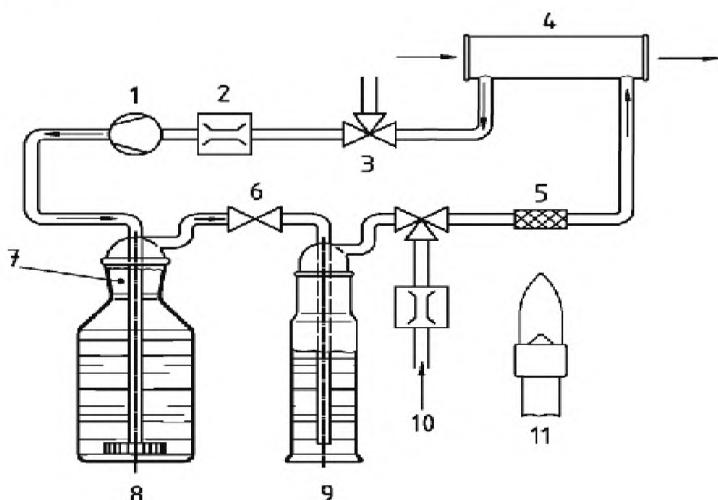
Перед использованием тщательно промывают всю стеклянную посуду разбавленной азотной кислотой (6.20), затем тщательно споласкивают водой несколько раз.

- 5.1 Пипетки, градуированные по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228, ГОСТ 29229, ГОСТ 29230;
- 5.2 Посуда стеклянная лабораторная - цилиндры, мензурки, колбы, пробирки по ГОСТ 1770;
- 5.3 Фотометр, с длиной волны (490 – 610) нм по действующим нормативным документам;
- 5.4 Кюветы с толщиной слоя 1 см и 2 см;
- 5.5 Посуда для перегонки: двугорлая колба, емкостью 500 см³, холодильник и капельная воронка, емкостью 100 см³;
- 5.6 Делительная воронка, емкостью 250 см³;
- 5.7 Весы лабораторные специального класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,001 \text{ г}$;
- 5.8 pH-метр с диапазоном от 1,0 до 14 ед. pH;
- 5.9 секундомер СОПир-2а-2-010, емкость шкалы 30 мин, 60 с;
- 5.10 термометры стеклянные ртутные по ГОСТ 13646.
- 5.11 пробоотборник
- 5.12 баня водяная
- 5.13 Атомно-абсорбционный спектрометр (AAC), с возможностью определения концентрации ртути в диапазоне (0,01-1) мкг/дм³;
- 5.14 Источник излучения, для определения ртути, например, поло-катодная или безэлектродная разрядная лампа;
- 5.15 Ртутная насадка с амальгамной деталью, в составе которой:
 - поглощающая ячейка, представляющая собой стеклянную или кварцевую трубку, имеющую внутренний диаметр около 2 см, длину не менее 15 см (в зависимости от вида AAC) и кварцевые окошки;
 - воздухоциркуляционный насос (например, мембранный насос, шланговый насос), мощностью (1-2) дм³/мин, с пластиковыми трубками (закрытая система);

- оснащенный редукционным клапаном баллон инертного газа (например, азота или аргона);
- расходомер с пластиковыми трубками;
- реакционный сосуд, представляющий собой колбу, вместимостью 100 см³, 250 см³ или 1000 см³, с плоским дном, как показано на рисунке 1, с притертой стеклянной пробкой и промывочным сосудом со стеклянным припоем;
- нагревательный прибор для поглощающей ячейки,
- кварцевая трубка с нагревательным элементом и адсорбентом из благородного металла (например, золотая/платиновая сетка);
- газопромывочная колба, вместимостью 100 см³ с предохранительным клапаном;
- трехсторонняя задвижка;
- трубы для поглотителя влаги.

Пример закрытой системы показан на рисунке 1.

Примечание - Следует принимать меры предосторожности при выборе пластикового материала для насосов и трубок. Допускается система непрерывного потока или поточно-инъекционная система. Пользователю рекомендуется следовать инструкциям, данным производителем.

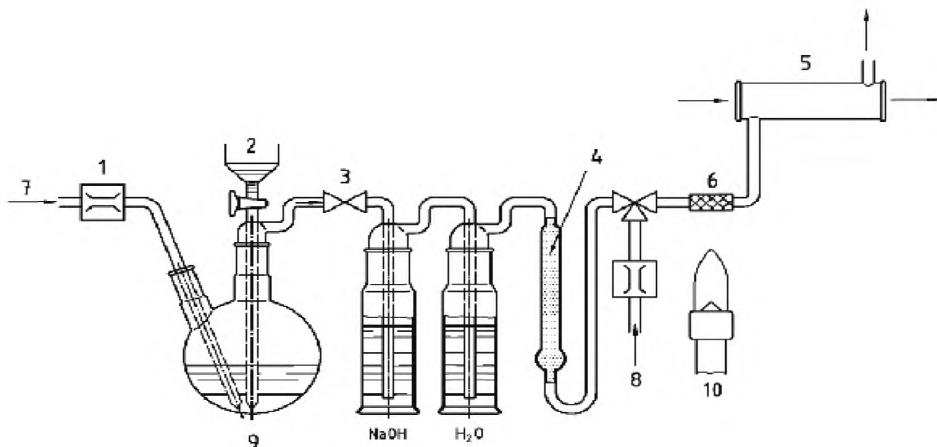


1- воздухо-циркуляционный насос, мощность (1 – 2) дм³/мин; 2- расходомер;
 3 -трехсторонняя задвижка; 4 -поглощающая ячейка: внутренний диаметр 2 см, длина 15 см; 5- золотая/платиновая сетка; 6- предохранительный клапан; 7- притертая стеклянная пробка; 8- реакционный сосуд , 100 см³, 250 см³ или 1000 см³; 9- SnCl_2 в H_2SO_4 ; 10 - инертный газ; 11- нагревательный прибор

Рисунок 1- Оборудование для определения ртути после восстановления хлоридом олова (II) и обогащения амальгамированием (закрытая система)

СТ РК ИСО 16590 – 2007

На рисунке 2 приводится пример оборудования используемого во 2 методе.



1-расходометр; 2- раствор NaBH_4 ; 3- клапан предохранительный; 5- поглотитель влаги; 6 -поглощающая ячейка: внутренний диаметр 2 см, длина 15 см; 7-золотая/платиновая сетка; 8- впускной клапан для инертного газа 1; 9-впускной клапан для инертного газа 2; 10- реакционная колба, 100 cm^3 или 250 cm^3 ; 11- нагревательный прибор

Примечания

1 При использовании данного метода выделяется большое количество H_2 .

Рекомендуется, использовать экстракционный прибор.

2 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, имеющую аналогичные метрологические характеристики или лучшие.

Рисунок 2 - Оборудование для определения ртути после восстановления тетрагидроборатом натрия и обогащения амальгамированием (открытая система)

6 Приготовление реагентов

При приготовлении растворов следует соблюдать требования ГОСТ 4517, ГОСТ 25794.2.

6.1 Раствор перманганата калия

Растворяют 50 г перманганата калия, KMnO_4 , в 1000 cm^3 воды.

6.2 Раствор стабилизатора

Растворяют 5 г бихромата калия, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, в 500 cm^3 азотной кислоты (4.3) и доводят объем водой до 1000 cm^3 .

6.3 Раствор пероксадисульфата калия

Растворяют 40 г пероксадисульфата калия, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, в 1000 cm^3 воды.

6.4 Раствор гидроксиламина солянокислого

Растворяют 10г гидроксиламина солянокислого, $\text{H}_2\text{NOH}\text{-HCl}$, в 1000 см³ воды.

6.5 Раствор хлорида олова (II)

Растворяют 5г хлорида олова (II), $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, в 30 см³ соляной кислоты (4.5) и доводят объем водой до 100 см³. В проточных системах можно использовать раствор более низкой концентрации, например, 0,5 г в 100 см³. Готовят такой раствор (более низкой концентрации) свежей в тот же день из более концентрированного раствора, разводя его водой.

Если для контрольной пробы был получен высокий результат, в течение 30 минут пропускают через данный раствор азот, чтобы удалить остатки ртути.

6.6 Серная кислота, 2 н раствор

Разбавляют 56 см³ H_2SO_4 ч.д.а. (плотность 1,84) бидистиллятом до 1dm³. Раствор взбалтывают с небольшим количеством рабочего раствора дитизона, до тех пор, пока раствор дитизона не станет зеленым. Остаточное количество дитизона экстрагируют хлороформом.

6.7 Гидроксиламин сернокислый, 10 %-ный раствор

Растворяют 10 г $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$ ч.д.а. в 90 см³ бидистиллята. Раствор очищают дитизоном так же, как 2 н раствор H_2SO_4 .

6.8 Ацетат натрия, 1 моль/дм³ раствор

Растворяют 136 г CH_3COONa 3 H_2O ч.д.а. в бидистилляте и доводят объем до 1 дм³ бидистиллятом. Раствор очищают дитизоном так же, как и 2 н раствор H_2SO_4 .

6.9 Комплексон III, 0, 1 моль/дм³ раствор

Растворяют 37,2 г двуцатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты $\text{Na}_2\text{H}_2(\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2)$ и доводят объем бидистиллятом до 1 дм³.

6.10 Дитизон.

Основной раствор. Помещают 0,1 г дитизона $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{S}$ ч.д.а. в делительную воронку, емкостью 200 см³ и растворяют в 150 см³ четыреххлористого углерода ч.д.а. (после взбалтывания в течение 10 мин растворяется почти весь реактив). Темно-зеленый раствор фильтруют в делительную воронку емкостью, 500 см³ и снова взбалтывают со 100 см³ 0,1 н раствора амиака. Водная фаза будет содержать дитизон в виде желтого первично-го аммонийдитизоната, органическая фаза окрасится в желтый или оранжевый цвет за счет примеси, содержащейся в дитизоне. Полученный водный экстракт смешивают с 200 см³ четыреххлористого углерода, затем подкисляют (10 – 15) см³ двунормального раствора H_2SO_4 до возникновения зеленой окраски свободного дитизона. Раствор сольно взбалтывают до тех пор, пока освободившийся дитизон не перейдет полностью в органическую фазу. Эту операцию повторяют до тех пор, пока после взбалтывания с раствором амиака 0,1 н органическая фаза не станет бесцветной. Амиачный раствор дитизоната тщательно отделяют от четыреххлористого

СТ РК ИСО 16590 – 2007

углерода, добавляют 200 см³ свежеотогнанного хлороформа, подкисляют 15 см³ 2н раствора H_2SO_4 и сильно взбалтывают до тех пор, пока дитизон окончательно не перейдет в хлороформную фазу. Очищенный таким образом основной раствор дитизона промывают 100 см³ бидистиллята, переливают в темную бутыль и добавляют 10 см³ бидистиллята и 1 см³ 2н раствора H_2SO_4 . Раствор в холоде и темноте сохраняется около 6 месяцев. Аликовтные части в случае необходимости, могут быть заново очищены.

Рабочий раствор. Разбавляют 1 см³ очищенного основного раствора дитизона в соответствии с его концентрацией отогнанным хлороформом так, чтобы его оптическая плотность при длине волны 610 нм, измеренная по отношению к чистому хлороформу в кювете с толщиной слоя 1 см, составляла ($0,450 \pm 0,01$). Свежий раствор готовят каждый день. Концентрация раствора около 10 мкг/см³.

6.11 Стандартные растворы ртути (для определения по 7.3.)

Основной раствор. К 0,1353г $HgCl_2$ ч.д.а. добавляют 30 см³ концентрированной H_2SO_4 и доводят объем бидистиллятом до 1 дм³. 1 см³ раствора содержит 0,100 мг Hg^{2+} .

Рабочий раствор. Разбавляют 10,0 см³ основного раствора перед использованием 3 см³ концентрированной H_2SO_4 и бидистиллята доводят объем до 1 дм³. 1 см³ раствора содержит 0,001 мг Hg^{2+} .

Калибровочная кривая. Отбирают 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0; 20,0 см³ рабочего раствора ртути с содержанием соответственно 0,00; 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг/дм³ Hg^{2+} , разбавляют бидистиллятом до объема 20 см³ и обрабатывают, так же, как минерализованную пробу.

6.12 Исходный раствор ртути I, с (Hg)=100 мг/дм³.

Растворяют 108,0мг оксида ртути (II), HgO , в 10 см³ раствор-стабилизатора и разводят до 1000 см³ водой. 1 см³ этого раствора соответствует 0,1 мг ртути.

Исходный раствор ртути I можно приготовить из стандартного образца ртути. Раствор остается стабильным около одного месяца.

6.13 Исходный раствор ртути II, с (Hg)=1 мг/дм³.

Добавляют 10 см³ раствора стабилизатора к 10 см³ исходного раствора ртути I и разводят до 1000 см³ водой. 1 см³ этого раствора соответствует

1 мкг ртути. Раствор остается стабильным около одной недели.

6.14 Стандартный раствор ртути I, с (Hg)=100 мкг/дм³.

Добавляют 10 см³ раствора стабилизатора к 100 см³ исходного раствора ртути II и разводят до 1000 см³ водой 1 см³ этого раствора, соответствует 100 мкг ртути.

Готовят раствор в день его использования.

6.15 Стандартный раствор ртути II, с (Hg)=10 мкг/дм³.

С помощью воды доводят объем 1 см³ раствора стабилизатора и 10 см³

стандартного раствора I до 100 см³. 1 см³ такого раствора соответствует 10 мкг ртути. Раствор стабилен только в течение небольшого промежутка времени и должен готовиться непосредственно перед применением.

6.16 Стандартный раствор ртути III, с (Hg)=1 мкг/дм³.

С помощью воды доводят объем 1 см³ раствора стабилизатора и 10 см³ стандартного раствора II до 100 см³. 1 см³ такого раствора соответствует

1 мкг ртути. Раствор готовят непосредственно перед каждой серией измерений.

6.17 Калибровочные растворы ртути

Готовят калибровочные растворы в соответствии с объемом анализируемых растворов и ожидаемой концентрацией ртути в них.

К примеру, для концентраций в пределах (0,01-0,1) мкг/дм³ выполняют следующие действия:

- отмеряют пипеткой в каждую из мерных колб, вместимостью 100 см³ по 1,0 см³, 2,0 см³, 4,0 см³, 6,0 см³, 8,0 см³ и 10,0 см³ стандартного раствора ртути III, соответственно;
- в каждую колбу добавляют по 1 см³ раствора стабилизатора;
- наполняют каждую колбу водой до отметки и тщательно перемешивают.

Данные калибровочные растворы содержат 0,01 мкг/дм³, 0,02 мкг/дм³, 0,04 мкг/дм³, 0,06 мкг/дм³, 0,08 мкг/дм³ и 0,1 мкг/дм³ ртути, соответственно. Готовят их непосредственно перед каждой серией измерений.

Для концентраций в пределах (0,1-1) мкг/дм³ выполняют те же операции, используя стандартный раствор ртути II. В этом случае эталонные растворы содержат 0,1 мкг/дм³, 0,2 мкг/дм³, 0,4 мкг/дм³, 0,6 мкг/дм³, 0,8 мкг/дм³ и 1 мкг/дм³ ртути, соответственно. Если используют относительно большие объемы анализируемых растворов, то увеличивают объемы эталонных растворов и, соответственно, количество добавляемых стандартных растворов. Готовят растворы непосредственно перед каждой серией измерений.

Если калибровочные измерения будут проводиться повторно, готовят другой набор растворов.

6.18 Раствор контрольной пробы

Готовят объем контрольного раствора, соответствующий объему анализируемого раствора, разводя 10 см³ раствора-стабилизатора водой, пока объем не достигнет 1000 см³. Применяют такую же процедуру гидролиза, как и для пробы (см. 7.1.1). Процедура с контрольной пробой должна включаться в каждую серию анализов.

6.19 Газопромывной раствор

Растворяют 2,5 г хлорида олова (II), SnCl₂•2H₂O, и 7,5 см³ серной кислоты в небольшом количестве воды и разводят водой до 50 см³.

6.20 Промывной раствор для стеклянной посуды

СТ РК ИСО 16590 – 2007

Разводят 150 см³ азотной кислоты водой до 1000 см³.

6.21 Газо-промывочный раствор I: раствор гидроксида натрия

Растворяю 10 г NaOH в 100 см³ воды.

6.22 Газо-промывочный раствор II: вода, согласно 4.2.

6.23 Поглотитель влаги: перхлорат магния, Mg(ClO₄)₂, крупнозернистый

6.24 Раствор тетрагидробората натрия

В небольшом количестве воды растворяют 3 г тетрагидробората натрия, NaBH₄, и 1 г гидроксида натрия NaOH. Доводят объем водой до 100 см³ и пропускают через бумажный фильтр.

Раствор стабилен только в течение нескольких дней.

В проточных системах допускается меньшая концентрация, например, 0,02 г тетрагидробората натрия и 0,03 г гидроксида натрия на 100 см³ воды.

Раствор необходимо готовить в день использования.

6.25 Буферный раствор железа (III)

В воде растворяют 14 г нитрат железа (III), Fe(NO₃)₃•9H₂O, и доводят объем водой до 100 см³.

Для проточных систем допустима меньшая концентрация.

Готовят свежий раствор ежедневно.

7 Мешающие влияния

При работе с ртутью существует риск, что на стенках реакционного сосуда могут произойти реакции обмена, а именно абсорбция и десорбирование. Поэтому в целях ограничения потерь, например, из-за адсорбции на стенках сосуда, добавляют 10 см³ раствора стабилизатора и доводят объем до 1000 см³ пробой.

Проба должна иметь pH=1 и показывать желто-оранжевую окраску, говорящую об избытке бихромата.

Если эти условия не достигнуты, добавляют еще стабилизатора, и включают в расчеты соответствующий коэффициент поправки объема.

Ртутные пары могут проходить сквозь различные пластиковые материалы. Вследствие этого, особое внимание следует уделить выбору материала трубок. Можно использовать стеклянные или специальные пластмассовые трубы, например, трубы из FEP (FEP – сополимер перфтороэтенгексафторопропена). Нельзя использовать, например, силиконовые трубы.

Летучие органические вещества могут абсорбировать в ультрафиолетовом диапазоне и быть ошибочно приняты за ртуть. В большинстве случаев их разрушают, добавляя перманганат калия до тех пор, пока раствор полностью не окрасится в красный цвет, и удаляют, продувая в течение 10 минут инертным газом; это делается перед восстановлением соединений ртути. Зачастую такое влияние неспецифической абсорбции можно также устраниТЬ, используя систему фонового возмещения.

Все растворы должны быть доведены до одинаковой температуры (20 °C) перед восстановлением и десорбированием ртутных паров. Конденсации воды на окнах кюветы можно избежать, если подогреть кювету инфракрасной лампой.

Интерференция, имеющая место вследствие наличия других элементов в матрице, зависит от выбора восстановителя. Если концентрация элементов превышает значения, приведенные в таблице 1, это может привести к очень низким результатам.

От тяжелых металлов возникнет меньше интерференции, если использовать хлорид олова (II), а не тетрагидроборат натрия. Когда используются проточные системы, влияние интерференции из-за тяжелых металлов может быть меньше, чем показано в таблице 1.

Хлорид олова (II) вызывает настолько сильное загрязнение оборудования оловом, что произойдет значительная интерференция в случае, если после этого использовать тетрагидроборат натрия. По этой причине для процедур восстановления хлоридом олова (II) и тетрагидроборатом натрия используют отдельные системы.

Таблица 1 – Допустимые концентрации некоторых матричных элементов в анализируемом растворе

Восстановитель	NaBH ₄	NaBH ₄	SnCl ₂
Среда	0,5 моль/дм ³ HCl	0,5 моль/дм ³ HCl + 0,2 г/дм ³ Fe (III)	0,5 моль/дм ³ HCl
Элемент	Допустимая концентрация (мг/дм ³)		
Cu (II)	10	10	500
Ni(II)	1	500	500
Ag(I)	0,1	10	1
Г	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	0,05	0,05

Никель в концентрации > 1 мг/дм³ и серебро в концентрации > 0,1 мг/дм³, содержащиеся в анализируемом растворе, всегда мешают процедуре определения ртути. В присутствии соляной кислоты 1:1 [500 см³ концентрированной соляной кислоты (4.5), разведенной до объема в 1000 см³ водой] и раствора железа (III), никель в концентрации до 500 мг/дм³ и серебро в концентрации до 10 мг/дм³ не вызывают интерференции.

Адсорбент из благородного металла необходимо охладить до < 100 °C во избежание интерференции, которая в противном случае может быть вызвана такими элементами, как As, Sb и Se, образующими летучие гидриды с

тетрагидроборатом натрия.

Ионы металлов (например, меди (II), цинка, серебра, золота и палладия) образуют дитизонаты, имеющие максимум светопоглощения при длине волны 490 нм. Ионы меди и цинка (II), связывают добавлением (1-3) см³ 0,1 моль/дм³ раствора комплексона III, ионы серебра перед минерализацией выпадают в осадок в виде AgCl. Содержание ионов золота и палладия, как правило, не принимают во внимание.

Определению мешают тиосульфат и иодид-ионы, а также ионы S², в любой концентрации. Анионы, находящиеся в больших концентрациях, образуют комплексы (0,2 моль/дм³ Cl⁻, 0,01 моль/дм³ Br⁻, CN⁻, SCN⁻). Названные анионы устраняют минерализацией. Мешающее влияние нитритов устраняют мочевиной.

Добавлением сернокислого гидроксиламина восстанавливают окислители, присутствующие в воде и в продукте минерализации, так как даже самое небольшое окисление превращает дитизон в дифенилтиокарбодиазон. Чтобы предотвратить потерю ртути в процессе испарения, легколетучие ионы Hg²⁺ переводят в устойчивые ионы [HgS₂]²⁻, действуя сульфидом натрия в щелочной среде.

8 Проведение испытаний

Отбор, транспортирование и подготовка к хранению проб воды проводятся согласно СТ РК ГОСТ Р 51592.

8.1 Определение содержания ртути после восстановления хлоридом олова (II) и обогащения амальгамированием

Метод применяется для определения содержания ртути в концентрациях (0,01 - 1) мкг/дм³. Более высокие концентрации могут быть тоже определены, если пробу воды разбавить.

8.1.1 Предварительная подготовка проб

Гидролизный метод подготовки пробы с использованием перманганата и пероксидисульфата.

Предпочтительнее проводить процедуру влажного химического гидролиза, описанную ниже. В качестве альтернативы можно использовать один из методов гидролиза, приведенных в приложениях А-С. В последнем случае, однако, следует проверить эффективность метода по сравнению с методом влажного химического гидролиза.

Перемещают 100 см³ стабилизированной пробы воды или требуемый объем пробы (максимум 1000 см³) в колбу.

Осторожно, добавляют 15 см³ раствора перманганата калия (6.1), 1 см³ азотной кислоты (4.3) и 1 см³ серной кислоты (4.4).

Тщательно встряхивают смесь после каждого добавления.

Оставляют раствор постоять в течение 15 минут, затем добавляют 10 см³

раствора пероксадисульфата калия (6.3).

На 2 часа помещают неплотно закупоренную колбу на нагревательный прибор или водянную баню с температурой 95 °С.

Во время гидролиза обеспечивают наличие избытка перманганата калия. В противном случае, увеличивают количество добавляемого перманганата калия или начинают с меньшего объема пробы.

Дают раствору остыть до комнатной температуры.

При использовании разных объемов пробы и, соответственно, разных объемов реагентов, гидролизаты разводят до заданного объема.

Испытание гидролизата проводят в этот же день.

Аналогичным образом готовят раствор контрольной пробы (6.18), вместо пробы воды используя соответствующий объем воды (4.2) с раствором стабилизатора (6.2).

Перманганат может вызвать проблему обесцвечивания. В этом случае уменьшают концентрацию перманганата, при условии, что содержание органических веществ низкое, либо применяют другой метод гидролиза (см. приложения А-С).

8.1.2 Подготовка к процедуре измерения

Прежде чем начать процедуру измерения, устанавливают параметры приборов в соответствии с инструкциями производителя и настраивают поглощающую ячейку.

Если гидролизат был приготовлен согласно пункта 8.1.1, непосредственно перед измерением добавляют ко всему раствору гидролизата 5 см³ раствора гидроксиамина солянокислого (или больше, если это необходимо). Обычно достаточно 5 см³ раствора гидроксиамина солянокислого для снижения излишних окислителей и для растворения осажденного диоксида марганца. Если раствор не стал прозрачным через 30 минут, добавляют еще гидроксиамина солянокислого.

В случае, когда для анализа берется аликвотная часть пробы, вначале раствор пробы доводят до заданного объема, например, 200 см³.

Перемещают анализируемый раствор (гидролизат или аликвотная часть пробы) в реакционный сосуд и подсоединяют к аналитическому оборудованию.

К 100 см³ анализируемого раствора (или меньше) добавляют 2 см³ раствора хлорида олова (II) (6.5).

Если восстановитель приходится добавлять вручную, подсоединяют реакционный сосуд к оборудованию сразу же после добавления раствора хлорида олова (II).

При больших объемах анализируемых растворов (вплоть до 1000 см³), повышают объем восстановителя до 5 см³, максимум.

При закрытой системе с воздухо-цикруляционным насосом: через реакционный сосуд и абсорбент из благородного металла пропускают

СТ РК ИСО 16590 – 2007

инертный газ со скоростью (1-2) $\text{дм}^3/\text{мин}$. По завершении адсорбции отключают насос и открывают трехстороннюю задвижку.

В открытой системе: десорбируют пробу воды в струе инертного газа с малым содержанием ртути.

Выпускают адсорбированную ртуть быстрым нагреванием адсорбента до $600\text{ }^\circ\text{C}$.

Перемещают ртутные пары в струе инертного газа, текущего со скоростью, скажем, $75\text{ см}^3/\text{мин}$, который не должен проходить сквозь анализируемый раствор, в поглотительную ячейку и измеряют высоту пика либо, что предпочтительнее, площадь пика.

Измеряют оптическую плотность калибровочных растворов (6.17) и контрольной пробы (6.18) тем же способом, что и пробы воды.

8.1.3 Анализ с использованием метода стандартной калибровки

Для такого анализа готовят кривую поправок (градировочный график):

Готовят калибровочные растворы ртути согласно 6.17.

Измеряют оптическую плотность калибровочных и контрольных растворов, как описано в 8.1.2.

Из серии полученных результатов определяют уравнение, которое будет соответствовать линии линейной калибровки.

8.1.4 Анализ с использованием метода калибровки стандартными добавками

Если метод стандартной калибровки не предоставил достаточно точных результатов, например, из-за влияния основных составов, следует применить метод стандартных добавок, при условии, что не произойдут суммируемые погрешности, а оптическая плотность проб воды, выступающих на графике, находится в пределах линейного рабочего диапазона, т.е. что результаты находятся внутри линейного участка кривой поправок. Концентрация добавленной ртути должна соответствовать ожидаемому содержанию ртути в пробе. Для примера выполняют следующие действия (для пробы объемом 50 см^3 и ожидаемой концентрации ртути $0,1\text{ мкг}/\text{дм}^3$):

В каждую из четырех реакционных колб, вместимостью 100 см^3 помещают по 50 см^3 анализируемого раствора.

В три из этих колб добавляют $0,5\text{ см}^3$, $1,0\text{ см}^3$ или $1,5\text{ см}^3$ стандартного раствора ртути II, соответственно. Выбросы на кривой равны, соответственно, $0,1$; $0,2$ и $0,3\text{ мкг}/\text{дм}^3$.

Измеряют концентрацию ртути в содержимом каждой из четырех колб согласно 8.1.2.

Для раствора контрольной пробы выполняют ту же процедуру, что и для анализируемого раствора.

8.1.5 Расчеты

- Расчеты с применением кривой поправок

Рассчитывают концентрацию ртути, используя следующее уравнение:

$$C = \frac{(A - A_0) \times V_m}{b \times V_p}, \quad (1)$$

где C - концентрация ртути в пробе, в мкг/дм³;

A - оптическая плотность или интегрированная плотность пробы воды;

A_0 - оптическая плотность или интегрированная плотность раствора контрольного реагента;

b - угловой коэффициент кривой поправок (мера чувствительности), в дм³/мкг;

V_p - объем пробы, использованный для подготовки анализируемого раствора, в см³;

V_m - объем анализируемого раствора, в см³.

- Расчеты с применением метода стандартных добавок

Подготавливают калибровочную линию, используя найденные оптические плотности пробы воды и серии калибровочных растворов, в т.ч. пробы (вычерчивая выступающие на графике пробы со стандартными растворами, содержащими повышенное количество ртути).

Определяют концентрацию ртути в анализируемом растворе путем экстраполяции калибровочной линии на нулевую оптическую плотность. Подобным же образом определяют концентрацию ртути в растворе контрольного реагента и вычитают это значение из величины, полученной для анализируемого раствора.

Концентрацию ртути можно также рассчитать, используя метод линейной регрессии.

В данных расчетах приходится допускать любые дополнительные процедуры разбавления.

8.1.6 Обработка результатов

Регистрируют результаты, округлив до 0,01 мкг/дм³.

Пример

Ртуть (Hg) 0,04 мкг/дм³;

Ртуть (Hg) 0,20 мкг/дм³.

8.2 Определение ртути после восстановления тетрагидроборатом натрия и обогащения амальгамированием

Метод применим для определения содержания ртути в концентрациях от 0,01 мкг/дм³ до 1 мкг/дм³. Более высокие концентрации могут быть тоже определены, если пробу воды разбавить.

Примечание— Предварительная подготовка пробы гидролизом проводится по пункту 8.1.1.

8.2.1 Подготовка к измерению

Перед началом процедуры измерения устанавливают параметры прибора в соответствии с инструкциями производителя и настраивают площадающую ячейку.

Если гидролизат был подготовлен согласно пункту 8.1.1., непосредственно перед измерением добавляют ко всему раствору гидролизата 5 см³ раствора гидроксиламина солянокислого (или больше, при необходимости).

5 см³ гидроксиламина солянокислого обычно достаточно для сокращения избытка окислителей и растворения осажденного диоксида магния. Если раствор не стал прозрачным через 30 минут, добавляют еще одну порцию гидроксиламина солянокислого.

Если для анализов отбирается аликовтная часть пробы, раствор пробы сначала доводят до определенного объема, например, 200 см³.

В реакционную колбу вначале помещают 0,5 см³ соляной кислоты на 10 см³ анализируемого раствора.

Перемещают анализируемый раствор (гидролизат или аликовтную часть пробы) в реакционную колбу и подсоединяют к анализатору.

К 10 см³ анализируемого раствора добавляют 2,5 см³ раствора тетрагидробората натрия. Если объем анализируемого раствора – 50 см³, добавляют 7,5 см³ раствора тетрагидробората натрия.

В струе инертного газа (впускной клапан 1 на рис.2) адсорбируют ртуть и пропускают ее через адсорбент из благородного металла.

Если содержание никеля или серебра в пробе высокое, в реактивную колбу помещают 25 см³ соляной кислоты (4.5) и 0,5 см³ буферного раствора железа (III) (6.25), прежде чем добавить 25 см³ анализируемого раствора.

При использовании меньших аликовтных частей пробы, их объем доводят до 25 см³ водой.

Выделяют адсорбированную ртуть путем быстрого нагревания адсорбента до 600 °C.

Перемещают ртутные пары в поглотительную ячейку в струе инертного газа (впускной клапан 2 на рис.2), скорость потока которого равна, к примеру, 75 см³/мин, и который не проходит через анализируемый раствор. После чего измеряют пиковую высоту или, предпочтительнее, пиковую площадь.

Измеряют оптическую плотность калибровочных растворов (6.17) и контрольной пробы (6.18) тем же способом, что и пробы воды.

8.2.2 Анализ по методу стандартной калибровки См. 8.1.3.

8.2.3 Анализ по методу калибровки стандартными добавками См. 8.1.4.

8.2.4 Расчеты См. 8.1.5.

8.2.5 Обработка результатов См. 8.1.6.

8.3 Фотометрическое определение ртути с дитизоном

8.3.1 Подготовка минерализованной пробы

Собирают прибор для перегонки. Помещают $(10 - 250)$ см 3 пробы воды, содержащей максимально 2 мг Hg^{2+} , в двугорлую колбу и приливают раствор $NaOH$ 1н. до pH 13-14. После добавления $0,1$ см 3 насыщенного раствора сульфида натрия пробу отгоняют до объема $(2-3)$ см 3 . Через воронку осторожно добавляют 10 см 3 концентрированной серной кислоты, и пока реагирующая смесь не окрасилась в коричневый цвет, через ту же воронку добавляют 5 см 3 концентрированной азотной кислоты. После прекращения бурного выделения окислов азота нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят до тех пор, пока жидкость в колбе не станет светло-желтой. Если выделение окислов азота прекратится до окончания минерализации, необходимо после охлаждения снова добавить 1 см 3 азотной кислоты. Светло-желтый продукт минерализации разбавляют 20 см 3 бидистилята и добавляют при помешивании небольшими дозами кристаллики перманганата калия до тех пор, пока реагирующая смесь не окраситься в фиолетовый цвет. Затем колбу нагревают еще 30 минут с обратным холодильником. Если раствор в процессе нагревания обесцвечивается, необходимо снова добавить перманганат калия. Для устранения излишнего количества перманганата и образовавшейся двуокиси или гидроокиси марганца добавляют после охлаждения содержимого колбы до 60 °С небольшое количество ($0,5$ г) сернокислого гидроксиламина и смесь кипятят еще раз с обратным холодильником 3 мин. Затем светло-желтый или бесцветный продукт минерализации переливают в мерную колбу, емкостью 100 см 3 . Для удаления нитрита добавляют к раствору 1 г мочевины и доводят бидистилятом до метки. Полученная пробы в дальнейшем называется «минерализованная пробы».

8.3.2 Испытание минерализованной пробы

$1-20$ см 3 минерализованной пробы содержащей $0,02$ мг Hg^{2+} , разбавляют в делительной воронке, емкостью 250 см 3 бидистилята до 20 см 3 , добавляют 5 см 3 2 н раствора серной кислоты, 10 см 3 1 моль/дм 3 раствора ацетата натрия, 2 см 3 $0,1$ моль/дм 3 раствора комплексона III и 1 см 3 10 %ного раствора сернокислого гидроксиламина. Затем взвешивают около

5 мин с 20 см 3 рабочего раствора дитизона. После разделения фаз органический слой фильтруют через вату, вложенную воронку, прямо в кювету. Оптическую плотность измеряют при длине волны 490 нм по отношению к чистому хлороформу. Тем же способом, включая и минерализацию с теми же реактивами обрабатывают контрольную пробу, оптическую плотностью которой вычитают из значения ее для пробы.

СТ РК ИСО 16590 – 2007

8.3.3 Расчет

Содержание иона ртути Hg^{2+} (X) в $\text{мг}/\text{дм}^3$ вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V_2 \cdot 20}{V_1 \cdot V_3}, \quad (2)$$

где c – концентрация ртути Hg^{2+} , найденная по калибровочной кривой, в $\text{мг}/\text{дм}^3$;

V_1 – объем взятой минерализованной пробы в см^3 ;

V_2 – емкость мерной колбы с минерализованной пробой в см^3 ;

V_3 – объем пробы, взятой для минерализации, в см^3 .

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен быть оформлен в соответствии с требованием СТ РК ИСО/МЭК 17025.

10 Контроль погрешности

В 1995 году была проведена программа межлабораторных испытаний, основанная на методах, устанавливаемых настоящим стандартом.

Типы проб:

Пробы №№ 1 и 2 питьевая вода

Проба № 3 поверхностная вода

Проба № 4 сточная вода

В качестве соединения ртути использовалась 2-[(этилмеркуро)тио]-бензойная кислота, натриевая соль.

Содержание ртути в пробах воды определялось по методам, установленным в настоящем стандарте, кроме того, по независимым лабораторным методам.

Из ртутной соли был приготовлен основной водный раствор. Соответствующие порции основного раствора добавлялись при постоянном помешивании к заданным объемам проб воды. Помешивание продолжалось в течение четырех часов, что обеспечивало полное смешивание.

Приготовленные таким образом искусственные пробы были разлиты в сосуды с закручивающимися пробками, объемом по 1 дм^3 , для отправки по почте.

Все использованные сосуды были изготовлены из боросиликатного стекла.

Таблица 2 – Сводные результаты по всем методам гидролиза

№ пробы	L	N	NAP, %	Номинальное значение, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/дм ³	VC_R , %	σ_r , мкг/дм ³	VC_r , %	WFR, %
1	21	72	5	0,060	0,070 5	0,0274	38,8	0,0121	17,2	117,5
2	21	72	5	0,088	0,0854	0,0247	28,9	0,0128	15,0	97,0
3	21	72	5	0,283	0,260	0,0491	18,9	0,0230	8,8	91,9
4	21	71	0	0,800	0,756	0,2162	28,6	0,0634	8,4	94,5

где L - общее число участвующих лабораторий
N - количество аналитических величин на уровень
NAP - процент отклонений аналитических величин от повторных испытаний, проводимых всеми лабораториями
 \bar{x} - общее среднее значение
 σ_R - стандартное отклонение воспроизводимости
 VC_R - коэффициент отклонения воспроизводимости (относительно σ_R)
 σ_r - стандартное отклонение повторяемости
 VC_r - коэффициент отклонения повторяемости (относительно σ_r)
WFR – скорость восстановления

Таблица 3 – Результаты, полученные по методу гидролиза, установленному в 7.1.1 (KMnO₄/R₂S₂O₈)

№ пробы	L	N	NAP, %	Номинальное значение, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/дм ³	VC_R , %	σ_r , мкг/дм ³	VC_r , %	WFR, %
1	6	24	0	0,060	0,075	0,0222	29,5	0,0112	14,9	125,0
2	6	23	0	0,088	0,099	0,0341	34,4	0,0176	17,7	112,5
3	6	22	0	0,283	0,305	0,0953	31,2	0,0368	12,1	107,8
4	6	22	0	0,800	0,695	0,2152	31,0	0,0736	10,6	86,9

Определения символов см. таблицу 2.

Таблица 4 – Результаты, полученные по методу гидролиза, установленному в Приложении А (ультразвуковой метод)

№ пробы	L	N	NAP, %	Номинальное значение, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/дм ³	VC_R , %	σ_r , мкг/дм ³	VC_r , %	WFR, %
1	3	10	0	0,060	0,089	0,0351	39,4	-	-	148,3
2	3	10	0	0,088	0,114	0,0430	37,7	-	-	129,5
3	3	10	0	0,283	0,294	0,0339	11,5	-	-	103,9
4	3	10	0	0,800	0,730	0,1721	23,6	-	-	91,3

Определения символов см. таблицу 2.

СТ РК ИСО 16590 – 2007

Таблица 5 – Результаты, полученные по методу гидролиза, установленному в Приложении В (метод автоклава)

№ пробы	L	N	NAP, %	Номинальное значение, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/дм ³	VC_R , %	σ_r , мкг/дм ³	VC_r , %	WFR, %
1	4	11	0	0,060	0,0811	0,0503	73,0	-	-	135,2
2	4	11	0	0,088	0,076	0,0206	27,1	-	-	86,4
3	4	12	0	0,283	0,211	0,0315	24,4	-	-	74,6
4	4	11	0	0,800	0,777	0,3352	43,1	-	-	97,1

Определения символов см. таблицу 2.

Таблица 6 – Результаты, полученные по методу гидролиза, установленному в Приложении С (микроволновой метод)

№ пробы	L	N	NAP, %	Номинальное значение, мкг/дм ³	\bar{x} , мкг/дм ³	σ_R , мкг/дм ³	VC_R , %	σ_r , мкг/дм ³	VC_r , %	WFR, %
1	8	27	0	0,060	0,0655	0,0295	45,0	0,0142	21,7	109,2
2	8	28	0	0,088	0,0810	0,0152	18,8	0,0102	12,6	92,0
3	8	28	0	0,283	0,266	0,0218	8,2	0,0108	4,1	94,0
4	7	24	0	0,800	0,809	0,1796	22,2	0,0638	7,9	101,1

Определения символов см. таблицу 2.

11 Требования техники безопасности

Ртуть и соединения ртути являются очень токсичными. Рекомендуется быть особенно аккуратными при работе с пробами и растворами, которые содержат или могут содержать ртуть.

Бихромат калия токсичен. Принимают меры предосторожности при работе с твердым материалом и его растворами.

Все работы, связанные с приготовлением растворов кислот, их хранением, следует проводить в вытяжном шкафу. Необходимо, строго соблюдать требования техники безопасности при работе на электроприборах, а также правила работы с огнеопасными и легковоспламеняющимися веществами.

**Приложение А
(справочное)**

Ультразвуковой метод гидролиза

A.1 Общие положения

Настоящее приложение описывает дополнительный необязательный метод гидролиза и потому является справочным. При использовании указанного в настоящем приложении метода следует полностью соблюдать все установленные в нем требования.

A.2 Дополнительные приборы и оборудование

A.2.1 ультразвуковая ванна с регулировкой температуры, удельная мощность - не менее 240 Вт/дм³. Размер ванны должен соответствовать размеру и количеству гидролизных сосудов.

A.2.2 гидролизные сосуды из боросиликатного стекла или пластмассы (например, полисульфона), с закручивающимися пробками.

A.3 Гидролиз

В гидролизный сосуд помещают 100 см³ пробы воды.

Осторожно добавляют 1 см³ раствора перманганата калия, 1 см³ азотной кислоты, 1 см³ серной кислоты и 2 см³ раствора пероксодисульфата калия, хорошо встряхивая после каждого добавления.

Плотно закупоривают гидролизный сосуд и на 30 минут помещают в ультразвуковую ванну с температурой 50 °C.

Оставляют раствор остывать до комнатной температуры.

При использовании других объемов проб и, соответственно, других объемов реагентов, следует разбавить гидролизаты до заданного объема.

После приготовления проводят анализ пробы.

Подобным же образом, подготавливают и анализируют контрольную пробу, вместо пробы воды применяя соответствующий объем воды с добавленным стабилизирующим раствором.

Приложение В
(справочное)

Автоклавный метод гидролиза

В.1 Общие положения

Настоящее приложение описывает дополнительный необязательный метод гидролиза и потому является справочным. При использовании указанного в настоящем приложении метода следует полностью соблюдать все установленные в нем требования.

В.2 Дополнительные приборы и оборудование

В.2.1 Гидролизные сосуды, емкостью 100 см³, изготовленные из не цветного боросиликатного стекла, с полипропиленовыми закручивающимися пробками или другими подходящими крышками. Сосуды и крышки должны выдерживать температуру 120 °С и давление 200 кПа.

В.3 Гидролиз

В гидролизный сосуд помещают 40 см³ пробы воды.

Добавляют 10 см³ азотной кислоты.

Плотно закупоривают гидролизный сосуд и помещают в автоклав.

Нагревают в течение 30 минут до 120 °С, соблюдая инструкцию по эксплуатации автоклава.

Охлаждают до комнатной температуры, дают нерастворенным веществам осесть и используют прозрачную жидкость для анализа. После гидролиза, возможно, понадобится фильтрация пробы через 0,45 мкм мембранный фильтр или ее центрифugирование.

При использовании других объемов проб и, соответственно, других объемов реагентов, следует разбавить гидролизаты до заданного объема.

После приготовления проводят анализ пробы.

Подобным же образом, подготавливают и анализируют контрольную пробу, вместо пробы воды применяя соответствующий объем воды с добавленным стабилизирующим раствором.

Приложение С
(справочное)

Микроволновый гидролизный метод

C.1 Общие положения

Настоящее приложение описывает дополнительный необязательный метод гидролиза и потому является справочным. При использовании указанного в настоящем приложении метода следует полностью соблюдать все установленные в нем требования.

C.2 Дополнительные приборы и оборудование

C.2.1 Микроволновая печь, с программируемой мощностью.

Микроволновая печь должна быть устойчивой к коррозии, находиться в вытяжном шкафу, чтобы все выделяемые ядовитые испарения удалялись.

Следует соблюдать инструкцию по эксплуатации.

C.2.2 Пластиковые гидролизные сосуды, емкостью 100 см³, общим объемом примерно 140 см³, изготовленные из политетрафторэтилена (PTFE) или перфторалкоксии (PFA), с выпускным клапаном, выдерживающим давление примерно в 1000 кПа.

C.3 Процедура

В гидролизный сосуд помещают 50 см³ пробы воды.

Добавляют 8 см³ азотной кислоты и 24 см³ соляной кислоты.

Размешивают и оставляют настояться не менее 5 минут.

Сосуд плотно закупоривают и помещают в микроволновую печь.

Нагревают печь, соблюдая инструкцию по эксплуатации.

Достают сосуд из печи и дают остыть до комнатной температуры.

При использовании других объемов проб и, соответственно, других объемов реагентов, следует разбавить гидролизаты до заданного объема.

После приготовления проводят анализ пробы.

Подобным же образом, подготавливают и анализируют контрольную пробу, вместо пробы воды применяя соответствующий объем воды с добавленным стабилизирующим раствором.

Приложение
(справочное)

Библиография

[1] В.Р. Хэтч и В.Л. Отт: Определение субмикрограммными количествами ртути методом атомно-абсорбционной спектроскопии. *Anal. Chem.*, 40, 2085 (1968).

[2] Б. Вельц и М. Шперлинг: *Atomabsorptionsspektrometrie*, 4-е издание, Wiley-VCH, Вайнхайм (1997).

[3] Б. Вельц и М. ШУБЕРТ-ЯКОБС: Определение ртути методом атомно-абсорбционной спектрометрии холодных испарений сокращением содержания тетрагидрокарбоната натрия и сбором на золоте, *Fresenius Z. Anal. Chem.*, 331, 324 (1988).

УДК 613.13/34

МКС 13.060.50

Ключевые слова: качество воды, определение содержания ртути, интерференция, амальгамирование

СТ РК ИСО 16590 – 2007

Для заметок

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»

Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана. Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны

010000, Астана қаласы,
Есіл өзенінің сол жақ жағалауы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» гимараты
Тел.: 8 (7172) 240074