



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران
۷۹۱۹
تجدیدنظر اول
۱۴۰۱

INSO

7919

1st Revision

2023

Modification of
ASTM D859:
2016

کیفیت آب - اندازه گیری مقدار سیلیس -
روش آزمون

Water quality- Determination of silica
content- Test method

ICS: 13.060.50

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standards Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: <http://www.inso.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روز رسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفی محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفی و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کیفیت آب - اندازه‌گیری مقدار سیلیس - روش آزمون»

رئیس:

مافی غلامی، رؤیا
(دکتری مهندسی محیط زیست - مهندسی آب و فاضلاب)

دبیر:

جوادی، مریم
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امانی، مهدی
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

بوشهری، سولماز
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

بریحی نژاد، منا
(کارشناسی شیمی کاربردی)

حیاتی، طیبه
(کارشناسی ارشد شیمی)

ذاکر، مهرداد
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

رئیس، غلامرضا
(کارشناسی ارشد محیط زیست - آب و فاضلاب)

سعادت فرد، سحر
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

سیاحی، سهیل
(دکتری شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران غرب

شرکت فجر انرژی خلیج فارس

پالایشگاه دهم پارس جنوبی

شرکت آب و فاضلاب استان خوزستان (سهامی خاص)

اداره کل استاندارد خوزستان

شرکت کشت و صنعت دعبل خزاعی (سهامی خاص)

شرکت پتروشیمی بوعلی سینا

شرکت آب و فاضلاب استان خوزستان (سهامی خاص)

شرکت اورامان غرب

دانشگاه آزاد ماهشهر

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشگاه ملی اقیانوس شناسی و علوم جوی - کمیته فنی متناظر کیفیت آب (INSO/ISO/TC147)	شیجوی فومنی، ندا (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
اداره کل استاندارد خوزستان	شیرالی، لیلا (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)
شرکت پارس لیان اروند	عباسی اصل، آسیه (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
شرکت آزما زیست کیمیای اروند	عباسی اصل، زینب (دکتری محیط زیست)
شرکت آب و فاضلاب استان خوزستان	عروجی، نغمه (دکتری مهندسی محیط زیست)
شرکت آزمون گستر سبز	غریبی، مریم (کارشناسی ارشد شیمی آلی)
شرکت آب و فاضلاب استان خوزستان	فدعمی، سمیه (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)
پتروشیمی لردگان	کریمی، صفیه (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)
شرکت کشت و صنعت دعبل خزاعی	کیانپور، حسین (کارشناسی صنایع شیمیایی)
شرکت کشت و صنعت دعبل خزاعی	لویمی، لیلا (کارشناسی ارشد محیط زیست)
شرکت آب و فاضلاب استان خراسان رضوی	مرتضی، برغمندی (کارشناسی مهندسی بهداشت محیط)
شرکت آبفای استان خوزستان	مرادی، شهرام (دکتری مهندسی علوم آب - مهندسی منابع آب)
شرکت فجر انرژی خلیج فارس	مسلمی، علی اصغر (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

شرکت آب و فاضلاب استان فارس

مظفری، زهره
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت آب و فاضلاب استان مرکزی

ملک حسینی، مریم
(کارشناسی ارشد شیمی)

اداره کل استاندارد خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت شیمی بافت

نعمتی چلاوی، آزاده
(دکتری شیمی آلی)

شرکت آب و فاضلاب استان اصفهان

یزدانی، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد خوزستان

ویراستار:

مهرمولایی، فاطمه
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ اهمیت و کاربرد
۴	۶ مزاحمت‌ها
۴	۷ دستگاه
۴	۸ مواد و/یا واکنشگرها
۶	۹ نمونه‌برداری
۶	۱۰ کالیبراسیون و استانداردسازی
۷	۱۱ روش اجرای آزمون
۷	۱۲ محاسبات
۸	۱۳ دقت و اریبی
۸	۱۴ کنترل کیفیت (QC)
۱۳	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) صحه‌گذاری پارامترهای عملکردی روش تغییر یافته در مقایسه با روش استاندارد
۱۵	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) تغییرات اعمال شده در این استاندارد در مقایسه با استاندارد منبع

پیش‌گفتار

استاندارد «کیفیت آب- اندازه‌گیری مقدار سیلیس- روش آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۸۳ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌صد و هفتاد و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد آب و آبفا مورخ ۱۴۰۱/۱۲/۱۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۷۹۱۹: سال ۱۳۸۳ می‌شود.

منبع و مآخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D859: 2016, Standard test method for silica in water

کیفیت آب - اندازه‌گیری مقدار سیلیس - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد^۱

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری سیلیس در آب و فاضلاب است. اگر چه توصیه می‌شود آزمونگر مدنظر قرار دهد که عبارات دقت و درستی که در مورد محلول‌های آب واکنشگر بیان می‌شود، ممکن است برای آب‌های با ماتریکس متفاوت کاربرد نداشته باشد.

۲-۱ این استاندارد، یک روش رنگ‌سنجی است که سیلیس واکنش داده شده با مولیبدات را اندازه‌گیری می‌کند. این روش برای بیشتر آب‌ها کاربرد دارد، اما در بعضی آب‌ها به منظور حذف مزاحمت‌های ناشی از کدورت و رنگ، ممکن است صاف کردن و رقیق‌سازی موردنیاز باشد. این روش برای اندازه‌گیری غلظت سیلیس حداقل $20 \mu\text{g/l}$ مناسب است.

۳-۱ این استاندارد، برای تعیین سیلیس واکنش داده‌شده با مولیبدات در آب به روش نورسنجی کاربرد دارد. به دلیل پیچیدگی شیمی سیلیس، گونه سیلیس اندازه‌گیری‌شده به هر روش تجزیه‌ای، به‌صورت سیلیس واکنش داده‌شده با مولیبدات، معرفی می‌شود. گونه‌های سیلیس واکنش داده‌شده با مولیبدات شامل سیلیکات‌های ساده محلول، سیلیس مونومری، سیلیسیک اسید و بخش اندازه‌گیری‌نشده سیلیس پلیمری می‌باشد.

۴-۱ گستره مفید این استاندارد $20 \mu\text{g/l}$ تا $1000 \mu\text{g/l}$ در طول موج بیشتر (815 nm) و 0.1 mg/l تا 5 mg/l در طول موج کمتر (640 nm) است. این استاندارد به‌ویژه برای آب‌های صنعتی تصفیه‌شده کاربرد دارد. این استاندارد می‌تواند برای آب‌های طبیعی و فاضلاب، پس از صاف کردن یا رقیق‌سازی و یا هر دو به کار رود. این استاندارد را تنها در صورتی می‌توان برای آب دریا یا شوراب‌ها به کار برد که از استانداردهای منطبق با بافت آزمون یا روش‌های افزایش استاندارد استفاده شود.

۵-۱ مقادیر بیان‌شده برحسب واحدهای SI به عنوان استاندارد در نظر گرفته می‌شوند. سایر واحدهای اندازه‌گیری مشمول این استاندارد نمی‌شوند.

یادآوری - برای بسیاری از آب‌های طبیعی، اندازه‌گیری سیلیس واکنش داده‌شده با مولیبدات با این استاندارد، یک تخمین تقریبی از سیلیس کل را فراهم می‌کند و در عمل، روش رنگ‌سنجی اغلب جایگزین سایر شیوه‌های وقت‌گیر می‌شود. این امر زمانی قابل قبول است که سیلیس واکنش داده‌شده با مولیبدات، همانطور که اغلب رخ می‌دهد، در گستره غلظت میلی‌گرم در

۱- توضیحات تکمیلی در خصوص دامنه کاربرد این استاندارد، در بند اهمیت و کاربرد (به بند ۵ مراجعه شود) ارائه شده است.

لیتر قرار گرفته باشد، در حالی که سیلیس واکنش داده شده با عناصری غیر از مولیبدات، در صورت وجود، در گستره غلظت میکروگرم در لیتر است.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D 5847, Practice for writing quality control specifications for standard test methods for water analysis

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۷۵: سال ۱۳۹۱، نگارش مشخصات کنترل کیفیت برای روش‌های آزمون آب - آیین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D5847:2012 تدوین شده است.

2-2 ASTM D 3370, Practice for sampling water from flowing process stream

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۴۷: سال ۱۳۶۱، روش نمونه‌برداری آب، با استفاده از استاندارد ASTM D3370:1978 تدوین شده است.

2-3 ASTM E 275, Practice for describing and measuring performance of ultraviolet and visible spectrophotometers

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۰۶۳: سال ۱۳۹۱، توصیف و عملکرد اندازه‌گیری طیف‌سنج‌های نوری مرئی و ماوراء بنفش، با استفاده از استاندارد ASTM E275:2013 تدوین شده است.

2-4 ASTM D 1066, Practice for sampling steam

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۵۲۷: سال ۱۳۹۱، کیفیت آب - نمونه‌برداری بخار، با استفاده از استاندارد ASTM D1066:2011 تدوین شده است.

2-5 ASTM D 1129, Terminology relating to water

2-6 ASTM D 1193, Specification for reagent water

2-7 ASTM D 2777, Practice for determination precision and bias of application test methods of committee D19 on water

2-8 ASTM D 4841, Practice for estimation of holding time for water samples containing organic and inorganic constituents

2-9 ASTM D 5810, Guide for spiking into aqueous samples

2-10 ASTM E 60, Practice for analysis of metals, ores, and related materials by spectrophotometry

2-11 ASTM E 691, Standard practice for conducting an interlaboratory study to determine the precision of a test method

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ASTM D1129 به کار می‌رود.

۴ اصول آزمون

۱-۴ این استاندارد مبتنی بر واکنش سیلیس قابل حل با یون مولیبدات، برای تشکیل یک کمپلکس زرد مایل به سبز است که در اثر احیا شدن با اسید اسکوربیک به یک کمپلکس آبی رنگ تبدیل می‌شود.

۵ اهمیت و کاربرد

۱-۵ سیلیکون بعد از اکسیژن ۲۸٪ پوسته زمین را تشکیل می‌دهد و فراوان‌ترین عنصر است. سیلیکون در اشکال بلورین مانند کوارتز به صورت اکسید است. اما در حالت ترکیب با سایر اکسیدها و فلزات در انواع سیلیکات‌ها به حالت بی‌شکل^۱ یافت می‌شود. سیلیکون فراوان‌ترین عنصر در سنگ‌های آذرین است و عنصر مشخصه تمام سنگ‌های مهم به غیر از کربنات‌ها می‌باشد. سیلیکون ماده اسکلتی در دیاتومه‌ها^۲ است. اما ایفای نقش مهم آن در ساختار فرآیندهای اشکال پیشرفته‌تر زندگی مشخص نشده است.

۲-۵ سیلیس به مقدار کم در آب قابل حل است. وجود بیشترین سیلیس در آب‌های طبیعی، ناشی از تجزیه تدریجی مواد معدنی حاوی سیلیس است. نوع و ترکیب مواد معدنی حاوی سیلیس در تماس با آب و pH آب، عوامل اصلی و کنترل‌کننده حلالیت و شکل سیلیس در محلول حاصل می‌باشند. سیلیس ممکن است به صورت ذرات معلق مانند کلئید یا به حالت محلول باشد. همچنین می‌تواند به حالت مونومر یا پلیمر باشد و بسته به میزان pH، به شکل سیلیسیک اسید یا یون سیلیکات در محلول وجود داشته باشد. مقدار سیلیس در آب‌های طبیعی به طور معمول در گستره ۵ mg/l تا ۲۵ mg/l می‌باشد. اگرچه در برخی مناطق، غلظت‌های بیش از ۱۰۰ mg/l وجود دارد.

۳-۵ غلظت سیلیس یکی از ملاحظات مهم در برخی تاسیسات صنعتی مانند سامانه‌های تولید بخار و آب خنک‌کننده، می‌باشد. تحت شرایط خاص، سیلیس به‌ویژه بر روی پره‌های توربین بخار با فشار بالا، پوسته سیلیکات و سیلیس مزاحم تشکیل می‌دهد. سیلیس در سامانه‌های آب خنک‌کننده، هنگامی که مقدار آن فراتر از حدود حلالیت شود، رسوب می‌کند. در مقابل، سیلیس می‌تواند به‌عنوان یک ماده شیمیایی تصفیه‌کننده در برخی سامانه‌ها برای مثال در کنترل خوردگی اضافه شود. حذف سیلیس، معمولاً از روش‌های تبادل یونی، تقطیر، اسمز معکوس یا از روش ترسیب^۳ معمولاً با ترکیبات منیزیم در فرآیند نرم کردن آهک گرم یا سرد انجام می‌شود.

1- Amorphous
2- Diatoms
3- Precipitation

۶ مزاحمت‌ها

۱-۶ در صورتی که کدورت و رنگ، از طریق صاف کردن یا رقیق سازی حذف نشوند، ایجاد مزاحمت خواهند کرد.

۲-۶ فسفات، تنها ماده مشخصی است که در واکنش رنگ ایجاد مزاحمت می‌کند. مزاحمت فسفات با افزودن اگزالیک اسید رفع می‌شود.

۳-۶ غلظت بالای نمک‌های محلول، مانند نمونه‌های آب دریا و یا شورابه‌ها، می‌تواند بر گسترش رنگ تاثیر بگذارد. این مزاحمت را می‌توان با آماده‌سازی محلول‌های استاندارد در یک بافت مشابه با بافت نمونه‌ها یا با استفاده از افزایش استاندارد جبران کرد.

۴-۶ عوامل اکسنده و کاهنده قوی که ممکن است در برخی فاضلاب‌های صنعتی یافت شوند، می‌توانند در مرحله واکنش کاهش، ایجاد مزاحمت کنند. چنین فاضلاب‌هایی ممکن است حاوی ترکیبات آلی نیز باشند که در تشکیل رنگ ایجاد مزاحمت می‌کنند.

۷ دستگاه

۱-۷ اسپکتروفوتومتر یا نورسنج فیلتری^۱، (استانداردهای نورسنج‌ها و نورسنجی باید با استاندارد ASTM E60 مطابقت داشته باشد. اسپکتروفوتومتر باید با استاندارد ASTM E 275 مطابقت داشته باشد)، برای به دست آوردن بیشینه حساسیت و تجدیدپذیری، یک اسپکتروفوتومتر مناسب برای اندازه‌گیری‌ها در طول موج ۸۱۵ nm مورد نیاز است. اگر حساسیت کم‌تر ترجیح داده می‌شود، اندازه‌گیری‌ها می‌توانند با یک اسپکتروفوتومتر در طول موج ۶۴۰ nm یا یک نورسنج فیلتری در طول موج ۶۴۰ nm تا ۷۰۰ nm انجام شود. اطلاعات دقت و اریبی^۲ در این استاندارد (به بند ۱۳ مراجعه کنید) بر پایه داده‌های به دست آمده در طول موج ۸۱۵ nm می‌باشد. ممکن است از یک اسپکتروفوتومتر با قرائت مستقیم یا نورسنج فیلتری استفاده شود.

۲-۷ سل‌های نمونه، اندازه سل مورد استفاده، به گستره تحت پوشش و دستگاه ویژه مورد استفاده بستگی دارد. برای گستره غلظت بالاتر بهتر است از سل‌هایی با طول مسیر ۱۰ mm استفاده شود. سل‌هایی با طول مسیر بیشتر (۴۰ mm تا ۵۰ mm) برای غلظت‌های کم‌تر از ۰٫۱ mg/l پیشنهاد می‌شوند.

۸ مواد و/یا واکنشگرها

یادآوری - تمام واکنشگرهای مورد استفاده در این استاندارد را در بطری‌های پلی‌اتیلنی یا پلاستیکی مناسب نگهداری کنید.

1- Filter photometer
2- Bias

۸-۱ خلوص واکنشگرها، در طول آزمون به جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص شناخته شده استفاده کنید. درجات دیگر می توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه گیری استفاده شوند.

۸-۲ خلوص آب، به جز در موارد ذکر شده، منظور از آب باید آب واکنشگر درجه یک مطابق با ویژگی های استاندارد ASTM D1193 باشد. علاوه بر این، آب باید به وسیله تقطیر یا کانی زدایی^۱ عاری از سیلیس شود و مطابق با روش آزمون مورد استفاده، اندازه گیری شود. دستگاه های جمع آوری و ظروف ذخیره آب واکنشگر باید از جنس پلی اتیلن یا سایر پلاستیک های مناسب باشد. آب نوع دو، مخصوص استفاده در هنگام انجام آزمون گردشی^۲ در این استاندارد است.

۸-۳ محلول اسکوربیک اسید با غلظت ۹/۶ g/l، مقدار ۹/۶ g از ماده جامد اسکوربیک اسید را در ۱۰۰ ml آب مقطر، حل کرده و به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید. قبل از استفاده محلول ساخته شود.

۸-۴ محلول آمونیوم مولیبدات با غلظت ۷۵ g/l (به یادآوری مراجعه کنید)، ۷/۵ g آمونیوم مولیبدات [(NH₄)₆Mo₇O₂₄.4H₂O] را در ۵۰ ml آب حل کنید و به مدت ۳۰ min هم بزنید. سپس مقدار ۲ g سدیم هیدروکسید جامد را وزن کرده و در ۲۰ ml آب حل نموده و آن را به محلول آمونیوم مولیبدات اضافه نمایید محلول حاصل را به مدت ۳۰ min دیگر هم بزنید. محلول تهیه شده را صاف نموده و در یک بالن پلاستیکی ۱۰۰ ml به حجم برسانید.

یادآوری - تغییرات آمونیوم مولیبدات یک بیج^۳ (دسته) به بیج دیگر بر نتایج اندازه گیری در غلظت های کم (کم تر از ۰/۱ mg/l) تاثیر می گذارد. در محلول های شاهد بالا، منحنی های کالیبراسیون غیر خطی و تجدید پذیری کم با برخی از بیج های این ترکیب مشاهده شده است. هنگام کار در غلظت های کم سیلیس بهتر است یک بیج از آمونیوم مولیبدات مشخص برای تولید محلول های شاهد مناسب کالیبراسیون خطی و تجدید پذیری گذاشته شود.

۸-۵ محلول هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱)، یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl) با وزن مخصوص ۱/۱۹ را با یک حجم آب مخلوط کنید.

۸-۶ محلول اگزالیک اسید با غلظت ۱۰۰ g/l، مقدار ۱۰ g اگزالیک اسید (H₂C₂O₄.2H₂O) را در ۱۰۰ ml آب حل کنید.

۸-۷ محلول استاندارد سیلیس (۱ ml محلول معادل با ۰/۱ mg SiO₂)، مقدار ۰/۴۷۳ g سدیم متاسیلیکات (Na₂SiO₃.9H₂O) را در آب حل کنید و به حجم یک لیتر برسانید. غلظت این محلول را به روش وزن سنجی بررسی کنید. به طور جایگزین، محلول های ذخیره سیلیس تأیید شده مناسب با درجه خلوص معین به صورت تجاری در دسترس هستند که توسط تأمین کنندگان مواد شیمیایی عرضه می شوند و

1- Demineralization
2- Round robin
3- Batch

می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند.

یادآوری - این محلول ممکن است برای حذف ذرات حاوی سیلیس صاف شود. بهتر است در صورت نیاز به صاف کردن، قبل از استفاده، به روش وزنی استاندارد شود. این مرحله نیاز به آزمون‌های اشتراکی جهت تعیین دقت و اریبی نمی‌باشد.

۸-۸ کاغذ صافی، کاغذ صافی مناسب تهیه کنید. معمولاً کاغذهای صافی دارای اندازه منفذ غشاء $0.45 \mu\text{m}$ می‌باشند. موادی مانند کاغذ ریز بافت، اسیدشویی شده، کاغذ بدون خاکستر، یا کاغذ با الیاف شیشه‌ای قابل قبول هستند. کاربر ابتدا باید مشخص کند که کاغذ صافی دارای خلوص کافی برای استفاده است، بدون این که تأثیر منفی روی دقت و اریبی روش آزمون داشته باشد.

۹ نمونه‌برداری

۱-۹ نمونه‌ها را مطابق با استانداردهای ASTM D1066 یا ASTM D3370 به صورتی که قابل اجرا باشد، جمع‌آوری کنید.

۲-۹ برای جمع‌آوری نمونه‌ها از بطری‌های پلاستیکی یا فولادی زنگ نزن با درپوش‌های لاستیکی یا پلاستیکی استفاده کنید.

۳-۹ اگر آب نمونه‌برداری شده دمای بالا داشته باشد، آن را تا دمای کم‌تر از 35°C خنک کنید اما منجمد نکنید.

۴-۹ زمان نگهداری نمونه‌ها می‌تواند مطابق با استاندارد ASTM D 4841 محاسبه شود.

۱۰ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۱۰ مجموعه‌ای از حداقل چهار محلول استاندارد که گستره غلظتی موردنظر را پوشش می‌دهد، با رقیق‌سازی محلول استاندارد سیلیس تهیه کنید. (به زیربند ۸-۷ مراجعه کنید). قسمت‌های 50.0 ml از محلول‌های استاندارد را مطابق با زیربندهای ۱-۱۱ تا ۳-۱۱ آماده کنید. یک محلول شاهد با استفاده از یک قسمت 50.0 ml از آب به روش مشابه آماده کنید.

۱۰-۲ برای محلول‌های در گستره $20 \mu\text{g/l}$ تا $1000 \mu\text{g/l}$ ، دستگاه اسپکتروفتومتر را در طول موج 815 nm تنظیم کنید و جذب هر محلول را در مقابل محلول شاهد واکنشگر قرائت کنید. برای محلول استاندارد در گستره 0.1 mg/l تا 5 mg/l ، دستگاه اسپکتروفتومتر را در طول موج 640 nm تنظیم کنید. (نورسنج فیلتری را در طول موج 640 nm تا 700 nm).

۱۰-۳ اگر دستگاه اسپکتروفتومتر یا نورسنج فیلتری دارای قابلیت خوانش مستقیم غلظت باشد، مقادیر غلظت را به‌طور مستقیم از روی آن قرائت کنید یا یک منحنی کالیبراسیون برای اندازه‌گیری‌ها در طول موج 815 nm و به وسیله ترسیم نمودار جذب در برابر میکروگرم‌های SiO_2 در هر لیتر روی کاغذ گراف خطی تهیه کنید برای اندازه‌گیری‌ها در طول موج 640 nm ، جذب را در برابر میلی گرم‌های SiO_2 در هر لیتر رسم کنید.

۱۱ روش اجرای آزمون

۱۱-۱ به طور کمی 50.0 ml (یا یک قسمتی رقیق شده تا حجم 50 ml) از یک نمونه که از طریق یک صافی غشایی با اندازه منفذ $0.45 \mu\text{m}$ (مطابق با زیربند ۸-۸) صاف شده است، به یک ظرف پلی اتیلنی، یا پلاستیکی مناسب منتقل کنید و در صورت نیاز، برای حذف کدورت بلافاصله 1 ml هیدروکلریک اسید (با نسبت ۱:۱) و 2 ml محلول آمونیوم مولیبدات به آن بیفزایید و خوب مخلوط کنید.

۱۱-۲ دقیقاً پس از 5 min ، 1.5 ml محلول اگزالیک اسید به ظرف اضافه کنید و به خوبی مخلوط کنید.

۱۱-۳ پس از 1 min ، 3.5 ml محلول اسکوربیک اسید (مطابق با زیربند ۸-۳) به ظرف بیفزایید و به خوبی مخلوط کنید و بگذارید برای مدت 20 min ساکن بماند.

۱۱-۴ یک محلول شاهد واکنشگر با استفاده از یک قسمت 50.0 ml آب مطابق با زیربندهای ۱۱-۱ تا ۱۱-۳ تهیه کنید.

۱۱-۵ مقدار جذب نمونه را در طول موج 815 nm (یا در طول موج 640 nm برای غلظت‌های بالاتر)، در برابر محلول شاهد واکنشگر اندازه‌گیری کنید.

۱۲ محاسبات

۱۲-۱ غلظت سیلیس برحسب میلی گرم‌های SiO_2 در هر لیتر را می‌توان به‌طور مستقیم از روی منحنی کالیبراسیون در طول موج 815 nm که در زیربند ۱۰-۳ تهیه شده، قرائت کرد. برای اندازه‌گیری‌های انجام شده در طول موج 640 nm ، غلظت سیلیس برحسب میلی گرم‌های SiO_2 در هر لیتر را می‌توان به‌طور مستقیم از روی منحنی کالیبراسیون که در زیربند ۱۰-۳ تهیه شده قرائت کرد. از یک دستگاه اسپکتروفتومتر یا نورسنج فیلتری با قابلیت قرائت مستقیم غلظت می‌توان استفاده کرد.

۱۳ دقت و اریبی

۱-۱۳ آزمون مشارکتی در این استاندارد با استفاده از آب واکنشگر از طریق شش آزمایشگاه و یک آزمونگر انجام شده است. هر آزمونگر در هر مرحله، شش اندازه‌گیری از کل ۷۲ اندازه‌گیری را انجام می‌دهد.

۲-۱۳ دقت، داده‌های دقت کلی همه آزمونگرها و دقت تکی آزمونگرها در این استاندارد برای اندازه‌گیری در طول موج ۸۱۵ nm بر روی آب واکنشگر در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱- داده‌های دقت بین‌آزمایشگاهی کلی (S_T) و تک آزمونگر (S_o) برای سیلیس

S_o , $\mu\text{g/l}$	S_T , $\mu\text{g/l}$	غلظت میانگین (X) $\mu\text{g/l}$
۰٫۸	۳٫۴	۳۸٫۶
۱٫۰	۵٫۸	۱۱۲٫۲
۱٫۷	۱۰٫۰	۳۸۱٫۸
۵٫۹	۳۰٫۰	۹۴۱٫۸

۳-۱۳ اریبی، بازیابی‌های مقادیر غلظت معین سیلیس در آب واکنشگر در جدول ۲ نشان داده شده است.

جدول ۲- بازیابی در آب واکنشگر

مقدار افزوده شده $\mu\text{g SiO}_2/\text{l}$	مقدار به‌دست آمده $\mu\text{g SiO}_2/\text{l}$	اریبی، %	داده‌های آماری معنی‌دار با سطح اطمینان ۹۵%
۹۵۱	۹۴۱٫۸	-۱٫۰	وجود ندارد
۳۸۱	۳۸۱٫۸	+۰٫۲	وجود ندارد
۱۱۵	۱۱۲٫۲	-۲٫۴	وجود ندارد
۳۹	۳۸٫۶	-۱٫۰	وجود ندارد

۴-۱۳ دقت و اریبی این استاندارد با استاندارد ASTM D2777-77 که در مکان و زمان انجام آزمون مشارکتی اعمال می‌شود، مطابقت دارد. داده‌های اریبی و دقت این آزمون تحت گستره مجاز ارائه شده در زیربند 1.4 استاندارد ASTM D2777-13، الزامات موجود برای مطالعات بین‌آزمایشگاهی را برآورده می‌کند.

۱۴ کنترل کیفیت (QC)^۱

۱-۱۴ به‌منظور اطمینان از اعتبار و درستی مقادیر تجزیه‌ای به‌دست‌آمده با استفاده از این استاندارد به همراه

1 - Quality Control

حدود اطمینان این آزمون، باید از روش های کنترل کیفی در هنگام آزمون استفاده شود.

۱۴-۲ کالیبراسیون و تصدیق آن

۱۴-۲-۱ هنگام شروع این آزمون، بهتر است از یک استاندارد تصدیق کالیبراسیون (CVS)^۱ اولیه استفاده شود تا محلول های استاندارد کالیبراسیون و عملکرد قابل قبول دستگاه مورد استفاده را تصدیق کنند. این تصدیق بهتر است روزانه بر روی هر آزمون انجام شود. CVS، محلولی از آزمون با غلظتی معین (در گستره غلظت میانه کالیبراسیون) است که به منظور تقویت آب واکنشگر استفاده می شود. اگر غلظت های CVS اندازه گیری شده در محدوده $\pm 15\%$ مقدار معین قرار نداشته باشد، آزمونگر بهتر است CVS را مجدداً مورد آزمون قرار دهد. اگر مقدار اندازه گیری شده، همچنان خارج از حدود قابل قبول قرار داشت، یک منحنی کالیبراسیون جدید مورد نیاز است که باید قبل از ادامه آزمون های جاری از طریق یک CVS موفق تأیید شود.

۱۴-۲-۲ برای تصدیق منحنی های کالیبراسیون ایجاد شده قبلی، بهتر است یک CVS با هر بچ (دسته) نمونه (بر اساس تعریف آزمایشگاه یا ۲۰ نمونه) اجرا شود. اگر غلظت های تعیین شده آزمون خارج از حدود قابل قبول ($\pm 15\%$) باشد، آزمون خارج از کنترل تشخیص داده می شود و بهتر است منبع مشکل قبل از ادامه آزمون های جاری شناسایی شود.

۱۴-۲-۳ آزمون کالیبراسیون پیوسته محلول شاهد (CCB)^۲ تصدیق کالیبراسیون پیوسته (CCV)^۳ با (تکرار) تناوب 10% توصیه می شود. بهتر است نتایج در محدوده دقت مورد انتظار روش یا $\pm 15\%$ غلظت معین باشند.

۱۴-۳ نمایش اولیه ظرفیت آزمایشگاهی^۴

۱۴-۳-۱ آزمایشگاهی که از این آزمون استفاده می کند، بهتر است نمایش اولیه دقت آزمایشگاهی را انجام دهد. یک محلول نمایش اولیه عملکرد (IDP)^۵ را با هفت مرتبه تکرار آزمون کنید. یک محلول IDP، آزمون های روش با غلظت معین است که از یک منبع متفاوت با محلول استاندارد کالیبراسیون، تهیه شده و برای تقویت آب واکنشگر استفاده می شود. به طور ایده آل، بهتر است محلول IDP با استفاده از یک منبع مستقل از مواد مرجع تهیه شود. محلول اسپایک سطح ۲، مورد استفاده برای مطالعه دقت و اریبی، یک محلول IDP مناسب است.

بهتر است میانگین و انحراف معیار هفت مقدار را مطابق با استاندارد ASTM D5847 با دقت و بازیابی تک آزمونگر ایجاد شده برای این استاندارد محاسبه و مقایسه کرد. حد بالای قابل قبول برای دقت و گستره قابل قبول برای بازیابی با جزئیات در جدول ۳ مشخص شده است:

-
- 1 - Calibration Verification Standard
 - 2 - Continuing Calibration Blank
 - 3 - Continuing Calibration Verification
 - 4 - Initial Demonstration of Laboratory Capability
 - 5 - Initial Demonstration of Performance

جدول ۳- حد بالای قابل قبول برای دقت و گستره قابل قبول برای بازیابی

دقت قابل قبول برای محلول IDP n = ۷ μg/l	روش S _o μg/l	مقدار محلول IDP μg/l	آزمونه
≤ ۱,۷	۱,۰	۱۱۵	سیلیس
حد بالای قابل قبول برای بازیابی در محلول IDP μg/l	حد پایین قابل قبول برای بازیابی در محلول IDP μg/l	میانگین بازیابی روش μg/l	آزمونه
۱۲۷,۴	۹۷,۰	۱۱۲,۲	سیلیس

۱۴-۴ نمونه کنترل آزمایشگاهی

۱۴-۴-۱ بهتر است یک نمونه کنترل آزمایشگاهی (LCS)^۱ آماده شود و با هر بیج (دسته) نمونه تعریف شده آزمایشگاهی آزمون شود. LCS، محلولی از آزمون‌های روش با غلظت معین اضافه شده به بافتی است که به اندازه کافی در آزمون شرکت می‌کند. استفاده از یک منبع دوم برای LCS در صورت امکان و عملی بودن، پیشنهاد می‌شود اما الزام نیست. یک محیط آبی سنتز شده مربوط به مصرف کننده (به عنوان مثال، آب آشامیدنی یا فاضلاب) که به آزمون روش در سطح محلول IDP اضافه می‌شود، مثالی از یک LCS مناسب خواهد بود.

بازیابی‌های آزمون برای LCS بهتر است در حدود کنترل $x \pm 3S$ قرار گیرند که در آن، x مقدار محلول IDP و (S)، انحراف معیار میانگین بازیابی ایجاد شده از داده‌های دقت و اریبی در مطالعه بین آزمایشگاهی در سطوح IDP، به صورت نشان داده شده در جدول ۴ می‌باشد:

جدول ۴- حدود بازیابی نمونه کنترل آزمایشگاهی (LCS)

حد بالای بازیابی μg/l	حد پایین بازیابی μg/l	مقدار LCS μg/l	آزمونه
۱۱۸	۱۱۲	۱۱۵	سیلیس

۱۴-۵ روش استفاده از محلول شاهد

۱۴-۵-۱ بهتر است یک محلول شاهد واکنشگر هنگام ترسیم منحنی‌های کالیبراسیون اولیه اجرا شود. همچنین بهتر است یک محلول شاهد با هر بیچ (دسته) نمونه تعریف شده آزمایشگاهی اجرا شود تا آلودگی سیستم یا نمونه بررسی شود.

۱۴-۶ محلول اسپایک ماتریکس

۱۴-۶-۱ بهتر است یک محلول اسپایک ماتریکس (MS)^۱ با هر بیچ (دسته) نمونه تعریف شده آزمایشگاهی اجرا شود تا بازیابی روش، آزمون شود. برای آماده سازی محلول اسپایک ماتریکس (MS) مطابق به استاندارد ASTM D5810 مراجعه شود. محلول اسپایک را با استفاده از بخشی از یک نمونه آبی (یا نمونه دیگر) از هر بیچ (دسته) با آزمون‌های روش در سطح غلظت محلول IDP تهیه کنید. درصد بازیابی محلول اسپایک بهتر است مطابق با استاندارد ASTM D5847 به صورت نشان داده شده در جدول ۵ در محدوده ایجاد شده از داده‌های دقت واریابی در مطالعه بین‌آزمایشگاهی (با فرض صفر بودن مقدار مربوط به پس زمینه) قرار گیرد.

جدول ۵- درصد بازیابی محلول اسپایک

حد بالای بازیابی %	حد پایین بازیابی %	مقدار MS µg/l	آزمونه
۱۱۲٫۷	۸۲٫۵	۱۱۵	سیلیس

۱۴-۷ تکرار مشابه

۱۴-۷-۱ بهتر است به منظور تعیین دقت روش یک ماتریکس با تکرار مشابه (MD)^۲ با هر بیچ (دسته) نمونه تعریف شده آزمایشگاهی اجرا شود. اگر تمام نمونه‌های مورد آزمون، نتیجه مورد انتظار را نشان ندهند، بهتر است اسپایک ماتریکس با تکرار مشابه جایگزین شود. بهتر است دقت آزمون تکرار مشابه، مطابق با استاندارد ASTM D5847، با نزدیکترین مقادیر So ارائه شده در جدول که از داده‌های دقت واریابی در مطالعه بین‌آزمایشگاهی برای هر آزمون ایجاد شده مقایسه شود.

۱۴-۸ مواد مرجع مستقل

1 - Matrix Spike
2 - Matrix Duplicate

۱-۸-۱۴ به منظور تصدیق مقادیر کمی به دست آمده از آزمون، بهتر است یک ماده مرجع مستقل (IRM)^۱ به عنوان یک نمونه معین به آزمایشگاه ارسال شود (در صورت قابل اجرا بودن)، و هر سه ماه یکبار آزمون شود. بهتر است غلظت IRM در محدوده تعریف شده در زیر بند ۱-۴، هدف و دامنه کاربرد این استاندارد باشد. مقادیر به دست آمده باید در محدوده مشخص شده از طریق منبع خارجی قرار گیرند.

1 - Independent Reference Material

پیوست الف
(آگاهی‌دهنده)

صحه گذاری پارامترهای عملکردی روش تغییر یافته در مقایسه با روش استاندارد

پارامترهای عملکردی که جهت صحه‌گذاری دو روش در کالیبره در گستره بالا و پایین در شرایط محیطی دمای $(4 \pm 22)^\circ\text{C}$ و رطوبت کمتر از ۷۰٪ مورد بررسی قرار گرفته است، عبارتند از: درصد آریبی، درصد بازیابی، حساسیت، خطی بودن، عدم قطعیت اندازه‌گیری، شرکت در آزمون‌های کفایت تخصصی، مقایسات درون آزمایشگاهی، مقایسات برون آزمایشگاهی، محاسبه حد تشخیص و حد کمی شدن و تصدیق نتایج، مقایسه با یک مقدار مشخص و همچنین مقایسه دو مجموعه از داده‌های مستقل، مقایسات جفتی، استواری، صحت و گرایش، تکرارپذیری و تجدیدپذیری درون آزمایشگاهی و برون آزمایشگاهی با نمونه استانداردهای مرجع و نمونه واقعی و امکان‌سنجی انجام آزمون روش تغییر یافته با در نظر گرفتن کلیه عوامل تاثیرگذار از قبیل دما، رطوبت، نوع اسید مصرفی، مدت زمان انجام واکنش، غلظت هر یک از مواد شیمیایی مصرفی.

جدول الف-۱- داده‌های حد تشخیص و حد کمی در گستره بالا

حد کمی در کالیبره در گستره بالا mg/l	حد تشخیص در کالیبره در گستره بالا mg/l
۰٫۱۱۸	۰٫۰۲۹۵

جدول الف-۲- داده‌های حد تشخیص و حد کمی در گستره پایین

حد کمی در کالیبره در گستره پایین mg/l	حد تشخیص در کالیبره در گستره پایین mg/l
۰٫۰۰۷	۰٫۰۰۱۷۶

کلیه مواد مرجع که جهت برخی مقایسات، استفاده شده CRM بوده و آزمایشگاه دارای گواهی ISO 17025 جهت انجام این آزمون می باشد.

جهت محاسبه دقت و آریبی در صحه‌گذاری این روش از استاندارد ASTM E691 و استاندارد ASTM D2777-77 استفاده شده است. آزمون مشارکتی در این استاندارد با استفاده از آب واکنشگر از طریق شش آزمایشگاه و یک آزمونگر انجام شده است. هر آزمونگر در هر مرحله، سه اندازه‌گیری را انجام داده است.

داده‌های بین آزمایشگاهی کلی (S_T) و تک آزمونگر (S_0) در این استاندارد برای اندازه‌گیری در طول موج ۸۱۵ nm بر روی آب واکنشگر در جدول الف-۳، نشان داده شده است.

جدول الف-۳- داده‌های دقت بین آزمایشگاهی کلی (ST) و تک آزمونگر (So) برای سیلیس در روش تغییر یافته

$S_o, \mu\text{g/l}$	$S_T, \mu\text{g/l}$	غلظت میانگین (X) $\mu\text{g/l}$
۰٫۹	۱٫۷	۵۵٫۳۳
۱٫۴	۳٫۸	۱۰۰٫۹۴۴
۲٫۴	۴٫۵	۴۹۹٫۷۲۲
۶٫۳	۱۰٫۱۵	۱۰۰۰٫۳۲

اریبی، بازیابی‌های مقادیر غلظت معین سیلیس در آب واکنشگر در جدول الف-۴، نشان داده شده است.

جدول الف-۴- بازیابی در آب واکنشگر

داده‌های آماری معنی‌دار با سطح اطمینان ۹۵ %	اریبی %	مقدار به دست آمده $\mu\text{g SiO}_2/\text{l}$	مقدار افزوده شده $\mu\text{g SiO}_2/\text{l}$
وجود ندارد	+۰٫۶	۵۵٫۳۳	۵۵
وجود ندارد	+۰٫۹۴۴	۱۰۰٫۹۴۴	۱۰۰
وجود ندارد	-۰٫۰۵۵	۴۹۹٫۷۲۲	۵۰۰
وجود ندارد	+۰٫۳۲	۱۰۰۰٫۳۲	۱۰۰۰

پیوست ب

(آگاهی‌دهنده)

تغییرات اعمال شده در این استاندارد در مقایسه با استاندارد منبع

ب-۱ بخش‌های حذف و جایگزین شده

- پاراگراف ۱-۶ منبع حذف شده است.
- زیربند ۴-۱: ماده «اسکوربیک اسید» جایگزین ماده «۱- آمینو-۲- نفتول-۴- سولفونیک اسید» شده است.
- زیربند ۸-۳: عبارت «محلول اسکوربیک اسید با غلظت ۹/۶ g/l، مقدار ۹/۶ g از ماده جامد اسکوربیک اسید را در ۱۰۰ ml آب مقطر، حل کرده و به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید. ، محلول تازه تهیه شود.» جایگزین عنوان و متن زیربند مذکور در منبع استاندارد شده است.
- زیربند ۱۱-۳: عبارت «پس از یک دقیقه، ۳/۵ ml محلول اسکوربیک اسید (مطابق با زیربند ۸-۳) به ظرف بیفزایید و به خوبی مخلوط کنید و بگذارید برای مدت ۲۰ min ساکن بماند.» جایگزین متن زیربند مذکور در منبع استاندارد شده است.
- پیوست منبع به دلیل کاربردی نبودن حذف شده است.

ب-۲ بخش‌های اضافه شده

- زیربند ۲-۱۱ به مراجع الزامی اضافه شده است.
- زیربند ۸-۴: با توجه به افزودن ۲ g سدیم هیدروکسید به منظور اجتناب از ایجاد رسوب، متن زیر به ادامه متن زیربند مذکور اضافه شده است.
- «و به مدت ۳۰ min هم بزنید. سپس ۲ g سدیم هیدروکسید جامد را وزن کرده و در ۲۰ ml آب حل نموده و آن را به محلول آمونیوم مولیبدات اضافه نمایید. محلول حاصل را به مدت ۳۰ min دیگر هم بزنید. محلول تهیه شده را صاف نموده و در یک بالن پلاستیکی ۱۰۰ ml به حجم برسانید.»
- پیوست الف در مورد صحه‌گذاری پارامترهای عملکردی روش آزمون اضافه شده است.