



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۳۵۳

تجدید نظر اول

خرداد ۱۳۹۲

INSO

2353

1st.Revision

Jun.2013

کیفیت آب- اندازه گیری یون سولفات در
آب

Water quality- Determination of sulfate
ion in water

ICS: 13.060.50

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادهای سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود 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 می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (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 Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« کیفیت آب - اندازه گیری یون سولفات در آب »
(تجدید نظر اول)

رئیس:

سمیعی، سپیده
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

استادیار دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امانی، زینب
(لیسانس شیمی)

مدیرفنی شرکت پارس لیان

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

حقیقی زاده، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

خوشنام، فرزانه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

خیراندیش، ندا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

دادفرزاد، آریتا
(لیسانس شیمی کاربردی)

رئیس آزمایشگاه مرکزی آبفای اهواز

مدیر کیفی شرکت فنی مهندسی بهین
آزمون ارونند

دهقان زاده، مرجان
(لیسانس فیزیک)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آبفای اهواز

محمدنیا، حسین
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس

منجم زاده، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(لیسانس شیمی)

کارشناس

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

مسئول فنی شرکت کوثر آب

وطن پور، نسترن
(لیسانس شیمی)

پیش گفتار

استاندارد " کیفیت آب- اندازه گیری یون سولفات در آب " نخستین بار در سال ۱۳۶۱ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهاد های رسیده و بررسی توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف و تایید کمیسیون های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در نهمصد و هفتاد و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۱/۷/۲۷ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه، ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۵۳: سال ۱۳۶۱ است.

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

ASTM D 516: 2011, Standard Test Method for Sulfate Ion in Water

کیفیت آب- اندازه گیری یون سولفات در آب

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 کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه گیری سولفات در آب در گستره ۵ mg/l تا ۴۰ mg/l یون سولفات (SO_4^{2-}) است. این استاندارد برای آب های آشامیدنی، سطحی و زیر زمینی کاربرد دارد. مسئولیت اطمینان از اعتبار روش برای بافت های آزمون نشده به عهده کاربر است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی ها و روش های آزمون

2-2 ASTM D 1066, Practice for Sampling Steam

2-3 ASTM D 1129, Terminology Relating to Water

2-4 ASTM D 2777, Practice for Determination of Precision and Bias of Applicable Methods of Committee D19 on Water

2-5 ASTM D 3370, Practices for Sampling Water from Closed Conduits¹

2-6 ASTM D 5810, Guide for Spiking into Aqueous Samples

2-7 ASTM D 5847, Practice for Writing Quality Control Specifications for Standard Test Methods for Water Analysis

2-8 ASTM E 60, Practice for Analysis of Metals, Ores, and Related Materials by Molecular Absorption Spectrometry

2-9 ASTM E 275, Practice for Describing and Measuring Performance of Ultraviolet, Visible, and Near-Infrared Spectrophotometers

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۴۷ جهت بهره برداری موجود است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ASTM D 1129 به کار می‌رود.

۴ اصول آزمون

یون سولفات در شرایط کنترل شده‌ای به باریم سولفات معلق تبدیل می‌شود. محلولی حاوی گلیسرین و سدیم کلرید برای پایدار کردن مواد معلق و به حداقل رساندن مزاحمت‌ها اضافه می‌شود. کدورت حاصل به وسیله یک کدرسنج^۱، اسپکترومتر و یا رنگ سنج فتوالکتریک تعیین و با منحنی رسم شده به کمک محلول‌های استاندارد سولفات مقایسه می‌شود.

۵ مزاحمت‌ها

مواد معلق نامحلول موجود در نمونه باید حذف شود. رنگ‌های تیره‌ای که در این روش قابل تصحیح نباشد در اندازه‌گیری باریم سولفات معلق ($BaSO_4$) ایجاد مزاحمت می‌کنند.

پلی فسفات‌ها به مقدار کم 1 mg/l از رسوب گذاری باریم سولفات جلوگیری کرده و باعث مزاحمت منفی می‌شوند. فسفونات‌ها در غلظت‌های کم وجود داشته و بسته به نوع فسفونات ایجاد مزاحمت منفی می‌کنند. سیلیس در مقادیر بیشتر از 500 mg/l ممکن است با باریم سولفات رسوب کرده و ایجاد مزاحمت مثبت کند. کلرید در مقادیر بیشتر از 5000 mg/l ایجاد مزاحمت منفی می‌کند. ممکن است آلومینیوم، پلیمرها و مقادیر زیاد مواد آلی موجود در نمونه باعث رسوب باریم سولفات به طور غیر یکنواخت شود. در حضور مواد آلی برخی باکتری‌ها ممکن است سولفات را به سولفید کاهش دهند. برای به حداقل رساندن فعالیت باکتری کاهنده سولفات توصیه می‌شود هنگامی که به حضور این باکتری‌ها مشکوک هستید، نمونه‌ها در دمای 4°C در یخچال نگهداری شوند.

اگرچه به نظر می‌رسد سایر یون‌ها که معمولاً در آب یافت می‌شوند مزاحمت ایجاد نمی‌کنند ولی تشکیل باریم سولفات معلق بسیار بحرانی است. در برخی موارد اندازه‌گیری‌هایی را که مشکوک باشند می‌توان به وسیله روش وزنی یا دستور کار پیشنهادی در یادآوری بند ۱۰-۲ کنترل کرد.

۶ وسایل

۱-۶ فتومتر، یکی از وسایل داده شده در زیر به ترتیب ارجحیت:

۱-۱-۶ کدرسنج

۲-۱-۶ اسپکترومتر، برای استفاده در طول موج 420 nm با مسیر نور 4 cm تا 5 cm

۳-۱-۶ فتومتر صافی دار، با صافی بنفش دارای طول موج حداکثر نزدیک به ۴۲۰ nm با مسیر نور ۴ cm تا ۵ cm

۲-۶ زمان سنج، در صورتی که هم‌زن مغناطیسی مجهز به یک زمان سنج صحیح نباشد.

۳-۶ قاشق اندازه‌گیری، با ظرفیت ml ۰٫۲ تا ml ۰٫۳

۴-۶ فتومترهای صافی دار و روش کارهای فتومتری باید مطابق استاندارد ASTM E 60 و روش کارهای اسپکتروفتومتری باید مطابق استاندارد ASTM E 275 باشند.

۷ مواد و/یا واکنشگرها

در طول آزمون به‌جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرها با درجه خلوص مشخص استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش صحت اندازه‌گیری استفاده شوند.

۱-۷ آب، باید فقط از آب درجه ۱ یا ۲ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۲-۷ باریم کلرید، بلورهای باریم کلرید ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$) الک شده با مش ۲۰ تا ۳۰. برای آماده سازی در آزمایشگاه، بلورها را روی یک شیشه ساعت بزرگ پخش کرده و به مدت ۲۴ ساعت در دسیکاتور قرار دهید. هر بلوری که دارای مش ۲۰ تا ۳۰ نباشد با الک جدا کرده و در یک ظرف خشک و تمیز نگهداری کنید.

۳-۷ واکنشگر تثبیت سازی، ۳۰ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl، با وزن مخصوص ۱٫۱۹)، ۳۰۰ ml آب، ۱۰۰ ml اتانول ۹۵٪ یا ایزوپروپانول و ۷۵ g سدیم کلرید (NaCl) را در یک ظرف قرار دهید. ۵۰ ml گلیسیرول افزوده و مخلوط کنید.

۴-۷ محلول استاندارد سولفات، (هر ۱ ml معادل ۰٫۱۰۰ mg سولفات)، مقدار ۰٫۱۴۷۹ g سدیم سولفات بدون آب را در آب حل کرده و با آب در یک بالن حجم سنجی تا حجم ۱ l رقیق کنید. محلول ذخیره خریداری شده با خلوص کافی نیز قابل قبول است.

۸ نمونه برداری

۱-۸ نمونه را بر حسب تناسب کاربرد مطابق با استانداردهای ASTM D 1066 و ASTM D 3370، جمع آوری کنید.

۹ کالیبراسیون

طبق دستور کار مندرج در بند ۱۰ با استفاده از مقادیر مناسب محلول سولفات استاندارد مطابق بند ۴-۷، منحنی کالیبراسیون را از رسم غلظت سولفات بر حسب میلی گرم در لیتر در مقابل مقادیر قرایت شده معادل از فتومتر رسم کنید. محلول‌های استاندارد را با رقیق کردن مقادیر ml ۰٫۱، ml ۰٫۵، ml ۱٫۰،

۱۵۰ ml ، ۲۰۰ ml ، ۳۰۰ ml و ۴۰۰ ml محلول استاندارد سولفات در بالن‌های حجم سنجی ۱۰۰ ml تهیه کنید. غلظت یون سولفات در این محلول‌ها به ترتیب برابر ۰/۰ mg/l ، ۵/۰ mg/l ، ۱۰/۰ mg/l ، ۱۵/۰ mg/l ، ۲۰/۰ mg/l و ۳۰/۰ mg/l است.

یادآوری - منحنی کالیبراسیون مجزا باید برای هر فتومتر تهیه شود و در صورتی که نیاز به تغییر در سل، لامپ یا صافی یا هرگونه تغییراتی در دستگاه یا واکنشگر باشد، باید منحنی کالیبراسیون جدید تهیه شود. منحنی را در هر سری از آزمون باید با دو محلول یا بیشتر از محلول سولفات با غلظت معلوم بررسی کرد.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ در صورتی که نمونه کدر است آن را به وسیله یک غشا $0.45 \mu m$ صاف کرده و درجه حرارت محلول را بین $15^{\circ}C$ تا $30^{\circ}C$ تنظیم کنید.

۲-۱۰ مقدار ۱۰۰ ml یا کمتر از محلول شفاف نمونه حاوی ۰/۵ mg و ۴ mg یون سولفات را با استفاده از پی‌پت درون بشر ۲۵۰ ml منتقل کنید. در صورت لزوم حجم محلول را با آب تا ۱۰۰ ml رقیق کرده و ۵/۰ واکنشگر تثبیت کننده اضافه کنید (یادآوری را ببینید).

یادآوری - حلالیت سولفات باریم به اندازه‌ای است که اندازه‌گیری غلظت‌های سولفات پائین‌تر از ۵ mg/l، ممکن است به سختی انجام شود. برای رفع این مشکل نمونه را می‌توان تغلیظ یا ۵ ml از محلول استاندارد سولفات ($0.100 \text{ mg SO}_4^{2-}$) قبل از رقیق سازی تا ۱۰۰ ml، به آن اضافه کرد که با این عمل ۰/۵ mg یون سولفات به نمونه افزوده شده که در انتها باید از نتیجه نهایی کم شود.

۳-۱۰ نمونه را با استفاده از دستگاه هم‌زن مخلوط کنید.

۴-۱۰ در حالی که محلول هم‌زده می‌شود یک قاشق پر از بلورهای باریم کلرید اندازه‌گیری شده (۰/۳ g) افزوده و فوراً زمان را در نظر بگیرید.

۵-۱۰ نمونه را با سرعت ثابت برای مدت دقیقاً ۱/۰ دقیقه به هم‌زنید.

یادآوری - توصیه می‌شود سرعت به هم‌زدن در کلیه اندازه‌گیری‌ها ثابت باشد و برای این منظور هم‌زن مغناطیسی مناسب است.

۶-۱۰ بلافاصله بعد از پایان مدت هم‌زدن، نمونه را درون سل ریخته و در فواصل زمانی ۳۰ ثانیه به مدت ۴ دقیقه کدورت را اندازه‌گیری کنید. حداکثر قرایت حاصل را در مدت ۴ دقیقه یادداشت کنید.

۷-۱۰ در صورتی که نمونه حاوی رنگ یا کدورت باشد، یک نمونه شاهد را با استفاده از بندهای ۱۰-۲ تا ۱۰-۶ بدون افزودن باریم کلرید آزمون کنید.

۸-۱۰ در صورتی که نمونه مشکوک به وجود مواد مزاحم باشد، آن را با یک حجم معادل آب رقیق کرده و غلظت یون سولفات را در محلول رقیق شده دوباره اندازه گیری کنید و چنانچه این مقدار برابر نصف مقدار تعیین شده در نمونه رقیق نشده است می توان فرض کرد مواد مزاحم در نمونه وجود ندارند.

یادآوری - در صورتی که بعد از رقیق سازی هنوز مزاحمت های اندازه گیری شده وجود داشته باشند، توصیه می شود روش های جایگزینی استفاده شود. تعیین روش جایگزین مناسب به عهده کاربر است.

۱۱ محاسبات

مقدار جذب قرایت شده از فتومتر برای نمونه را با استفاده از منحنی کالیبراسیون (بند ۹) به مقدار یون سولفات بر حسب میلی گرم بر لیتر تبدیل کنید.

جدول ۱- انحراف استانداردهای کل و آزمون گر منفرد در مقابل غلظت متوسط برای بازیابی بین آزمایشگاهی سولفات از آب خالص^a

انحراف استاندارد mg/l		میانگین غلظت (\bar{X}) mg/l
S_o	S_T	
۰٫۱	۰٫۵	۶٫۶
۰٫۴	۱٫۰	۲۰٫۴
۱٫۳	۲٫۵	۶۳٫۷

^a روش آزمون تا غلظت ۴۰ mg/l خطی است. آزمون در سطح ۶۳٫۶ با رقیق سازی به صورت شرح داده شده در بند ۱۰-۲ انجام شده است.

۱۲ دقت و انحراف

داده های دقت و انحراف ارائه شده در این روش مطابق الزامات استاندارد ASTM D 2777 است. دقت آزمون گر منفرد و دقت کل روش در محدوده ارائه شده با مقدار مورد آزمون بر اساس جدول ۱ برای آب خالص و جدول ۲ برای آب های آشامیدنی، زیر زمینی و سطحی متفاوت است. هفت آزمایشگاه در آزمون مشارکتی در سه سطح با سه تکرار و در کل ۲۱ مشاهده آزمون در هر سطح برای آب خالص^۱ و برای آب بافت^۲ (آب آشامیدنی، زیر زمینی و سطحی) مشارکت داشته اند. بازیابی مقادیر معلوم سولفات حاصل از آب خالص و آب های آشامیدنی، زیر زمینی و سطحی در جدول ۳ ارائه شده است.

1-Regent water
2-Matrix water

جدول ۲- انحراف استانداردهای کل و آزمون گر منفرد درمقابل غلظت متوسط برای بازیابی بین آزمایشگاهی سولفات از آب آشامیدنی، زیرزمینی، سطحی^a

انحراف استاندارد mg/l		میانگین غلظت (\bar{X}) mg/l
S _O	S _T	
۰٫۵	۰٫۷	۶٫۹
۱٫۸	۲٫۲	۲۰٫۲
۱٫۶	۴٫۵	۶۳٫۳

^a روش آزمون تا غلظت ۴۰ mg/l خطی است. آزمون در سطح ۶۳٫۶ با رقیق سازی به صورت شرح داده شده در بند ۱۰-۲ انجام شده است.

تخمین انحراف روش در محدوده غلظت کاربردی در جدول ۴ ارایه شده است. داده‌های آزمون مشارکتی از آب خالص و آب طبیعی به دست آمده است. برای بافت‌های دیگر این داده‌ها ممکن است کاربرد نداشته باشد.

۱۳ کنترل کیفیت

۱۳-۱ اطلاعات کنترل کیفیت زیر برای اندازه‌گیری یون سولفات در آب توصیه شده است. ۱۳-۱-۱ توصیه می‌شود دستگاه با استفاده از چهار استاندارد کالیبراسیون و یک شاهد کالیبراسیون کالیبره شود. ضریب تصحیح کالیبراسیون باید برابر یا بزرگ‌تر از ۰٫۹۹۰ باشد. همچنین برای شاهد کالیبراسیون اولیه توصیه می‌شود یک شاهد کالیبراسیون در انتهای هر مجموعه آزمون برای اطمینان از این‌که آلودگی در طی تجزیه مشکلی ندارد، آزمون کنید.

جدول ۳- اندازه‌گیری انحراف^a

معنی دار بودن آماری در سطح اطمینان ۵٪	انحراف ±	انحراف ±	مقدار به دست آمده mg/l	مقدار اضافه شده mg/l	نمونه
ندارد	-۱٫۹	-۰٫۴	۲۰٫۴	۲۰٫۸	آب خالص
ندارد	-۰٫۲	-۰٫۲	۶۳٫۷	۶۳٫۹	
ندارد	-۵٫۳	-۰٫۴	۶٫۶	۷٫۰	
ندارد	-۲٫۷	-۰٫۶	۲۰٫۲	۲۰٫۸	آب سطحی، آشامیدنی و
ندارد	-۰٫۶۹	-۰٫۶	۶۳٫۳	۶۳٫۹	
ندارد	-۱٫۸	-۰٫۱	۶٫۹	۷٫۰	زیرزمینی

^a روش آزمون تا غلظت ۴۰ mg/l خطی است. آزمون در سطح ۶۳٫۶ با رقیق سازی به صورت شرح داده شده در بند ۱۰-۲ انجام شده است.

۱۳-۱-۲ توصیه می‌شود یک استاندارد بررسی دستگاه در حداقل تکرار ۱۰٪ در طی تجزیه مجموعه مورد آزمون قرار گیرد. مقدار استاندارد بررسی دستگاهی بهتر است بین ۸۰٪ و ۱۲۰٪ مقدار واقعی باشد.

۱۳-۱-۳ توصیه می‌شود دو شاهد روش را با اطمینان از این که حجم کافی شاهد روش برای حداقل هفت تجزیه تکراری موجود باشد، تهیه کنید. انحراف استاندارد شاهد روش برای اندازه‌گیری حداقل غلظت قابل تشخیص هر مجموعه نمونه و کنترلی استفاده می‌شود.

۱۳-۱-۴ توصیه می‌شود یک نمونه کنترل آزمایشگاهی برای هر مجموعه نمونه در حداقل تکرار ۱۰٪ مورد آزمون قرار گیرد.

۱۳-۱-۵ در صورتی که کنترل کیفیت برای مجموعه نمونه در محدوده کنترل مشخص شده نباشد، نمونه‌ها را دوباره تجزیه کرده و/ یا نتایج را با علایم مناسبی توصیف کنید.

جدول ۴- میانگین بازیابی سولفات درمقابل غلظت اضافه شده با انحراف استاندارد کل نشان داده شده برای بازیابی بین آزمایشگاهی سولفات از آب خالص و آب‌های آشامیدنی، زیرزمینی و سطحی^a

میانگین بازیابی سولفات (\bar{X}) mg/l		سولفات اضافه شده mg/l
آب بافت (S ₀)	آب خالص (S _T)	
۶۹ (۰٫۷)	۶۶ (۰٫۵)	۷۰
۲۰٫۲ (۲٫۲)	۲۰٫۴ (۱٫۰)	۲۰٫۸
۶۳٫۳ (۴٫۵)	۶۳٫۷ (۲٫۵)	۶۳٫۹

^a روش آزمون تا غلظت ۴۰ mg/l خطی است. آزمون در سطح ۶۳٫۶ با رقیق سازی به صورت شرح داده شده در بند ۱۰-۲ انجام شده است.