



# TÜRK STANDARDI

TURKISH STANDARD

## TS EN ISO 3696

(Eski no: TS ISO 3696)  
Nisan 1996

ICS 71.040.30

---

### SU - ANALİTİK LABORATUVARINDA KULLANILAN - ÖZELLİKLER VE DENEY METOTLARI

Water for analytical laboratory use - Specification and test  
methods

**TS ISO 3696:1996 standardının numarası 16 Aralık 1997 tarihli Teknik Kurul toplantısında EN ISO 3696:1995 esas alınarak TS EN ISO 3696 olarak değiştirilmiştir.**

---

**TÜRK STANDARDLARI ENSTİTÜSÜ**  
**Necatibey Caddesi No.112 Bakanlıklar/ANKARA**

- Bugünkü teknik ve uygulamaya dayanılarak hazırlanmış olan bu standardın, zamanla ortaya çıkacak gelişme ve değişikliklere uydurulması mümkün olduğundan ilgililerin yayınları izlemelerini ve standardın uygulanmasında karşılaştıkları aksaklıkları Enstitümüze iletmelerini rica ederiz.
- Bu standardı oluşturan Hazırlık Grubu üyesi değerli uzmanların emeklerini; tasarılar üzerinde görüşlerini bildirmek suretiyle yardımcı olan bilim, kamu ve özel sektör kuruluşları ile kişilerin değerli katkılarını şükranla anarız.



### **Kalite Sistem Belgesi**

İmalat ve hizmet sektörlerinde faaliyet gösteren kuruluşların sistemlerini TSE-ISO 9000 Kalite Standardlarına uygun olarak kurmaları durumunda TSE tarafından verilen belgedir.



### **Türk Standardlarına Uygunluk Markası (TSE Markası)**

TSE Markası, üzerine veya ambalajına konulduğu malların veya hizmetin ilgili Türk Standardına uygun olduğunu ve mamulle veya hizmetle ilgili bir problem ortaya çıktığında Türk Standardları Enstitüsü'nün garantisi altında olduğunu ifade eder.



### **Kalite Uygunluk Markası (TSEK Markası)**

TSEK Markası, üzerine veya ambalajına konulduğu malların veya hizmetin henüz Türk Standardı olmadığından ilgili milletlerarası veya diğer ülkelerin standardlarına veya Enstitü tarafından kabul edilen teknik özelliklere uygun olduğunu ve mamulle veya hizmetle ilgili bir problem ortaya çıktığında Türk Standardları Enstitüsü'nün garantisi altında olduğunu ifade eder.

## **DİKKAT!**

TS işareti ve yanında yer alan sayı tek başına iken (TS 4600 gibi), mamulün Türk Standardına uygun üretildiğine dair üreticinin beyanını ifade eder. **Türk Standardları Enstitüsü tarafından herhangi bir garanti söz konusu değildir.**

***Standardlar ve standardizasyon konusunda daha geniş bilgi Enstitümüzden sağlanabilir.***

**TÜRK STANDARDLARININ YAYIN HAKLARI SAKLIDIR.**

## SU - ANALİTİK LABORATUVARINDA KULLANILAN - ÖZELLİKLER VE DENEY METOTLARI

### 0.1 - KAPSAM VE UYGULAMA ALANI

Bu standard, inorganik kimyasal maddelerin analizi için laboratuvarda kullanılan üç sınıf suyun özelliklerini ve bunlara karşılık gelen deney metotlarını kapsar.

Bu standard, organik eser analizinde, yüzey aktif maddelerin analizinde, biyolojik veya tıbbi maddelerin analizinde kullanılan suya uygulanmaz.

**NOT** - Bazı amaçlar bakımından (örneğin belirli analitik metotlar için veya suyun steril veya projensiz olması veya önceden belirtilen yüzey gerilimine sahip olmasının gerekli olduğu deneyler için) ilave özel deneyler ve daha yüksek bir saflaştırma veya başka arıtım gerekli olabilir.

### 2 - GÖRÜNÜŞ

Su, bakılarak kontrol edildiğinde, berrak, renksiz bir sıvı olmalıdır.

### 3 - SINIFLANDIRMA

Bu standard, aşağıda belirtilen üç sınıf suyu kapsar:

Sınıf 1 - Esas itibarıyla, çözünmüş veya koloidal iyon ve organik kirleticiler buldurmeyen, yüksek performanslı sıvı kromatografide kullanılanları da kapsayan çok sıkı analitik ihtiyaçlar için uygundur. Sınıf 2 suyun daha fazla arıtılması ile üretilmelidir (Örneğin ters osmozla veya tane halindeki maddeleri uzaklaştırmak için gözenek açıklığı 0,2 µm olan bir membran filtreden süzülme veya bir erimiş silika cihazından yeniden damıtmayı takiben iyon gidermeyle).

Sınıf 2 - İnorganik, organik veya koloidal kirleticileri çok az ve atomik absorpsiyon spektrometri (AAS) ve eser miktarlardaki bileşenlerin tayinini de ihtiva eden hassas analitik amaçlar için uygundur. Çoklu damıtmayla veya iyon gidermeyle veya damıtmayı takiben ters osmozla üretilmelidir.

Sınıf 3 - Yaş kimyasal laboratuvar deneylerinin bir çoğuna ve reaktif çözeltilerin hazırlanmasına uygundur. Tek damıtmayla iyon gidermeyle veya ters osmoz gibi yollarla üretilmelidir. Aksi belirtilmedikçe, genel analitik çalışmalarda kullanılmalıdır.

**NOT** - Başlangıçtaki besleme suyunun içilebilir ve makul saflıkta olduğu kabul edilir. Besleme suyunun herhangi bir bakımdan çok kirli olması halinde, ön arıtma gerekli olabilir.

### 4 - ÖZELLİKLER

Su Çizelge 1'deki özelliklere uygun olmalıdır. Uygunluk deneyleri, Madde 7'de belirtilen metotlarla yapılmalıdır.

#### ÇİZELGE 1 - Özellikler

Özellik	Değer			
	Sınıf 1	Sınıf 2	Sınıf 3	Deney Metodu
pH değeri, 25°C'da	Aranmaz, (Bakınız NOT 1)	Aranmaz (Bakınız NOT 2)	5,0 - 7,5	Madde 7.1
Elektrik iletkenliği, mS/m, 25°C'da, en çok	0,01 (Bakınız NOT 2)	0,1 (Bakınız NOT 2)	0,5	Madde 7.2
Yükseltgenebilir Madde, Oksijen (O) muhtevası, mg/L, en çok	Aranmaz (Bakınız NOT 3)	0,08	0,4	Madde 7.3
Absorbans, 254 nm dalga boyunda ve 1 cm optik ışık yolunda, absorbans birimi, en çok	0,001	0,01	Belirtilmemiş	Madde 7.4
Buharlaşma Kalıntısı, 110°C'da, mg/kg, en çok	Aranmaz (Bakınız NOT 3)	1	2	Madde 7.5
Silika, SiO <sub>2</sub> olarak, mg/L, en çok	0,01	0,02	Belirtilmemiş	Madde 7.6

#### NOTLAR

1 - Yüksek saflıktaki suyun pH değerinin ölçümündeki güçlükler ve elde edilen değerlerin kuşkuolu olması sebebiyle Sınıf 1 ve Sınıf 2 suların pH değerleri için sınırlar belirtilmemiştir.

- 2 - Sınıf 1 ve Sınıf 2 sularda verilen iletkenlik değerleri yeni hazırlanmış sular için geçerlidir. Depolanma sırasında, çözünmüş halde atmosferik karbon dioksit ve cam kaplardan gelebilecek alkali gibi iletkenlikte değişikliklere sebep olabilecek kirlenmeler olabilir.
- 3 - Sınıf 1 sularda yükseltgenbilir madde ve buharlaşma kalıntısı için bir değer, bu saflık seviyesindeki suyun denenmesindeki zorluklar sebebiyle belirtilmemiştir. Bununla beraber Sınıf 1 suyun kalitesi, diğer özelliklerle ve onun hazırlanma metodu ile teminat altına alınmaktadır.

## 5 - NUMUNE ALMA

Bu standarda göre kontrol edilmek üzere partiden 2 litreden az olmayan ve suyu temsil eden bir numune, alınır.

**NOT** - Bu numune, Sınıf 1 ve Sınıf 2 suda iletkenlik ölçümlerinde kullanılmaz (Bakınız 7.2.2.1)

Bu numune, temiz, hava sızdırmaz, sadece su numuneleri için kullanılan, numune ile tamamen doldurulabilecek kapasitede uygun bir kaba konur. Numunenin herhangi bir şekilde kirlenmesi riskinden kaçınmak için gerekli özen gösterilmelidir.

Borosilikat camdan yapılan yaşlandırılmış kaplar (örneğin hidroklorik asit konsantrasyonu  $c(\text{HCl}) \cong 1$  mol/L olan çözeltide en az 2 saat ve daha sonra iki defa 1'er saat damıtık suda kaynatılmış kaplar) kullanılabilir. Ancak böyle durumlarda, bu kaplarda depolamadan dolayı, bilhassa yükseltgenbilir madde ve absorbanlar yönünden numunenin etkilenmemesinin sağlanması mecburiyeti vardır.

## 6 - DEPOLAMA

Depolama sırasında suyun kirlenmesi, esas itibarıyla cam veya plastik kaplardan çözünebilir maddelerin çözünmesinden veya atmosferik karbon dioksit ve laboratuvar atmosferindeki mevcut diğer safsızlıkların absorpsiyonundan ileri gelebilir. Bu sebeple, Sınıf 1 ve Sınıf 2 suyun depolanması tavsiye edilmez, gerektiğinde hemen kullanılmak üzere taze hazırlanır.

Bununla birlikte, Sınıf 2 su uygun miktarlarda hazırlanmış olmalı ve aynı sınıf su ile önceden iyice çalkalanmış uygun inert, temiz, hava sızdırmaz ve tam dolu kaplar içerisinde depolanmalıdır.

Sınıf 3 suyun depolanmasında küçük bir problem vardır, fakat kaplar ve depolama şartları Sınıf 2 suların depolanmasında kullanılanlarla aynı özellikte olmalıdır.

Özel kalitedeki suyun depolanması için, kendine has belirlenmiş depolama kaplarının kullanılması tavsiye edilir.

## 7 - DENEY METOTLARI

Bu bölümde belirtilen tayinler toz bulundurmeyen, saf atmosferde yapılmalı, numune ve deney numunelerinin kirlenmesini önlemek için uygun tedbirler alınmış olmalıdır.

### 7.1 - pH Ölçümü

#### 7.1.1 - Cihazlar

Genel laboratuvar malzemeleri ve **pH metre**, cam ölçme elektrodu ve Ag/AgCl referans elektrodu ihtiva eden.

#### 7.1.2 - İşlem

pH metre (7.1.1), üreticinin talimatlarına uygun olarak, pH değeri 4,0 - 8,0 aralığında olan tampon çözeltiler kullanılarak kalibre edilir.

Laboratuvar numunesinin bir kısmı uygun bir kap içerisine aktarılır ve suyun sıcaklığı  $25 \pm 1^\circ\text{C}$ 'a ayarlanır. Elektrotlar yerleştirilir ve pH tayin edilir.

### 7.2 - İletkenlik Ölçümü

#### 7.2.1 - Cihazlar

Genel laboratuvar malzemeleri ve ,

**7.2.1.1 - Erlen**, granül soda-lime ihtiva eden bir muhafaza borusu bulunduran.

**7.2.1.2 - İletkenlik Ölçme Cihazı, sirkülasyonlu hücresi olan**, Sınıf 1 ve Sınıf 2 suların iletkenliğinin ölçülmesi için otomatik sıcaklık dengeleyici ile birlikte iletkenlik hücresine sahip olan.

**NOT** - Cihaz, ısı değiştiricili ve sıcaklık dengeleyicili değilse, deney şartlarında suyun sıcaklığını  $25\pm 1^\circ\text{C}$ 'a ayarlamaya uygun bir sistem cihaza ilave edilebilmelidir.

**7.2.1.3 - İletkenlik Ölçme Cihazı**, Sınıf 3 suyun iletkenliğinin ölçülmesi için.

## 7.2.2 - İşlem

### 7.2.2.1 - Sınıf 1 ve Sınıf 2 Suyun iletkenliğinin Ölçülmesi İçin

Suyun sıcaklığını  $25\pm 1^\circ\text{C}$ 'a ayarlayabilen sıcaklık dengeleyicili bir iletkenlik ölçme cihazı (7.2.1.2) kullanılarak iletkenlik ölçülür.

### 7.2.2.2 - Sınıf 3 Suyun İletkenliğinin Ölçülmesi İçin

Numunenin 400 mL'si erlene (7.2.1.1) aktarılır, muhafaza borusu yerleştirilir ve suyun sıcaklığı  $25\pm 1^\circ\text{C}$ 'a ayarlanır. Üreticinin çalıştırma talimatlarına uygun olarak, iletkenlik ölçme cihazı (7.2.1.3) yardımıyla iletkenlik ölçülür.

## 7.3 - Yükseltgenebilir Madde Sınır Deneyi

**NOT** - Sınır değerleri, her bir litre su için oksijenin (O) miligramı olarak ifade edilen, Sınıf 2 ve Sınıf 3 sular için sırasıyla 0,08 ve 0,4 yükseltgenebilir maddeye eşdeğerdir.

### 7.3.1 - Reaktifler

Aşağıdaki reaktif çözeltileri hazırlamak için Sınıf 2 su kullanılır.

**7.3.1.1 - Sülfürük Asit Çözeltisi**, yaklaşık 1 mol/L'lik.

**7.3.1.2 - Potasyum Permanganat Çözeltisi**, ayarlı,  $c(1/5 \text{KMnO}_4)=0,01$  mol/L

## 7.3.2 - İşlem

### 7.3.2.1 - Deney Numunesi

Sınıf 2 sudan 1000 mL veya Sınıf 3 sudan 200 mL alınır.

### 7.3.2.2 - Deney

Deney numunesine (7.3.2.1) 10 mL sülfürük asit çözeltisi (7.3.1.1) ve 1,0 mL ayarlı potasyum permanganat çözeltisi (7.3.1.2) ilave edilir, kaynayınca kadar ısıtılır ve 5 dakika süreyle kaynatılır. Deney karışımının renginin tamamen kaybolmadığı kontrol edilir.

## 7.4 - Absorbans Ölçümü

### 7.4.1 - Cihazlar

Genel laboratuvar malzemeleri ve

**7.4.1.1 - Spektrometre, dalga boyu ayarlanabilen veya**

**7.4.1.2 - Spektrometre, belirli dalga boylarına ayarlanabilen**, 254 nm dalga boyu civarında maksimum geçirgenlik sağlayabilen filtreler ile donatılmış.

**7.4.1.3 - Optik Hücreler**, aynı silika malzemeden yapılmış, ışık yolu 1 cm ve 2 cm olan.

**NOT** - Yeterli hassasiyete sahip uygun bir spektrometrenin bulunamaması durumunda, daha uzun ışık yoluna sahip optik hücreler kullanılarak hassasiyet artırılabilir.

## 7.4.2 - İşlem

2 cm'lik optik hücreye bir miktar numune doldurulur. Bu optik hücrenin absorbansı, 1 cm'lik optik hücrede aynı suya karşı sıfır absorbans ayarı yapıldıktan sonra, yaklaşık 254 nm dalga boyunda spektrometre (7.4.1.1) ile veya uygun filtre takılmış spektrometre (7.4.1.2) ile ölçülür.

## 7.5 - Buharlaşma Kalıntısının Tayini (110°C'da)

### 7.5.1 - Cihazlar

Genel laboratuvar malzemeleri ve

**7.5.1.1 - Döner Buharlaştırıcı**, yaklaşık 250 mL'lik bir balonu bulunan.

**7.5.1.2 - Buhar Banyosu**

**7.5.1.3 - Kapsül**, 100 mL'lik, platin, silika veya borosilikat camdan.

**7.5.1.4 - Etüv**, sıcaklığı 110±2°C'da tutulabilen

### 7.5.2 - İşlem

#### 7.5.2.1 - Deney Numunesi

Kapaklı bir ölçülü silindire 1000 mL laboratuvar numunesi konur.

#### 7.5.2.2 - Tayin

Temiz ve kuru döner buharlaştırıcıya (7.5.1.1) 100 mL deney numunesi aktarılır ve buhar banyosunda (7.5.1.2) düşük basınç altında damıtılır. Suyun damıtılması işlemi devam ederken, buharlaştırıcıya azar azar deney numunesi ilave edilerek, buharlaştırıcıda yaklaşık 50 mL deney numunesi kalıncaya kadar damıtma işlemine devam edilir.

Kalıntı, sıcaklığı 110±2°C'da tutulabilen bir etüvde (7.5.1.4) önceden 2 saat süreyle ısıtılmış bir kapsüle (7.5.1.3) kantitatif olarak aktarılır, desikatörde soğutulur ve 0,0001 g yaklaşımla tartılır. Aktarma işlemini gerçekleştirmek için yaklaşık 5 mL'lik iki numune kısmı kullanılır.

Buhar banyosu kullanılarak kalıntı kuruluğa kadar buharlaştırılır. Buhar banyosundan alınan kapsül ve kalıntı, sıcaklığı 110±2°C'da tutulabilen etüve yerleştirilerek yaklaşık 2 saat süreyle bekletilir. Bu süre sonunda kapsül etüvden alınarak, ortam sıcaklığına kadar soğuması için bir desikatörde tutulur ve 0,0001 g yaklaşımla tartılır. Isıtma, soğutma ve tartma işlemlerine ardışık iki tartım arasındaki fark 0,0002 g'ı geçmeyinceye kadar devam edilir.

### 7.5.3 - Sonuçların Gösterilmesi

Buharlaşma ve 110°C'daki ısıtma kalıntısı, mg/kg cinsinden, sabit tartıma gelinceye kadar kurutulmuş kalıntının miligram olarak kütlelerinin sayısal değerine eşittir.

## 7.6 - Reaktif Silika Sınır Deneyi

**NOT** - Bu sınırlar, Sınıf 1 ve Sınıf 2 su için beher litrede sırasıyla 0,01 miligram SiO<sub>2</sub> ve 0,02 miligram SiO<sub>2</sub> olarak ifade edilen silika muhtevalarına eşdeğerdir.

### 7.6.1 - Reaktifler

#### 7.6.1.1 - Silika, Standard Çözelti I (konsantre)

Önceden 110°C'da kurutulmuş ince öğütülmüş 1 g saf silika kumu (SiO<sub>2</sub> muhtevası %99,9'dan fazla), platin kapsülde (7.5.1.3) 0,0001 g yaklaşımla tartılır. Üzerine 4,5 g sodyum karbonat (susuz Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) ilave edilir ve kuru, düz uçlu cam bagele iyice karıştırılır. Karışım kapsülün merkezine dikkatlice yerleştirilir ve yaklaşık 30 mm çapında bir alanı kaplayacak şekilde düzleştirilir. Karışımın üzeri 0,5 g sodyum karbonatla kaplanır, daha sonra cam bagele yapışan tanecikler, kapsüle dikkatlice fırçalanır.

Kapsül platin kapakla kapatılır ve sıcaklığı 300°C - 400°C arasında kontrol edilen kül fırınına (7.6.2.3) yerleştirilir. Karışım, yaklaşık 10 dakikada gerekli sıcaklığa tedricen ulaşıncaya ve ergime tamamlanıncaya kadar ısıtılır. Kapsül fırından çıkarılır ve tanecikleri birleştirmek için hafifçe döndürülür. Soğumaya bırakılır, kapağın alt tarafına yapışan tanecikler sıcak suyla kapsülün içine yıkanır, daha sonra ergimiş kütle sıcak

suda çözülür. Soğutulur, çözelti 1000 mL'lik bir ölçülü balona kantitatif olarak aktarılır, işaretine kadar suyla seyreltilir ve karıştırılır.

Çözelti, muhafaza etmek için plastik şişeye aktarılır. Bu standard çözeltinin 1 mililitresi 1 mg SiO<sub>2</sub> ihtiva eder.

#### 7.6.1.2 - Silika, Standard Çözelti II (seyreltik)

Silika standard çözeltisi I (7.6.1.1)'den 5,0 mL'lik bir kısım, 1000 mL'lik bir ölçülü balona aktarılır, işaretine kadar seyreltilir ve karıştırılır.

Bu standard çözeltinin 1 mililitresi 0,005 mg SiO<sub>2</sub> ihtiva eder. Bu çözelti kullanılacağı zaman hazırlanır.

#### 7.6.1.3 - Amonyum Molibdat Çözeltisi, 50 g/L'lik

Toz halindeki 5 g amonyum molibdat, 80 mL su ve 20 mL sülfürik asit çözeltisi (7.6.1.5) karışımında ısıtmaksızın çözülür. Plastik şişede muhafaza edilir.

**7.6.1.4 - 4-Metilaminofenol Sülfat (metol) İndikatör Çözeltisi** 0,2 g metol ve 20 g dipotasyum disülfid (potasyum metabisülfid), 100 mL suda ısıtmaksızın çözülür. Plastik şişede muhafaza edilir.

4 hafta sonra veya erken bozunma belirtileri gösterirse bu çözelti atılır.

**7.6.1.5 - Sülfürik Asit Çözeltisi, c(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) yaklaşık 2,5 mol/l'lik.** Yoğunluğu  $\rho = 1,84$  g/mL olan 135 mL sülfürik asit çözeltisi, 1000 mL çözelti elde etmek üzere yeterli miktarda suya karıştırarak dikkatlice ilave edilir. Plastik şişede muhafaza edilir.

**7.6.1.6 - Okzalik Asit Çözeltisi, 50 g/L'lik**

#### 7.6.2 - Cihazlar

Genel laboratuvar malzemeleri ve

**7.6.2.1 - Kapsül,** platin, yaklaşık 250 mL kapasiteli.

**7.6.2.2 - Nessler Silindirleri,** 50 mL kapasiteli

**7.6.2.3 - Kül Fırını,** sıcaklığı 300°C - 400°C arasında kontrol edilebilen

**7.6.2.4 - Su Banyosu,** yaklaşık 60°C'da kontrol edilebilen.

#### 7.6.3 - İşlem

##### 7.6.3.1 - Deney Numunesi

520 mL Sınıf 1 su veya 270 mL Sınıf 2 su alınır.

##### 7.6.3.2 - Deney

Deney numunesi (7.6.3.1), kapsül (7.6.2.1) içerisine azar azar ilave edilerek son hacmi 20 mL kalıncaya kadar buharlaştırılır. Üzerine 1 mL amonyum molibdat çözeltisi (7.6.1.3) ilave edilir. Tam 5 dakika sonra 1 mL okzalik asit çözeltisi ilave edilir ve iyice karıştırılır. 1 dakika sonra 1 mL metol çözeltisi (7.6.1.4) ilave edilir ve sıcaklığı yaklaşık 60°C'da tutulan su banyosunda (7.6.2.4) 10 dakika ısıtılır. Çözelti Nessler silindirlerinden (7.6.2.2) birine aktarılır.

Deney numunesinin (7.6.3.1) buharlaştırılmasıyla oluşan 20 mL çözeltinin yerine, 1,0 mL standard silika çözeltisi (7.6.1.2) ve 19,0 mL numunenin karıştırılmasıyla elde edilen çözelti kullanılarak ve aynı işlemler tekrarlanarak bir standard renk çözeltisi hazırlanır. Çözelti diğer Nessler silindirine aktarılır.

Nessler silindirleri yukarıdan aşağıya doğru düşey olarak incelenir. Deney çözeltisiyle elde edilen mavi rengin şiddetinin, standard renk çözeltisiyle elde edilen renk şiddetinden fazla olmadığı kontrol edilir.

#### 8 - DENEY RAPORU

Her bir deney raporu aşağıdaki bilgileri ihtiva etmelidir.

- Numunenin tanıtılması;
- Kullanılan metodun belirtilmesi;
- Sonuçlar ve kullanılan gösterim metodu;

- d) Tayin esnasında not edilen beklenmeyen durumlar;
- e) Bu standardda belirtilmeyen veya isteğe bağlı olarak yapılan herhangi bir işlem.



**ÖN SÖZ**

- Bu standard ISO tarafından kabul edilen ISO 3696:1987(E) standardı esas alınarak TSE Kimya Hazırlık Grubun'ca hazırlanmış ve TSE Teknik Kurulu'nun 1 Nisan 1996 tarihli toplantısında Türk Standardı olarak kabul edilerek yayımına karar verilmiştir.