РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИДАЗОНА В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ СУШИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Ростов-на-Дону
1995

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Гидрохимический институт (ГУ ГХИ)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Ю.Я. Винников, канд. хим. наук (руководитель разработки); Г.И. Ганин, канд. хим. наук;
Е.В. Федорова, ведущий инженер

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 17.04.95 г.

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 11.04.95 г., протокол № 2.

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1995 г. № 126

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН в 1995 г. № 472

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ГУ ГХИ, 1995

Введение

Гербицид хлоридазон (пиразон, пирамин, феназон) широко применяется в агрохимической практике для борьбы с сорными растениями, что обуславливает поступление этого гербицида в водные объекты с ливневым стоком с сельхозугодий и через атмосферу.

Из-за значительных объемов применения хлоридазон включен в приоритетный перечень пестицидов, подлежащих контролю в поверхностных водах.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) хлоридазона для водных объектов рыбохозяйственного, а также хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения - 0,01 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИДАЗОНА В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ СУШИ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения 01.07.95 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает газохроматографическую методику выполнения измерений массовой концентрации хлоридазона в пробах поверхностных вод суши в диапазоне 10-300 мкг/дм^3. При анализе проб воды с массовой концентрацией хлоридазона, превышающей верхний предел указанного выше соответствующего диапазона, необходимо разбавление экстракта, подлежащего хроматографированию.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

Нормы погрешности выполнения измерений хлоридазона в ГОСТ 27384 не установлены.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и её составляющих приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Значения характеристик погрешности и её составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций хлоридазона, С, мкг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм^3		Характеристика погрешности, мкг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\overset{\cdot}{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
10,0 - 300,0	0,07 ·С	0,06 ·С	0,14 ·С

При выполнении измерений массовой концентрации хлоридазона свыше 300 мкг/дм^3 погрешность измерения не превышает значений, рассчитанных по приведенной в таблице 1 зависимости.

3 Метод измерения

Определение основано на извлечении хлоридазона из предварительно очищенной н-гексаном пробы воды экстрагированием хлороформом и количественном его определении методом газожидкостной хроматографии с азотселективным (термоионным или термоаэрозольным) детектором.

Идентификацию хлоридазона осуществляют по времени его удерживания. Количественный расчёт содержания хлоридазона проводят по высотам его хроматографического пика на хроматограммах стандартного раствора и экстракта пробы воды.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Хроматограф газовый типа Цвет-550 или другого типа, снабжённый термоионным
или термоаэрозольным детектором - 1

4.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104 или другого типа, равноценные по точности - 1

4.1.3 Весы технические лабораторные 4 класса точности с пределом взвешивания 200 г - 1

4.1.4 Микрошприц МШ-10М, ТУ 2-833-106 - 1

4.1.5 Муфельная печь с регулируемым нагревом любого типа - 1

4.1.6 Шкаф сушильный с регулируемым нагревом любого типа - 1

4.1.7 Микрокомпрессор аквариумный любого типа - 1

4.1.8 Насос вакуумный ВН-494 или аналогичного типа - 1

4.1.9 Центрифуга с ротором-крестовиной и скоростью вращения 3000-4000 об/мин типа ЦЛС-3 - 1

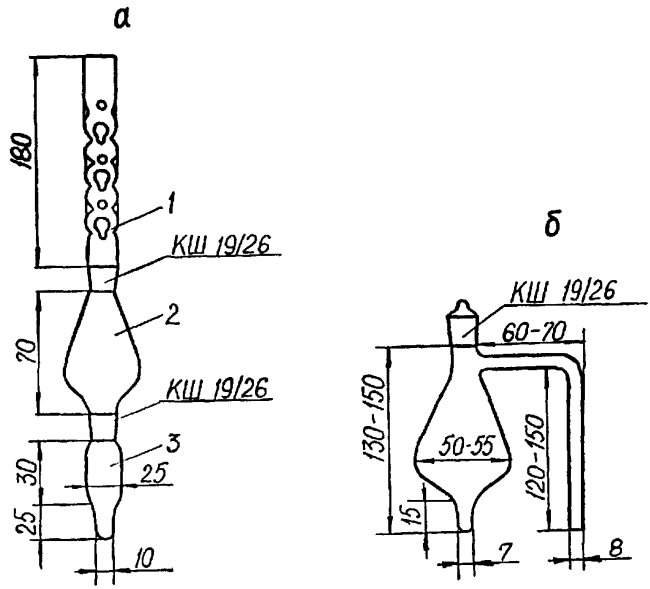
4.1.10 Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемым нагревом любого типа - 1

4.1.11 Баня водяная любого типа - 1

4.1.12 Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917 - 1

или аппарат для концентрирования экстрактов (аппарат Кудерна-Даниша, см. рисунок 1а) - 6

или колбы с Г-образным отводом вместимостью 100 $см^3$, (см. рисунок 1б) - 6



а - аппарат Кудерна-Даниша (1 - дефлегматор, 2 - средняя часть аппарата, 3 - пробирка для сбора концентрата);
б - колба с Г-образным отводом

Рисунок 1 - Устройства для концентрирования экстрактов

4.1.13 Генератор водорода типа СГС-2, ТУ 6-091-1.550.004 - 1
или см. 4.2.11

4.1.14 Колонка хроматографическая стеклянная с внутренним диаметром 3 мм и длиной 1 м - 1

4.1.15 Колбы мерные, ГОСТ 1770, вместимостью 25 $см^3$ - 2

4.1.16 Пипетки градуированные не ниже 2 класса, ГОСТ 29227, вместимостью: 1 $см^3$ - 3
2 $см^3$ - 3
5 $см^3$ - 2

4.1.17 Пробирки градуированные с притертыми пробками исполнения 2 вместимостью 10 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$, ГОСТ 1770 - 5

4.1.18 Цилиндры мерные, ГОСТ 1770, вместимостью: 25 $см^3$ - 1
50 $см^3$ - 1
500 $см^3$ - 1

4.1.19 Колбы конические с притертыми пробками, ГОСТ 25336, вместимостью 100 $см^3$ - 6

4.1.20 Пробирки центрифужные стеклянные вместимостью 50 $см^3$ (входят в комплект центрифуги ЦЛС-3, см. 4.1.9) - 6

4.1.21 Воронки делительные, ГОСТ 25336, вместимостью 500 - 1000 $см^3$ - 6

4.1.22 Воронки лабораторные диаметром 4 $см^3$, ГОСТ 25336 - 6

4.1.23 Стаканы химические, ГОСТ 25336, вместимостью 500 - 1000 $см^3$ - 6

4.1.24 Эксикатор, ГОСТ 25336 - 1

4.1.25 Склянка для очистки газов СПТ, ГОСТ 25336 - 1

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Стандартный образец или препарат хлоридазона с содержанием основного вещества не ниже 95 %

4.2.2 Хроматон N-AW-DMCS (N-AW-HMDS или N-Super) или Хромосорб W-HP (фракция О,125-О,16 мм или О,16-О,2О мм) с 5 % нанесенной неподвижной фазы SE-52, или SE-54, или ДС-510

4.2.3 н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375, перегнанный

4.2.4 Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79, свежеперегнанный, или ацетон, ос.ч., ТУ 6-09-3513

4.2.5 Хлороформ, ГОСТ 20015, очищенный, свежеперегнанный

4.2.6 Сульфат натрия безводный, ч.д.а. ГОСТ 4166

4.2.7 Кислота соляная концентрированная, х.ч., ГОСТ 3118

4.2.8 Бумага индикаторная универсальная, ТУ 6-09-1181

4.2.9 Дистиллированная вода, ГОСТ 6709

4.2.10 Азот газообразный особой чистоты, МРТУ 6-02-375,

или азот нулевой поверочный, ТУ 6-21-39 - 1 баллон

4.2.11 Водород газообразный, ГОСТ 3022, - 1 баллон
или см. 4.1.13

4.2.12 Воздух газообразный, ГОСТ 9-010 - 1 баллон

4.2.13 Уголь активный БАУ, ГОСТ 6217

4.2.14 Стеклоткань, ГОСТ 10146, промытая н-гексаном и хлороформом

4.2.15 Вата медицинская, ГОСТ 5556, промытая н-гексаном и хлороформом

5 Отбор и хранение проб

Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 с помощью стеклянного батометра. Из батометра пробу без фильтрования переносят в стеклянные бутыли вместимостью 0,5-1,0 $дм^3$ и закрывают притёртыми стеклянными или обёрнутыми тефлоновой пленкой или алюминиевой фольгой корковыми пробками. Применение полиэтиленовой посуды, резиновых и полиэтиленовых пробок не допускается.

Пробы воды, предназначенные для определения в них хлоридазона можно хранить не более 5 сут. при температуре 5-7 °С. Перед проведением анализа пробы в этом случае подогревают до комнатной температуры.

Осушенные безводным сульфатом натрия хлороформные экстракты (7.4) в стеклянной посуде с притертыми пробками могут храниться при температуре 5-7 °С не более 5 сут.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов и реактивов

6.1.1 Сульфат натрия безводный

Перед использованием сульфат натрия прокаливают в муфельной печи при температуре 350-400 °С в течение 8 ч. Прокаленный сульфат натрия хранят в эксикаторе.

6.1.2 Соляная кислота, водный раствор 1:1

Для приготовления раствора смешивают одинаковые объемы концентрированной соляной кислоты и дистиллированной воды.

6.2 Приготовление стандартных растворов хлоридазона

Стандартные растворы хлоридазона готовят из стандартных образцов или препаратов хлоридазона.

В случае использования стандартных образцов хлоридазона производят разбавление исходных растворов в соответствии с инструкцией по их применению.

6.2.1 Основной стандартный раствор хлоридазона

Перед проведением операций по приготовлению растворов хлоридазона весовым методом необходимо препараты хлоридазона и ацетон выдержать в течение двух часов в рабочем помещении.

Для приготовления основного стандартного раствора хлоридазона концентрацией 1 мг/см^3 отвешивают на аналитических весах 0,025 г гербицида, количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 25 см^3, растворяют навеску в небольшом количестве ацетона и доводят объем до метки на колбе ацетоном спустя 2 ч после растворения навески гербицида. Полученному раствору приписывают концентрацию 1 мг/см^3.

Раствор хранят в холодильнике не более 6 мес.

6.2.2 Промежуточный стандартный раствор хлоридазона

Промежуточный стандартный раствор хлоридазона концентрацией 100 мкг/см^3 готовят из основного стандартного раствора. Для этого пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 2,5 см^3 основного стандартного раствора в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят объем до метки на колбе ацетоном. Полученному раствору приписывают концентрацию 100 мкг/см^3.

Раствор хранят в холодильнике не более 3 мес.

6.2.3 Рабочие стандартные растворы хлоридазона

Растворы, дозируемые в хроматограф при анализе проб воды, готовят из промежуточного и основного стандартных растворов хлоридазона в пробирке вместимостью 10 см^3 (4.1.17), отмеряя объемы растворов пипетками вместимостью 1 см^3 и 2 см^3. До объема 10 см^3

смесь доводят ацетоном. Приписываемое значение концентрации хлоридазона в каждом из рабочих стандартных растворов указано в таблице 2.

Растворы хранят в холодильнике не более 1 мес.

Таблица 2 - Рабочие стандартные растворы хлоридазона

Номер раствора	Используемый раствор хлоридазона	Объем раствора, вносимый в пробирку вместимостью 10 $см^3$, $см^3$	Концентрация в рабочем стандартном растворе, $мкг/см^3$
1	промежуточный	0, 5	5,0
2	промежуточный	1,0	10,0
3	промежуточный	2,0	20,0
5	основной	0,5	50,0
6	основной	1,5	150,0

6.3 Подготовка хроматографической колонки

Стеклянную хроматографическую колонку внутренним диаметром 3 мм и длиной 1 м промывают последовательно ацетоном и н-гексаном, сушат при температуре 110-120 °С в сушильном шкафу и заполняют носителем с неподвижной фазой (4.2.2).

Для заполнения хроматографической колонки один ее конец, который в дальнейшем будет подсоединяться к детектору, закрывают тампоном из промытого н-гексаном и хлороформом стекловолокна и присоединяют к вакуумному насосу через мелкую капроновую сетку. Затем включают насос и заполняют колонку носителем с фазой, добавляя последний небольшими порциями и постукивая колонку палочкой с резиновым концом при постоянно работающем насосе, следя за тем, чтобы носитель заполнял колонку равномерно, без разрывов.

Заполненную колонку закрывают тампоном из стекловолокна и помещают в термостат колонок хроматографа, подсоединив к испарителю, но не подсоединяя к детектору. Кондиционирование колонки целесообразно проводить следующим образом. Установив расход азота через колонку 35-45 $см^3$ /мин, выдерживают колонку при тем-

пературе 60-70 °С в течение 20-30 мин. Затем поднимают температуру термостата колонок со скоростью 2-3 град/мин до 260 °С и при этой температуре кондиционируют колонку в течение 8-10 ч.

6.4 Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. После кондиционирования колонки её подсоединяют также и к детектору, устанавливают расход газа-носителя (азота) через колонку 35-45 $см^3$/мин и проверяют герметичность соединений.

Устанавливают необходимый режим работы хроматографа (7.5). После выхода прибора на рабочий режим вводят несколько раз по 4-5 $мм^3$ рабочего стандартного раствора хлоридазона (6.2.3) и проверяют эффективность хроматографирования гербицида.

6.5 Приготовление фильтра для очистки воздуха

Используемый для упаривания экстрактов воздух (7.4) необходимо очищать, пропуская через фильтр с активным углем. В качестве фильтра применяют склянку для очистки газов (4.1.25). Входной отросток склянки заполняют медицинской ватой и наполняют склянку активным углем. При этом выходную часть склянки наполняют активным углем так, чтобы его уровень не доходил до выходного отростка, примерно, на 2 см. Оставшуюся незаполненной углем выходную часть склянки заполняют медицинской ватой. После этого входной отросток склянки соединяют с аквариумным микрокомпрессором, а выходящий из выходного отростка очищенный воздух используют для упаривания экстрактов.

7 Выполнение измерений

7.1 Холостое измерение

Холостое измерение проводят перед анализом проб воды с целью проверки чистоты применяемых реактивов и материалов.

Для выполнения холостого измерения берут 0,5 $дм^3$ дистиллированной воды и обрабатывают её согласно 7.2-7.5.

Если на хроматограммах холостого опыта имеется пик с временем удерживания хлоридазона, то устанавливают, какой из реактивов или материалов загрязнен и проводят его очистку или заменяют этим же реактивом или материалом, но из другой партии.

7.2 Предварительное экстрагирование проб воды н-гексаном

Нефильтрованную пробу природной воды объемом 0,5 $дм^3$ помещают в делительную воронку, подкисляют раствором соляной кислоты (6.1.2) до pH 3 по универсальной индикаторной бумаге и растворяют в пробе воды 50 г безводного сульфата натрия, добавляя его порциями в 3-4 приема. Затем в делительную воронку вносят 20 $см^3$ н-гексана и встряхивают её в течение 3 мин. После экстрагирования содержимому воронки дают расслоиться в течение 15-30 мин. Затем водную фазу переносят в химический стакан, а гексановый экстракт отбрасывают. Переносят пробу воды снова в делительную воронку и повторяют экстракцию новой порцией н-гексана.

После расслоения водную фазу переносят в тот же стакан, гексановый экстракт отбрасывают, воронку ополаскивают дважды по 10 $см^3$ ацетоном и возвращают пробу воды в делительную воронку.

7.3 Извлечение хлоридазона из проб воды

К очищенной н-гексаном по 7.2 пробе воды добавляют мерным цилиндром 25 $см^3$ хлороформа и интенсивно экстрагируют пробу в течение 5 мин. Дают смеси в делительной воронке расслоиться в течение 15-30 мин. Хлороформный экстракт переносят в коническую колбу (4.1.19). К пробе воды в делительной воронке добавляют ещё 30 $см^3$ хлороформа, повторяют экстрагирование и объединяют экстракты.

7.4 Концентрирование экстракта

В колбу с объединенным хлороформным экстрактом (7.3) вносят безводный сульфат натрия в количестве 2-3 г при постоянном перемешивании содержимого колбы. Затем хлороформный экстракт фильтруют через предварительно смоченный хлорформом слой безводного сульфата натрия, помещенного в количестве 7-10 г в ворон-

ку на подложку из обезжиренной медицинской ваты. Колбу, в которой был экстракт, обмывают дважды хлороформом объемами по 5-6 $см^3$, фильтруя промывные порции хлороформа через тот же слой безводного сульфата натрия, который затем промывают хлороформом объемом 2-5 $см^3$.

Если при экстрагировании хлорформом образовалась стойкая эмульсия, то объединенный экстракт перед его осушкой центрифугируют. Выделившейся слой воды аккуратно собирают пипеткой и отбрасывают, а слой хлороформа возвращают в коническую колбу. Центрифужную пробирку обмывают 5 $см^3$ хлороформа, который объединяют с хлороформным экстрактом. После этого последний подвергают осушке, как изложено выше.

Весь фильтрат (экстракт и промывные порции хлороформа) собирают в аппарат Кудерна-Даниша (4.1.12). Подсоединяют к аппарату дефлегматор и помещают аппарат на водяную баню при температуре 96-98 °С так, чтобы уровень воды в бане доходил до середины шлифа пробирки для концентрата. Необходимо следить, чтобы дефлегматор не охлаждался и кипение не прекращалось (при необходимости - защитить среднюю часть аппарата асбестовым экраном). Экстракт упаривают в этих условиях до объема, примерно, 0,5 $см^3$. Удаление растворителя длится 20-30 мин. Затем аппарат извлекают из водяной бани и охлаждают на воздухе. Дефлегматор и среднюю часть аппарата обмывают 2-3 $см^3$ хлороформа и отсоединяют пробирку с концентратом. После отсоединения пробирки её содержимое упаривают досуха струей азота или воздуха.

Сухой остаток растворяют в ацетоне, приливая последний в пробирку аппарата Кудерна-Даниша по её стенкам, обмывая их. Объем ацетонового раствора сухого остатка доводят до 1 $см^3$ добавлением по каплям ацетона или подпариванием струей азота или воздуха. Аликвоту ацетонового раствора сухого остатка объемом 4-5 $мм^3$ вводят в хроматограф.

Вместо аппарата Кудерна-Даниша концентрирование экстрактов можно проводить в колбах с Г-образным отводом (4.1.11) на водяной бане с температурой около 60 °С под струей воздуха или азота или с помощью ротационного испарителя (температура бани около 35 °С).

Если хлороформный экстракт необходимо оставить на хранение, то весь фильтрат хлороформного экстракта и промывных порций хлороформа, пропущенный через воронку с безводным сульфатом

натрия, собирают в коническую колбу с притертой пробкой, которую затем помещают в холодильник при температуре 5-7 °С. После хранения содержимое колбы переносят в аппарат для концентрирования экстрактов, обмывают колбу хлороформом объемом 5 $см^3$, промывную порцию хлороформа также переносят в аппарат Кудерна-Даниша и далее поступают так, как изложено выше.

7.5 Хроматографирование

Хроматографирование ацетонового раствора сухого остатка, полученного по 7.4, осуществляют на хроматографе, подготовленном в соответствии с 6.4.

Для этого в испаритель хроматографа вводят 4-5 $мм^3$ рабочего стандартного раствора хлоридазона (6.2.3) и записывают хроматограмму. Устанавливают время удерживания хлоридазона по результатам 2-3 хроматографирований. Этот параметр следует проверять ежедневно перед началом определения после выхода хроматографа на рабочий режим. Время удерживания хлоридазона в зависимости от условий хроматографирования составляет 6-8 мин.

Затем в испаритель хроматографа вводят аликвоту (4-5 $мм^3$) ацетонового раствора пробы (7.4). Хлоридазон идентифицируют, сравнивая время его удерживания на хроматограммах рабочего стандартного раствора и экстракта пробы.

Условия хроматографирования следует устанавливать свои для каждого конкретного хроматографа, исходя из приведенных ниже:

- температура испарителя - 240-250 °С;
- температура колонки - 230-250 °С;
- температура детектора и солевого источника, а также расход азота на поддув детектора и соотношение расходов водорода и воздуха - в соответствии с инструкцией по эксплуатации используемого детектора;
- расход азота через колонку - 35-45 $см^3$ /мин;
- рабочий предел измерений на электрометре (усилителе) - в зависимости от определяемых концентраций;
- скорость диаграммной ленты - 240 мм/ч;
- объемы вводимых в хроматограф аликвот стандартного раствора и пробы должны быть одинаковы.

При хроматографировании проб следует стремиться к тому, чтобы концентрация определяемого гербицида находилась в пределах

аттестованного диапазона концентраций. Если содержание хлоридазона в пробе превышает верхний предел измеряемого по методике диапазона концентраций, то ацетоновый раствор сухого остатка (7.4) разбавляют ацетоном в соответствующее число раз.

7.6 Определение коэффициента пересчёта

В процессе проведения операций анализа проб воды (7.2-7.4) происходит некоторая потеря хлоридазона. Поэтому, во избежание получения заниженных результатов, в формулу, по которой рассчитывают содержание хлоридазона, введен коэффициент пересчёта K, учитывающий эту потерю (8.1). Величина потерь хлоридазона при его определении зависит, главным образом, от применяемого оборудования для концентрирования экстрактов и типа анализируемой природной воды.

Для определения коэффициента пересчёта мерным цилиндром в две делительные воронки вносят по 0,5 $дм^3$ природной воды данного типа. В одну из проб пипеткой добавляют 1 см стандартного раствора хлоридазона и содержимое этой делительной воронки перемешивают встряхиванием. Затем обе пробы анализируют по 7.2-7.5, применяя то оборудование для концентрирования экстрактов, которое используется в данной лаборатории.

Пробы воды, как с добавками стандартного раствора, так и без добавок, анализируют в 4-5 повторностях. Рассчитывают коэффициент пересчёта по формуле, приведенной в 8.2. С пробами воды другого типа определение коэффициента пересчёта повторяют.

Полученный при метрологической аттестации настоящей методики коэффициент пересчёта (K) составляет 1,24.

7.7 Устранение мешающих влияний

Определению хлоридазона могут значительно мешать компоненты природных вод, которые в условиях хроматографирования (7.5) обуславливают пики, выходящие на хроматограмме в области выхода пика хлоридазона.

До приемлемого при определении хлоридазона уровня снижает мешающие влияние этих компонентов предварительная обработка проб воды н-гексаном по 7.2.

8 Вычисление результатов измерений

8.1 Вычисление результатов измерений массовой концентрации хлоридазона

Расчет содержания хлоридазона C_x, мкг/см^3, проводят по формуле

$$C_x = \frac{C_{ст} \cdot h_x \cdot V_1 \cdot K}{h_{ст} \cdot V_2}, \quad (1)$$

где $C_{ст}$ - концентрация хлоридазона в стандартном растворе, мкг/см^3;

h_x - высота пика хлоридазона на хроматограмме пробы, мм;

$h_{ст}$ - высота пика фенмедифама на хроматограмме стандартного раствора, мм;

V_1 - объем ацетонового раствора сухого остатка хлороформного экстракта (7.4), см^3;

V_2 - объем пробы воды, взятый для анализа, дм^3;

K - коэффициент, учитывающий потери фенмедифама в процессе анализа.

Если та или иная часть аттестованного диапазона концентраций хлоридазона попадает в диапазон нелинейного детектирования, то для этой части диапазона концентраций строят градуировочный график.

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$C_x \pm \Delta, \text{ мкг/ дм}^3 \ (P = 0{,}95), \quad (2)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации хлоридазона (см. таблицу 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

8.2 Вычисление коэффициентов пересчёта

Коэффициент пересчёта (K) хлоридазона вычисляют по формуле

$$K = \frac{C_д}{C_{пр} - C} \quad (3)$$

где $C_д$ - концентрация добавки данного гербицида в пробе воды, мкг/дм^3;

$C_{пр}$ - концентрация гербицида в пробе воды с добавкой (среднее из 4-5 определений), мкг/дм^3;

C - концентрация гербицида в пробе воды без добавки (среднее из 4-5 определений), мкг/дм^3.

Содержание хлоридазона в пробах воды с добавками и без добавок ($C_{пр}$ и C, соответственно) находят по формуле:

$$C_{пр} \text{ или } C = \frac{C_{ст} \cdot h_x \cdot V_1}{h_{ст} \cdot V_2}, \quad (4)$$

где значения символов те же, что и в формуле 1.

9 Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок. Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны.

Для выполнения контроля измеряют концентрацию хлоридазона в пробе без добавки (C) и в пробе с известной добавкой ($C_{пр}$). Добавка ($C_д$) к пробе должна составлять не более 100 % от содержания хлоридазона в пробе. При отсутствии хлоридазона в пробе добавка должна быть равна удвоенной минимально определяемой концентрации.

Пробу с добавкой анализируют одновременно с рабочими пробами.

Результат контроля признают удовлетворительным, если:

$$| C_{пр} - C - C_д | \le K_п \quad (5)$$

Норматив контроля ($K_п$) рассчитывают по формуле

$$K_п = \Delta_c + 2{,}77 \ \sigma\left(\dot{\Delta}\right) \quad (P=0{,}95), \quad (6)$$

где Δ_c и $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$ - характеристики систематической и случайной составляющих погрешности измерения концентрации хлоридазона в пробе без добавки С (см. таблицу 1).

Если в исходной пробе хлоридазон не обнаружен, то погрешность рассчитывают для концентрации добавки.

При превышении норматива повторяют определение с использованием другой пробы. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

10 Требования безопасности

10.1 При выполнении измерений массовой концентрации гербицидов-тиокарбаматов в пробах поверхностных вод суши соблюдают требования безопасности, установленные в "Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета", Л., Гидрометеоиздат, 1983, или в "Типовой инструкции по технике безопасности для гидрохимических лабораторий служб Роскомвода", М., 1995.

10.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся к 2, 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

10.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

10.4 Определение следует проводить при наличии вытяжной вентиляции. Оператор, выполняющий определение, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности при работе с гербицидами-тиокарбаматами.

10.5 Оператор, выполненяющий измерения на хроматографе должен знать правила безопасности при работе с электрооборудованием, сжатыми и горючими газами.

11 Требования к квалификации операторов

Анализ проб на содержание хлоридазона должен выполняться квалифицированным химиком-аналитиком, прошедшим соответствующую подготовку, знающим основы газовой хроматографии, владеющим техникой экстрагирования, очистки растворителей и хроматографирования.

12 Затраты времени на проведение анализа

Для проведения анализа серии из 6 проб воды требуется:

- на подготовку посуды - 1,5 чел.-ч;
- на приготовление реактивов, материалов и растворов растворов - 1,5 чел.-ч;
- на проведение определения и вычисления - 18 чел.-ч.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА РОССИИ ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 126
об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации хлоридазона в поверхностных водах суши газохроматографическим методом.

ОСНОВАНА на извлечении хлоридазона из предварительно очищенной н-гексаном пробы воды экстрагированием хлороформом и количественном его определении методом газожидкостной хроматографии с азотселективным (термоионным или термоаэрозольным) детектором.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом.

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.472-95.

АТТЕСТОВАНА в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1992 г. и метрологической экспертизы материалов в 1995 г.

В результате аттестации МВИ установлено:

1. МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Значения характеристик погрешности и её составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций хлоридазона, С, мкг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм^3		Характеристика погрешности, мкг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma(\dot{\Delta})$	систематической Δ_c	
10,0 - 300,0	0,07 ·C	0,06 ·C	0,14 ·C

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.472-95.

Директор А.М. Никаноров

gost.e-ecolog.ru

Главный метролог А.А. Назарова