МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32459— 2013

БЕЛЫЙ ФОСФОР

Измерение концентрации в воде методом газовой хроматографии с азотно-фосфорным детектором

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»);

Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации;

Федеральным бюджетным учреждением здравоохранения «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (ФБУЗ «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Роспотребнадзора)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 828-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32459—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2014 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Характеристики погрешности измерений . . . 2
4 Описание метода . . . 2
5 Средства измерений, реактивы и материалы . . . 2
5.1 Средства измерений . . . 2
5.2 Реактивы и материалы . . . 2
5.3 Вспомогательные устройства . . . 3
6 Требования безопасности . . . 3
7 Требования к квалификации персонала . . . 3
8 Условия выполнения измерений . . . 3
9 Подготовка к выполнению измерений . . . 3
9.1 Подготовка посуды . . . 3
9.2 Приготовление растворов . . . 4
9.3 Подготовка прибора к выполнению измерений . . . 5
9.4 Градуировка . . . 5
10 Подготовка образцов для измерений . . . 6
10.1 Пробоотбор . . . 6
10.2 Экстракция диэтиловым эфиром . . . 6
10.3 Экстракция изооктаном . . . 6
11 Выполнение измерений . . . 6
12 Оформление результатов измерений . . . 7
13 Контроль погрешности . . . 7
13.1 Проверка чувствительности хроматографа . . . 7
13.2 Контроль помех по результатам холостого опыта . . . 7
13.3 Подтверждение калибровки . . . 7
13.4 Контроль правильности методом добавок . . . 7
Библиография . . . 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БЕЛЫЙ ФОСФОР

Измерение концентрации в воде методом газовой хроматографии с азотно-фосфорным детектором

White phosphorus. Determination in water by gas chromatography with nitrogen-phosphorus detector

Дата введения — 2014—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику измерения массовой концентрации элементарного фосфора (белого фосфора) в пробах воды в диапазоне 0,01—0,1 мкг/л или 0,1—2 мкг/мл методами жидкость-жидкостной экстракции и газовой хроматографии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019[1)] Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6265 Диэтиловый эфир. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7995 Краны соединительные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 12433 Изооктаны эталонные. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru) указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на

[1)] Действует ГОСТ 12.1.019—2017.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Характеристики погрешности измерений

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата k = 2) $U_{отн}$ = 15 %.

Примечание — Указанная неопределенность соответствует границам относительной суммарной погрешности ± 15 % при доверительной вероятности P = 0,95.

4 Описание метода

4.1 Белый фосфор представляет собой белое вещество (из-за примесей может быть желтоватым) с температурой плавления 44,1 °С. Настоящий стандарт предназначен для измерения массовой концентрации элементарного фосфора (белого фосфора) в пробах воды в диапазоне от 0,01 до 0,2 мкг/л с использованием жидкость-жидкостной экстракции и газовой хроматографии с внешним стандартом. При более высокой массовой концентрации белого фосфора пробу предварительно разбавляют дистиллированной водой. Предел обнаружения метода составляет 0,008—0,009 мкг/л пробы.

4.2 Измерение массовой концентрации проводят методом внешнего стандарта: определяют площади пиков P_4 на калибровочных и экспериментальных хроматограммах. Расчет количества P_4 осуществляют исходя из площадей этих пиков и массы внешнего стандарта.

4.3 Для градуировки прибора и расчета калибровочной зависимости готовят серию из пяти градуировочных растворов P_4 воде, соответствующих указанному диапазону концентраций; затем растворы экстрагируют диэтиловым эфиром (изооктаном для менее чувствительного определения) и хроматографируют. Вычисляют фактор калибровки исходя из количеств белого фосфора и площадей соответствующих хроматографических пиков.

4.4 Метод высокоселективен: при условии использования азотно-фосфорного детектора хроматографических помех от каких-либо иных веществ не выявлено.

5 Средства измерений, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

Газовый хроматограф, способный проводить измерения при постоянной температуре 80 °С, оборудованный азотно-фосфорным детектором, системой сбора данных и другими необходимыми для функционирования принадлежностями. Допускается применение других детекторов (например, пламенно-фотометрического детектора, оборудованного фосфорным фильтром), если их чувствительность по отношению к фосфору документирована.

Хроматограф оборудован капиллярной колонкой длиной 15 м, внутренним диаметром 0,53 мм, толщина пленки 3 мкм (DB-1 или аналог).

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ 24104.

Шприцы аналитические вместимостью 10 и 50 мкл.

Пипетки с одной отметкой (Мора) вместимостью 1 мл по ГОСТ 29169 с погрешностью ± 0,015 мл.

Цилиндры мерные 2—10 и 2—500 по ГОСТ 1770 с погрешностью ± 0,1 и ± 5,0 мл соответственно.

Колбы мерные 2—50—2, 2—250—2 по ГОСТ 1770 с погрешностью ± 0,12 и ± 0,3 мл соответственно.

Примечание — Допускается применение других типов средств измерений с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5.2 Реактивы и материалы

Фосфор белый (чистота не менее 99 %, например фирмы ACS).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Изооктан (2,2,4-триметилпентан) чистотой не менее 99 %, например х.ч. по ГОСТ 12433.

Диэтиловый эфир чистотой не менее 99 %, например х.ч. по ГОСТ 6265.

Толуол чистотой не менее 99 %, например х.ч., высшего сорта по ГОСТ 5789.

Примечание — Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, с квалификацией чистоты не ниже указанной.

5.3 Вспомогательные устройства

Воронки делительные из химически стойкого стекла группы ХС: ВД-1—250, или ВД-2—250, или ВД-3—250 и ВД-1—500, или ВД-2—500, или ВД-3—500 по ГОСТ 25336, оборудованные притертыми кранами по ГОСТ 7995 и тефлоновыми пробками.

Емкости из темного стекла (три штуки) вместимостью не менее 40 мл, не менее 120 мл и не менее 4 л по [1].

Одноразовые пипетки Пастера.

Щипцы стальные (для обращения с белым фосфором).

Лезвие для разрезания белого фосфора.

Аппарат дегазации воды (например, Supelco 5-8062).

Для работы с белым фосфором — оборудование для работы в инертной атмосфере (например, перчаточный бокс Innovative Technology с полностью функционирующей системой циркуляции и очистки и заполненный азотом, поверхность чистая по ГОСТ 9293).

Примечание — Допускается применение аналогичного вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже указанных.

6 Требования безопасности

6.1 Белый фосфор является высокотоксичным веществом и может самовоспламеняться на воздухе. Обращение с белым фосфором следует осуществлять по [2], манипуляции при приготовлении калибровочных растворов белого фосфора — в атмосфере инертного газа при отсутствии контакта с воздухом.

6.2 Используемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го классов опасности. При работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

6.3 Эксплуатация жидкостного хроматографа и проведение соответствующих измерений требуют соблюдения правил электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7 Требования к квалификации персонала

7.1 К приготовлению градуировочных растворов допускаются лица, имеющие квалификацию химика, инженера- или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

7.2 К выполнению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика или химика, прошедшие соответствующие курсы обучения и стажировку в лабораториях, аккредитованных на выполнение анализов с применением настоящего стандарта.

7.3 Весь персонал должен пройти проверку знаний по технике безопасности, в том числе при работе в химической лаборатории, включая общие правила работы с едкими и токсичными веществами, правила пожарной безопасности и промышленной санитарии.

8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия: температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С; атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.); относительная влажность воздуха при 25 °С ниже 85 %; напряжение в сети питания переменного тока (220 ± 22) В.

Другие условия измерений должны соответствовать инструкции по эксплуатации прибора.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Подготовка посуды

Использованную стеклянную посуду перед дальнейшим употреблением ополаскивают применявшимся растворителем и тщательно моют горячей водой с содой, ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

9.2 Приготовление растворов

Приготовление растворов проводят в вытяжном шкафу при температуре окружающего воздуха 18 °С — 22 °С.

Приготовление градуировочных растворов белого фосфора проводят в условиях отсутствия кислорода при температуре 18 °С — 22 °С.

9.2.1 Градуировочные растворы фосфора в изооктане

Разрезают кусок белого фосфора на кусочки подходящего размера под слоем дегазированной воды в инертной атмосфере. Извлекают кусочек и подсушивают его в токе азота.

Помещают полученный кусочек белого фосфора (менее 100 мг) в мерную колбу на 250 мл, предварительно взвешенную вместе с небольшим количеством толуола внутри. Измеряют вес колбы после добавления белого фосфора и определяют массу внесенного белого фосфора ($m_Ф$) по разнице масс колбы до и после добавления фосфора. Встряхиванием добиваются растворения фосфора в толуоле, после чего доводят раствор толуолом до метки и перемешивают встряхиванием. Подсчитывают концентрацию фосфора в полученном растворе $C_{0Ф}$ по формуле

$$C_{0Ф} = \frac{m_Ф}{0,25}.$$

Разбавлением изооктаном готовят пять градуировочных растворов белого фосфора. Для этого в мерную колбу, содержащую небольшое количество изооктана, с помощью шприца переносят рассчитанное количество раствора фосфора в толуоле, доводят до метки изооктаном и перемешивают встряхиванием. Пример расчета объемов при приготовлении градуировочных растворов приведен в таблице 1 (концентрация $C_{0Ф}$ подставляется в мкг/л).

Таблица 1 — Пример характеристик градуировочных растворов фосфора

№ раствора	Объем исходного раствора фосфора в толуоле, мкл	Конечный объем раствора, мл	Конечная концентрация фосфора, мкг/л	Определяемая концентрация фосфора в пробе, мкг/л
1	$\frac{2,5 \cdot 10^5}{C_{0Ф}}$	250	1	0,1
2	$\frac{5 \cdot 10^5}{C_{0Ф}}$	250	2	0,2
3	$\frac{1,25 \cdot 10^6}{C_{0Ф}}$	250	5	0,5
4	$\frac{2,5 \cdot 10^6}{C_{0Ф}}$	250	10	1
5	$\frac{5 \cdot 10^6}{C_{0Ф}}$	250	20	2

Приготовленные растворы можно хранить при 4 °С в темноте.

9.2.2 Градуировочные растворы фосфора в диэтиловом эфире

Полученный в 9.2.1 раствор белого фосфора в толуоле разбавляют диэтиловым эфиром аналогично 9.2.1.

Для того чтобы добиться чувствительности на уровне 0,01 мкг/л, готовят пять градуировочных растворов в диэтиловом эфире концентрацией от 5 до 100 мкг/мл (что соответствует определяемым в пробе воды концентрациям 0,01—0,2 мкг/л при объеме пробы воды 500 мл и конечном объеме экстракта 1 мл).

Приготовленные растворы можно хранить при минус 20 °С в темноте. Приготовление растворов в эфире производят непосредственно перед измерениями вследствие высокой летучести эфира.

9.2.3 Раствор фосфора в воде

Готовят насыщенный (примерно 3 мг/л) раствор белого фосфора в воде.

Под слоем дегазированной воды в инертной атмосфере отрезают кусочек фосфора массой как минимум 15 мг, помещают его в стеклянную емкость объемом как минимум 4 л, заполняют емкость

дегазированной водой до горлышка, аккуратно закрывают тефлоновой крышкой так, чтобы в емкости не оставалось заполненного газом пространства. Емкость встряхивают в течение недели для растворения фосфора. Затем концентрацию полученного раствора определяют с помощью экстракции изооктаном (см. 10.3).

9.2.4 Раствор с известной концентрацией фосфора в воде

Разбавлением водного раствора (9.2.3) готовят раствор фосфора в воде концентрацией 5 мкг/л. Добавка 1 мл такого раствора к 500 мл пробы увеличит концентрацию фосфора в пробе приблизительно на 0,01 мкг/л.

9.3 Подготовка прибора к выполнению измерений

Включают и настраивают хроматограф в соответствии с инструкцией по эксплуатации и описанием, прилагаемыми к прибору. Устанавливают рабочие параметры, необходимые для проведения измерений. Рабочие параметры приборов должны быть постоянными при измерении во всем диапазоне концентраций.

9.3.1 Условия измерения для хроматографа

Температура колонки: 80 °С.

Тип инжектора: без разделения потока.

Объем вводимого раствора (экстракта): 1 мкл.

Поток газа (азот): 1 мл/мин.

При таких условиях время удерживания фосфора колеблется от 2,5 до 3 мин с колонкой, указанной в 5.1.

9.4 Градуировка

Градуировку прибора осуществляют непосредственно перед измерениями концентрации в пробах в начале каждого рабочего дня.

Производят анализ по 1 мкл пяти градуировочных растворов в случайном порядке или в порядке возрастания концентрации, определяют площади пиков на хроматограммах (A_{Ci}: A_{C1}—A_{C5}) и времена удерживания фосфора t_{Ri}.

Для каждого измерения рассчитывают фактор отклика RF_i по формуле

$$RF_i = \frac{A_{Ci}}{(C_i \cdot V)}, \quad (1)$$

где C_i — концентрация i-го калибровочного раствора, нг/мл;

V — введенный в хроматограф объем, 0,001 мл.

В дальнейших расчетах используют среднеарифметическое значение $RF_{ср}$, относящееся к полному диапазону измеряемых концентраций:

$$RF_{ср} = \frac{\sum_{i=1}^{n} RF_i}{n}. \quad (2)$$

Также рассчитывают среднеарифметическое значение времени удерживания.

Затем рассчитывают среднеквадратическое (стандартное) отклонение СКО и соответствующее относительное СКО фактора отклика:

$$СКО = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(RF_i - RF_{ср}\right)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$\text{относительное } СКО = \frac{СКО}{RF_{ср}} \cdot 100\ \%. \quad (4)$$

Значения относительного СКО не должны превышать 15 %.

10 Подготовка образцов для измерений

10.1 Пробоотбор

Пробы отбирают по ГОСТ 31861. Дополнительно руководствуются следующими требованиями.

10.1.1 Пробы отбирают в чистые склянки из темного стекла. Склянки с пробами воды снабжают этикетками, на которых указывают номер и вид пробы, дату и место отбора. Склянки плотно закрывают крышками либо пробками, стараясь уменьшить время контакта проб с воздухом, а также избегая встряхивания образцов.

10.1.2 В каждой точке отбора отбирают не менее двух проб воды объемом не менее 0,5 л.

10.1.3 Пробы можно хранить до пяти дней при температуре от 0 °С до 5 °С в защищенном от света месте. Дополнительная консервация не требуется. Подготовку проб проводят при температуре окружающего воздуха 18 °С — 22 °С. Перед обработкой по 10.2 пробы выдерживают при этой температуре не менее 1 ч.

10.2 Экстракция диэтиловым эфиром

500 мл образца переносят в делительную воронку вместимостью не менее 500 мл, добавляют 50 мл диэтилового эфира и перемешивают 5 мин с периодическим спуском избыточного давления, затем смеси дают расслоиться в течение 15 мин. Если не наблюдается отделение эфирного слоя, к смеси добавляют 16 г безводного хлорида натрия для увеличения ионной силы раствора и перемешивают, либо постепенно добавляют с перемешиванием аликвоты по 0,5 мл эфира до тех пор, пока не будет наблюдаться разделение фаз, либо подогревают смесь до температуры выше 25 °С.

Отделяют слой эфира (3—10 мл), переносят в мерный цилиндр и доводят объем эфиром до 10 мл.

Затем концентрируют эфирную фракцию до 1 мл. Для этого в делительной воронке к 10 мл эфирной фракции прибавляют от 91,7 мл (при температуре растворов 20 °С) до 99,2 мл (при 25 °С) дегазированной воды, встряхивают смесь, ожидают расслоения, отделяют эфирную фракцию в плотно закрываемую колбу.

Для приготовления проб с добавками фосфора к 500 мл пробы воды прибавляют 1 мл раствора (дважды для каждой пробы) с известной концентрацией фосфора (см. 9.2.4) и экстрагируют диэтиловым эфиром, как описано в 10.2.

10.3 Экстракция изооктаном

Экстракцию изооктаном применяют для получения чувствительности в пробах от 0,1 мкг/л, а также для определения концентрации фосфора в водном растворе, приготовленном по 9.2.3.

В емкость вместимостью не менее 40 мл помещают 30 мл образца воды, прибавляют 3 мл изооктана, плотно закрывают, встряхивают в течение 5 мин и оставляют до расслоения фаз. Слой изооктана отделяют одноразовой пипеткой Пастера.

11 Выполнение измерений

Измерения проводят в тех же условиях и в той же подвижной фазе, в которых проведена градуировка прибора (9.4). Для этого 1 мкл экстракта, находящегося при комнатной температуре, вводят в газовый хроматограф, регистрируют полученные времена удерживания и площади всех пиков на хроматограмме.

В случае если на хроматограмме присутствуют несколько пиков веществ, за пик фосфора принимают сигнал с временем удерживания, наиболее близким к среднему времени удерживания в градуировочных стандартах по 9.4. Записывают площадь пика A_s фосфора в пробе.

Вычисляют содержание C_s фосфора в анализируемой пробе воздуха

$$C_s = \frac{A_s \cdot V_f}{\left(RF_{ср} \cdot V_s \cdot V_i\right)}, \quad (5)$$

где V_f — конечный объем экстракта, л;

V_s — объем пробы воды, л;

V_i — введенный в хроматограф объем, л.

12 Оформление результатов измерений

Результат измерения содержания фосфора представляют в следующем виде

$$\left(C_s \pm 0{,}15 \cdot C_s\right) \text{ мкг/л.} \quad (6)$$

13 Контроль погрешности

13.1 Проверка чувствительности хроматографа

При подозрительных результатах измерений или резком уменьшении регистрируемых сигналов проверяют чувствительность прибора по градуировочному раствору с наименьшей массовой концентрацией в условиях измерений, указанных в 9.3.1. Отношение сигнал:шум для определяемого соединения должно быть не менее 10:1. Чувствительность прибора восстанавливают в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по его эксплуатации.

13.2 Контроль помех по результатам холостого опыта

Холостой опыт проводят через каждые 10—20 проб, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений и помех, источниками которых могут быть измерительная система, реактивы и материалы.

Проба в холостом опыте должна быть проведена через все соответствующие стадии пробоподготовки и анализа.

В случае обнаружения загрязнений, проявляющихся в появлении сигнала при подходящем времени удерживания с отношением сигнал:шум, превышающим 3:1, определяют источник помех, контролируя используемые реактивы и проверяя условия подготовки проб и проведения измерений.

13.3 Подтверждение калибровки

Периодически (через каждые 10 анализов) необходимо проверять точность начальной калибровки во избежание дрейфа показателей азотно-фосфорного детектора.

Для этого производят анализ третьего из пяти калибровочных растворов. Вычисляют для него значение фактора отклика RF_V аналогично 9.4.

Если разность D по формуле

$$D = \frac{RF_{\text{ср}} - RF_V}{RF_{\text{ср}}} \cdot 100 \text{ \% мкг/л,} \quad (7)$$

не превышает 15 %, анализ образцов может быть продолжен, в противном случае требуется заново провести калибровку метода.

13.4 Контроль правильности методом добавок

Контроль проводят для установления возможности выполнения в данной лаборатории измерений с приемлемой точностью и достоверностью. Контроль необходимо проводить через каждые 10—20 анализов природных образцов либо не реже одного раза в месяц.

Для контроля к четырем пробам по 500 мл дистиллированной дегазированной воды добавляют по 1 мл раствора с известной концентрацией фосфора (см. 9.2.4), чтобы получить концентрации ~ 0,01 мкг/л. Измеряют концентрацию фосфора в четырех аликвотах по 10.2 и разделу 11 и для каждой пробы получают результаты измерений C_s.

Для каждой пробы вычисляют степень извлечения R фосфора

$$R = \frac{m_s}{m_n} \cdot 100 \text{ \% мкг/л,} \quad (8)$$

где m_n — теоретически вычисленная концентрация фосфора в пробе, мкг.

Вычисляют среднее значение степени извлечения $R_{\text{ср}}$ и относительное стандартное отклонение степени извлечения (по формулам в 9.4). Значение $R_{\text{ср}}$ должно находиться в пределах 30—130 %, относительное стандартное отклонение стпепени извлечения не должно превышать 30 % (при доверительном интервале 0,95). Если данные условия не удовлетворяются, необходимо проинспектировать рабочий процесс, устранить выявленные ошибки и повторить контроль методом добавок.

Библиография

[1] ТУ 6-19—45 Склянки толстостенные с притертыми пробками. Технические условия

[2] ПНД Ф 12.13.1—03 Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения). Методические рекомендации

УДК 661.7:006.86:547.626 МКС 13.040

Ключевые слова: фосфор, водная среда, газовая хроматография, азотно-фосфорный детектор

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 20.05.2019. Подписано в печать 25.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru