
**Качество воды. Определение
содержания растворенных анионов
методом жидкостной ионообменной
хроматографии.**

Часть 1.

**Определение содержания бромидов,
хлоридов, фторидов, нитратов,
нитритов, фосфатов и сульфатов**

*Water quality – Determination of dissolved anions by liquid
chromatography of ions –*

*Part 1: Determination of bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite,
phosphate and sulfate*

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 10304-1:2007(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10304-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2007

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office

Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 734 09 47

E-mail copyright@iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Помехи	2
4 Принцип	2
5 Реактивы	3
6 Аппаратура	5
7 Отбор проб и предварительная подготовка проб	8
8 Проведение анализа	9
9 Расчет	10
10 Обработка результатов	10
11 Протокол испытания	11
Приложение А (информативное) Данные по эффективности	12
Приложение В (информативное) Проверенные помехи	16
Библиография	17

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию национальных организаций по стандартам (организации – члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно выполняется через технические комитеты ISO. Каждая организация – член ISO, заинтересованная в теме, по которой создан тот или иной технический комитет, имеет право быть представленной в этом комитете. В этой работе также принимают участие международные правительственные и неправительственные организации, связанные с ISO. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации электротехники.

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с Директивами ISO/IEC, Часть 2.

Основной задачей технических комитетов является разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются членам ISO для голосования. Для публикации документа в качестве международного стандарта требуется не менее 75 % голосов членов ISO, участвующих в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы данного международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не должна нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 10304-1 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 2, *Физические, химические и биохимические методы*.

Настоящее второе издание ISO 10304-1 отменяет и заменяет ISO 10304-1:1992 и ISO 10304-2:1995, которые прошли технический пересмотр.

ISO 10304 включает следующие части, под общим названием *Качество воды. Определение содержания растворенных анионов методом жидкостной ионообменной хроматографии*:

- *Часть 1. Определение содержания бромидов, хлоридов, фторидов, нитратов, нитритов, фосфатов и сульфатов*
- *Часть 3. Определение содержания хроматов, иодидов, сульфитов, тиоцианатов и тиосульфатов*
- *Часть 4. Определение содержания хлоратов, хлоридов и хлоритов в воде с низким уровнем загрязнения*

Введение

Пользователю необходимо знать, что конкретные задачи могут потребовать задания дополнительных условий, не предусмотренных в данной части ISO 10304.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10304-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>

Качество воды. Определение содержания растворенных анионов методом жидкостной ионообменной хроматографии.

Часть 1.

Определение содержания бромидов, хлоридов, фторидов, нитратов, нитритов, фосфатов и сульфатов

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лица, пользующиеся данным международным стандартом, должны быть знакомы с установившейся лабораторной практикой. В задачи данного стандарта не входит решение всех проблем безопасности, связанных с его применением, если таковые существуют. Пользователь сам несет ответственность за технику безопасности и охраны здоровья, а также соответствие условиям всех национальных регламентов.

ВНИМАНИЕ — Абсолютно необходимо, чтобы испытания в соответствии с данным международным стандартом осуществлялись надлежащим образом подготовленным персоналом

1 Область применения

Настоящая часть ISO 10304 устанавливает метод определения растворенных в воде бромидов, хлоридов, фторидов, нитратов, нитритов, ортофосфатов и сульфатов, например, в питьевой воде, грунтовых водах, сточных водах, поверхностных водах, и морской воде с помощью жидкостной ионообменной хроматографии.

Нижняя граница применения составляет $\geq 0,05$ мг/л для бромидов и нитритов, и $\geq 0,1$ мг/л для хлоридов, фторидов, нитратов, ортофосфатов и сульфатов. Нижняя граница применения зависит от матрицы и учитываемых помех.

Рабочий диапазон можно расширить до более низких концентраций (например, $\geq 0,01$ мг/л), если выполнить соответствующую предварительную обработку пробы (например, условия для анализа микропримесей, техника предварительного концентрирования), если применяется, и/или если применяется ультрафиолетовый (УФ) детектор (для бромидов, нитратов и нитритов).

2 Нормативные ссылки

Ссылка на следующий документ обязательна при использовании данного документа. Для жестких ссылок применяются только указанное по тексту издание. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 5667-3, *Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды*

ISO 8466-1, *Качество воды. Калибрование и оценка аналитических методов и определение рабочих характеристик. Часть 1. Статистический метод оценки линейной калибровочной функции*

ISO 8466-2, *Качество воды. Калибрование и оценка аналитических методов и определение рабочих характеристик. Часть 2. Методология калибрования для нелинейных калибровочных функций второго порядка*

3 Помехи

3.1 Органические кислоты

Алифатические органические кислоты, такие как моно- или дикарбоновая кислоты, могут повлиять на разделение анионов.

3.2 Сульфит

Сульфит может стать причиной положительной систематической погрешности для сульфатов в результате самоокисления. В этом случае рН пробы можно довести до 10 и добавить раствор формальдегида, чтобы стабилизировать сульфит, если необходимо.

3.3 Металлы

Рекомендуется проверить пробу на присутствие металлов (например, щелочноземельных металлов, переходных металлов, тяжелых металлов), возможно мешающих выявлению представляющих интерес анионов, и устранить с помощью специальных катионообменников (например, используя картридж в Н-форме или Na-форме).

ПРИМЕЧАНИЕ В зависимости от матрицы пробы применение катионообменников в Н-форме может вызвать потери фторида и нитрита.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4ea7192-0e5e-41bd-9234-9db87bbb6ac9/iso-10304-1-2007>

4 Принцип

Пробу предварительно обрабатывают, чтобы удалить твердый материал (см. Раздел 7), сульфит и ионы металла, если необходимо. Представляющие интерес анионы (бромид, хлорид, фторид, нитрат, нитрит, ортофосфат и сульфат), разделяют с помощью жидкостной хроматографии, используя ионообменную смолу в качестве неподвижной фазы, водные растворы солей слабых моно и двуосновных кислот в качестве элюентов для изократического или градиентного элюирования (например, элюент на основе карбоната, гидрокарбоната, гидроксида) (5.10). Обнаружение осуществляют с помощью детектора электропроводности (CD).

При использовании CD-детекторов важно, чтобы элюенты имели довольно низкую проводимость. По этой причине, CD-детекторы обычно комбинируют с ограничительным устройством (катионообменник), которое будет уменьшать электропроводность элюента и преобразовывать компоненты пробы в их соответствующие кислоты.

ПРИМЕЧАНИЕ УФ-детектор для данного анализа не требуется и может использоваться для определения бромидов, нитратов или нитритов в тех случаях, когда требуется большая чувствительность и/или в том случае, когда матрица неблагоприятно влияет на CD-детектор. Если используется УФ-детектор, бромид, нитрат и нитрит можно измерять при длине волны от $\lambda = 200$ нм до $\lambda = 215$ нм.

Проверяют разрешение, R , чтобы обеспечить его соответствие требуемым условиям разделения (6.2). УФ-детектор можно использовать в сочетании с CD-детектором. УФ-детектор измеряет поглощающую способность напрямую.

Калибровку выполняют в соответствии с ISO 8466-1 или ISO 8466-2 (8.2). В отдельных случаях, можно применять расширенные рабочие диапазоны (например, концентрации в двух десятичных разрядах).

Необходимо проводить контрольные опыты, чтобы проверить действенность калибровочной функции. Также могут потребоваться параллельные опыты. Применение метода добавления стандарта может потребоваться, если ожидается мешающее воздействие со стороны матрицы (8.3).

5 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты. Взвешивают реактивы с точностью до $\pm 1\%$ от номинальной массы, если нет иных указаний. Реактивы, перечисленные в 5.2 - 5.5, можно считать репрезентативными примерами для приготовления элюентов (5.10).

5.1 Вода, соответствующая классу 1, в соответствии с ISO 3696.

5.2 Гидрокарбонат натрия, NaHCO_3 .

5.3 Карбонат натрия, Na_2CO_3 .

5.4 Гидроксид натрия, NaOH .

5.5 Гидроксид калия, KOH .

5.6 Исходные стандартные растворы бромиды, хлорида, фторида, нитрата, нитрита, ортофосфата и сульфата, $\rho = 1\ 000$ мг/л каждый.

В продаже имеются исходные растворы отдельных анионов и смеси анионов, соответствующие требованиям технических условий. Эти растворы считаются устойчивыми в течение нескольких месяцев.

ISO 10304-1:2007

В отношении самостоятельного приготовления исходных растворов см. Таблицу 1. Растворяют соли после соответствующей обработки.

Таблица 1 — Масса и предварительная обработка компонентов для исходных растворов

Определяемый анион	Используемая соль	Масса г	Предварительная обработка сушкой при температуре $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение не менее
Бромид	NaBr	1,287 7	6 ч
Хлорид	NaCl	1,648 4	2 ч
Фторид	NaF	2,210 0	1 ч
Нитрат	NaNO_3	1,370 7	24 ч
Нитрит	NaNO_2	1,499 8	1 ч
Ортофосфат	KH_2PO_4	1,433 0	1 ч
Сульфат	Na_2SO_4	1,478 6	1 ч

^a Можно использовать другие соли с адекватными и установленными техническими требованиями.

5.7 Стандартные растворы бромиды, хлорида, фторида, нитрата, нитрита, ортофосфата и сульфата

5.7.1 Общие положения

В зависимости от ожидаемых концентраций, готовят однокомпонентные или смешанные стандартные растворы с разными концентрациями бромиды, хлорида, фторида, нитрата, нитрита, ортофосфата и сульфата из исходных стандартных растворов (5.6). Стандартные растворы хранят в полиэтиленовых бутылках.

5.7.2 Пример смешанного стандартного раствора бромиды, хлорида, фторида, нитрата, нитрита, ортофосфата и сульфата, $\rho = 10$ мг/л каждый.

С помощью пипетки добавляют по 1,0 мл каждого из исходных стандартных растворов (5.6) в 100 -мл мерную колбу, и доводят до объема водой (5.1).

Растворы стабильны в течение 1 недели, если хранить их в темном месте при температуре от 2 °C до 8 °C в полиэтиленовых бутылках.

5.8 Градуировочные растворы бромиды, хлорида, фторида, нитрата, нитрита, ортофосфата и сульфата

В зависимости от концентраций, ожидаемых в пробе, используют стандартный раствор (5.7.2) для приготовления, например, от 5 до 10 градуировочных растворов, концентрация которых, по возможности, равномерно распределялась по ожидаемому рабочему диапазону.

Например, для диапазона от 0,05 мг/л до 0,5 мг/л поступают следующим образом:

С помощью пипетки разливают в серию 20 -мл мерных колб следующие объемы: 100 мкл, 200 мкл, 300 мкл, 400 мкл, 500 мкл, 600 мкл, 700 мкл, 800 мкл, 900 мкл или 1 000 мкл стандартного раствора (5.7.2) и доводят до объема водой (5.1).

Концентрации анионов в этих градуировочных растворах составляют: 0,05 мг/л, 0,1 мг/л, 0,15 мг/л, 0,2 мг/л, 0,25 мг/л, 0,3 мг/л, 0,35 мг/л, 0,4 мг/л, 0,45 мг/л или 0,5 мг/л, соответственно.

Готовят градуировочные растворы день использования.

5.9 Холостой раствор

Наполняют мерную колбу (например, . 100 -мл колбу) водой (5.1).

5.10 Элюэнты

5.10.1 Общие положения

Дегазируют всю воду, используемую для приготовления элюентов. Чтобы минимизировать рост бактерий или водорослей, элюэнты готовят заново через три дня.

Выбор элюента зависит от выбранной колонки и детектора (например, УФ-детектора или CD-детектора), можно проконсультироваться с поставщиком хроматографической колонки. Выбранная комбинация разделительной колонки и элюента должен соответствовать требованиям к разрешению, установленным в 6.2.

Примером состава элюента в 5.10.3 касается только метода, используемого с ограничителем CD. Тем не менее, метод без ограничителя CD (также как и УФ-детектирование) включен в данный метод.

Выбор реактивов для обычных элюентов описывается в 5.2 - 5.5.

ПРИМЕЧАНИЕ Приготовление элюента из концентратов оказалось успешным.

5.10.2 Концентрат карбоната натрия/гидрокарбоната натрия

Для приготовления концентрата элюента:

Помещают 28,6 г карбоната натрия (5.3) и 8,4 г гидрокарбоната натрия (5.2) в 1 000 -мл мерную колбу.

Растворяют в воде (5.1) и доводят до объема водой.

Раствор содержит 0,27 моль/л карбоната натрия и 0,1 моль/л гидрокарбоната натрия.

Этот раствор устойчив в течение нескольких месяцев, если хранится при температуре от 2 °С до 8 °С в стеклянных или полиэтиленовых бутылках.

5.10.3 Элюент карбоната натрия /гидрокарбоната натрия

Следующий элюент применяется для определения анионов в соответствии с данным стандартом:

Приливают 20 мл концентрата (5.10.2) в 2 000 -мл мерную колбу и доводят до объема водой (5.1).

Раствор содержит 0,002 7 моль/л карбоната натрия и 0,001 моль/л гидрокарбоната натрия.

6 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, и, в частности:

6.1 Ионообменная хроматографическая система. В общем, она состоит из следующих компонентов (см. Рисунок 1).

6.1.1 Резервуар для элюента, и установка для дегазации.

6.1.2 Насос HPLC без содержания металлов.

6.1.3 Система для ввода пробы, включая петлю для пробы различного объема (например, 0,02 мл) или автоматическое устройство для ввода пробы.

6.1.4 Разделительная колонка, с установленными характеристиками разделения (6.2).

6.1.5 Детектор по электропроводности (CD).

6.1.6 Ультрафиолетовый (УФ) детектор, например, спектрофотометр, работающий в диапазоне длин волн от 190 нм до 400 нм, о который может использоваться в сочетании с CD-детектором или, в качестве альтернативы, если определяют только бромид, нитрат или нитрит.

6.1.7 Регистрирующее устройство (например, компьютер с программой для сбора и оценки данных).

6.1.8 Пред(варительные) колонки, если необходимо (см. 3.3 и Примечание к 8.3).