Предисловие

1. РАЗРАБОТАН ООО "Triple Point Engineering".

2. ВНЕСЕН НА УТВЕРЖДЕНИЕ Научно-исследовательским институтом стандартизации, метрологии и сертификации (НИИСМС).

3. УТВЕРЖДЕН постановлением Узбекского агентства стандартизации, метрологии и сертификации (Агентство Узстандарт) от 15.12.2017 № 05-906.

4. Настоящий стандарт является идентичным текстом ASTM D4327:2011 "Стандартный метод определения анионов в воде с помощью ионной хроматографии с химическим подавлением"

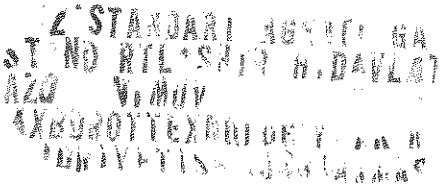
5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории Республики Узбекистан публикуется в указателе, издаваемом Агентством "Узстандарт". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе, издаваемом агентством "Узстандарт".

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории Республики Узбекистан принадлежит Агентству «Узстандарт».

СОДЕРЖАНИЕ

	Введение	IV
1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	2
3	Терминология	3
4	Сущность метода	4
5	Значение и применение	4
6	Помехи	5
7	Приборы	5
8	Реагенты	7
9	Отбор проб	9
10	Калибровка	10
11	Проведение испытаний	11
12	Расчет	11
13	Прецизионность и систематическая погрешност	11
14	Контроль качества	14
15	Ключевые слова	18
	Приложение (Обязательная информация)	19
	Приложение (Необязательная информация)	20



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

КАРЛ ФИШЕР РЕАКТИВИ ЁРДАМИДА СУЮҚ НЕФТЬ МАҲСУЛОТЛАРИДА СУВНИ АНИҚЛАШНИНГ СТАНДАРТ УСУЛИ

СТАНДАРТНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВОДЫ В ЖИДКИХ НЕФТЕПРОДУКТАХ С ПОМОЩЬЮ РЕАКТИВА КАРЛА ФИШЕРА

STANDARD TEST METHOD FOR DETERMINATION OF WATER IN LIQUID PETROLEUM PRODUCTS BY KARL FISCHER REAGENT

Дата введения 15.12.2017

1. Область применения

1.1 Данный метод[2] используется для последовательного определения ионов фторидов, хлоридов, нитритов, ортофосфатов, бромидов, нитратов и сульфатов в воде с помощью ионной хроматографии с химическим подавлением.

Примечание 1—Последовательность элюирования зависит от используемой колонки; см. рис. 1.

1.2 Данный метод определения применим для питьевой и сточной воды. Определения по данному методу для каждого аниона проводились в следующих интервалах (в mg/L):

Фторид	от 0,26 до 8,49
Хлорид	от 0,78 до 26,0
Нитриты-N	от 0,36 до 12,0
Бромид	от 0,63 до 21,0
Нитраты-N	от 0,42 до 14,0
Ортофосфаты	от 0,69 до 23,1
Сульфаты	от 2,85 до 95,0

1.3 Пользователь несет ответственность за обеспечение правильности результатов определения для других матриц по данному методу.

1.4 Концентрации до 0,01 mg/L определялись в зависимости от определяемых анионов, в ходе одной лабораторной работы. Используя объем пробоотборной петли 50 µL и полномасштабную чувствительность 3 µS/cm, можно достичь примерные пределы обнаружения, указанные в таблице 1.

---

[1] Настоящий метод определения находится под юрисдикцией Комитета Американского общества по испытанию материалов ASTM D19 по воде и является непосредственной ответственностью Подкомитета D19.05 по неорганическим составляющим в воде.

Текущее издание принято 15 января 2011 г. Издано в марте 2011 года. Первоначальное издание было принято в 1984 году. Последнее предыдущее издание принято в 2003 году как D4327-03. DOI: 10.1520/D4327-11.

[2] Для получения дополнительной информации см. следующую ссылочную литературу:

Small, H., Stevens, T. S., and Bauman, W. C., "Novel Ion Exchange Chromatographic Method Using Conductrimetric Detection," Analytical Chemistry, Vol 47, 1975, p. 1801.

Stevens, T. S., Turkelson, V. T., and Alve, W. R., "Determination of Anions in Boiler Blow Down Water with Ion Chromatography," Analytical Chemistry, Vol 49, 1977, p. 1176.

Sawicki, E., Mulik, J. D., and Witgenstein, E., Editors, Ion Chromatographic Analysis of Environmental Pollutants, Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor, MI, 1978.

Mulik, J. D., and Sawicki, E., Editors, Ion Chromatographic Analysis of Environmental Pollutants, Vol/No. 2,Ann Arbor Science Publishers,Ann Arbor, MI, 1979.

Weiss, J., Handbook of Ion Chromatography, Dionex Corp., Sunnyvale, CA, 1986.

Waters Innovative Methods for Anion Analysis, Waters Chromatography Division of Millipore, Method A 107 and A 116, 1990.Haddad, P. R., and Jackson, P E., Ion Chromatography: Principles and Applications, Elsevier Scientific Publishing Co., 1990.

6343
15 12 17

Нижние пределы обнаружения наблюдались при использовании новейшей аппаратуры, колоночных методов и элюентов. Аналитик должен обеспечить оптимальную настройку прибора для поддержания начальной стабильности при более чувствительных полномасштабных настройках проводимости.

1.5 Верхний предел обнаружения по данному методу зависит от общей концентрации анионов и может быть определен экспериментальным путем, как описано в Приложении А1. Эти пределы могут быть расширены путем соответствующего разбавления или использования меньшего объема вводимой пробы.

1.6 Использование альтернативной разделительной колонки и элюентов позволяет определить дополнительные анионы, такие как: ацетат, формиат или цитрат. Но это не является целью данного метода определения.

1.7 Данный усовершенствованный метод определения допускает использование электролитически генерированного элюента, электролитически регенерированного элюента, электролитического подавления (не автоматическая установка на нуль) и электролитических улавливающих колонок, известных также как ионная хроматография без применения реактивов. Такое допущение основано на одобрении Агентством по охране окружающей среды США, приведенным в Приложении Х2.

1.8 Величины, указанные в единицах системы СИ, считаются стандартными. Другие единицы измерения не используются в данном стандарте.

1.9 Данный стандарт не претендует на полноту описания всех мер безопасности, если таковые имеются, связанных с его использованием. Ответственность за установление соответствующих правил техники безопасности и мер по охране здоровья, а также определение применимости законодательных ограничений перед использованием данного стандарта несет пользователь стандарта.

2. Нормативные ссылки

2.1 Стандарты ASTM[3] :

D1066 Методика отбора проб пара

D1129 Терминология, относящаяся к воде

D1193 Технические условия на воду ЧДА

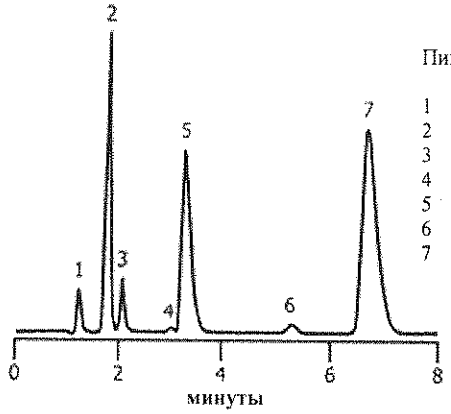
D2777 Методика определения прецизионности и систематической погрешности применяемых методов испытаний Комитета D19 по воде

D3370 Методика отбора проб воды из закрытых трубопроводов

D5810 Руководство по методу внутреннего стандарта применительно к пробам воды

D5847 Методика составления требований к контролю качества для стандартных методов испытаний при анализе воды.

[3] Для получения стандартов ASTM, на которые даются ссылки, посетите веб-сайт, www.astm.org, или обратитесь в службу поддержки клиентов ASTM по адресу service@astm.org. В части информации тома "Ежегодная книга стандартов ASTM" см. страницу сборника стандартов на веб-сайте ASTM.



Пик	Время удерживания	Ионы	mg/L
1	1,17	F^-	2
2	1,73	Cl^-	20
3	2,02	NO_2^-	2
4	2,95	Br^-	2
5	3,20	NO_3^-	10
6	5,38	HPO_4^{2-}	2
7	6,92	SO_4^{2-}	60

РИС. 1 Хроматограмма, показывающая разделение с помощью колонки AS4A

ТАБЛИЦА 1 Примерные индивидуальные пределы лабораторного обнаружения в воде ЧДА [A,B]

Аналит	Ном. пика	Время удерживания, мин.	MDL mg/L
Фторид	1	1,2	0,01
Хлорид	2	1,7	0,02
Нитриты-N	3	2,0	0,004
Бромид	4	2,9	0,01
Нитраты-N	5	3,2	0,002
Ортофосфаты	6	5,4	0,003
Сульфат	7	6,9	0,02

[A] Данные предоставлены US EPA/EMSL Laboratory, Cincinnati, OH.
[B] Колонка: как указано в пункте 7.1.4.
Детектор: как указано в пункте 7.1.6.
Элюент: как указано в пункте 8.3.
Подача насоса: 2,0 mL/min.
Пробоотборная петля: 50 µL

3. Терминология

3.1 Определения — Определения терминов, используемых в данном методе, см. D1129.

3.2 Определения терминов, относящихся к данному стандарту:

3.2.1 аналитические колонки, n — комбинация одной или несколько защитных колонок, следующих за одной или несколько разделительных колонок, применяемых для разделения анализируемых ионов.

3.2.1.1 Обсуждение — Следует иметь в виду, что все колонки, расположенные последовательно, способствуют общей емкости набора аналитических колонок.

3.2.2 устройство подавления, n — устройство, установленное между аналитическими колонками и детектором.

3.2.2.1 Обсуждение — Устройство подавления предназначено для снижения показаний детектора для ионных составляющих в элюенте, которое снижает фон детектора и одновременно повышает показания детектора для анализируемых ионов.

3.2.3 элюент, n — ионная подвижная фаза, применяемая для переноса пробы в системе.

O'STANDART AGENTLIGI
ST NO RIL'SHTIRISH DAVLAT

3.2.4 защитная колонка, n — колонка, применяемая перед разделительной колонкой для защиты аналитической колонки от загрязнений, например, твердые частицы или необратимые удержанные материалы.

3.2.5 ионная хроматография, n — форма жидкостной хроматографии, в которой ионные составляющие разделяются путем ионного обмена после соответствующего обнаружения.

3.2.6 разрешающая способность, n — способность аналитической колонки разделять составляющие при определенных условиях испытания.

3.2.7 разделительная колонка, n — ионообменная или аналитическая колонка, применяемая для разделения анализируемых ионов в зависимости от характеристик удержания ионов перед их обнаружением.

4. Сущность метода

4.1 Аликвота пробы вводится в ионный хроматограф. Пробу прокачивают через две колонки, устройство подавления и в детектор проводимости. Аналитическую и защитную колонки заполняют анионообменной смолой. Ионы разделяются в зависимости от их близости к центру обмена смолы. Устройство подавление содержит в себе волоконный или мембранный катионообменник, который постоянно регенерируется с помощью потока разбавленной серной кислоты или электролитического устройства подавления, для которого не требуется серная кислота. Устройство подавление снижает фоновую проводимость элюента до низкого или очень низкого уровня за счет замены катионов ионами водорода, тем самым преобразуя анионы в пробе в соответствующие кислоты. Разделенные анионы в их кислотной форме измеряются с помощью электропроводной ячейки. Анионы определяются по их времени удерживания в сравнении с известными эталонами. Количественное определение проводится измерением высоты пика или площади и их сравнением с калибровочной характеристикой, полученной из известных эталонов.

5. Значение и применение

5.1 Ионная хроматография обеспечивает количественное и количественное определение семи общих анионов, F^-, Cl^-, $NO2^-$, $HPO4^{-2}$, Br^-, $NO3^-$, и $SO4^{-2}$ в интервале mg/L в одном аналитическом анализе, для проведения которого требуется примерно 10-15 минут для и только несколько миллиметров пробы. Кроме того, может проводиться количественное определение дополнительных анионов, например, карбоновые кислоты.

Примечание 2 — Данный метод определения может применяться для определения фторида, если его пик в отрицательном пике воды при добавлении одного ml элюента (при концентрации 100 x в п. 8.3) во все 100 ml объемы проб и эталонов устраняет отрицательный пик воды. (См. п. 6.3, и п. 6.4.) Количественное определение неудержанных пиков следует игнорировать. Анионы, например, низкомолекулярные органические кислоты (формиат, ацетат, пропионат и т.д.), которые являются проводными совместными элюирующими растворами с фторидом могут искажать количество фторида в некоторых питьевых водах и большинстве стоков. Более того, отрицательный пик воды может быть снижен при принятии мер по удалению углекислоты, которая остается в элюенте после подавления с помощью карбонатных элюентов. Отрицательный пик воды не наблюдается при использовании гидроксид-элюентов.

5.2 Комбинации анионов, таких как, Cl-/Br- и NO2-/NO3-, которые могут представлять трудность для выявления другими аналитическими методами, быстро разделяются с помощью ионной хроматографии.

STANDART AGENTL GA
ST NO RTL SHIRSH. DAVLAT

6. Помехи

6.1 Поскольку хлорид и нитрит элюируются близко друг к другу, они являются потенциальными мешающими друг другу компонентами. Не рекомендуется, чтобы один из присутствующих данных анионов имел десятикратное превышение над другим анионом; т.е., отношения Cl-/NO2- в пропорции боле 1:10 или 10:1, если определяется количество обеих ионов или применить другие новейшие колоночные методы.

6.2 Как и в случае с другими типами хроматографии, при наличии одного из компонентов пробы с очень высокими уровнями могут возникать помехи, что приводит к значительному пику на хроматограмме, который может скрывать другие имеющиеся пики. Этот тип помех обычно снижают по минимального уровня путем добавления пробы (см. Приложение A1) и в ряде случаев может быть исправлен, если концентрация данного аниона представляет интерес. Тем не менее, необходимо соблюдать осторожность, чтобы не разбавить концентрацию аналита ниже ее предела обнаружения.

6.3 При элюировании вода из введенной пробы будет вызывать отрицательный пик или падение на хроматограмме, так как ее проводимость меньше чем у подавленного элюента. Данный отрицательный пик обычно наблюдается перед Cl-. Любой пик анализируемого вещества, элюирующего рядом с отрицательным пиком, необходимо в достаточной мере разделить от отрицательного пика, подлежащему точному количественному определению. Некоторые рекомендуемые методы по удалению отрицательного пика воды приведены в Приложении X1.

6.4 Могут наблюдаться отрицательный пик воды и интерференция органических кислот вследствие присутствия карбонатных ионов в разделительной колонке, пользователю данного метода определения необходимо соблюдать осторожность при определении фторида (см. Примечание 2). Если пользователю необходимо быть уверенным в верных результатах и при этом присутствуют интерферирующие анионы при определении фторида, можно добавлять элюент пока не будет наблюдаться разделение фторида и карбоната. Это приведет увеличению времени удерживания анионов, например, для элюирования сульфата. Дополнительные действия по удалению отрицательного пика воды приведены в Приложении X1.

7. Приборы

7.1 Ионный хроматограф — Ионный хроматограф должен иметь следующие компоненты в сборе, как показано на Рис. 2:4

7.1.1 Емкости с элюентом и регенерирующим раствором

7.1.2 Насос элюента, с подачей элюента от 1 до 3 mL/min при давлении до 2000 psi.

[4] Предлагается от Dionex Corp., 1228 Titan Way, Sunnyvale, CA 94086. Разрешается применять эквивалентную схему. Компоненты от других производителей могут обеспечивать эквивалентные данные.

STANDART AGENTLIGI
ST NO RTL*SHTRSH.DAVLAT

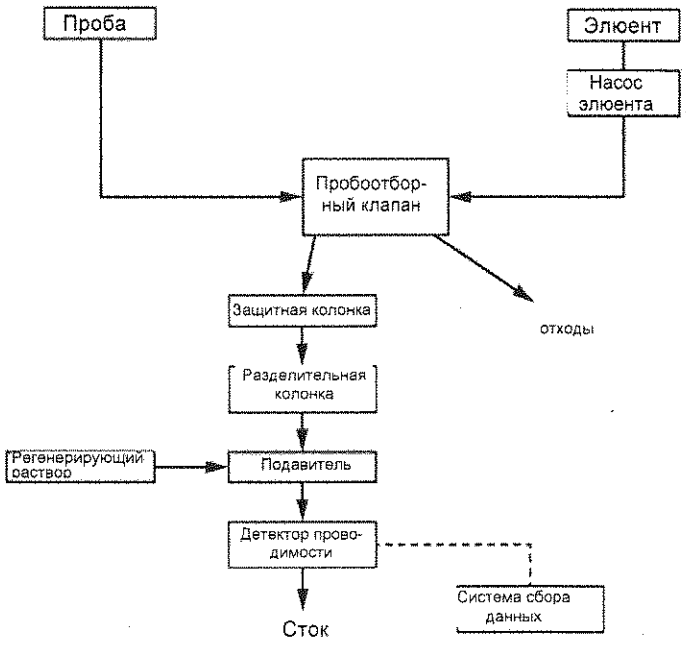


РИС. 2 Схема ионного хроматографа

7.1.3 Защитная колонка — Анионообменная колонка, обычно из аналогичного анионообменного материала, применяемого в разделительной колонке. Данная колонка предназначена для защиты аналитической колонки от твердых частиц или необратимых удержанных материалов.

7.1.4 Аналитическая колонка — Анионообменная колонна может разделять хлорид от вводимого порового объема, а также выделять анионы хлорида через сульфат.

Примечание 3 — Может применяться любая аналитическая колонка. Тем не менее, пользователю необходимо обеспечить разрешающую способность и разделение, как показано на Рисунок 1.

7.1.5 Устройство подавления — Работа устройства подавления основана на принципах катионного обмена. В данном методе было применено мембранное или саморегенерирующее устройство подавления. Разрешается применять аналогичное устройство подавления при условии, если при этом обеспечиваются совместимые пределы обнаружения с использованием данного метода и достигается стабильность базовой линии. Может применяться электролитическое устройство подавления, не требующее добавления кислоты, но которое подключается к электролитическому устройству. Подавленный элюент (вода) только рециркулируется от ячейки проводимости обратно в электролитическое устройство подавления для обратной промывки. Кроме того, обычно не требуются резервные насосы.

7.1.6 Детектор — Электропроводная ячейка малого объема, проточная с автоматической компенсацией температуры, оснащенная датчиком для считывания от 0 до 1000 µS/cm на линейной шкале или выше, если применяется.

7.1.7 Самописец, интегратор, компьютер — Устройство, совместимое с выходом детектора, способное записывать сигналы детектора в зависимости от времени для измерения высота или площади пика.

7.1.8 Пробоотборная петля — Петля на клапане дозирования, предназначенная для удержания точного количества пробы. Стандартный объем петли составляет 100 µL. Дан-

STANDART HUJJATI
SIZ UCHUN RASMIY NASHR
AXBOROT

ная петля контролирует объем пробы, введенный в разделительную колонку. При использование петли большего объема пик обычно увеличивается, при использовании петли объемом более 1 ml колонка может быть перегружена, в результате чего будет наблюдаться нелинейный сигнал. На хроматограмме, показанной на Рис. 1, применяется пробоотборная петля объемом 100 µL.

7.1.8.1 При вводе проб в объеме свыше объема пробоотборной петли проба не учитывается. После ввода пробоотборную петлю рекомендуется промывать в количестве 2-3 объемов пробоотборной петли.

8. Реагенты

8.1 Чистота реагентов — Во всех методах определения должны применяться химически чистые реагенты. Если не указано иное, то все реактивы должны соответствовать ТУ Комитета по аналитическим реактивам Американского общества химиков, где такие ТУ можно получить[5]. Другие химреактивы могут применяться при условии, что предварительно установлено, что реактив имеет чистоту достаточную для получения разрешения на применение без уменьшения точности определения.

8.2 Чистота воды — Если не указано иное, то под термином "вода" подразумевается вода ЧДА, соответствующая ТУ D1193, тип II. Также может применяться тип I. Ресурс колонки может быть продлен при пропускании воды типа II через фильтр 0,22 µm перед применением. Свежеприготовленную воду следует применять для приготовления эталонов, предназначенных для калибровки. Пределы обнаружения данного метода определения будут снижаться в зависимости от чистоты воды и реагентов, применяемых для приготовления эталонов. В данном методе определения можно проверять чистоту воды. Концентрации анионов менее 0,2 µg/L в каждой пробе является стандартными для данного типа воды.

8.3 Элюент — Растворить 0,2856 g двууглекислого натрия (1,7 mM) и 0,3816 g углекислого натрия (1,8 mM) в воде и разбавить в 2 l воды. Другие элюенты также могут считаться приемлемыми при условии достижения соответствующей разрешающей способности между пиками компонентов. Данный элюент выступает в роли среды для роста водорослей. По этой причине элюент не следует хранить более одного месяца.

8.3.1 Элюент гидроокиси — Если NaOH приготавливается вручную 50% (в весовом отношении) NaOH с помощью дегазированной, деионизованной воды (18,2 megaohm-cm) до конечного объема 1000 µL с помощью мерной колбы. Исключить попадание двуокиси углерода из воздуха в 50 % NaOH или дистиллированную воду, применяемую для приготовления элюента. Не взбалтывать 50% NaOH или накапать из пипетки требуемую аликвоту сверху раствора, где, возможно, образовался углекислый натрий. Восемь граммов или 5,25 ml 50 % раствора NaOH образуют 100 mM раствора. Необходимо поддерживать избыточное давление инертного газа выше свободного пространства, чтобы исключить загрязнение двуокиси углерода. Полученная с помощью электролита бескарбонатная гидроокись на приборе Reagent Free Ion Chromatography® также считается приемлемой. Кроме того, карбонатный элюент, полученный электролитическим путем, также приемлем. При использовании элюентов, приготовленных с помощью электролита, в систему необходимо добавлять только дистиллированную воду.

---

[5] "Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications," Am. Chemical Soc., Washington, DC. Предложения по испытаниям реагентов, не зарегистрированных Американским обществом химиков, см. в Ежегодном стандарте на лабораторные химические вещества, BDH Ltd., Poole, Dorset, Великобритания, а также Фармакопея США и добавлении к национальной фармакопее, США.

O'z DST AGENTLIGI
ST NO RTL SHTRSH, DAVLAT
AZU YuMuV

Примечание 4 — При использовании других элюентов может измениться последовательность элюирования анионов в результате использования карбонатно-бикарбонатного элюента.

8.4 Регенерационный раствор волоконного или мембранного подавителя — Осторожно добавить 3 ml H2SO4 (уд. вес 1,84) в 4 L воды. Не требуется для электролитического или электронного подавления.

8.5 Исходные растворы:

8.5.1 Исходный раствор бромида (1,00 ml = 1,00 mg Br-) — Просушить примерно 2 g бромистого натрий (NaBr) в течении 6 часов при температуре 150 °C и остудить в сушильной печи. Растворить 1,2877 g вещества в воде и разбавить в 1 L воды. Или, как вариант, можно приобрести и применять сертифицированные исходные растворы бромида через поставщиков химических реагентов.

8.5.2 Исходный раствор хлорида (1,00 ml = 1.00 mg Cl-) — Просушить хлористый натрий (NaCl) в течение 1 часа при температуре 100 °C и остудить в сушильной печи. Растворить 1,648 g вещества в воде и разбавить в 1 L воды. Или, как вариант, можно приобрести и применять сертифицированные исходные растворы хлорида через поставщиков химических реагентов.

8.5.3 Исходный раствор фторида (1,00 ml = 1,00 mg F-) — Растворить 2,210 g фтористого натрия (NaF) в воде и разбавить в 1 L воды. Или, как вариант, можно приобрести и применять сертифицированные исходные растворы фторида через поставщиков химических реагентов.

8.5.4 Исходный раствор нитрата (1,00 ml = 1,00 mg NO3-) — Просушить примерно 2 g нитрит натрия (NaNO3) при температуре 105 °C в течении 48 часа. Растворить строго 1,371 g вещества в воде и разбавить в 1 L воды. Или, как вариант, можно приобрести и применять сертифицированные исходные растворы нитрата через поставщиков химических реагентов.

8.5.5 Исходный раствор нитрита (1,00 ml = 1,00 mg NO2-) — Засыпать примерно 2 g нитрита натрия (NaNO2) в 125-ml лабораторный стакан и сушить до постоянного веса (примерно 24 часа) в сушильной печи с содержанием концентрированной серной кислоты H2SO4. Растворить 1,500 g вещества в воде и разбавить в 1 L воды. Хранить в стерилизованной стеклянной колбе. Заморозить и ежемесячно приготавливать. Или, как вариант, можно приобрести и применять сертифицированные исходные растворы нитрита через поставщиков химических реагентов.

Примечание 5 — Нитрит быстро окисляется, особенно в присутствии влаги, необходимо применять только свежие реагенты.

Примечание 6 — Приготовить стерильные колбы для хранения нитритных растворов в течении 1 часа при температуре 170 °C в воздушной печи.

8.5.6 Исходный раствор фосфата (1,00 ml = 1,00 mg HPO4 -2) — Растворить 1,433 g дигидрофосфат калия (KH2PO4) в воде и разбавить в 1 L воды. Или, как вариант, можно приобрести и применять сертифицированные исходные растворы фосфата через поставщиков химических реагентов.

8.5.7 Исходный раствор сульфата (1,00 ml = 1,00 mg SO4-2) — Просушить сульфат натрия (Na2SO4) в течении 1 часа при температуре 105 °C и остудить в сушильной печи. Растворить 1,479 g вещества в воде и разбавить в 1 L воды. Или, как вариант, можно приобрести и применять сертифицированные исходные растворы сульфата через поставщиков химических реагентов.

8.6 Рабочие растворы анионов — Приготовить бланковый раствор и не менее 3 разных рабочих эталонов, содержащих анализируемые анионы. Комбинацию растворов

анионов подготовить в мерных колбах. Данные эталоны необходимо освежать ежедневно. Интервалы концентрации для трех эталонов будут зависеть от уровней, ожидаемых в пробах. При необходимости, можно приготовить отдельный эталон, содержащий все шесть анионов.

8.6.1 Пользователю следует выбрать интервалы трех эталонов, чтобы охватить весь интервал в таблице. Выбранные интервалы должны полностью соответствовать заданным настройкам затухания. Если необходимо применять вторую настройку затухания, то данная настройка подлежит калибровке с помощью трех эталонов и бланкового раствора. Концентрации эталонов, указанные в Таблице 2 и Таблице 3, приведены в качестве примера.

Таблица 2. Приготовление эталонных растворов для калибровки прибора

	Эталон с высоким интервалом			
Анион	Миллилитры каждого исходного раствора (1,00 ml = 1,00 mg), Разбавление в 1000 ml	Концентрация аниона, mg/l	Эталон со промежуточным интервалом, mg/l	Эталон с низким интервалом, mg/l
Фторид (F^-)	10	10	1,0	0,2
Хлорид (Cl^-)	10	10	1,0	0,2
Нитрит (NO_2^-)	20	20	2,0	0,4
Фосфат (HPO^{4-2})	50	50	5,0	1,0
Бромид (Br^-)	10	10	1,0	0,2
Нитрат (NO_3^-)	30	30	3,0	0,6
Сульфат (SO_4^{-2})	100	100	10,0	2,0

Таблица 3 Приготовление эталонных растворов для определения времени удерживания

Исходный раствор (1 ml = 1,00 mg)	Объем исходного раствора на 1 l воды, ml	Концентрация аниона, mg/l
Фторид	4	4
Хлорид	4	4
Нитрит	10	10
Фосфат	50	50
Бромид	10	10
Нитрат	30	30
Сульфат	50	50

9. Отбор проб

9.1 Отобрать пробу в соответствии с методиками D1066 и D3370 по мере применения.

9.2 Выполнить анализ проб как можно быстрее после отбора. Пробы нитрита, нитрата или фосфата необходимо хранить при температуре охлаждения 4 °C.

9.3 Отфильтровать пробы, содержащие твердые частицы, через предварительно вымытый фильтр 0,22 μm перед анализом, чтобы исключить обрастание или закупорку смолы на колонках.

O'STANDART AGENTLIGA
ST NO RIL'SHGRSH.DAVLAT

10. Калибровка

10.1 Определение времени удерживания:

10.1.1 Время удерживания для каждого аниона определяется путем ввода эталонного раствора, содержащего только анализируемый анион и регистрацией времени, требуемого для появления пика на хроматограмме. Время удерживания изменяется в зависимости от рабочих условий и находится под влиянием концентрации присутствующего иона (ионов). Необходимо приготовить отдельные эталонные растворы в соответствии с Таблицей 3 путем ввода из пипетки требуемых аликвот исходных растворов, приготовленных, как указано в разделе 8 (от пп. 8.5.1 до 8.5.7 включительно), в отдельные мерные колбы объемом 1 L. Выполнить анализ каждого анализируемого эталона, как указано в разделе 11. Записать время в минутах для каждого пика, отображаемого на хроматограмме.

Примечание 7 — Некоторые операторы сообщили о чрезмерно значительных сдвигах времени удерживания для нитрата при изменениях концентрации. В этом случае, необходимо соблюдать осторожность, чтобы обеспечить интеграцию соответствующего пика при использовании интеграции в расчетах.

10.1.2 Концентрации, кроме указанных в Таблице 3,могут применяться, если предполагается, что они имеют улучшенные примерные концентрации в пробах. Такие зарегистрированные концентрации будут распределять среднемасштабный входной сигнал 1 V самописца и кондуктометра с полномасштабной чувствительностью 10 μS/cm.

10.1.3 Время удерживания, а также последовательность элюирования изменяются в зависимости от применяемой колонки. Пример последовательностей элюирования с помощью карбонатного элюента см. Рис. 1. Если применяются элюенты гидроокиси, последовательность элюирования сульфата и фосфата изменяется в обратном порядке.

10.2 Выполнить анализ бланкового раствора и каждого из приготовленных калибровочных растворов, указанных в п. 8.7, в соответствии с установленной процедурой (см. раздел 11).

Примечание 8 — Если концентрации анализируемых ионов пробы известны или оценены, то концентрация эталонных растворов для калибровки прибора может изменяться до лучшего примерного или применимого анализируемого интервала. Не анализируемыми анионами можно пренебречь.

Примечание 9 — Эталон аниона в комбинации среднего интервала может применяться для проверки разрешающей способности всех семи анионов.

Примечание 10 — Каждую аналитическую кривую следует составлять только с помощью настроек одного масштаба. В результате изменения настройки масштаба уклон аналитической кривой может незначительно измениться.

10.3 Необходимо составлять аналитические кривые для каждого анализируемого аниона при построении зависимости линейной высоты пика на миллиметровой бумаге от номинальной концентрации эталонного раствора аниона. Кроме того, может применяться квадратичная аппроксимация.

Примечание 11 — Некоторые операторы сообщили о сдвиге уклона на калибровочной кривой фосфата с концентрацией прим. 30 mg/L HPO4 -2. Если наблюдается такой сдвиг уклона, следует приготовить дополнительные эталонные растворы, охватывающие весь интервал концентрации, и провести их анализ для того, чтобы точно определить уклон кривой. Если применяется блок интегрирования, то может потребоваться ручной расчет концентраций фосфата свыше 30 mg/L HPo4 -2, чтобы получить максимальную точность.

STANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
AGENTLIGI

Таблица 5. Определение систематической погрешности для хлорида

Вода	Добавленное количество, mg/L	Полученное количество, mg/L	S_r	S_o	Систематическая погрешность, %
Реагент	0,78	0,79	0,17	0,29	+1,3
	1,04	1,12	0,46		+7,7
	6,50	6,31	0,27	0,14	-2,9
	7,80	7,76	0,39		-0,5
	20,8	20,7	0,54	0,62	-0,5
	26,0	25,9	0,58		-0,4
Питьевая вода	0,78	0,54	0,35	0,20	-30,8
	1,04	0,51	0,38		-51,0
	6,50	5,24	1,35	1,48	-19,4
	7,80	6,02	1,90		-22,8
	20,8	20,0	2,26	1,14	-3,8
	26,0	24,0	2,65		-7,7
Сточная вода	0,78	0,43	0,32	0,39	-44,9
	1,04	0,65	0,48		-37,5
	6,50	4,59	1,82	0,83	-29,4
	7,80	5,45	2,02		-30,1
	20,8	18,3	2,41	1,57	-11,8
	26,0	23,0	2,50		-11,5

Таблица 6 Определение систематической погрешности для нитритного азота

Вода	Добавленное количество, mg/L	Полученное количество, mg/L	S_r	S_o	Систематическая погрешность, %
Реагент	0,36	0,37	0,04	0,04	+2,8
	0,48	0,48	0,06		0,0
	3,00	3,18	0,12	0,06	+6,0
	3,60	3,83	0,12		+6,4
	9,60	9,84	0,36	0,26	+2,5
	12,0	12,1	0,27		+0,6
Питьевая вода	0,36	0,30	0,13	0,03	-16,7
	0,48	0,40	0,14		-16,7
	3,00	3,02	0,23	0,12	+0,7
	3,60	3,62	0,22		+0,6
	9,60	9,59	0,44	0,28	-0,1
	12,0	11,6	0,59		-3,1
Сточная вода	0,36	0,34	0,06	0,04	-5,6
	0,48	0,46	0,07		-4,2
	3,00	3,18	0,13	0,10	+6,0
	3,60	3,76	0,18		+4,4
	9,60	9,74	0,49	0,26	+1,5
	12,0	12,0	0,56		+0,3

O'STANDART AGENTLIGI
ST NO RTL "SHTRSH. DAVLAT
AZO YUMUV
AKKREDITATSIYA MARKAZI

Таблица 7. Определение систематической погрешности для бромида

Вода	Добавленное количество, mg/L	Полученное количество, mg/L	S_t	S_0	Систематическая погрешность, %
Реагент	0,63	0,69	0,11	0,05	+ 9,5
	0,84	0,85	0,12		+ 1,2
	5,24	5,21	0,22	0,21	- 0,6
	6,29	6,17	0,35		-1,9
	16,8	17,1	0,70	0,36	+1,6
	21,0	21,3	0,93		+1,5
Питьевая вода	0,63	0,63	0,13	0,04	0,0
	0,84	0,81	0,13		-3,6
	5,24	5,11	0,23	0,13	-2,5
	6,29	6,18	0,30		-1,7
	16,8	17,0	0,55	0,57	+0,9
	21,0	20,9	0,65		-0,4
Сточная вода	0,63	0,63	0,15	0,09	0,0
	0,84	0,85	0,15		+1,2
	5,24	5,23	0,36	0,11	-0,2
	6,29	6,27	0,46		-0,3
	16,8	16,6	0,69	0,43	-1,0
	21,0	21,1	0,63		+0,3

14. Контроль качества

14.1 Чтобы быть уверенным в том, что аналитические значения, полученные с помощью данных методов определения, являются действительными и точными в границах доверительного интервала испытания, необходимо выполнять следующие процедуры по обеспечению контроля качества при анализе ионов в воде.

14.2 Калибровка и поверка калибровки

14.2.1 Выполнить анализ не менее трех рабочих эталонов, содержащих концентрации анионов в воде, которые применимы для ожидаемой концентрации пробы, перед анализом проб для калибровки СИ. Коэффициент корреляции калибровки должен быть равен или быть больше 0,990. Дополнительно калибровочный бланковый раствор должен анализироваться в конце для подтверждения того, что загрязнение не составило проблем во время анализа партии.

14.2.2 Выполнить поверку калибровки прибора после стандартизации путем анализа эталона с концентрацией одного из калибровочных эталонов. Концентрация эталона со средним интервалом должна находиться в пределе ± 15 % от известной концентрации.

STANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
AZO NIMUV
TOXBOROTTEXNOLOGIYALARI M
QORITEKSHIRISHDAVRMAS

Таблица 8 Определение систематической погрешности для нитратного азота

Вода	Добавленное количество, mg/L	Полученное количество, mg/L	S_r	S_o	Систематическая погрешность, %
Реагент	0,42	0,42	0,04	0,02	0,0
	0,56	0,56	0,06		0,0
	3,51	3,34	0,15	0,08	-4,8
	4,21	4,05	0,28		-3,8
	11,2	11,1	0,47	0,34	-1,1
	14,0	14,4	0,61		+2,6
Питьевая вода	0,42	0,46	0,08	0,03	+9,5
	0,56	0,58	0,09		+3,6
	3,51	3,45	0,27	0,10	-1,7
	4,21	4,21	0,38		0,0
	11,2	11,5	0,50	0,48	+2,3
	14,0	14,2	0,70		+1,6
Сточная вода	0,42	0,36	0,07	0,06	-14,6
	0,56	0,40	0,16		-28,6
	3,51	3,19	0,31	0,07	-9,1
	4,21	3,84	0,28		-8,8
	11,2	10,9	0,35	0,51	-3,0
	14,0	14,1	0,74		+0,4

Таблица 9. Определение систематической погрешности для ортофосфата

Вода	Добавленное количество, mg/L	Полученное количество, mg/L	S_r	S_o	Систематическая погрешность, %
Реагент	0,69	0,69	0,06	0,06	0,0
	0,92	0,98	0,15		+6,5
	5,77	5,72	0,36	0,18	-0,9
	6,92	6,78	0,42		-2,0
	18,4	18,8	1,04	0,63	+2,1
	23,1	23,2	0,35		+0,4
Питьевая вода	0,69	0,70	0,17	0,17	+1,4
	0,92	0,96	0,20		+4,3
	5,77	5,43	0,52	0,40	-5,9
	6,92	6,29	0,72		-9,1
	18,4	18,0	0,68	0,59	-2,2
	23,1	22,6	1,07		-2,0
Сточная вода	0,68	0,64	0,26	0,09	-7,2
	0,92	0,82	0,28		-10,9
	5,77	5,18	0,66	0,34	-10,2
	6,92	6,24	0,74		-9,8
	18,4	17,6	2,08	1,27	-4,1
	23,1	22,4	0,87		-3,0

O'STANDART AGENTLIGI
ST NO RTL "SHTRSH, DAVLAT
AZJ Yo.MUV

Таблица 10 Определение систематической погрешности для сульфата

Вода	Добавленное количество, mg/L	Полученное количество, mg/L	S_t	S_o	Систематическая погрешность, %
Реагент	2,85	2,83	0,32	0,52	-0,7
	3,80	3,83	0,92		+0,8
	23,8	24,0	1,67	0,68	+0,8
	28,5	28,5	1,56		-0,1
	76,0	76,8	3,42	2,33	+1,1
	95,0	95,7	3,59		+0,7
Питьевая вода	2,85	1,12	0,37	0,41	-60,7
	3,80	2,26	0,97		-40,3
	23,8	21,8	1,26	0,51	-8,4
	28,5	25,9	2,48		-9,1
	76,0	74,5	4,63	2,70	-2,0
	95,0	92,3	5,19		-2,8
Сточная вода	2,85	1,89	0,37	0,24	-33,7
	3,80	2,10	1,25		-44,7
	23,8	20,3	3,19	0,58	-14,7
	28,5	24,5	3,24		-14,0
	76,0	71,4	5,65	3,39	-6,1
	95,0	90,3	6,80		-5,0

Таблица 11 Данные прецизионности и систематической погрешности пробы для контроля качества (QC) от линейных уравнений регрессии в mg/L

Вода	Анион	Истинное значение пробы контроля качества	Средняя рекомендуемая проба контроля качества	S_t проба контроля качества
Реагент	F^-	2,01	1,98	0,128
	Cl^-	10,00	9,94	0,490
	NO_2^-	5,00	5,18	0,170
	Br^-	5,00	5,02	0,265
	NO_3^-	5,01	4,93	0,256
	HPO_4^-	7,01	7,03	0,383
	SO_4^{-2}	25,00	25,17	1,58
Питьевая вода	F^-	2,01	2,00	0,203
	Cl^-	10,00	8,55	1,88
	NO_2^-	5,00	4,97	0,295
	Br^-	5,00	4,95	0,240
	NO_3^-	5,01	5,03	0,336
	HPO_4^-	7,01	6,71	0,540
	SO_4^{-2}	25,00	23,07	2,02
Сточная вода	F^-	2,01	1,97	0,170
	Cl^-	10,00	7,95	2,33
	NO_2^-	5,00	5,15	2,35
	Br^-	5,00	5,00	0,320
	NO_3^-	5,01	4,72	0,356
	HPO_4^-	7,01	6,53	0,746
	SO_4^{-2}	25,00	21,98	3,13

14.2.3 При невозможно выполнить поверку калибровки, необходимо провести повторную калибровку СИ.

14.3 Подтверждение возможностей лаборатории

14.3.1 Если испытание не было проведено в лаборатории заранее, или были внесены серьезные изменения в измерительный комплекс, например, новый аналитик, новое

STANDART AGENTLIGI

СИ и т.д., необходимо провести анализ прецизионности и систематической погрешности для подтверждения возможностей лаборатории.

14.3.2 Необходимо провести анализ семи дублирующих проб эталонного раствора, приготовленных из независимого эталонного материала, содержащего концентрацию анионов в воде со средним интервалом. Матрица и химический состав раствора должны быть эквивалентны раствору, применяемого в совместном анализе. Каждую дублирующую пробу необходимо отбирать в ходе всего аналитического метода определения, в том числе при любом сохранении и предварительной обработке.

14.3.3 Необходимо рассчитать среднее и среднеквадратическое отклонение семи значений и сравнить с приемлемыми интервалами систематической погрешности в Таблицах 4-11. Данный анализ следует повторять, пока полученные значения степени извлечения не будут находиться в пределах, указанных в Таблицах 4-11. Если используется концентрация, которая отличается от рекомендованной концентрации, см. методику D5847 для информации по применению испытания F и испытания t в оценке допустимости среднего и среднеквадратического отклонения.

14.4 Пробы для лабораторного контроля (ПЛК):

14.4.1 Для того, чтобы убедиться в том, что метод определения находится под контролем, необходимо выполнить анализ ПЛК, содержащей известную концентрацию анионов в воде в каждой партии или на 10 пробах. Если анализируется большее количество проб в партии, то необходимо проводить анализ ПЛК через каждые 10 проб. По возможности ПЛК для крупной партии должны охватывать аналитический интервал. ПЛК необходимо отбирать, выполняя все шаги аналитического метода, включая сохранение и предварительную обработку. Результат, полученный для ПЛК среднего интервала, должен находится в пределе ± 15 % от известной концентрации.

14.4.2 Если результат не находится в данных пределах, анализ проб останавливается до устранения проблемы, и повторно проводится анализ всех проб в партии или результаты квалифицировать с указанием того, что они не соответствуют критериям эффективности метода определения.

14.5 Бланковый раствор метода:

14.5.1 Выполнить анализ бланкового раствора воды ЧДА в каждой партии. Концентрация анионов в воде, полученной в бланковом растворе, должна составлять менее 0,5 раз от наименьшего калибровочного эталона. При выявлении концентрации анионов в воде выше данного уровня, анализы проб останавливаются до удаления загрязнения, отсутствия загрязнения в бланковом растворе на данном уровне или выше его, или результаты квалифицировать с указанием того, что они не соответствуют критериям эффективности метода определения.

14.6 Образец матрицы с внутренним стандартом (MS):

14.6.1 Для проверки на наличие помех в отдельной анализируемой матрице, необходимо провести анализ методом добавок (MS) на не менее одной пробе из каждой партии путем добавления аликвоты пробы с известной концентрацией анионов в воде и отбора пробы с помощью аналитического метода.

14.6.2 Концентрация внутреннего стандарта и фоновая концентрация анионов в воде не должны превышать калибровочный эталон с высоким интервалом. Внутренний стандарт должен обеспечивать концентрацию в пробе с внутренним образцом от 2 до 5 раз выше концентрации аналита в пробе без внутреннего образца, или от 10 до 50 раз выше предела обнаружения метода испытания в зависимости от того, что больше.

O'ZSTANDART AGENTLIGI
STANDARTLASHTIRISH DAVLAT
AZO NAMUNA
AXBOROTTEXNOLOGIYALARI
UNIVERSITETI KUTUBXONASI

14.6.3 Выполнить расчет процентного отношения извлечения внутреннего эталона (P) с помощью следующей формулы:

$$P = 100[A(Vs + V) - BVs]/CV \qquad (1)$$

где:

A = концентрация аналита (mg/L) в пробе с внутренним образцом,
B = концентрация аналита (mg/L) в пробе без внутреннего образца,
C = концентрация аналита (mg/L) в растворе добавки,
Vs = объем используемой пробы (ml), и
v = объем (ml) добавленного раствора добавки.

14.6.4 Процентное отношение извлечения внутреннего образца должно находиться в пределах в зависимости от концентрации аналита, указанного в Руководстве D5810, Таблицы 4-11. Если процентное отношение извлечения добавки не находится в данных пределах, могут присутствовать помехи матрицы в пробе, выбранной для добавки. В таких случаях необходимо применить один из следующих способов устранения проблемы: помехи матрицы устранить, все пробы в партии проанализировать методом определения, не подверженному помехам матрицы, или результаты квалифицировать с указанием того, что они не соответствуют критериям эффективности метода определения.

Примечание 13 — Допустимые значения степени извлечения внутренних стандартов зависят от концентрации анализируемого компонента. Более подробно см. Руководство D5810.

14.7 Дублирующая проба:

14.7.1 Для проверки прецизионности анализов проб необходимо провести анализ на дублирующей пробе с каждой партией. Если концентрация аналита меньше в пять раз предела обнаружения аналита, необходимо провести двойной анализ образца матрицы с внутренним образца (MSD).

14.7.2 Выполнить расчет среднего квадратического отклонения значений дублирующей пробы и сравнить с прецизионностью в совместном анализе с помощью испытания F. Для информации по применению испытания F см. п. 6.4.4 методики D5847.

14.7.3 Если результат превышает предел прецизионности, партию необходимо повторно анализировать или результаты квалифицировать с указанием того, что они не соответствуют критериям эффективности метода определения.

14.8 Независимый эталонный материал (IRM):

14.8.1 Для того, чтобы убедиться, что количественное значение получено по методу определения, необходимо, как минимум, один раз в квартал предоставлять независимый эталонный материал (IRM) в виде обычной пробы (если возможно) в лабораторию. Концентрация независимого эталонного материала (IRM) должна находится в среднем интервале выбранного метода. Полученное значение должно находиться в пределах управления, установленных лабораторией.

15. Ключевые слова

15.1 анионы; питьевая вода; ионная хроматография; вода ЧДА; сточные воды

STANDART AGENTI GA
ST NO RTL SHTRSH. DAVLAT

ПРИЛОЖЕНИЕ
(Обязательная информация)

А1. Определение интервала метода определения

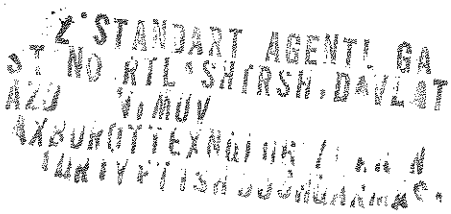
А1.1 Верхний интервал метода определения для введенной аликвоты изменяется для каждого типа пробы и ограничивается емкость разделительной колонки. Ионная сила анализируемой пробы превышает емкость колонки, а анализируемые ионы не будут разделяться, как показано на Рис. 1 и Рис. 2. Кроме того, время удерживания снижается по мере увеличения ионной силы пробы. Верхний интервал метода определения для анализируемого иона (ов) в матрице пробы может быть определен с помощью следующей процедуры. Процедура определена для существующих разделительных колонок, поставляемых соответствующим производителем.

А1.1.1 В обход разделительной колонки (в линии только подавитель) ввести 100 µL раствора хлористого натрия (NaCl) плотностью 5,8 g/l (0,01 mg-экв.). Это составляет 10 % от емкости колонки, т.е. 0,1 mg-экв. Записать сигнал проводимости.

А1.1.2 Ввести 100 µL анализируемой пробы (в обход разделительной колонки). Записать сигнал проводимости.

А1.1.3 Если сигнал проводимости, записанный в А1.1.2, меньше или равен сигналу проводимости, записанного в А1.1.1 для раствора хлористого натрия, емкость колонки не превысила.

А1.1.4 Если сигнал проводимости, записанный в А1.1.2, превышает сигнал проводимости, записанного в А1.1.1 для раствора хлористого натрия, анализируемую пробу необходимо разбавить перед вводом в ионный хроматограф.



ПРИЛОЖЕНИЕ
(Необязательная информация)

X1. Методы удаления отрицательного пика воды

X1.1 В методе удаления отрицательного пика воды вводятся концентрации карбоната и бикарбоната в пробу, весьма близкой к элюенту, применяемому для анализа. Коррекция фона пробы может выполняться двумя разными способами:

X1.1.1 Разбавить пробу с элюентом, если необходимо разбавление пробы перед анализом.

X1.1.2 Добавить эквивалентное количество в 1,0 ml приготовленного концентрата элюента (раствор с концентраций в 100 раз выше элюента, применяемого для анализа) на 100 ml пробы.

X1.2 Эталонные растворы необходимо приготавливать, как указано в п. X1.1.2. Важно приготовить бланковый раствор с помощью воды ЧДА и элюент (100:1), чтобы компенсировать любые присутствующие анионные загрязнения.

X1.3 Поскольку данный метод был изначально разработан, новые колоночные методы и инновации средств измерений привели к максимальному снижению отрицательного пика воды при использовании карбонатных элюентов. Например, развитие конструкции колонки позволило получить оптимальное разрешение между отрицательным пиком воды и ранних элюирующих анионов, например, аниона фторида и органических кислот. Дополнительную информацию см. в разных производителях.

X1.4 Использование элюентов гидроокиси не вызывает отрицательный пик воды, так как гидроокись приводится к воде в подавителе.

X2. УТВЕРЖДЕНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ И ИОННОЙ ХРОМАТОГРАФИИ БЕЗ ПРИМЕНЕНИЯ РЕАКТИВОВ (RFIC®)

X2.1 Поскольку разработка данного метода и исходных межлабораторных данных изначально проводилась, стали применяться новые методы, которые доказали свою надежность в большинстве правительственных лабораториях в части контроля за соблюдением установленных требований для широкого спектра матриц воды. Агентство по охране окружающей среды США (US EPA), Международная организация по стандартизации (ISO), Американское общество испытания материалов (ASTM), Китайское агентство по охране окружающей среды (China SEPA), (Ассоциация водопроводных сетей Японии (Japan Water Works) - вот некоторые примеры контролирующих органов, утвердивших применение электролитических устройств для генерации элюента, электролитического подавления и электролитических улавливающих колонок. Документы, указанные ниже, являются одобрением Агентства по охране окружающей среды США (US EPA), для электролитических элюентов. С учетом данного широкого одобрения, Американское общество испытания материалов (ASTM) признает правомочность данных контролирующих органов и утверждает применение электролитических устройств для генерации элюента, электролитического подавления и электролитических улавливающих колонок.

X2.2 Следующий далее документ представляет собой письмо с одобряющей резолюцией на применение электролитической регенерации элюента.

STANDART AGENTLIGI
STANDART METROLOGIYA INSTITUTI
DAVLAT
AZU V.MUV

СВОДНЫЕ ДАННЫЕ ПО ИЗМЕНЕНИЯМ

Комитетом D19 установлены места внесения указанных изменений к настоящему стандарту с момента выпуска последней версии (D4327 - 03), которые могут повлиять на применение настоящего стандарта.

(1) Обновлен уклон для включения в применение электролитических элюентов и подавителей.

(2) Пункт 7.1.5 обновлен для включения электролитического подавления

(3) Пункт 8.3.1 обновлен для включения применения электролитически генерированных элюентов

(4) Пункт 8.5 изменен для разрешения коммерческих стандартов.

(5) В Разделе 11 обновлено обсуждение по отрицательному пику воды.

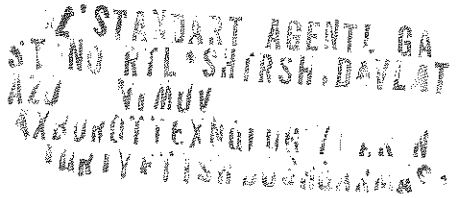
(6) Пункты 14.3.2 и 14.6.3 изменены.

(7) Обновлено Приложение для включения ссылки на одобрения EPA.

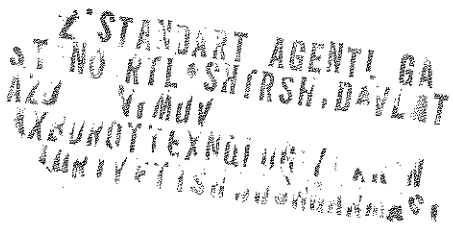
ASTM International не имеет отношения к действию патентных прав, заявляемых в связи с какими-либо объектами, упоминаемыми в настоящем стандарте. Пользователям данного стандарта специально сообщается, что они сами несут ответственность за определение юридической силы любых таких патентных прав, и за риск нарушения этих прав.

Настоящий стандарт может быть изменен в любое время ответственным техническим комитетом и подлежит пересмотру один раз в пять лет; при отсутствии изменений стандарт должен быть переутвержден или отозван. Вы можете направить свои замечания относительно изменения стандарта или ввода дополнительных стандартов на адрес штабквартиры ASTM International. Ваши замечания будут внимательно рассмотрены на собрании исполнительного технического комитета, в котором Вы можете принять участие. Если Вы считаете, что Ваши замечания не были рассмотрены должным образом, Вам следует сообщить об этом в Комитет ASTM по стандартам по указанному ниже адресу.

Авторское право на данный стандарт принадлежит международной организации ASTM International, находящейся по адресу: 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, США. Отдельные печатные экземпляры (одну или несколько копий) этого стандарта можно получить, обратившись в ASTM по вышеуказанному адресу или по номеру 610-832-9585 (телефон), 610-832-9555 (факс) или по электронной почте: service@astm.org; а также на веб-сайте ASTM (www.astm.org). Разрешение на получение права на фотокопирование настоящего стандарта также можно получить в Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Тел.: (978) 646-2600; http://www.copyright.com/



Ключевые слова: анионы; питьевая вода; ионная хроматография; вода ЧДА; сточные воды



РАЗРАБОТАНО:

ООО «Triple Point Engineering»

Директор

Ш.А.Юлдашова

_____2017 г.

СОГЛАСОВАНО:

НИИСМС

Директор

D.B. Qodirov

_____2017 г.