

**Методика выполнения измерений
массовой концентрации бенз(а)пирена в воде
питьевой, минеральной, природной и сточной
методом высокоэффективной жидкостной
хроматографии**

(Св-во №20-03 от 04.07.2003 ВНИИМС)

1 Область применения.

Настоящая методика устанавливает метод измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в воде централизованных систем питьевого водоснабжения и расфасованной в емкости, воде минеральной (лечебной, лечебно-столовой, столовой), природной и сточной методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне от 0,0005 до 0,025 мкг/ дм³.

2 Нормативные ссылки

Использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 1.12-99	Государственная система стандартизации. Стандартизация и смежные виды деятельности. Термины и определения
ГОСТ 8.315-97	Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Общие положения
ГОСТ Р 8.563-96	Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений
ГОСТ 17.1.5.05-85	Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков
ГОСТ 4166-76	Натрий серноокислый. Технические условия
ГОСТ 4204-77	Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4212-76	Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа
ГОСТ 4220-75	Калий двуххромовокислый. Технические условия
ГОСТ 6709-72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 7328-82	Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия
ГОСТ 21400-75	Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 23268.0-91	Воды минеральные и питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 24104-88	Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 25336-82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 28165-89	Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования
ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77)	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29227-91 (ИСО 835/1-81)	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
ГОСТ Р 51592-2000	Вода. Общие требования к отбору проб.
ГОСТ Р 51593-2000	Вода питьевая. Отбор проб
СанПиН 2.1.4.1074-01	Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества
СанПиН 2.1.4.1116-02	Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в емкости. Контроль качества
СП 2.1.5.1059-01	Гигиенические требования к охране подземных вод от загрязнения

3. Определения, обозначения и сокращения

В настоящем стандарте используются определения и сокращения с учетом требований ГОСТ 8.315, ГОСТ Р 1.12, ГОСТ 8.563.

4. Сущность метода.

Метод основан на твердофазной экстракции бенз(а)пирена из пробы воды, и последующем его флуориметрическом определении после хроматографического разделения. Хроматограмма пробы воды представлена в приложении А.

Метод обеспечивает получение результатов измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в воде в диапазонах, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазоны измерения массовой концентрации бенз(а)пирена в воде

Наименование объекта	Диапазон измерений массовой концентрации, мкг/ дм ³
Вода питьевая	0,0005 ÷ 0,002
	0,002 ÷ 0,025
Вода минеральная	0,0005 ÷ 0,002
	0,002 ÷ 0,015
Вода природная	0,002 ÷ 0,025
Вода сточная	0,002 ÷ 0,025

5. Средства измерений, оборудование, реактивы

5.1. Хроматограф жидкостный «Стайер» с флуориметрическим детектором по ТУ 4321.003.18294344 и следующими метрологическими характеристиками:

-пределы допускаемого значения относительного среднеквадратического отклонения времени удерживания определяемого компонента — 0,5 %;

-пределы допускаемого значения относительного среднеквадратического отклонения выходного сигнала по высоте и площади пика 4 %.

5.2 Государственный стандартный образец состава раствора бенз(а)пирена в ацетонитриле ГСО 7515-98 с массовой концентрацией 95 — 105 мкг/см³ и погрешностью аттестованного значения не более $\pm 2\%$

5.3 Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2 класса точности по ГОСТ 24104

5.4 Набор гирь Г-2-200 по ГОСТ 7328

5.5 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2 класса точности, вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169.

5.6 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2 класса точности: колбы мерные наливные вместимостью 10 см³; 25 см³; 50 см³; 100 см³; 500 см³; 1000 см³; цилиндры вместимостью 10 см³; 25 см³; 50 см³; 1000 см³; пробирки мерные вместимостью 10 см³; 15 см³; 20 см³ по ГОСТ 1770.

5.7 Микрошприц дозирующий для ВЭЖХ (типа Hamilton)

5.8 Колонка хроматографическая разделительная Luna C18(2), 5μ, 150 x 2 мм (Phenomenex, США)

5.9 Колонка защитная (предколонка) "Luna C18(2)" (4x2.0 мм) (Phenomenex, США)

5.10 Колонка для твердофазной экстракции Strata C18-E 500мг/6мл (Phenomenex, США)

5.11 Установка для вакуумной фильтрации

5.12 Установка для твердофазной экстракции

5.13 Фильтры фторопластовые с диаметром пор 0,45 мкм

5.14. Баня ультразвуковая (диапазон частоты 20 – 40 кГц, выходная мощность, не менее 50 Вт).

5.15. Ротационный испаритель

- 5.16. Ацетон, ос.ч. по ТУ 6-09-3513-86
- 5.17. Ацетонитрил для жидкостной хроматографии (УФ-210).
- 5.18. Натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166-76, х.ч.
- 5.19. Калий двуххромовокислый по ГОСТ 42206 х.ч.
- 5.20. Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.
- 5.21. Спирт изопропиловый по ТУ 6-09-07-1718-91, ос.ч.
- 5.22 Вода деионизованная
- 5.23 н-Гексан, х.ч.
- 5.24 Гелий

6. Подготовка к проведению измерений

При подготовке к выполнению измерений выполняют следующие работы: подготовка стеклянной посуды, приготовление растворов, подготовка хроматографа к работе.

6.1 Подготовка стеклянной посуды.

Стеклянную посуду заливают хромовой смесью и выдерживают 1 час. Затем посуду извлекают из хромовой смеси тщательно промывают водопроводной, а затем дистиллированной водой. Затем посуду ополаскивают ацетоном для удаления органических примесей, споласкивают несколько раз дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду для анализа хранят в закрытом виде.

Использованную посуду подвергают той же обработке.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление элюента

В конической колбе смешивают 74 см³ ацетонитрила и 26 см³ дистиллированной воды (ацетонитрил/вода, об.частей 74:26). Полученный раствор перемешивают, фильтруют через фторопластовый фильтр и дегазируют в течение 10 минут, подсоединяя ёмкость с элюентом к вакуумной линии. Раствор готовят в день определения.

Примечание. Для эффективной дегазации ёмкость с элюентом рекомендуется помещать в ультразвуковую баню.

6.2.2 Приготовление растворов для промывки колонки для твердофазной экстракции

6.2.2.1 Приготовление раствора №1. В стеклянной ёмкости смешивают спирт изопропиловый и дистиллированную воду в соотношении 1 : 7 об. частей

6.2.2.2 Приготовление раствора №2. В стеклянной ёмкости смешивают спирт изопропиловый и дистиллированную воду в соотношении 4 : 6 об.частей.

6.2.3 Приготовление основного раствора бенз(а)пирена с массовой концентрацией 1000 мкг/ дм³

Раствор готовят в соответствии с паспортом на ГСО. Вскрывают стеклянную ампулу, пипеткой переносят 0,5 см³ раствора ГСО в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводят до метки ацетонитрилом и перемешивают.

6.2.4 Приготовление градуировочного раствора №1 с массовой концентрацией бенз(а)пирена 1мкг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ микропипеткой вносят 0,1 см³ основного раствора, приготовленного по 6.2.3, доводят объем до метки ацетонитрилом и перемешивают.

6.2.5 Приготовление градуировочного раствора №2 с массовой концентрацией бенз(а)пирена 0,5 мкг/дм³.

В мерную колбу вместимостью 10 см³ пипеткой вносят 5 см³ градуировочного раствора №1, приготовленного по 6.2.4, доводят объем до метки ацетонитрилом и перемешивают.

6.2.6 Приготовление градуировочного раствора №3 с массовой концентрацией бенз(а)пирена 0,1мкг/ дм³.

В мерную колбу вместимостью 10 см³ пипеткой вносят 1 см³ градуировочного раствора №1, приготовленного по 6.2.4, доводят объем до метки ацетонитрилом и перемешивают.

6.2.7 Растворы, приготовленные по 6.2.3-6.2.6 хранят в темноте при температуре 4-6 °С в склянках из боросиликатного стекла. Срок хранения растворов не более одного месяца.

6.2.8 Приготовление хромовой смеси

В фарфоровый стакан вместимостью 2 дм³ помещают 50 г калия двуххромовокислого и цилиндром приливают порциями 1дм³ концентрированной серной кислоты, тщательно перемешивая смесь до полного растворения.

6.2.9 Проверку чистоты реактивов выполняют в соответствии с процедурой, приведенной в приложении Б (обязательном). Реактивы считаются пригодным для проведения измерений при отсутствии на хроматограмме пика бенз(а) пирена.

Контроль чистоты н-гексана и дистиллированной воды проводят для каждой новой партии.

6.3 Подготовка хроматографа к работе

6.3.1. Установку, включение и подготовку хроматографа к работе выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора,

Устанавливают последовательно защитную и разделительную колонки и подготавливают разделительную систему к работе в соответствии с паспортом колонок; сборку и подключение установки для твердофазной экстракции к вакуумной линии - в соответствии с руководством по эксплуатации по схеме приложения В.

6.3.2 Условия хроматографического разделения:

элюент по 6.2.1; скорость элюирования -0,3 см³/мин; объем петлевого дозатора 20 мкл; ориентировочное значение времени удерживания бенз(а)пирена 17 ± 1 мин.

6.3.3 Детектирование бенз(а)пирена осуществляют флуориметрически.

6.3.4 Контроль эффективности разделительной колонки

Контроль эффективности установленной разделительной системы оценивают по значению показателя эффективности (N) пика бенз(а)пирена.

6.3.1 Шприц для ввода пробы в хроматограф и петлевой дозатор промывают градуировочным раствором № 1: шприц - 3-х кратным объемом, не менее 50 мкл, петлевой дозатор - 0,3-0,5 см³.

6.3.2 Поворачивают кран ввода пробы в положение LOAD (ЗАГРУЗКА).

6.3.3 После выхода хроматографа на режим шприцем в петлевой дозатор вводят градуировочный раствор № 1 в количестве не менее 50 мкл.

6.3.4 Поворачивают кран ввода пробы в положение INJECT (ВВОД).

Программа сбора и обработки хроматографической информации запускается автоматически, а хроматограммы могут быть выведены на дисплей и/или принтер.

6.3.5 Значение (N), тт (числа теоретических тарелок), определяют по формуле:

$$N = 5,54 \cdot \left(\frac{t_R}{W} \right)^2 \quad (1),$$

где t_R , - приведенное время удерживания бенз(а)пирена, мин.

W - ширина пика бенз(а)пирена, измеренная на половине его высоты.

Приведенное время удерживания бенз(а)пирена (t'_R) определяют как

$$(t'_R) = t_R - t_0, \quad (2),$$

где t_R - абсолютное время удерживания бенз(а)пирена, мин;

t_0 - время выхода несорбируемого компонента (мертвый объем), мин.

Среднее значение (N) рассчитывают по результатам двух параллельных измерений.

6.3.6 Качество колонки считают удовлетворительным при $N \geq 4000$

6.3.7 Контроль качества разделительной колонки в процессе эксплуатации проводится не реже чем 1 раз в 2 недели.

6.4 Установление градуировочной характеристики

6.4.1 Процедуры градуировки хроматографа выполняют в соответствии с руководством по эксплуатации и руководством пользователя программным обеспечением.

Градуировочные растворы перед вводом в хроматограф тщательно дегазируют, подключая ёмкость с раствором к вакуумной линии.

Примечание. Для достижения большей эффективности дегазации емкости с градуировочными растворами рекомендуется помещать в ультразвуковую баню.

6.4.2 Градуировку детектора проводят в следующих условиях:

температура окружающего воздуха, °С	20 ÷ 35;
атмосферное давление, мм рт. ст	760 ± 30;
относительная влажность воздуха, %	65 ± 15;
частота питающей сети, Гц	50 ± 0,5;
напряжение питания в сети, В	220 ± 10

6.4.3 Измерения выполняют для каждого градуировочного раствора, начиная с раствора № 3. Шприц для ввода пробы в хроматограф и петлевой дозатор промывают соответствующим градуировочным раствором и последовательно выполняют операции по 6.3.2-6.3.4. Регистрируют не менее двух хроматограмм для каждого градуировочного раствора, расхождение между измеренными значениями площади пика не должно превышать 7%.

6.4.4 Результаты измерений и градуировочные характеристики обрабатываются автоматически в соответствии с руководством пользователя программным обеспечением. Градуировочная зависимость описывается уравнением (3):

$$Y = K_1 X + K_0 \quad (3)$$

6.4.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики выполняют перед началом работ в день выполнения измерений по градуировочному раствору № 3. Реги-

стрируют не менее двух хроматограмм. При отклонении среднего значения результатов измерений бенз(а)пирена в градуировочном растворе более, чем на 15% и/или изменении времени удерживания более, чем на 3,5% повторную градуировку хроматографа выполняют во всем диапазоне измерений.

6.4.6 Градуировку во всем диапазоне измеряемых концентраций проводят не реже 1 раза в квартал, а также при использовании новой партии реактивов, замене колонок и после ремонта хроматографа.

7. Отбор проб

7.1 Отбор проб: воды питьевой по ГОСТ Р 51232*, ГОСТ Р 51233*, ГОСТ 2874, ГОСТ 24481, воды минеральной питьевой, лечебной и лечебно-столовой по ГОСТ 13273.

Отбор проб сточной воды по НВН 33.5.3.01.

Отбор проб воды природной по ГОСТ 17.1.5.05.

* для Российской Федерации

7.2 Для отбора, хранения и транспортировки проб используют чистые ёмкости из тёмного стекла, подготовленные в соответствии с п. 6.1 с герметично завинчивающимися пробками.

7.3 Объём пробы воды для определения массовой концентрации бенз(а)пирена должен быть не менее 1000 см³. Пробы хранят в холодильнике при температуре 4 – 6 °С не более 2 часов от момента отбора.

8. Подготовка проб

Подготовку проб воды выполняют в соответствии со схемой, приведенной в приложении Г.

8.1 Анализируемую пробу воды объемом 600 см³ отмеривают цилиндром вместимостью 500см³, помещают в коническую колбу вместимостью 1дм³, цилиндром вместимостью 100 см³ добавляют 90 см³ изопропилового спирта и тщательно перемешивают. При перемешивании рекомендуется поместить ёмкость с пробой в ультразвуковую баню на 10 минут.

При наличии в пробе коллоидных частиц или осадка пробу фильтруют под вакуумом через бумажный обеззоленный фильтр (синяя лента).

При анализе воды газированной, расфасованной в ёмкости, пробу предварительно дегазируют, для чего ёмкость помещают на магнитную мешалку (или в ультразвуковую баню на 10 минут) и подключают к вакуумной линии.

8.2 Бенз(а)пирен, содержащийся в пробе, концентрируют на колонке для твердофазной экстракции.

8.2.1 Колонку для твердофазной экстракции С18- Е подсоединяют к вакуумной линии и, *не допуская осушения рабочей поверхности колонки*, последовательно промывают 10 см³ изопропилового спирта и 10 см³ раствора №1 (вода/изопропиловый спирт 7:1), приготовленного по 6.2.2.1.

8.2.2 Пробу, подготовленную по 8.1, пропускают через подготовленную колонку при скорости 4 – 5 см³/мин. Объем пробы при анализе воды питьевой и минеральной - 300 см³, объем пробы природной и сточной - 60 см³.

8.2.3 Колонку с концентрированной пробой последовательно промывают 5 см³ раствора №2 (вода/изопропиловый спирт, 6:4), приготовленного по 6.2.2.2 и 10 см³ деионизованной воды, сушат колонку под вакуумом в течение 10 минут.

8.3 Бенз(а)пирен из пробы, сконцентрированный на колонке для твердофазной экстракции, последовательно элюируют тремя порциями н-гексана объемом 2 см³, 2 см³ и 1 см³.

Отключение установки для твердофазной экстракции от вакуумной линии после элюирования каждой порцией н-гексана обязательно.

8.3.1 В горловину стеклянной воронки диаметром 30 мм помещают тампон медицинской ваты, на которой равномерно распределяют около 1,5 г натрия сернокислого безводного. Воронку устанавливают в пробирку для сбора элюата.

8.3.2 На поверхность колонки с пробой по 8.2.3 пипеткой вместимостью 2 см³ наливают первую порцию н-гексана (2 см³), дают ему впитаться в слой сорбента в течение 5 минут, подключают колонку к вакуумной линии, устанавливают скорость элюирования 1 – 2 см³/мин и собирают элюат в пробирку, подготовленную по 8.3.1. По окончании сбора элюата колонку отключают от вакуумной линии.

8.3.3 Повторяют операцию элюирования в точном соответствии с 8.3.2. Элюат собирают в ту же пробирку.

8.3.4 *Элюирование бенз(а)пирена последней порцией н-гексана объемом 1 см³ выполняют при меньшей скорости элюирования 0,5 - 1 см³/мин*, подключая установку к вакуумной линии. Элюат, содержащий бенз(а)пирен, собирают в одну и ту же пробирку.

8.3.5 По окончании элюирования колонку сушат под вакуумом в течение 3 минут.

8.4 Подготовка концентрата пробы для ввода в хроматограф

н-гексан удаляют из элюированной пробы, подготовленной по 8.3.4, в токе инертного газа (например азота или гелия)*. Сухой остаток растворяют в 1 см³ элюента по 6.2.3; для улучшения растворения рекомендуется помещать пробирку в ультразвуковую баню на 3 – 5 минут.

*Допускается упаривание в вакууме водоструйного насоса на ротационном испарителе, помещенном на водяную баню при температуре воды в бане не более 50 °С.

9. Проведение измерений

9.1 Шприц для ввода пробы в хроматограф промывают 3-х кратным объемом пробы, подготовленной по 9.

9.2 Поворачивают кран ввода пробы в положение LOAD (ЗАГРУЗКА).

9.3 Не менее 60 мкл пробы, подготовленной для анализа, набирают в шприц и вводят в петлевой дозатор хроматографа.

9.4 Поворачивают кран ввода пробы в положение INJECT (ВВОД). Программа сбора и обработки хроматографической информации запускается автоматически, хроматограммы могут быть выведены на дисплей и/или принтер.

10. Обработка результатов измерений

10.1 Массовая концентрация бенз(а)пирена в концентрате анализируемой пробы для двух измерений (Y_1) и (Y_2), мкг/дм³ рассчитывается автоматически программой сбора и обработки хроматографических данных.

10.2 За результат измерений принимают среднее арифметическое значение (\bar{Y}) содержания бенз(а)пирена в концентрате анализируемой пробы, мкг/дм³.

10.3 Массовую концентрацию бенз(а)пирена в анализируемой пробе (X), мкг/дм³ рассчитывают по формуле (4):

$$X = \frac{\bar{Y} \cdot 100}{87 \cdot Z} \quad (4)$$

где: Z – объем пробы, отобранной для концентрирования в соответствии с п.8.2.2.

10.4 За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие (5)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (5)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мкг/дм³;

r – значение предела повторяемости, мкг/дм³, приведенное в таблице 2.

10.5 Если условие (5) не выполняется, получают еще два результата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (6)

$$\frac{4 \cdot |X_{\max} - X_{\min}| \cdot 100}{(X_1 + X_2 + X_3 + X_4)} \leq CR_{0,95}(n), \quad (6)$$

где X_{\max} , X_{\min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений, мкг/дм³;

$CR_{0,95}(n)$ – значение критического диапазона для уровня вероятности $P=0,95$ и $n=4$,

$CR_{0,95}(4) = 1,3 \times r$, мкг/дм³,

n – число определений.

Если условие (6) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

Таблица 2

Объект	Диапазон измерений массовой концентрации, мкг/дм ³	Показатель повторяемости, %, $\sigma_r \left(\begin{smallmatrix} 0 \\ \Delta \end{smallmatrix} \right)$	Показатель воспроизводимости, %, $\sigma_{R\bar{x}} \left(\begin{smallmatrix} 0 \\ \Delta \end{smallmatrix} \right)$	Границы относительной погрешности измерений, %, $\pm \delta$ $P=0,95$	Предел повторяемости, %, г, $P=0,95$, $n=2$	Предел воспроизводимости, %, $R_{\bar{x}}$, $P=0,95$, $m=2$
Вода расфасованная в емкости: питьевая, минеральная (лечебная, лечебно-столовая, столовая)	от 0,0005 до 0,002 вкл.	17	20	60	47	55
Вода централизованных систем питьевого водоснабжения	от 0,002 до 0,025 вкл.	8	12	30	22	33
Вода минеральная	от 0,002 до 0,025 вкл.	7	12	27	19	33
Вода природная	от 0,002 до 0,025 вкл.	9	16	35	24	44
Вода сточная	от 0,002 до 0,025 вкл.	10	18	37	28	50

10.6 Результат количественного химического анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$X_{\text{ср}} \pm 0,01 \cdot \sigma X_{\text{ср}}$, мкг/дм³, при n и $P = 0,95$;

где $X_{\text{ср}}$ – среднее арифметическое результатов n определений, признанных приемлемыми (п.п.10.1–10.2).

Если полученный результат анализа составляет значение меньше нижней границы диапазона измерений, установленного МВИ (0,0005 мкг/дм³), то результат измерений представляют в виде: «меньше, чем 0,0005 мкг/дм³».

11 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Периодичность контроля устанавливается планом контроля точности результатов измерений лаборатории.

11.1 Контроль качества результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

11.1.1 Контроль проводится с использованием образца рабочей пробы.

11.1.2 Контроль показателя промежуточной прецизионности результатов измерений проводят дважды анализируя образец для контроля в полном соответствии с данной МВИ в условиях промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами «время», «оператор» ($X_{cp,1}$, $X_{cp,2}$).

Промежуточную прецизионность признают удовлетворительной, если выполняется условие (5):

$$\frac{2 \cdot |X_{cp,1} - X_{cp,2}| \cdot 100}{(X_{cp,1} + X_{cp,2})} \leq R_{(T,O)}, \quad (7)$$

где $R_{(T,O)}$ – предел промежуточной прецизионности, мкг/дм³, рассчитывают как

$$R_{(T,O)} = R/1,2, \quad (8)$$

где R – значение предела воспроизводимости (таблица 2).

Если условие (7) не выполняется, процедуру повторяют. При повторном превышении норматива контроля выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

11.2 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности показателей правильности рутинного анализа по 6.2.4 ГОСТ ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

12. Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений и обработку результатов должен проводить инженер-химик, техник или лаборант не ниже 4-го разряда по ГОСТ 12.0.004, имеющий высшее или специальное образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедший специальное обучение, изучивший техническую документацию на хроматограф.

13. Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами.

Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019 . Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения.

Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

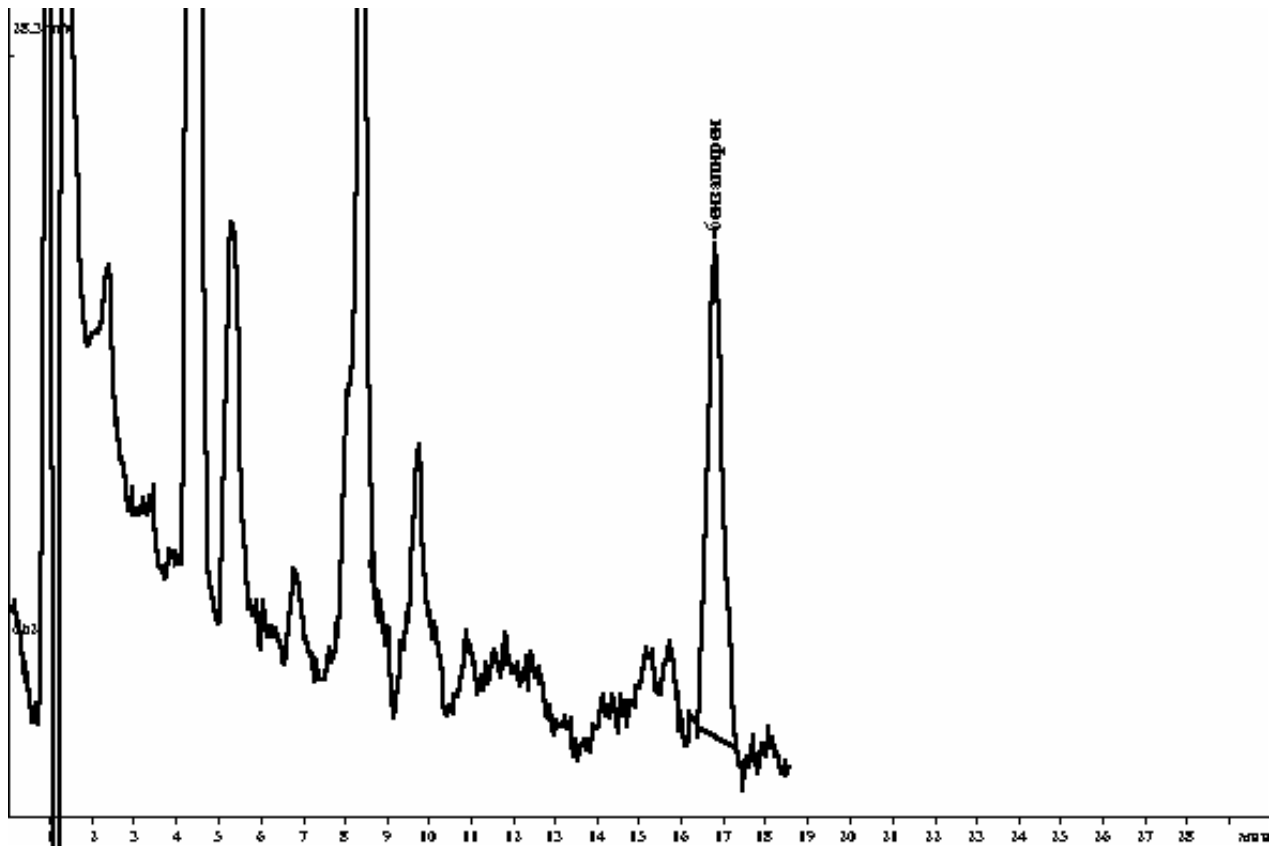


Рисунок 1. Хроматограмма пробы воды природной.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(обязательное)

ПРОВЕРКА ЧИСТОТЫ РЕАКТИВОВ И СПОСОБЫ ИХ ОЧИСТКИ.

Б.1 Проверку чистоты реактивов выполняют по результатам анализа холостой пробы. В качестве холостой пробы используют 600 см³ бидистиллированной воды. Подготовку концентрата пробы и хроматографирование выполняют в точном соответствии с 8.1-8.4 и 9 настоящей МВИ.

Если на хроматограмме холостой пробы идентифицируется пик бенз(а)пирена, находят и устраняют причины загрязнения (н-гексан, бидистиллированная вода, загрязнение петлевого дозатора, иглового порта петлевого дозатора, посуды)

Б.2 Проверку чистоты бидистиллированной воды применяемой при приготовлении растворов и анализе холостой пробы проводят по анализу холостой пробы без добавления дистиллированной воды

45 см³ изопропилового спирта пропускают через колонку для твердофазной экстракции, подготовленную по 8.2.1, выполняя операции по 8.2.2-8.4 и 9 настоящей МВИ

Если на хроматограмме холостой пробы не идентифицируется пик бенз(а)пирена, бидистиллированная вода признается пригодной для анализа.

Б.3 Проверка чистоты н-гексана.

В мерную пробирку вместимостью 10 см³ отбирают 5 см³ гексана и отдувают в токе инертного газа (или упаривают на ротационном испарителе) досуха. Затем в колбу вносят 1 см³ элюента, приготовленного в соответствии с 6.2.1 настоящей МВИ и тщательно перемешивают, обмывая стенки колбы. Полученный раствор хроматографируют, выполняя операции по 6.3.1-6.3.4. н-Гексан считается пригодным для проведения измерений, если на хроматограмме не идентифицируется пик бенз(а)пирена.

Б.4 Контроль чистоты петлевого дозатора.

В петлевой дозатор хроматографа вводят не менее 60 мкл элюента (при объёме петлевого дозатора 20 мкл), приготовленного по 6.2.1 и выполняют действия в соответствии с п.9 настоящей методики. На хроматограмме не должен идентифицироваться пик бенз(а)пирена. В противном случае петлевой дозатор промывают элюентом в положениях LOAD (ЗАГРУЗКА) и INJECT (ВВОД) до тех пор, пока анализ холостой пробы не покажет отсутствие бенз(а)пирена.

Схема установки для твердофазной экстракции бенз(а)пирена



СХЕМА ПОДГОТОВКИ ПРОБ

