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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 20295— 2023

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Определение содержания перхлората в почве методом ионной хроматографии

(ISO 20295:2018, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2023

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 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «Институт стандартизации») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 мая 2023 г. № 162-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 августа 2023 г. № 772-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 20295—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2024 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 20295:2018 «Качество почвы. Определение содержания перхлората в почве методом ионной хроматографии» («Soil quality — Determination of perchlorate in soil using ion chromatography», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Химические и физические характеристики» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 190 «Качество почвы» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектами патентных прав

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»

© ISO, 2018
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Мешающие влияния 2
6 Реактивы 2
7 Аппаратура 4
8 Проведение испытания 5
8.1 Предварительная обработка 5
8.2 Экстракция 5
8.3 Ионная хроматография 5
9 Контроль качества 6
9.1 Производительность разделительной колонки 6
9.2 Проверка правильности градуировочной функции 7
10 Расчет 7
11 Обработка результатов 7
12 Протокол испытания 7
Приложение А (справочное) Пример условий ионной хроматографии и выбор метода экстракции . . . 8
Приложение В (справочное) Результаты межлабораторных проверочных испытаний 10
Приложение С (справочное) Устранение растворенных сульфата, хлорида, гидрокарбоната, карбоната и металлов 14
Приложение D (справочное) Определение перхлората с помощью поточного устранения матрицы и применение анализа повторного ввода 17
Приложение Е (справочное) Определение перхлората с использованием устранения матрицы в потоке и концентрирования, применяя двухмерную ионную хроматографию (2D) . . 19
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 21
Библиография 22

Введение

Перхлорат, хотя и встречается в природе, чаще всего является искусственным анионом (ClO_4^-). Обычно он соединяется с NH_4^+, Na^+ и K^+ с образованием перхлората аммония, перхлората калия и перхлората натрия, соответственно. Известно, что более 90 % перхлората используется в военной промышленности. Учитывая отличные окислительные способности перхлората, его добавляют в топливо для реактивных двигателей, ракет и спутников. Можно предположить некоторые пути антропогенного воздействия перхлората на почву и грунтовые воды. Например, полное или неполное внутреннее сгорание сигнальной бомбы (содержащей 2 000 мкг перхлората) в зоне поражения цели или удара, избыток перхлората для полного сгорания в огневой точке, грандиозный фейерверк может быть причиной попадания перхлората в почву и грунтовые воды. В дополнение к этому, другим вариантом попадания является использование отходов. Поскольку перхлорат в ракете естественным образом со временем разрушается, его следует заменять новым. В прошлом для обработки испорченного перхлората применяли сжигание. При осуществлении процесса сжигания в открытом пространстве и оставлении золы на площадке без соблюдения мер предосторожности это могло стать важным источником загрязнения почвы и грунтовых вод. Перхлорат очень стабилен в воде и с трудом адсорбируется частицами почвы. С этой точки зрения поверхностные или грунтовые воды могли бы загрязняться более часто, чем почва, за счет поверхностных стоков или процесса выщелачивания. В то же время, перхлорат также может загрязнять почву и растительность. Такой тип загрязнения может повлиять на организмы более высокого уровня в пищевой цепочке. Загрязнение перхлоратом питьевой воды и пищевой цепочки потенциально может влиять на здоровье людей, поскольку препятствует усвоению йода щитовидной железой. Из-за такого рода вмешательства выработка гормонов щитовидной железы снижается, и это вызывает гипертиреоз. Например, допустимый уровень концентрации перхлората в питьевой воде в Корее составляет менее 15 мг/т. Некоторые штаты в США имеют рекомендательный уровень содержания перхлората в питьевой воде. Очень сложно найти страну, где регулируется содержание перхлората в почве, поскольку кажется, что в обычных районах загрязнение почвы перхлоратом достаточно редкое явление. В то же время перхлорат может быть одним из главных загрязнителей в районе цели или огневой точки в военной области, и потребуется контролировать концентрацию перхлората в почве, чтобы защитить растительность, поверхностные воды и грунтовые воды. Для этой цели разработан стандартный метод анализа перхлората в почве.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАЧЕСТВО ПОЧВЫ

Определение содержания перхлората в почве методом ионной хроматографии

Soil quality. Determination of perchlorate in soil using ion chromatography

Дата введения — 2024—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения перхлората в почве и почвенных смесях.

При условиях, установленных в настоящем стандарте, можно определить такую низкую концентрацию перхлората, как 0,1 мг/кг.

Рабочий диапазон ограничен ионообменной способностью разделительной колонки. Может потребоваться разбавление водных экстрактов до рабочего диапазона.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 8466-1, Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function (Качество воды. Калибровка и оценка аналитических методов и определение рабочих характеристик. Часть 1. Статистический метод оценки линейной калибровочной функции)

ISO 8466-2, Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 2: Calibration strategy for non-linear second-order calibration functions (Качество воды. Калибровка и оценка аналитических методов и определение рабочих характеристик. Часть 2. Методология калибрования для нелинейных калибровочных функций второго порядка)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте термины и определения отсутствуют.

ISO и IEC ведут терминологические базы данных для использования в области стандартизации по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ISO: доступна по http://www.iso.org/obp
- Электропедия IEC: доступна по http://www.electropedia.org/

4 Сущность метода

В качестве пробы для испытания используют пробу сухой просеянной почвы. Перхлорат экстрагируют дистиллированной или деионизированной водой из пробы почвы. Экстракцию ведут с помощью механического встряхивания и центрифугирования.

После фильтрования экстракта на мембранном фильтре с размером пор 0,45 мкм (например, ацетат-целлюлозный, гидрофильный полипропиленовый или полиэфирсульфоновый фильтр) фильтрат анализируют методом ионной хроматографии для определения перхлората.

Издание официальное

Если нельзя пренебречь неблагоприятным влиянием анионов, катионов или органических соединений, следует применить соответствующую предварительную обработку для устранения этого влияния. Селективное удаление с использованием картриджа является одним из часто используемых вариантов обработки.

Этот метод требует применения высокопроизводительных разделительных колонок, которые позволяют вводить объемы проб до 1 $см^3$.

Перхлорат выделяют методом ионной хроматографии IC с использованием кондуктометрического детектирования с подавлением фоновой электропроводности CD.

В качестве неподвижной фазы используют анионообменную смолу, а водный раствор солей слабых одноосновных и двухосновных кислот — в качестве элюента для изократического или градиентного элюирования (например, карбонат-, гидрокарбонат-, гидроксид-элюент и органические модификаторы, такие как ацетон, ацетонитрил).

Концентрацию перхлората определяют после калибровки общей процедуры согласно ISO 8466-1 или ISO 8466-2.

Необходимо проводить контрольные эксперименты для проверки достоверности градуировочной функции. Может потребоваться проведение параллельных определений. Применение метода добавления стандарта может потребоваться, если ожидаются мешающие влияния от матрицы.

Примечание — Результаты межлабораторного проверочного испытания приведены в приложении В.

5 Мешающие влияния

Определению может помешать любое вещество, имеющее время удерживания, совпадающее с перхлоратом, и дающее отклик детектора. Совместное элюирование можно устранить заменой колонок, за счет концентрации элюента (например, градиентное элюирование), модифицированием элюента органическими растворителями или посредством селективного удаления мешающих влияний путем предварительной обработки пробы.

В случае засоленности почвы мешающие влияния при определении перхлората может вызвать высокая концентрация ионов хлоридов, сульфатов и карбонатов в экстрактах почвы. Сообщалось, что введение 800 $мг/дм^3$ ионов хлорида, сульфата и карбоната (удельная электропроводность примерно 6 мСм/см) в стандартном растворе перхлората (0,025 $мг/дм^3$) дает 80 % восстановления перхлората (1). Кроме того, металлы типа железа или алюминия в экстрактах почвы могут отрицательно влиять на производительность ионного хроматографа за счет связывания со смолистым материалом в разделительной колонке или колонке подавителе (электропроводности). Такие мешающие влияния можно сократить путем разбавления пробы с помощью специальных катионообменников (например, в Na-форме, Ag-форме, Ba-форме, H-форме) или разделения с помощью передовых методов разделения потока или повторного впрыска (см. приложения C, D и E).

Пользователи метода, описанного в настоящем стандарте, должны проверить свою систему на значимую мешающую концентрацию анионов и катионов отдельно.

Если почва сельскохозяйственных угодий содержит фосфатное удобрение, то пирофосфат $P_2O_7^{4-}$ или триполифосфат $P_3O_{10}^{5-}$ могут элюировать совместно с перхлоратом в зависимости от условий ионной хроматографии (2). Такой тип мешающих влияний можно избежать, используя оптимизированный элюент.

Частицы глины (например, алюмосиликаты) или органические соединения (например, гуминовые кислоты) могут засорить колонку даже после центрифугирования и фильтрования. Для защиты аналитической разделительной колонки рекомендуется использовать предколонку.

6 Реактивы

Используют реактивы только аналитической чистоты и без веществ, содержащих перхлорат. Реактивы взвешивают с точностью ±1 % от номинальной массы, если нет иных указаний. Готовят альтернативные концентрации или объемы растворов в соответствии с 6.2—6.9, если необходимо. Альтернативно, используют имеющиеся в продаже растворы требуемой концентрации.

6.1 **Вода,** удельным сопротивлением ≥18,2 МОм см (25 °C).

6.2 **Перхлорат калия,** $KClO_4$.

6.3 **Гидрокарбонат натрия,** $NaHCO_3$.

6.4 **Хлорид натрия,** NaCl.

6.5 **Сульфат натрия,** Na_2SO_4.

6.6 **Нитрат натрия**, $NaNO_3$.

6.7 **Элюенты**.

6.7.1 Общие положения

Все используемые элюенты дегазируют. Предпринимают меры, чтобы избежать повторного захвата воздуха во время работы (например, посредством продувки гелием и дегазации на линии).

Выбор элюента (например, растворов гидроксида калия, гидрокарбоната натрия, карбоната натрия, гидроксида натрия; смешанных с органическими модификаторами, если необходимо) зависит от выбора колонки и детектора. Консультируются с поставщиком колонки. Применяют элюенты, приготовленные вручную, автоматическим или *in situ* электрохимическими способами. Выбранная комбинация разделительной колонки и элюента должна соответствовать требованиям к разрешению, установленным в разделе 9. Сроки использования элюентов должны соответствовать требованиям 8.3.3 и раздела 9.

Один пример приготовленного вручную элюента дан в 6.7.2. Дополнительно в 6.7.3 приведен другой пример подходящего элюента, приготовленного с помощью генерирующего устройства.

6.7.2 **Гидроксид натрия**, $\rho(NaOH)$[1] = 65 ммоль/дм^3.

Готовят раствор молярной концентрацией 65 ммоль/дм^3 NaOH, поместив 5,2 г 50 %-ного (по массе) водного раствора NaOH из средней емкости для реактива в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3, содержащую примерно 500 см^3 дегазированной воды. Доводят до метки дегазированной водой. Осторожно перемешивают этот раствор и дегазируют пропусканием аргона или гелия или диспергированием с помощью ультразвука под вакуумом в течение 10 мин. Для приготовления 50 %-ного (по массе) водного раствора NaOH берут навеску 50 г гидроксида натрия и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Растворяют водой (см. 6.1) и доводят до метки водой (см. 6.1). Чтобы избежать образования карбоната, колбу с 50 %-ным (по массе) водным раствором NaOH не встряхивают.

Примечание — Растворы гидроксида натрия иногда могут загрязняться карбонатом в результате адсорбции диоксида углерода из атмосферного воздуха. Такое загрязнение может привести к невоспроизводимым значениям времени удерживания перхлората, повышенной фоновой проводимости прибора и увеличенным помехам/дрейфу базовой линии.

6.7.3 **Гидроксид калия**, $\rho(KOH)$[2] = 65 ммоль/дм^3.

Если система ионной хроматографии оснащена генерирующим устройством для элюента KOH, генерируют 65 ммоль/дм^3 элюента KOH в соответствии с рекомендациями изготовителя.

В зависимости от свойств колонки состав элюента может быть разным. По инструкциям изготовителя проверяют, какой тип элюента подойдет для анализа перхлората.

6.8 Стандартные растворы

6.8.1 **Исходный стандартный раствор перхлората**, $\rho(ClO_4^-)$ = 1 000 мг/дм^3.

Перхлорат калия сушат в сушильном шкафу при 100 °C в течение 2 ч. Берут навеску (1,393 ± 0,001) г и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3. Растворяют добавлением воды (см. 6.1) и доводят до метки водой (см. 6.1). Хранят этот исходный стандартный раствор в холодильнике при температуре от 2 °C до 8 °C в полиэтиленовых или стеклянных бутылях. Этот исходный стандартный раствор устойчив в течение 12 месяцев.

Также можно использовать имеющийся в продаже сертифицированный стандартный раствор.

При приготовлении (исходного) стандартного раствора можно также использовать альтернативные соединения перхлората (например, перхлорат натрия, перхлорат аммония).

6.8.2 **Стандартный раствор перхлората I**, $\rho(ClO_4^-)$ = 100 мг/дм^3.

Добавляют 10 см^3 исходного стандартного раствора (см. 6.8.1) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой (см. 6.1). Хранят этот рабочий стандартный раствор в холодильнике при температуре от 2 °C до 8 °C в полиэтиленовых или стеклянных бутылях. Этот стандартный раствор устойчив в течение 6 месяцев.

В дополнение, рабочий стандартный раствор можно приготовить путем разбавления имеющегося в продаже сертифицированного исходного стандартного раствора водой (см. 6.1).

---

[1] Исправлено. Ошибка оригинала. Следует читать c(NaOH).

[2] Исправлено. Ошибка оригинала. Следует читать c(KOH).

6.8.3 **Стандартный раствор перхлората II**, $\rho(ClO_4^-)$ = 1 мг/дм^3.

Добавляют 1,0 см^3 стандартного раствора перхлората I (см. 6.8.2) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой (см. 6.1). Хранят этот рабочий стандартный раствор в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С в полиэтиленовых или стеклянных бутылях. Этот стандартный раствор устойчив в течение 3 месяцев.

6.8.4 **Градуировочный стандартный раствор перхлората.**

Готовят градуировочные стандартные растворы путем разбавления стандартного раствора перхлората I (см. 6.8.2) или стандартного раствора перхлората II (см. 6.8.3). Следует приготовить не менее пяти уровней концентрации, распределив их по ожидаемым диапазонам содержания перхлората максимально равномерно (например, 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 и 1 мг/дм^3).

6.8.5 **Раствор перхлората для проверки системы,** $\rho(ClO_4^-)$ = 0,5 мг/дм^3.

Добавляют 0,5 см^3 стандартного раствора перхлората I (см. 6.8.2) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой (см. 6.1). Этот раствор готовят в день использования.

6.8.6 **Исходный проверочный матричный раствор,** $\rho(HCO_3^-, Cl^-, SO_4^{2-}, NO_3^-)$ по 1 г/дм^3 каждого.

Помещают 3,44 г гидрокарбоната натрия (см. 6.3), 4,13 г хлорида натрия (см. 6.4), 3,72 г сульфата натрия (см. 6.5) и 3,42 г нитрата натрия (см. 6.6) в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Растворяют эти соединения примерно в 80 см^3 воды (см. 6.1) и доводят до метки водой (см. 6.1). Этот раствор устойчив в течение 1 года.

Разбавляют 4 см^3 этого раствора в 100 см^3 воды (см. 6.1), чтобы получить исходный раствор концентрацией 1 г/дм^3. Этот раствор стабилен в течение 6 месяцев.

6.8.7 **Исходные проверочные матричные растворы перхлората,** $\rho(ClO_4^-)$, 2 мг/дм^3.

В зависимости от выбранных условий внутри лаборатории (например, характеристик разделения), готовят проверочный раствор с добавлением соответствующей концентрации перхлората. Состав такого проверочного раствора должен максимально близко соответствовать фактическому состоянию проб. Например, чтобы приготовить пробы с концентрацией хлорида и сульфата вплоть до 50 мг/дм^3 каждого и предположительной концентрацией перхлората 2 мг/дм^3, следуют процедуре, описанной ниже.

Переносят пипеткой 5 см^3 исходного проверочного матричного раствора (см. 6.8.6) и 2 см^3 стандартного раствора перхлората I (см. 6.8.2) в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки водой (см. 6.1).

В этом растворе получаются следующие концентрации: 50 мг/дм^3 карбоната, хлорида, сульфата и нитрата, соответственно, и 2 мг/дм^3 перхлората. Готовят раствор в день использования.

6.9 **Холостой раствор**.

Наполняют мерную колбу (вместимостью, например, 100 см^3) водой (см. 6.1).

7 Аппаратура

7.1 **Горизонтальный механический встряхиватель (шейкер)**, поддерживающий частоту встряхиваний 100 циклов/мин и амплитуду встряхивания порядка 10 см.

7.2 **Центрифуга**, для использования со скоростью порядка 3 000 об/мин.

7.3 **Мембранные фильтры**, размер пор 0,45 мкм или меньше (например, фильтр из гидрофильного полипропилена или полиэфирсульфона).

7.4 **Картриджи**, в Ag-форме, Ba-форме, H-форме и Na-форме для селективного удаления ионов хлоридов, сульфатов, карбонатов и катионов (например, железа, алюминия).

7.5 **Аналитические весы,** способные производить точные измерения с точностью ±0,1 мг.

7.6 Система ионной хроматографии

7.6.1 **Резервуар для элюента**, оснащенный устройством для дегазации.

7.6.2 **Насосная система**, обеспечивающая точную скорость потока и отсутствие пульсаций и подходящая для изократической или градиентной техники элюирования.

7.6.3 **Кран-дозатор**, для воспроизводимого ввода проб в линию потока высокого давления, оснащенный пробоотборной петлей, которая позволяет вводить пробы объемом до 1 см^3.

7.6.4 **Разделительная колонка**, с установленной производительностью разделения (см. 9.1).

7.6.5 **Предколонка**, обеспечивающая защиту аналитической разделительной колонки (от загрязнения).

Примечание — В общем случае, предколонки содержат такие же или схожие смолы, как и аналитическая разделительная колонка, или нефункционализированную смолу.

7.6.6 **Детектор электропроводности,** кондуктометрическое детектирование с подавлением фоновой электропроводности, с температурным контролем и чувствительностью к устройству подавления.

7.6.7 **Записывающее устройство**.

8 Проведение испытания

8.1 Предварительная обработка

Общая предварительная обработка включает сушку и просеивание. Влажную полевую пробу сушат на воздухе или в сушильном шкафу. В случае сушки на воздухе распределяют пробу почвы на лотке слоем толщиной не более 5 см. Лоток не должен абсорбировать влагу из почвы. Кроме того, следует избегать воздействия прямых солнечных лучей. При сушке в сушильном шкафу температура не должна превышать 40 °С, и шкаф должен быть оснащен вентиляционным устройством.

Высушенную пробу пропускают через сито с размером отверстий 2 мм и используют потом в качестве пробы для анализа.

Другие детали предварительной обработки см. в ISO 11464.

8.2 Экстракция

Берут навеску (10 ± 0,1) г высушенной и просеянной пробы почвы и помещают в центрифужную пробирку вместимостью 50 $см^3$. Добавляют 30 $см^3$ деионизированной воды. Встряхивают с помощью механического встряхивателя (см. 7.1) в течение 1 ч при скорости 100 циклов/мин. После встряхивания центрифугируют смесь при 3 000 об/мин в течение 1 ч (см. приложение А). Фильтруют надосадочную жидкость через мембранный фильтр диаметром 25 мм и с порами 0,45 мкм с помощью шприца (например, фильтр из гидрофильного полипропилена или полиэфирсульфона). На данном этапе отбрасывают первую порцию фильтрата (например, примерно 0,3 $см^3$) и фильтруют остаток непосредственно в чистую пластиковую виалу. Фильтрат используют для определения методом ионной хроматографии. При необходимости применяют картриджи (см. 7.4) для удаления анионных и катионных мешающих влияний в фильтрате согласно инструкциям изготовителя.

Для верификации этапа фильтрования анализируют 30 $см^3$ стандартного раствора перхлората концентрацией 0,01 мг/$дм^3$, пропущенного через фильтр таким образом, как описано в 8.2. Восстановление 0,01 мг/$дм^3$ стандарта перхлората должно быть от 80 % до 120 %.

8.3 Ионная хроматография

8.3.1 Общие положения

Устанавливают систему ионной хроматографии (см. 7.6) по инструкциям изготовителя. Пропускают элюент и подтверждают стабильность базовой линии.

Градуировку выполняют в соответствии с 8.3.2. Измеряют пробы и холостой раствор (см. 6.9) в соответствии с 8.3.3. Пример условий ионной хроматографии см. в приложении А.

8.3.2 Градуировка

Вводят градуировочные стандартные растворы (см. 6.8.4). Измеренный сигнал (площадь или высота пика) пропорционален концентрации иона перхлората.

При первом включении аналитической системы и затем через определенные интервалы устанавливают градуировочную функцию (см. ISO 8466-1 или ISO 8466-2) для измерения следующим образом. Это обычно выполняется программным обеспечением прибора.

Используют полученные данные (площадь или высота пика) для расчета линии регрессии по ISO 8466-1 или ISO 8466-2.

Далее проверяют установленную градуировочную функцию (см. 9.2) на достоверность.

Примечание — Обычно метод градуировки не ограничивается стратегией градуировки, охватывающей только отдельную декаду концентраций по ISO 8466-1 или ISO 8466-2. При градуировке по более широкому диапазону, чем одна декада концентраций, может произойти потеря точности по сравнению с точностью по ISO 8466-1 или ISO 8466-2.

8.3.3 Измерение перхлората

Идентифицируют пик перхлората путем сравнения времени его удерживания с временем удерживания для градуировочного стандартного раствора. Отклонение времени удерживания не должно пре-

вышать 10 % в пределах серии. Применение предколонки рекомендуется для защиты аналитической разделительной колонки.

Если концентрация перхлората в пробе превышает диапазон градуировки, разбавляют пробу и повторяют анализ.

В том случае, если концентрация перхлората в пробе выходит на пределы диапазона градуировки, при необходимости создают новую градуировочную функцию для более низкого рабочего диапазона.

Если ожидаются мешающие влияния со стороны матрицы, влияющие на время удерживания перхлората, проверяют пригодность системы, используя метод добавления стандарта, чтобы подтвердить результаты (проверяют пики путем сравнения времени удерживания пробы с добавлением стандарта по сравнению с исходной пробой).

Разрешение пиков *R* между рассматриваемым анионом и ближайшим к нему пиком следует проверять согласно разделу 9.

Измеряют холостой раствор (см. 6.9) аналогичным образом.

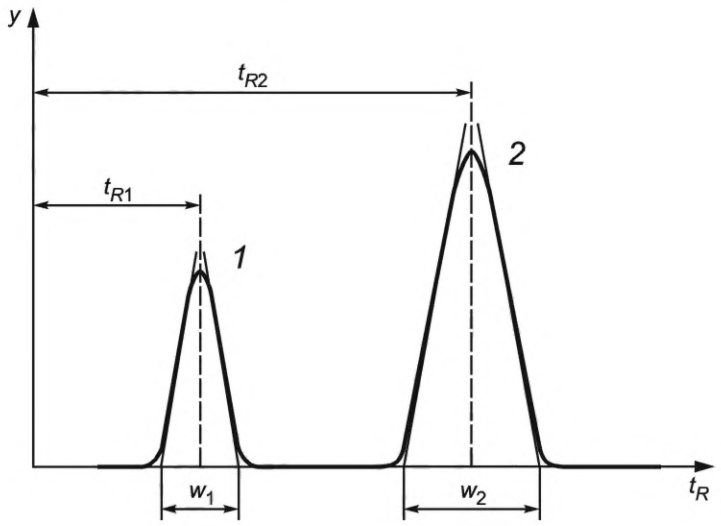
9 Контроль качества

9.1 Производительность разделительной колонки

На хроматограммах проб и стандартных растворов разрешение пиков *R* между рассматриваемым анионом и ближайшим к нему пиком не должно опускаться ниже 1,3 [см. формулу (1) и рисунок 1]. Условия разделения должны быть такими, чтобы возможные мешающие анионы не мешали определению рассматриваемого аниона.

Если *R* не выполняет критерий ≥1,3 или перхлорат элюирует как наложенный пик (см. рисунок С.1), заменяют колонки и изменяют концентрацию элюента (например, градиентное элюирование), модифицируют элюент органическими растворителями, избирательно устраняют мешающие влияния в процессе предварительной обработки проб (см. приложение С), применяют технику колонки предварительного разделения или повторного ввода пробы (см. приложение D или приложение Е), определяют восстановление или применяют добавление стандарта.

Все использованные материалы не должны добавлять положительную или отрицательную систематическую погрешность в результирующее содержание перхлората.



w_1 — ширина пика 1; w_2 — ширина пика 2; t_R — время удерживания, с;
y — сигнал; *1* — пик 1; *2* — пик 2

Рисунок 1 — Графическое представление параметров для вычисления разрешения пиков *R*

Примечание — В пределах области применения настоящего стандарта вычисление разрешения *R* подходит как для градиентного, так и для изократического элюирования.

Вычисляют разрешение пиков для пары пиков 2,1, $R_{2,1}$, по формуле

$$R_{2,1} = \frac{2 \cdot (t_{R2} - t_{R1})}{w_2 + w_1}, \quad (1)$$

где t_{R2} — время удерживания, с, второго пика;
t_{R1} — время удерживания, с, первого пика;
w_2 — ширина пика, с, на оси времени второго пика;
w_1 — ширина пика, с, на оси времени первого пика.

Примечание — w_1, w_2 — ширина основания построенного равнобедренного треугольника над каждым гауссовым пиком.

9.2 Проверка правильности градуировочной функции

Чтобы проверить непрерывность действия градуировочной функции, измеряют независимые стандартные растворы с различным содержанием перхлората в нижней и верхней трети рабочего диапазона. Проверяют после установки прибора и, по крайней мере, после каждой серии измерений проб, но в любом случае после проведения 20 измерений. Восстановление должно быть в пределах от 85 % до 115 % от номинального значения. Если это условие не выполняется, следует создать новую градуировочную функцию.

10 Расчет

Вычисляют массовую концентрацию перхлората в пробе почвы по формуле

$$c_{is} = c_i \cdot V_T \cdot \frac{100}{m_f \cdot w_{dm}} \cdot f_{dil}, \quad (2)$$

где c_{is} — массовая концентрация перхлората в пробе почвы, мг/кг;
c_i — массовая концентрация перхлората в водном экстракте, мг/дм^3;
V_T — общий объем воды для экстракции, л;
m_f — масса почвы, использованной для экстракции, кг;
w_{dm} — содержание сухого вещества в пробе почвы, % по массе;
f_{dil} — коэффициент разбавления водного экстракта.

11 Обработка результатов

Результаты должны быть записаны с точностью до двух значащих цифр [например, перхлорат (ClO_4^-) 55 мг/кг, перхлорат (ClO_4^-) 700 мг/кг].

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать, по крайней мере, следующую информацию:

a) использованный метод испытания, наряду со ссылкой на данный документ, т. е. ISO 20295:2018;

b) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

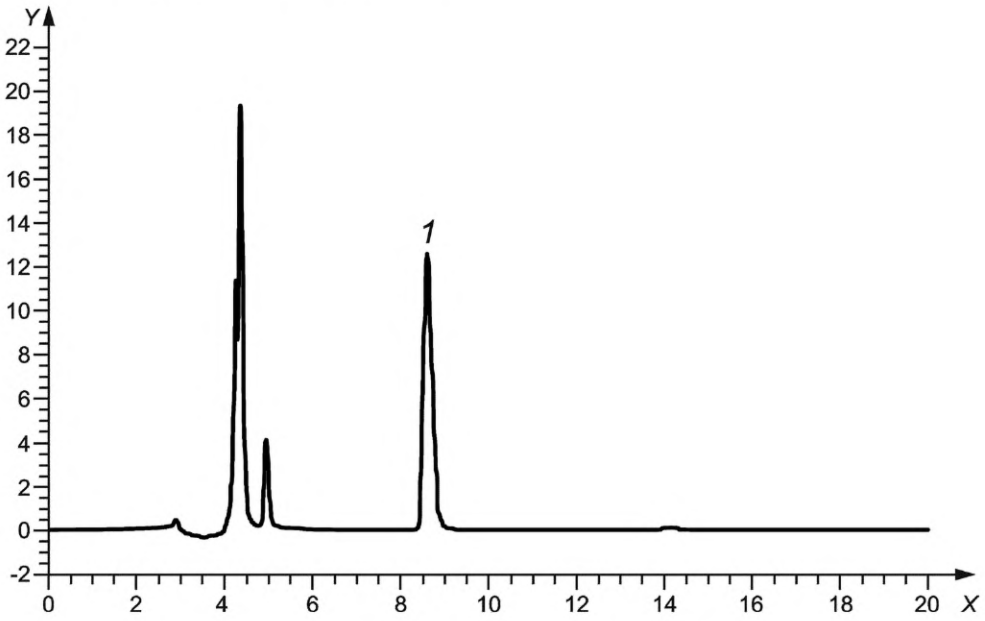
c) результаты определения согласно разделу 10;

d) все детали, неустановленные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными, а также все иные факторы, которые могли повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)

Пример условий ионной хроматографии и выбор метода экстракции

А.1 Пример условий ионной хроматографии



X — время удерживания, мин; *Y* — электропроводность, мкСм · см$^{-1}$; *1* — (ClO_4^-) (8,633 мин)

Рисунок А.1 — Пример условий ионной хроматографии

Условия для хроматографии показаны на рисунке А.1.

Колонка:	анионообменник
Элюент:	65 ммоль/дм^3 KOH
Температура:	30 °C
Скорость потока:	1,0 см^3/мин
Вводимый объем:	1 000 мкл
Детектор:	подавление электропроводности
Подготовка пробы:	фильтрованный экстракт
Пики:	перхлорат 400 мкг/дм^3

А.2 Результат эксперимента для выбора соотношения при экстракции (соотношение почва—вода)

Эксперимент проводили для выбора соотношения при экстракции (почва—вода). Была использована проба с добавлением матрицы (номинальная концентрация 2 мг/кг). Условия ионной хроматографии были такими же, как показаны в А.1. При рассмотрении прецизионности и точности наилучшие результаты показало соотношение почва—вода (1:2). В то же время с учетом практического аспекта отбирания надосадочной жидкости из смеси почвы с водой, в данном документе было выполнено соотношение почва—вода (1:3). Результаты представлены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Экспериментальные данные для выбора метода экстракции (соотношение почва—вода)

Соотношение при экстракции (почва—вода)		1:2	1:3	1:5
Параллельные опыты	D1	2,00	1,82	1,34
	D2	2,02	1,78	1,45
	D3	2,00	1,80	1,45
	D4	2,00	1,81	1,41

Окончание таблицы А.1

Соотношение при экстракции (почва—вода)	1:2	1:3	1:5
Среднее, мг/кг	2,00	1,80	1,41
Стандартное отклонение, мг/кг	0,00	0,01	0,01
Номинальная концентрация, мг/кг	2	2	2
Прецизионность, %	0,43	0,82	3,18
Точность, %	100,25	90,13	70,63

А.3 Экспериментальные данные для выбора метода экстракции, приборы и время

Эксперимент проводили для выбора методов экстракции. Была использована проба с добавлением матрицы (номинальная концентрация 2 мг/кг). Условия ионной хроматографии использовали такие же, как в А.1. По сравнению с другими методами, хорошие результаты с точки зрения прецизионности и точности показал метод, в котором используется 1 ч механического встряхивания и 1 ч центрифугирования. Результаты представлены в таблице А.2.

Таблица А.2 — Экспериментальные данные для выбора метода экстракции, приборы и время

Методы экстракции		Центрифугирование (1 ч при 3 000 об/мин)	Механический встряхиватель (5 ч при 100 циклов/мин)	Обработка ультразвуком (1 ч)	Механический встряхиватель (1 ч при 100 циклов/мин) и центрифугирование (1 ч при 3 000 об/мин)
Параллельные опыты	D1	1,74	1,69	1,39	1,84
	D2	1,76	1,68	1,40	1,98
	D3	1,70	1,72	1,38	2,02
	D4	1,68	1,70	1,35	2,20
Среднее, мг/кг		1,72	1,70	1,38	2,01
Стандартное отклонение, мг/кг		0,03	0,01	0,02	0,13
Номинальная концентрация, мг/кг		2	2	2	2
Прецизионность, %		1,84	0,87	1,36	0,15
Точность, %		86,00	85,00	69,00	100,31

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторных проверочных испытаний

Национальный центр измерительных средств для измерений в области окружающей среды [National Instrumentation Center for Environmental Management (NICEM)] Сеульского национального университета организовал межлабораторное проверочное испытание по ISO 20295.

Испытуемые материалы (матрицы) были отобраны в местах, не содержащих перхлорат, и измельчены до размера частиц менее 150 мкм. Каждая проба была подготовлена добавлением стандартного раствора перхлората ClO_4^-, чтобы испытать материалы при определенной концентрации перхлората. Пробы гомогенизировали с помощью V-смесителя в течение достаточного времени.

В испытании приняло участие 10 лабораторий из 6 стран (см. таблицу В.1). Все участники получили по 3 пробы (1 склянка с известной пробой и 2 склянки с неизвестными пробами). В каждую пробу в склянки из коричневого стекла было добавлено 50 г почвы (размер частиц < 150 мкм) (см. таблицу В.2).

Для неизвестных проб участники выполнили по три параллельных анализа на каждой пробе. В таблицах В.3, В.4, В.5 и на рисунках В.1 и В.2 показаны результаты межлабораторного проверочного испытания. Оценку полученных данных выполняли по ISO 5725-2.

Коэффициент вариации повторяемости $C_{V,r}$ для всех проб был меньше 4 %, а коэффициент вариации воспроизводимости $C_{V,R}$ для всех проб был меньше 7 % (см. таблицу В.5). Таким образом, когда считалось, что данное испытание было проведено на пробе почвы, повторяемость (сходимость) и воспроизводимость результатов анализа были вполне приемлемыми.

Таблица В.1 — Перечень участников межлабораторного проверочного испытания

Страна	Учреждение
Чешская Республика	Central Institute for Supervising and Testing in Agriculture (UKZUZ)
Франция	The French Geological Survey (BRGM)
Франция	Institute National de Recherche Agronomique (INRA)
Германия	Fraunhofer Institute for Molecular Biology and Applied Ecology (IME)
Япония	Railway Technical Research Institute, Japan Railways
США	Thermo Fisher Scientific
Корея	National Institute of Environmental Research (NIER)
Корея	Seoul National University (NICEM, Chromatography laboratory)
Корея	Seoul National University (NICEM, Chromatography laboratory)
Корея	Gachon University (Dept. of Civil and Environment engineering)

Таблица В.2 — Перечень проб, распределенных между участниками

Тип	Наименование пробы	Число проб	Масса
Известная проба[a]	NICE·RM-Standard 01	1 склянка	Примерно 50 г
Неизвестная проба	NICE·RM-Standard 02	1 склянка	Примерно 50 г
	NICE·RM-Standard 03	1 склянка	Примерно 50 г
[a] Концентрация: (2,61 ± 0,24) мг/кг сухой массы.			

Таблица B.3 — Сводка результатов испытаний для пробы NICE·RM-Standard 02

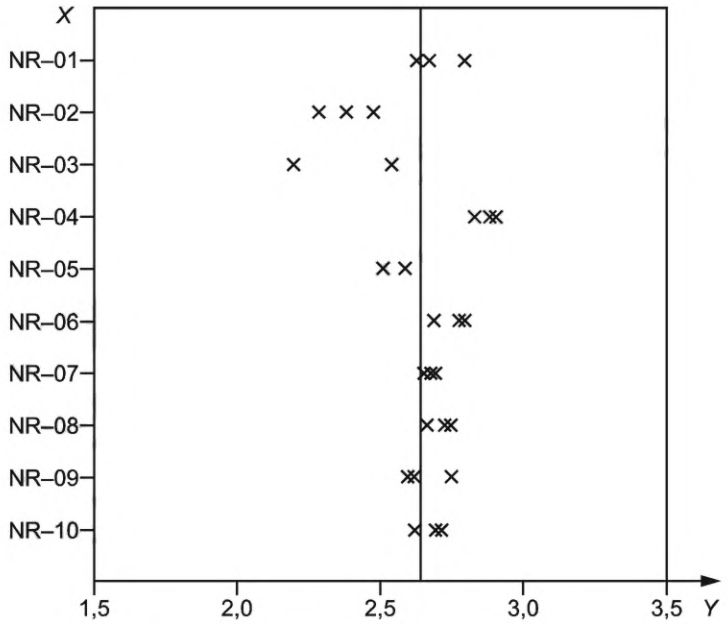
мг/кг сухой массы

Код лаборатории	Параллельное определение			Среднее	Стандартное отклонение	Относительное стандартное отклонение, %
	1	2	3			
NR-01	2,634	2,798	2,673	2,70	0,09	3,17
NR-02	2,380	2,288	2,477	2,38	0,09	3,97
NR-03	2,541	2,546	2,198	2,43	0,20	8,22
NR-04	2,838	2,907	2,886	2,88	0,04	1,23
NR-05	2,589	2,508	2,511	2,54	0,05	1,81
NR-06	2,800	2,780	2,690	2,76	0,06	2,13
NR-07	2,680	2,688	2,659	2,68	0,01	0,56
NR-08	2,669	2,749	2,725	2,71	0,04	1,51
NR-09	2,752	2,619	2,599	2,66	0,08	3,13
NR-10	2,719	2,696	2,629	2,68	0,05	1,74

Таблица B.4 — Сводка результатов испытаний для пробы (NICE·RM-Standard 03)

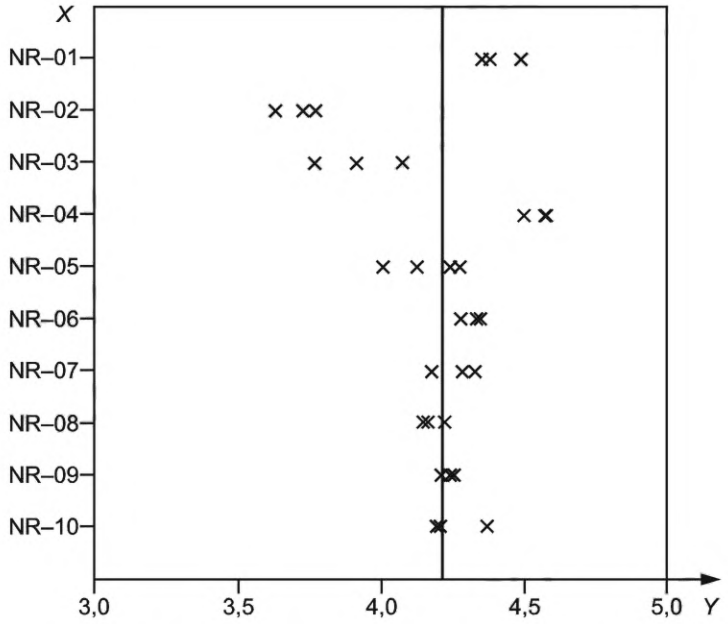
мг/кг сухой массы

Код лаборатории	Параллельное определение			Среднее	Стандартное отклонение	Относительное стандартное отклонение, %
	1	2	3			
NR-01	4,491	4,360	4,384	4,41	0,07	1,58
NR-02	3,634	3,765	3,729	3,71	0,07	1,82
NR-03	4,075	3,914	3,767	3,92	0,15	3,93
NR-04	4,503	4,581	4,575	4,55	0,04	0,95
NR-05	4,245	4,125	4,275	4,22	0,08	1,88
NR-06	4,280	4,340	4,330	4,32	0,03	0,74
NR-07	4,176	4,287	4,330	4,26	0,08	1,86
NR-08	4,163	4,150	4,223	4,18	0,04	0,93
NR-09	4,210	4,247	4,241	4,23	0,02	0,47
NR-10	4,374	4,211	4,202	4,26	0,10	2,27



X — код лаборатории; *Y* — концентрация, мг/кг, на сухую массу

Рисунок В.1 — График разброса результатов испытаний (NICE·RM-Standard 02)



X — код лаборатории; *Y* — концентрация, мг/кг, на сухую массу

Рисунок В.2 — График разброса результатов испытаний (NICE·RM-Standard 03)

Таблица В.5 — Оценка результатов испытаний для обеих проб

Наименование пробы	l	n	n_A	$\overset{o}{\%}$	$\overline{\overline{x}}$	s_R	$C_{V,R}$	s_r	$C_{V,r}$
NICE·RM-Standard 02	9	27	3	10,0	2,64	0,17	6,30	0,09	3,25
NICE·RM-Standard 03	10	30	0	—	4,21	0,25	5,87	0,08	1,84
Обозначение									
l	число лабораторий после исключения выбросов								

Окончание таблицы В.5

Наименование пробы	l	n	n_A	o %	$\bar{\bar{x}}$	s_R	$C_{V,R}$	s_r	$C_{V,r}$

n	число отдельных результатов испытаний после исключения выбросов
n_A	число выбросов
o	процент выбросов, %
$\bar{\bar{x}}$	общее среднее результатов (без выбросов), мг/кг сухой массы
s_R	стандартное отклонение воспроизводимости, мг/кг сухой массы
$C_{V,R}$	коэффициент вариации воспроизводимости, %
s_r	стандартное отклонение повторяемости, мг/кг сухой массы
$C_{V,r}$	коэффициент вариации повторяемости, %

Приложение С
(справочное)

Устранение растворенных сульфата, хлорида, гидрокарбоната, карбоната и металлов

Данная модификация применима к пробам с высоким содержанием растворенных солей (например, хлоридов, сульфатов, карбонатов), мешающих определению перхлората, с использованием катионообменных картриджей (SPE-картриджей). При использовании ионообменных картриджей необходимо учитывать следующее.

Выполняют следующие этапы элюирования при постоянной скорости потока от 1,0 $см^3$/мин до 2,0 $см^3$/мин. При необходимости продувают пробу инертным газом (например, азотом или гелием) для удаления диоксида углерода (образовавшегося из карбонатов и гидрокарбонатов). Картриджи можно использовать с различными пробами, при условии, что хроматографическое разрешение R между пиками перхлората и ближайшим к нему пиком остается не ниже R = 1,3.

Ионы Ba соответствующей смолы необходимо мобилизовать для реакции осаждения сульфатом. Это может произойти либо с ионами кальция, присутствующими в пробе, либо, в случае проб с низким содержанием кальция, с раствором хлорида кальция (приблизительно 10 $г/дм^3$), добавленного в пробу перед SPE-обработкой. Используют соль хлорида с замещающим катионом кальция, поскольку противоион иона хлорида может быть захвачен на Ag-форме смолы. Пока хроматографическое разрешение не опускается ниже R = 1,3, раствор хлорида кальция добавлять не требуется.

Готовят картриджи для подготовки проб (каждый из которых содержит смолу в Ba-форме, в Ag-форме или в H-форме, или картридж, содержащий все три смолы в одном корпусе) согласно рекомендациям изготовителя.

Соединяют отдельные картриджи в последовательности Ba, Ag, H (см. рисунок С.1) и промывают водой перед использованием в соответствии с рекомендациями изготовителя.

Если необходимо, в пробу добавляют раствор кальция подходящей концентрации. Например, регулируют концентрацию до 100 $мг/дм^3$ Ca^{2+}, разбавляя 1 $см^3$ раствора хлорида кальция (приблизительно 10 $г/дм^3$) в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводя до объема пробой.

Примечание — Концентрация иона Ca^{2+} ниже 100 $мг/дм^3$ может привести к неполному устранению ионов сульфатов. Если разрешение R падает ниже 1,3, необходимо проверить содержание Ca^{2+} в пробе, прежде чем добавлять дополнительное количество хлорида кальция в пробу.

Пробу с добавкой вводят в последовательность картриджей со скоростью менее 2 $см^3$/мин. Следуют рекомендациям изготовителя, например, отбрасывают первые 3 $см^3$ фильтрата для картриджа на 1,0 $см^3$ или 6 $см^3$ фильтрата для картриджа на 2,5 $см^3$.

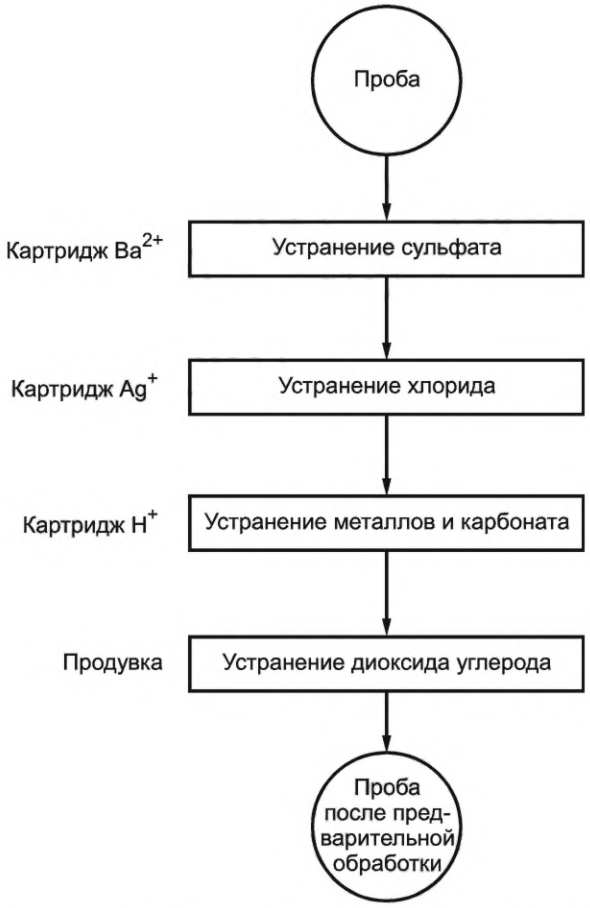
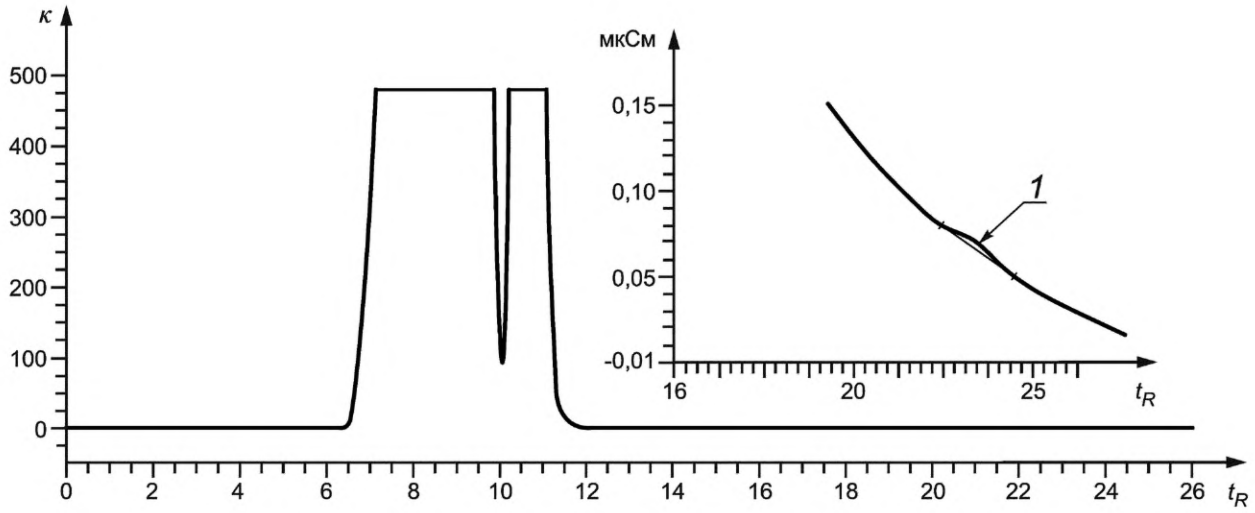


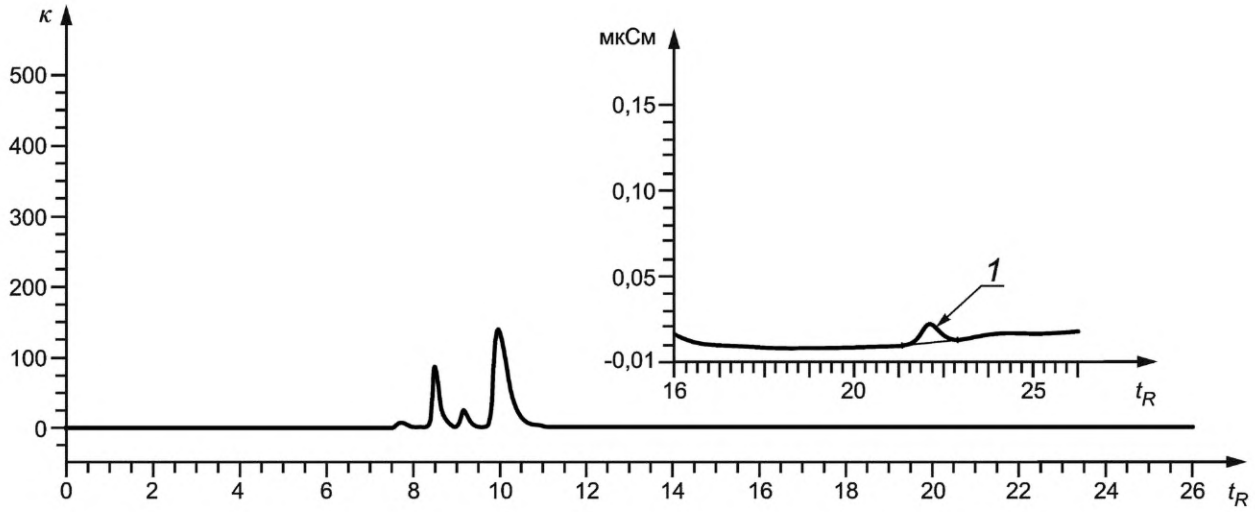
Рисунок С.1 — Этапы предварительной обработки проб

Рисунок С.2 дает пример устранения мешающих влияний, исходящих от анионов.
Условия ионной хроматографии показаны на рисунке С.2.

Проба:	речная вода с добавлением 3 мкг/дм^3 ClO_4^- (матрица: 660 мг/дм^3 хлорида, 260 мг/дм^3 сульфата, 14 мг/дм^3 нитрата)
Колонка:	ионообменная, формат 2 мм × 250 мм
Элюент:	35 ммоль/дм^3 KOH
Объем введенной пробы:	750 мкл
Скорость потока элюента:	0,25 см^3/мин
Детектор:	подавление электропроводности, кондуктометрический детектор CD
Температура печи колонки:	30 °C



a) Проба со следовыми примесями без предварительной обработки



b) Проба со следовыми примесями после предварительной обработки

1 — перхлорат; t_R — время удерживания, мин; к — электропроводность, мкСм · $см^{-1}$

Рисунок С.2 — Пример хроматограммы для необработанной и обработанной пробы

Приложение D
(справочное)

Определение перхлората с помощью поточного устранения матрицы и применение анализа повторного ввода

Данная модификация применима к пробам с высоким содержанием растворенных солей (например, хлоридов, сульфатов, карбонатов), мешающих определению перхлората. Данная модификация использует поточную технику для снижения концентрации растворенных солей в матрице пробы и сбора перхлората в колонке-концентраторе или в петле (рисунок D.1).

Снижение концентрации растворенных солей можно получить, используя этап поточного устранения матрицы после разделения перхлората с другими основными ионами на разделительной колонке.

Устранение матрицы достигается отклонением потока подавленного элюента, содержащего перхлорат, в концентратор или петлю. Объем, содержащий ионы матрицы, направляется в отходы.

Отклоненную часть элюента из концентратора или петли пропускают через ту же самую разделительную колонку, где перхлорат отделяется от оставшихся анионов и обнаруживается по подавленной электропроводности.

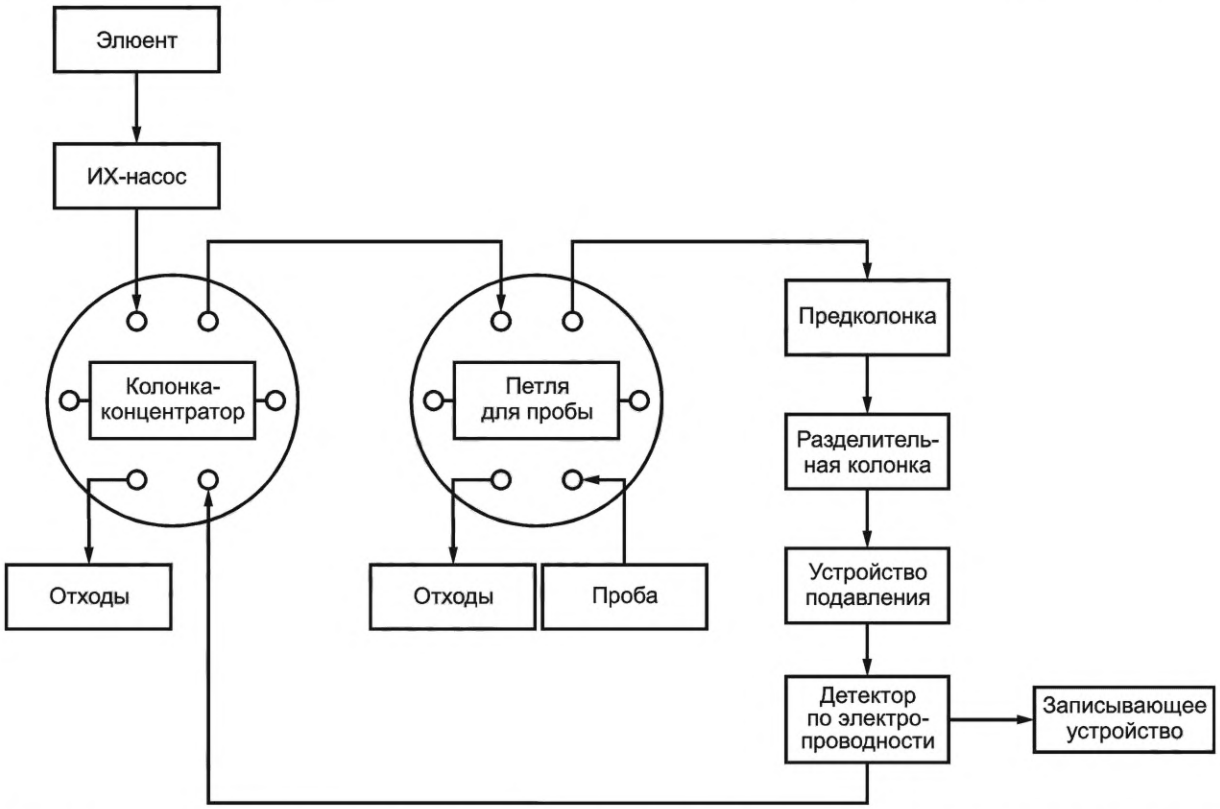
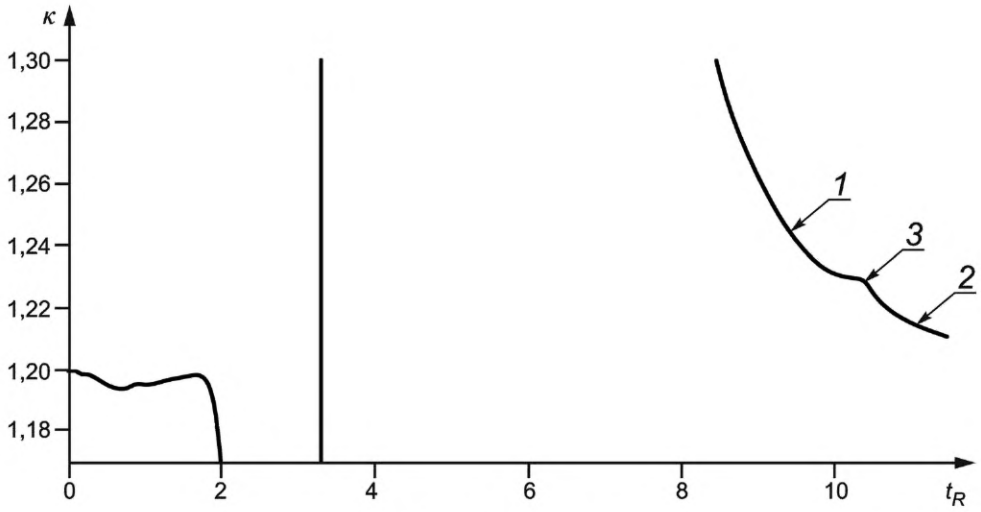


Рисунок D.1 — Схематическое представление системы ионной хроматографии, включая систему устранения матрицы в потоке и применение анализа повторного ввода

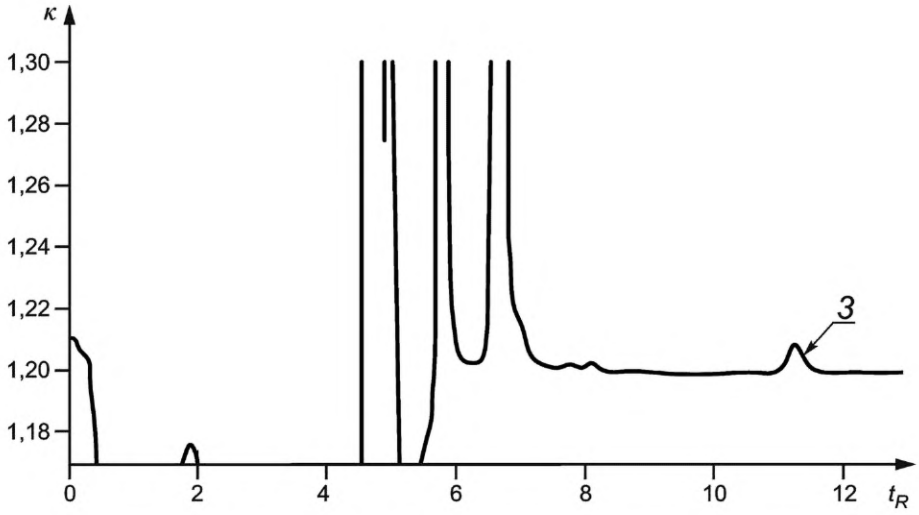
На рисунке D.2 показан пример разделения перхлората после устранения матрицы.

Условия получения хроматограмм показаны на рисунке D.2.

Проба:	искусственная грунтовая вода (матрица = 100 мг/дм^3 хлорида, гидрокарбоната, нитрата, сульфата) с добавлением 2 мкг/дм^3 перхлората
Колонка:	ионообменная
Элюент:	10 ммоль/дм^3 Na_2CO_3
Объем введенной пробы:	1 000 мкл
Скорость потока элюента:	0,8 см^3/мин
Детектор:	CD
Температура печи колонки:	60 °C



a) Первый ввод пробы



b) Второй ввод пробы

t_R — время удерживания, мин; к — электропроводность, мкСм · $см^{-1}$; *1* — начало временного интервала повторного ввода; *2* — конец временного интервала повторного ввода; *3* — перхлорат

Рисунок D.2 — Пример хроматограммы пробы искусственной грунтовой воды с использованием устранения матрицы перхлората в потоке и применение анализа повторного ввода

Важно определить моменты начала и окончания временного интервала повторного ввода пробы для первичной колонки, чтобы обеспечить наилучшее возможное восстановление перхлората. Все этапы процедуры выполняют в соответствии с инструкциями изготовителя.

Приложение Е
(справочное)

Определение перхлората с использованием устранения матрицы в потоке и концентрирования, применяя двухмерную ионную хроматографию (2D)

В данном приложении установлено определение перхлората с использованием устранения матрицы в потоке и этапа концентрирования пробы, двух элюентов различной силы и двух разделительных колонок различной селективности и формата (см. рисунок Е.1).

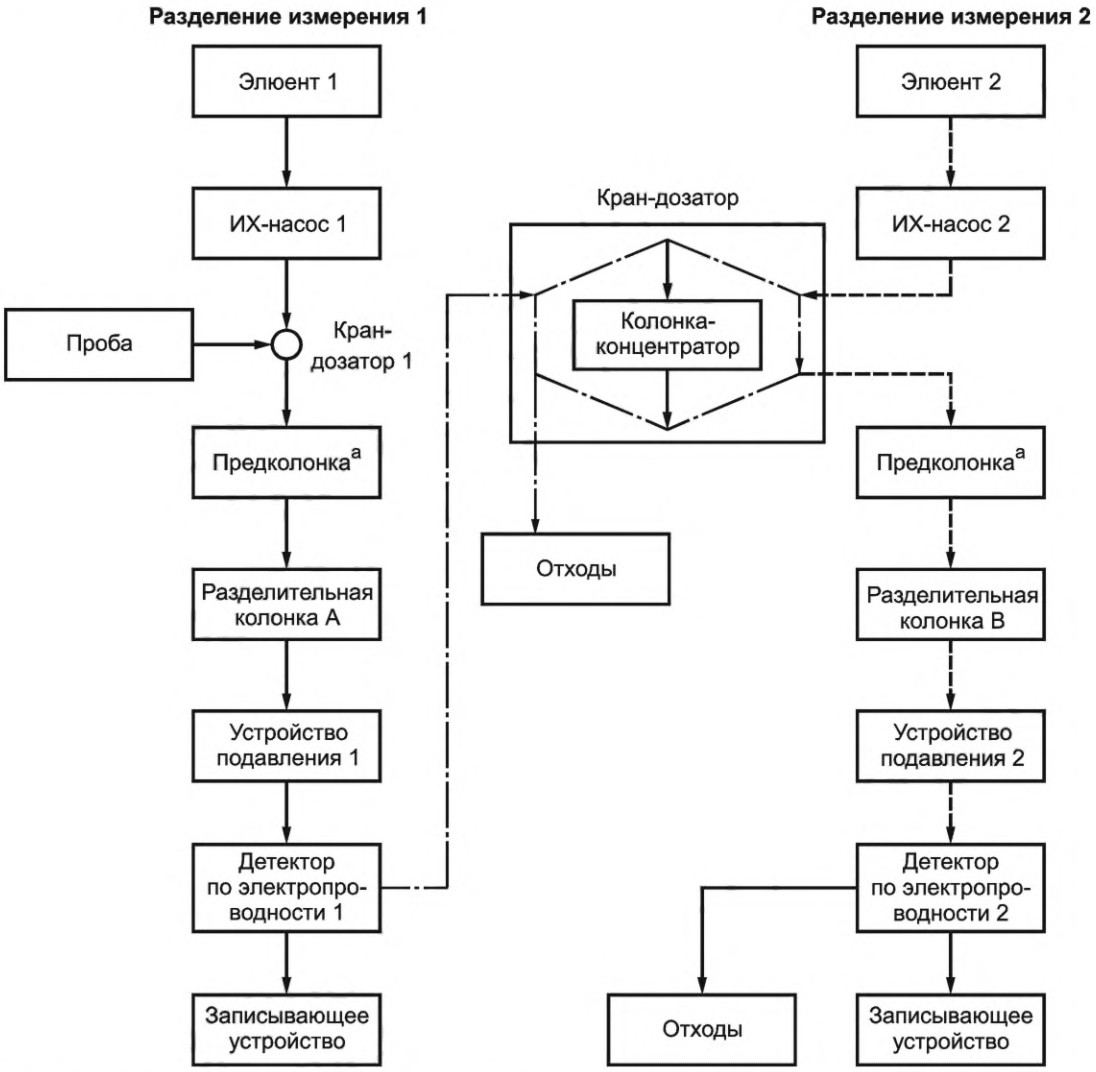
Такая модификация применима к пробам с большим содержанием растворенных солей (например, ионов хлоридов, сульфатов, карбонатов), мешающих определению перхлората.

Данная модификация использует методы в потоке, чтобы снизить концентрации растворенных солей в матрице пробы, и собирает перхлорат в поточном концентрирующем устройстве (например, в колонке) или в петле, используя две разделительные колонки идентичной или разной селективности (для выделения веществ, соответствующих части хроматографического пика).

Снижение концентраций растворенных солей можно получить, используя этап поточного устранения матрицы после отделения ионов перхлората от основных ионов на разделительной колонке.

Устранение матрицы достигается отведением объема подавленного элюента, содержащего перхлорат, в концентратор или петлю. Объем, содержащий ионы матрицы, направляют в отходы.

Отведенная часть элюента переносится из колонки-концентратора или петли на вторую разделительную колонку, где перхлорат отделяют от оставшихся анионов и детектируют по подавленной электропроводности. Этап концентрирования осуществляется с помощью второй колонки меньшего внутреннего диаметра, по сравнению с первой колонкой.



——— — отделение матрицы от аналитов; —·— — концентрирование перхлората после разделения в измерении; – – – – — отделение перхлората в измерении 2; [a] — дополнительно

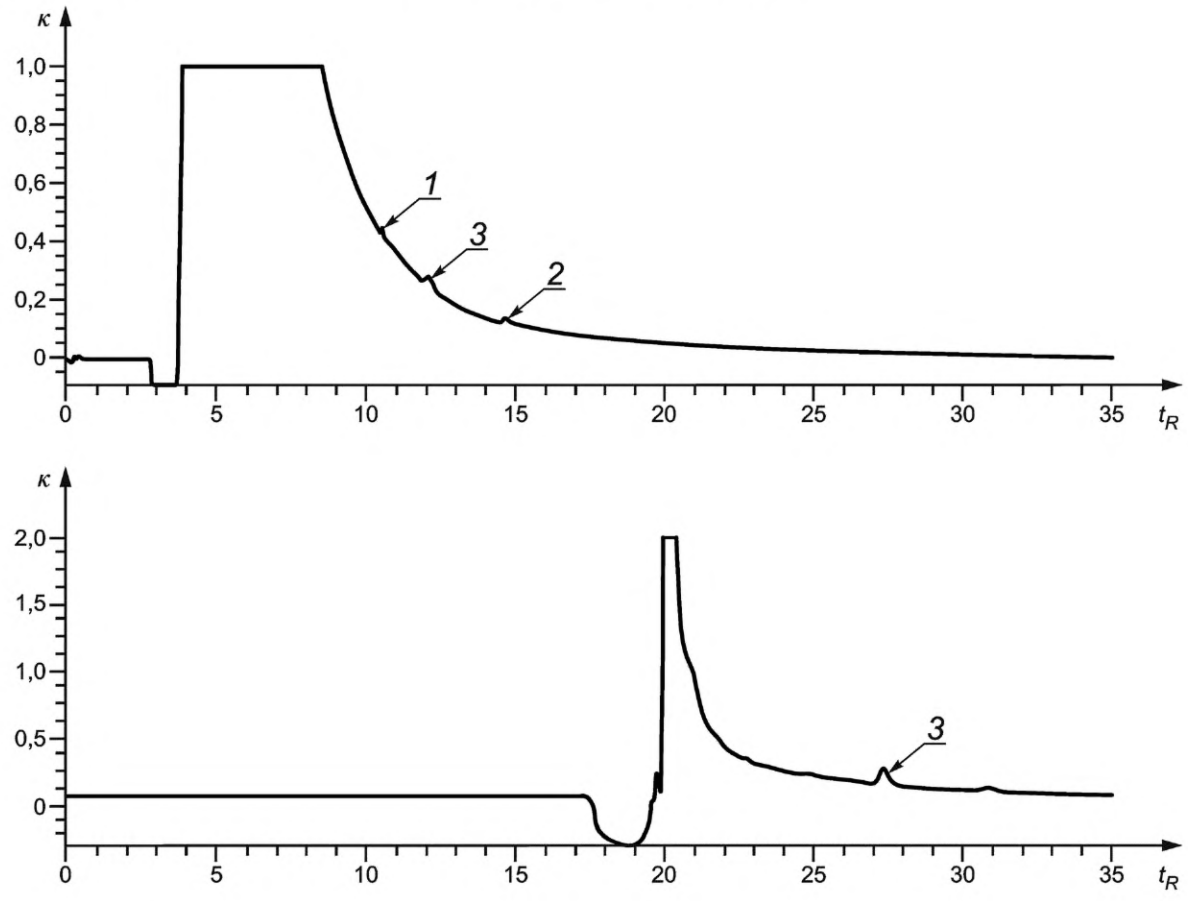
Рисунок Е.1 — Схематическое представление двумерной ионной хроматографической системы 2DIC, включая устранение матрицы в потоке, концентрирование аналита и две разделительные колонки разной селективности или формата

На рисунке Е.2 дан пример выделения перхлората после устранения матрицы.
Условия измерения 1:

Проба:	грунтовая вода, содержащая 5,6 мкг/дм^3 ClO_4^-
Колонка/температура колонки:	ионообменник типа А (4 мм × 250 мм) при 30 °С
Элюент:	40 ммоль/дм^3 KOH
Объем вводимой пробы:	1 000 мкл
Скорость потока элюента:	1 см^3/мин
Детектирование:	CD (детектор по электропроводности)

Условия измерения 2:

Колонка/температура колонки:	ионообменник типа В при 30 °С
Элюент:	50 ммоль/дм^3 KOH
Скорость потока элюента:	0,25 см^3/мин
Детектирование:	CD (детектор по электропроводности)



t_R — время удерживания, мин; *κ* — электропроводность, мкСм · см$^{-1}$; *1* — начало временного интервала повторного ввода; *2* — конец временного интервала повторного ввода; *3* — перхлорат

Рисунок Е.2 — Пример хроматограммы пробы грунтовой воды с использованием 2DIC

Важно определить моменты начала и окончания временного интервала разделения для первой колонки, чтобы обеспечить максимально возможное восстановление перхлората. Все этапы процедуры осуществляют в соответствии с инструкциями изготовителя.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 8466-1	—	*
ISO 8466-2	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

Библиография

[1] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [*Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений*]

[2] ISO 11464 Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis (*Качество почвы. Предварительная обработка проб для физико-химического анализа*)

[3] Korean EPA Method ES04364.2b, 2014, Determination of perchlorate in water using ion chromatography

[4] Thomas D., Rohrer J., 2012, Determination of perchlorate in high ionic strength fertilizer extracts by ion chromatography, ThermoScientific, Application Note 14

УДК 631.42:006.354 МКС 13.080.10 IDT

Ключевые слова: качество почв, определение содержания перхлората в почве, метод ионной хроматографии

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 31.08.2023. Подписано в печать 13.09.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,77.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru