
ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EASC)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ ISO
17943**

*(проект, ВУ,
первая редакция)*

КАЧЕСТВО ВОДЫ

Определение летучих органических соединений в воде

Метод с использованием парофазной твердофазной
микроэкстракции (HS-SPME) с последующей газовой
хроматографией/масс-спектрометрией (GC-MS)

(ISO 17943:2016, IDT)

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4.

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № ____ от ____ _____ 20__ г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004—97	Код страны по МК (ISO 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 17943:2016 «Качество воды. Определение летучих органических соединений в воде. Метод с использованием паровозной твердофазной микроэкстракции (HS-SPME) с последующей газовой хроматографией/масс-спектрометрией (GC-MS)» («Water quality — Determination of volatile organic compounds in water — Method using headspace solid-phase micro-extraction (HS-SPME) followed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)», IDT)

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 2 «Физические, химические и биохимические методы» технического комитета по стандартизации ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Госстандарте Республики Беларусь.

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

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

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

Содержание

Введение	
1 Область применения	
2 Нормативные ссылки	
3 Сущность метода	
4 Мешающие влияния	
4.1 Отбор проб	
4.2 Экстракция	
4.3 Газовая хроматография и масс-спектрометрия	
5 Реактивы	
6 Оборудование	
7 Отбор проб и подготовка проб	
8 Методика проведения испытания	
8.1 Подготовка проб и экстракция	
8.2 Газовая хроматография	
8.3 Идентификация индивидуальных соединений средствами массовой спектрометрии (ГХ/МС)	
8.4 Измерение значений холостой пробы	
9 Градуировка	
9.1 Общие требования	
9.2 Градуировка всех стадий методики проведения испытания с использованием внутреннего стандарта	
10 Вычисление	
11 Представление результатов	
12 Протокол испытания	
Приложение А (справочное) Примеры волокон, которые могут быть использованы при твердофазной микроэкстракции	
Приложение В (справочное) Примеры колонок для газовой хроматографии	
Приложение С (справочное) Примеры внутренних стандартов	
Приложение D (справочное) Подходящие условия для газовой хроматографии и примеры хроматограммы соединений, указанных в таблице 1	
Приложение E (справочное) Общая информация о твердофазной микроэкстракции	
Приложение F (справочное) Данные эффективности	
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам	
Библиография	

Введение

В процессе производства красок, клеящих веществ, нефтепродуктов, фармацевтической продукции и хладагентов часто образуются летучие органические соединения (ЛОС). Некоторые используются в качестве присадок (добавок) к бензину, растворителей, гидравлических жидкостей, а также как средства химической чистки. Данная группа соединений относится к группе антропогенных химических веществ. Загрязнение водных ресурсов ЛОС представляет угрозу здоровью, так как многие из них токсичны и являются канцерогенными для человека или в отношении них существуют такие предположения.

Существуют различные опубликованные методы определения ЛОС (см. библиографию [4], [5], [6], [7], [9], [12], [13] и [14]).

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 ВОДЫ

Определение летучих органических соединений в воде
Метод с использованием паровозной твердофазной микроэкстракции (HS-SPME) с
последующей газовой хроматографией/масс-спектрометрией (GC-MS)

Water quality
Determination of volatile organic compounds in water
Method using headspace solid-phase micro-extraction (HS-SPME) followed by gas
chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

Дата введения — _____

Предостережение. Применение настоящего стандарта возможно после ознакомления с требованиями установившейся лабораторной практики. Настоящий стандарт не преследует цели рассмотреть все вопросы безопасности, связанные с его применением. Ответственность за соблюдение техники безопасности, охраны труда и установление необходимых ограничений при применении настоящего стандарта несет его пользователь.

Внимание. Необходимо, чтобы испытания в соответствии с настоящим стандартом проводились квалифицированным персоналом.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения летучих органических соединений (см. таблицу 1). К ним относят, например, галогенированные углеводороды, тригалогензамещенные метаны, компоненты бензина (такие как БТЭК, МТБЭ и ЭТБЭ), нафталин, 2-этил-4-метил-1,3-диоксолан, а также сильно пахнущие вещества, такие как геосмин и 2-метилизоборнеол в питьевой воде, грунтовых или поверхностных водах, а также в обработанных сточных водах, которые определяют с помощью метода паровозной твердофазной микроэкстракции (паровозной ТФМЭ) с последующей газовой хроматографией/масс-спектрометрией (ГХ/МС). Предел обнаружения зависит от матрицы, соответствующего анализируемого соединения, а также от чувствительности масс-спектрометра. В рамках области применения настоящего стандарта для большинства соединений предел обнаружения составляет 0,01 мкг/л. В межлабораторном испытании были подтверждены данные валидации, относящиеся к интервалу концентрации 0,02 – 2,6 мкг/л. Дополнительные данные валидации, полученные в ходе стандартизации, демонстрируют возможность применения метода в интервале концентрации отдельных соединений 0,01 – 100 мкг/л. Все определения проводились на пробах небольших размеров (например, объем пробы 10 мл).

Метод можно применять для определения других соединений, не указанных в настоящем стандарте, или для других видов воды. Однако такое применение должно быть подтверждено для каждого случая.

Т а б л и ц а 1 – Летучие органические соединения, определяемые методом, описанным в настоящем стандарте

Наименование	Молекулярная формула	Регистрационный номер CAS ^d	Молярная масса, г/моль	Плотность, кг/л
Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)	C ₆ H ₁₄ O	994-05-8	102,17	0,76
Бензол	C ₆ H ₆	71-43-2	78,12	0,88
Бромбензол	C ₆ H ₅ Br	108-86-1	157,01	1,50
Бромхлорметан	CH ₂ BrCl	74-97-5	129,38	1,99
Бромдихлорметан	CHBrCl ₂	75-27-4	163,83	1,98
н-бутилбензол	C ₁₀ H ₁₄	104-51-8	134,22	0,86
(s)-втор-бутилбензол	C ₁₀ H ₁₄	135-98-8	134,22	0,86

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

Продолжение таблицы 1

Наименование	Молекулярная формула	Регистрационный номер CAS ^d	Молярная масса, г/моль	Плотность, кг/л
Трет-бутилбензол	C ₁₀ H ₁₄	98-06-6	134,22	0,87
Хлорбензол	C ₆ H ₅ Cl	108-90-7	112,56	1,11
2-хлортолуол	C ₇ H ₇ Cl	95-49-8	126,59	1,08
4-хлортолуол	C ₇ H ₇ Cl	106-43-4	126,59	1,07
Дибромхлорметан	CHBr ₂ Cl	124-48-1	208,34	2,45
1,2-дибром-3-хлорпропан (ДБХП)	C ₃ H ₅ Br ₂ Cl	96-12-8	236,33	2,03
1,2-дибромэтан	C ₂ H ₄ Br ₂	106-93-4	187,86	2,18
Дибромметан	CH ₂ Br ₂	74-95-3	173,83	2,48
1,2-дихлорбензол	C ₆ H ₄ Cl ₂	95-50-1	147,00	1,30
1,3-дихлорбензол	C ₆ H ₄ Cl ₂	541-73-1	147,00	1,29
1,4-дихлорбензол	C ₆ H ₄ Cl ₂	106-46-7	147,00	1,25
1,1-дихлорэтан	C ₂ H ₄ Cl ₂	75-34-3	98,96	1,20
1,2-дихлорэтан	C ₂ H ₄ Cl ₂	107-06-2	98,96	1,25
1,1-дихлорэтилен	C ₂ H ₂ Cl ₂	75-35-4	96,95	1,21
<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен	C ₂ H ₂ Cl ₂	156-59-2	96,94	1,28
<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	C ₂ H ₂ Cl ₂	156-60-5	96,94	1,26
Дихлорметан	CH ₂ Cl ₂	75-09-2	84,93	1,33
1,2-дихлорпропан	C ₃ H ₆ Cl ₂	78-87-5	112,99	1,16
1,3-дихлорпропан	C ₃ H ₆ Cl ₂	142-28-9	112,99	1,19
2,2-дихлорпропан ^c	C ₃ H ₆ Cl ₂	594-20-7	112,99	1,08
1,1-дихлорпропен	C ₃ H ₄ Cl ₂	563-58-6	110,97	1,19
<i>цис</i> -1,3-дихлорпропен ^c	C ₃ H ₄ Cl ₂	10061-01-5	110,97	1,23
<i>транс</i> -1,3-дихлорпропен ^c	C ₃ H ₄ Cl ₂	10061-02-6	110,97	1,21
Этилбензол	C ₈ H ₁₀	100-41-4	106,17	0,86
Этил-трет-бутиловый эфир (ЭТБЭ)	C ₆ H ₁₄ O	637-92-3	102,17	0,73
2-этил-4-метил-1,3-диоксолан	C ₆ H ₁₂ O ₂	4359-46-0	116,16	0,90
2-этил-5,5-диметил-1,3-диоксан	C ₈ H ₁₆ O ₂	768-58-1	144,21	0,88
Геосмин	C ₁₂ H ₂₂ O	16423-19-1	182,30	0,99
Гексахлорбутадиен	C ₄ Cl ₆	87-68-3	260,76	1,67
Изопропилбензол (кумол)	C ₉ H ₁₂	98-82-8	120,19	0,86
4-изопропилтолуол (<i>n</i> -цимол)	C ₁₀ H ₁₄	99-87-6	134,21	0,86
2-метилизоборнеол	C ₁₁ H ₂₀ O	2371-42-8	168,28	0,97
Метил-трет-бутиловый эфир (МТБЭ)	C ₅ H ₁₂ O	1634-04-4	88,15	0,74
Нафталин	C ₁₀ H ₈	91-20-3	128,17	1,14
<i>n</i> -пропилбензол	C ₉ H ₁₂	103-65-1	120,19	0,86
Стирол	C ₈ H ₈	100-42-5	104,15	0,91
1,1,1,2-тетрахлорэтан	C ₂ H ₂ Cl ₄	630-20-6	167,85	1,55
1,1,2,2-тетрахлорэтан	C ₂ H ₂ Cl ₄	79-34-5	167,85	1,59
Тетрахлорэтилен	C ₂ Cl ₄	127-18-4	165,83	1,62
Тетрахлорметан	CCl ₄	56-23-5	153,82	1,59
Толуол	C ₇ H ₈	108-88-3	92,14	0,87
Трибромметан (бромформ)	CHBr ₃	75-25-2	252,75	2,89
1,2,3-трихлорбензол	C ₆ H ₃ Cl ₃	87-61-6	181,45	1,68
1,2,4-трихлорбензол	C ₆ H ₃ Cl ₃	120-82-1	181,45	1,45
1,3,5-трихлорбензол	C ₆ H ₃ Cl ₃	108-70-3	181,45	1,87
1,1,1-трихлорэтан	C ₂ H ₃ Cl ₃	71-55-6	133,40	1,34
1,1,2-трихлорэтан	C ₂ H ₃ Cl ₃	79-00-5	133,40	1,44
Трихлорэтилен	C ₂ HCl ₃	79-01-6	131,39	1,46
Трихлорметан (хлороформ)	CHCl ₃	67-66-3	119,38	1,47
1,2,3-трихлорпропан	C ₃ H ₅ Cl ₃	96-18-4	147,43	1,38
1,2,4-триметилбензол (псевдокумол)	C ₉ H ₁₂	95-63-6	120,19	0,88

Продолжение таблицы 1

Наименование	Молекулярная формула	Регистрационный номер CAS ^d	Молярная масса, г/моль	Плотность, кг/л
1,3,5-триметилбензол (мезитилен)	C ₉ H ₁₂	108-67-8	120,19	0,86
Винилхлорид	C ₂ H ₃ Cl	75-01-4	62,5	1,88 ^b
м-ксилол ^a	C ₈ H ₁₀	108-38-3	106,17	0,86
о-ксилол	C ₈ H ₁₀	95-47-6	106,17	0,88
п-ксилол ^a	C ₈ H ₁₀	106-42-3	106,17	0,86

^a Сигналы соединений на хроматограммах могут перекрываться, так как соединения могут совместно элюироваться.
^b Плотность жидкости в точке кипения (- 13,4 °С).
^c Данные валидации и дополнительная информация, указаны в таблицах F.1 и F.2.
^d CAS: Chemical Abstracts Service (Химическая реферативная служба).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний)

ISO 5667-1, Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques (Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по составлению программ и методик отбора проб)

ISO 5667-3, Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples (Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды)

ISO 5667-5, Water quality — Sampling — Part 5: Guidance on sampling of drinking water from treatment works and piped distribution systems (Качество воды. Отбор проб. Часть 5. Руководство по отбору проб питьевой воды из очистных сооружений и трубопроводных распределительных систем)

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 эксплуатационных характеристик. Часть 1. Статистический метод оценки линейной калибровочной функции)

3 Сущность метода

Определяемые соединения экстрагируют из паровой фазы над водной пробой с помощью твердофазной микроэкстракции (ТФМЭ) после установления равновесия распределения. Используют экстракционные волокна, поверхность которых покрыта соответствующими адсорбентами. После экстракции, ТФМЭ-волокно удаляют из вials с пробой (vials для парофазного анализа) и помещают в инжектор газового хроматографа. Определяемые соединения переносят в капиллярную колонку путем термодесорбции. Используя ГХ/МС соединения разделяют и детектируют.

4 Мешающие влияния

4.1 Отбор проб

Чтобы избежать мешающих влияний, отбор проб следует осуществлять в соответствии с требованиями раздела 7, с учетом указаний, содержащихся в ISO 5667-1, ISO 5667-3 и ISO 5667-5.

4.2 Экстракция

ТФМЭ-волокна, имеющиеся в продаже, часто отличаются по качеству. Также селективность материалов может изменяться от партии к партии, что при определенных обстоятельствах может являться основной причиной изменений в выходе экстракта (см. приложение E). Как правило, это не влияет на пригодность таких волокон, за исключением тех случаев, когда вследствие этого происходит повышение предела детектирования некоторых соединений.

Недостаточно кондиционированные волокна часто приводят к уменьшению выхода экстракта (см. приложение E) и ухудшению воспроизводимости результатов, поэтому новые волокна, в соответствии с разделом 8, следует предварительно кондиционировать путем прокаливания. Также ранее используемые волокна кондиционируют перед повторным применением. Для этой цели

вначале каждой серии проб, до начала работы с первой пробой (8.1), анализируют две виалы для проб, содержащие только воду (5.2).

Эффективность используемых волокон может незначительно снижаться в течение длительной серии проб. Поэтому через равные промежутки времени следует измерять стандартный раствор (5.8.4) в ходе измерения серии проб. Волокно можно использовать до тех пор, пока при использовании метода достигается необходимая для определяемых соединений чувствительность. В зависимости от анализируемой матрицы волокно можно использовать для анализа предположительно более 500 проб.

Добавление к пробе хлорида натрия приводит к улучшению выхода экстракта для большинства соединений, приведенных в таблице 1. Соль рекомендуется добавлять в пробу до обеспечения почти полного ее насыщения (8.1). Во все растворы, входящие в серию растворов, используемых для градуировки, и все пробы, входящие в серию анализируемых проб необходимо добавлять одинаковое точное количество соли.

После продолжительной эксплуатации на металлической игле шприца, удерживающей волокно, могут образоваться солевые отложения. Следует всегда учитывать солевую коррозию, которая возникает в случае, если металлическая игла шприца, удерживающая волокно, по неосторожности погружается в пробу воды. В результате этого могут возникать повреждения волокон и инжектора. Поэтому следует точно устанавливать глубину погружения металлической иглы в виалу. В случае наличия видимых солевых отложений, шприц следует промывать водой (5.2) для их растворения.

Для автоматической работы следует использовать виалы, крышки которых оснащены тонкой септой (например, 0.9 – 1.3 мм), чтобы избежать механических проблем при прокалывании септы (6.4) металлической иглой шприца.

При использовании автосамплеров, осуществляющих круговое движение виал в процессе экстракции, следует всегда использовать тонкую септу. Иначе в процессе экстракции может произойти повреждение металлической иглы шприца (и открытых, незащищенных волокон).

Для обеспечения прецизионности и точности результатов измерений, следует обеспечить, чтобы время экстракции при измерении проб или стандартных растворов было постоянным (например, 10 мин). Поэтому предпочтительно использовать автоматические пробоотборники, подходящие для ТФМЭ.

Экстракция некоторых соединений, указанных в таблице 1, в соответствии с методикой проведения испытания, изложенной в разделе 8, зависит от температуры. Поэтому необходимо поддерживать постоянной температуру экстракции (например, 40 °С) для всех проб серии. При более высоких температурах достигаются несколько более высокие выходы экстракта. Но температура экстракции не должна существенно превышать 40 °С (8.1) для того, чтобы минимизировать возникающую при более высоких температурах десорбцию определяемых соединений и избежать образования конденсата на волокнах.

4.3 Газовая хроматография и масс-спектрометрия

Для устранения мешающих влияний, которые могут быть вызваны, например, системой инъекции или в результате недостаточного разделения, следует прибегать к помощи опытного персонала и учитывать указания изготовителя. Следует регулярно проверять эффективность и стабильность системы анализа (например, путем измерений стандартных растворов известного состава).

Следует использовать инжекторный лайнер, внутренний диаметр которого как можно меньше (например, 1 мм), для создания возможности фокусировки на колонке особенно для рано элюирующихся соединений (например, винилхлорида).

Для термодесорбции следует определить необходимую глубину погружения (позицию) волокон в ГХ-инжектор. Она должна соответствовать самому горячему месту инжектора и ее следует сохранять постоянной в течение всей серии измерений.

Если применяются инжекторы с септой, то преимущественно следует использовать иглу шприца для ТФМЭ с наименьшим диаметром (например, игла 24-го калибра) для предотвращения разрушения септы. Перед прокалыванием септы волокно следует втянуть в иглу как минимум на 1 мм для предотвращения излома волокна. По возможности следует использовать предварительно проколотую септу. При применении инжекторов без септы предпочтительно использовать иглу шприца для ТФМЭ с большим диаметром (например, игла 23-го калибра), так как они более устойчивы и их легче герметизировать (6.14).

5 Реактивы

5.1 Общие требования

Содержание примесей, присутствующих в реактивах, и влияющих на значение холостой пробы, должно быть настолько мало по сравнению с подлежащей определению концентрацией определяемых соединений, чтобы им можно было пренебречь. Следует регулярно определять значение холостой пробы (8.4), и прежде всего при использовании новой партии ТФМЭ-волокон. Реактивы, если возможно, следует использовать особой чистоты, или категории «химически чистые».

5.2 Вода, в соответствии с требованиями ISO 3696, первой степени чистоты или аналогичная, не оказывающая мешающее влияние на холостую пробу.

Качество воды следует проверять.

5.3 Рабочие газы для газовой хроматографии и масс-спектрометрии высокой чистоты, в соответствии со спецификациями изготовителя оборудования.

5.4 Хлорид натрия, NaCl.

5.5 Растворители, для приготовления основных растворов и применения в качестве ускорителей растворения в водных стандартных растворах, например, метанол, CH_3OH или пропиленкарбонат, $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$.

5.6 Тиосульфат натрия пятиводный, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

5.7 Внутренний стандарт, примеры подходящих внутренних стандартов указаны далее (более подробную информацию см. в приложении С).

Основные растворы отдельных внутренних стандартов готовят таким же образом, как и основные растворы стандартных веществ (5.8.2) или используют сертифицированные растворы конкретных веществ (например, в метаноле), имеющиеся в продаже. Растворы добавок для добавления в пробы (8.1) готовят путем разбавления основных растворов растворителем (5.5).

5.8 Приготовление стандартных растворов

5.8.1 Стандартные вещества

Стандартные вещества (перечисленные в таблице 1) с определенной концентрацией для изготовления водных стандартных растворов используют для градуировки всех стадий методики проведения испытания (9.2).

5.8.2 Основные растворы стандартных веществ

В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают растворитель (5.5) почти до метки. С помощью микролитрового шприца (6.9) вводят непосредственно в растворитель 50 – 300 мкл соответствующего стандартного вещества и доводят до метки растворителем. Мерную колбу закрывают притертой стеклянной пробкой и осторожно встряхивают. Рассчитывают концентрацию добавленного вещества с учетом плотности, указанной в таблице 1.

Примечание – Так же концентрацию можно рассчитывать путем взвешивания. Для этого необходимо определить увеличение веса, которое происходит в результате добавления стандартного вещества при помощи микролитрового шприца (например, для геосмина и 2-метилизоборнеола, а также для внутренних стандартов).

Основные растворы следует хранить в защищенном от света месте при температуре не выше 6 °С.

Растворы стабильны в течение не менее 12 мес.

5.8.3 Многокомпонентные основные растворы стандартных веществ

В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают метанол или пропиленкарбонат (5.5) почти до метки. С помощью микролитрового шприца (6.9) вводят непосредственно в растворитель 50 – 300 мкл соответствующего основного раствора конкретного стандартного вещества (растворы согласно 5.8.2) и доводят до метки растворителем. Мерную колбу закрывают притертой стеклянной пробкой и осторожно встряхивают.

Примечание – В качестве альтернативы можно использовать имеющиеся в продаже сертифицированные основные растворы отдельных (или смеси нескольких) стандартных веществ, например, в метаноле для приготовления многокомпонентных основных растворов.

Многокомпонентные основные растворы следует хранить в защищенном от света месте при температуре не выше 6 °С.

Растворы стабильны в течение не менее 6 мес.

5.8.4 Водные многокомпонентные стандартные растворы для градуировки всех стадий методики проведения испытания

Водный многокомпонентный стандартный раствор для градуировки всех стадий методики проведения испытания готовят следующим образом:

Отмеряют 100 мл воды (например, в мерной колбе) и добавляют магнитный якорь.

Колбу помещают на магнитную мешалку (6.10) и включают прибор.

С помощью микролитрового шприца (6.9), отмеряют, например, 10 мкл многокомпонентного основного раствора (5.8.3), вводят непосредственно в перемешиваемую воду и перемешивают далее в течение 5 мин в закрытой колбе.

Скорость перемешивания следует устанавливать так, чтобы не возникла вихревая воронка.

Таким же образом готовят стандартные растворы с более высокой и более низкой концентрацией, используя необходимые соответствующие многокомпонентные основные растворы (5.8.3). Все используемые для многоточечной градуировки водные многокомпонентные стандартные растворы должны содержать одинаковый добавленный объем соответствующего многокомпонентного основного раствора.

Водные растворы с добавками определяемых соединений не разбавляют.

Рекомендуется использовать малый объем добавок (например, 10 мкл в 100 мл воды) для минимизации мешающего влияния ускорителя растворения в процессе адсорбции веществ, указанных в таблице 1.

Водные стандартные растворы до использования хранят в защищенном от света месте при температуре 1 °С – 6 °С.

Растворы стабильны в течение очень короткого времени, поэтому их следует готовить каждый рабочий день

6 Оборудование

6.1 Общие положения

В оборудовании и элементах оборудования, соприкасающиеся с пробой воды или экстрактом, должны отсутствовать остатки веществ, которые могут оказывать мешающие влияния при измерении холостой пробы. Предпочтительно использовать оборудование из стекла, нержавеющей стали или политетрафторэтилена (ПТФЭ).

6.2 Колбы для проб, стеклянная бутылка, например, плоскодонные колбы из коричневого стекла, со стеклянными пробками или пробкой, покрытой ПТФЭ, вместимостью 100 или 250 мл, например, лабораторные бутылки ISO 4796-2 — 250 NJ.

6.3 Виалы для парофазного анализа, например, виалы с горловиной под обжимной колпачок или навинчивающуюся крышку, вместимостью 20 мл.

6.4 Магнитные обжимные или навинчивающиеся крышки с септой, покрытой ПТФЭ (например, септа бутыл/ ПТФЭ толщиной 0,9 – 1,5 мм).

6.5 Кримпер и устройство для удаления крышек, (например, ручной кримпер и ручное устройство для удаления крышек, 20 мм).

6.6 Мерные колбы, вместимостью 10, 25, 50 и 100 мл, например, мерные колбы I SO 1042 — A10 - C.

6.7 Градуированные пипетки, различной вместимостью 1 – 50 мл, например, пипетки согласно ISO 648.

6.8 Стеклянные поршневые пипетки, с поршнем из шлифованного стекла, например, 10 мл.

6.9 Микролитровые шприцы, различного номинального объема от 5 до 500 мкл.

6.10 Магнитная мешалка, с магнитным якорем.

6.11 Капиллярный газовый хроматограф с масс-спектрометрическим детектором (ГХ/МС), газоснабжение согласно указаниям изготовителя оборудования.

6.12. Инжектор, например, с разделением/без деления или инжектор-испаритель с программируемой температурой (PTV).

6.13 Автоматический пробоотборник, оснащенный для ТФМЭ, включая необходимое программное обеспечение.

6.14 ТФМЭ-волокна, например, Carboxen[®]/PDMS¹⁾ (85 мкм), DVB/Carboxen[®]/PDMS¹⁾ (50/30 мкм). Примеры приведены в приложении А.

Предпочтительно использовать волокна с иглой 23-го калибра в сочетании с инжекторами без перегородки. При использовании системы инъекции с перегородкой следует применять иглы 24-го калибра (4.3) для предотвращения повреждения септы.

6.15 Капиллярные колонки для газовой хроматографии, например, колонки, которые рекомендованы для анализа летучих соединений, предпочтительно толщиной слоя > 1 мкм (примеры см. в приложении В).

7 Отбор и подготовка проб

Для отбора проб используют тщательно очищенные колбы для проб (6.2). Перед использованием колбы и пробки ополаскивают водой, из которой будет отобранная проба.

Колбы полностью заполняют отобранной водой и осторожно укупоривают, чтобы избежать попадания воздуха.

Для наполнения колб предпочтительно использовать металлическую трубку, установленную на заборном кране, опущенную до дна колбы. Поток воды следует регулировать таким образом, чтобы наполнение колбы происходило без вихревого движения.

К хлорсодержащим пробам воды добавляют тиосульфат натрия пятиводный (5.6) для получения концентрации приблизительно 80 – 100 мг/л.

Тиосульфат натрия можно, например, добавлять при помощи ложки-шпателя до укупоривания пробкой. Конкретная масса тиосульфата натрия, которую необходимо добавить в пробу, не установлена. Однако она должна быть достаточной для дехлорирования пробы воды.

Подготовку и анализ пробы воды проводят как можно быстрее после отбора проб. Пробы воды следует хранить в темном месте при температуре 1 °С – 5 °С. Срок хранения не должен превышать 5 сут.

Следует избегать нагревания проб в ходе транспортирования.

8 Методика проведения испытания

8.1 Подготовка проб и экстракция

В виалу для парофазного анализа (6.3) вместимостью 20 мл помещают 3,0 г хлорида натрия (5.4). Количество NaCl, добавляемое в пробу, должно быть одинаковым для всех проб серии.

Количество добавленного NaCl должно обеспечивать почти полное насыщение пробы, то есть 0,3 г на 1 мл объема пробы (например, 3,0 г NaCl в 10 мл воды).

Отмеряют 10 мл анализируемой пробы воды, при помощи поршневой пипетки (6.8) и добавляют в виалу для парофазного анализа (6.3). Отмеряемый объем должен быть одинаковым для всех измеряемых проб и стандартных растворов, используемых для градуировки.

К пробе и стандартным растворам, используемым для градуировки, добавляют внутренний стандарт (5.7), растворенный в растворителе (5.5), путем ввода непосредственного в них 10 мкл при помощи микролитрового шприца (6.9). Общий объем растворителя (5.5) добавляемый в каждую виалу для парофазного анализа не должен превышать 20 мкл.

Виалу для парофазного анализа (6.3) герметично укупоривают и растворяют соль.

Виалы для парофазного анализа размещают, например, в автоматическом пробоотборнике, оснащенный для ТФМЭ (6.13), в соответствии с их последовательностью в серии проб и выбирают время термостатирования пробы, например, 10 мин.

Время термостатирования, выбранное для всех проб, должно составлять 10 – 15 мин для достижения температуры экстракции. Для всех проб из серии время термостатирования должно оставаться постоянным.

Предпочтительно использовать ТФМЭ-волокна в соответствии с 6.14.

Новые волокна кондиционируют путем прогревания в устройстве прогрева автоматического дозатора для ТФМЭ или в инжекторе ГХ. Продолжительность и температуру процесса прогревания волокна выбирают согласно указаниям изготовителя. До начала анализа первой пробы из конкретной

¹ Carboxen[®]/PDMS и DVB/Carboxen[®]/PDMS являются примерами соответствующей продукции, имеющейся в продаже. Данные примеры служат только для информирования пользователей настоящего стандарта и не являются рекомендуемыми ISO.

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

серии обрабатывают как минимум две вials для парофазного анализа, которые содержат только воду (5.2). Каждый раз после установки нового волокна проводят переградуировку.

Устанавливают температуру экстракции, например, 40 °С (рекомендуется) и постоянно поддерживают данную температуру в течение анализа всей серии проб.

Следует избегать температуры экстракции ниже 30 °С и выше 45 °С.

В ходе измерения всей серии проб скорость перемешивания поддерживают постоянно на одном уровне (например, устанавливают на уровне 250 об/мин). В системах, использующих магнитные мешалки, иглу с ТФМЭ-волоком устанавливают на расстоянии примерно 3 мм от центра.

Время экстракции должно составлять около 10 мин и быть постоянным для всей серии проб.

Примечание – Время экстракции можно регулировать (например, 20 мин или 30 мин) с целью достижения более высокой чувствительности для среднелетучих веществ (например, геосмин или 2-метилизоборнеол).

Десорбируют в инжекторе (например, 10 мин при 280 °С). Если установленная изготовителем максимальная рабочая температура ниже 280 °С, то выбирают данную температуру.

8.2 Газовая хроматография

Параметры оборудования оптимизируют согласно указаниям изготовителя.

Для разделения используют капиллярные колонки согласно 6.15 (примеры см. в приложении В).

Для достижения максимальной чувствительности выбирают инжектор без разделения потока.

Также можно использовать сокращенное соотношение деления потока (например, 5:1), если обеспечена требуемая чувствительность. Таким образом, можно достигнуть улучшения симметрии сигнала для рано элюирующихся соединений.

8.3 Идентификация индивидуальных соединений средствами массовой спектрометрии (ГХ/МС)

Идентификацию соединения в пробе проводят путем сравнения измеренного времени удерживания и соответствующей относительной интенсивности ионов, выбранных для идентификации (таблица 2), с соответствующими показателями стандартного вещества многокомпонентного стандартного раствора (5.8.4).

Целевое соединение в пробе считается идентифицированным, если:

- относительное или абсолютное время удерживания (ВУ) соответствующего соединения в хроматограмме в режиме SIM (режим селективной регистрации ионов) совпадает с относительным или абсолютным временем удерживания соответствующего стандартного вещества в хроматограмме последнего измеренного многокомпонентного стандартного раствора (5.8.4) с отклонением не более $\pm 0,2\%$,

- как минимум два-три иона, выбранные для идентификации (таблица 2) присутствуют в связанном с соединением времени удерживания,

- относительные интенсивности всех ионов, выбранных для идентификации конкретных соединений, измеренных в пробе, отклоняются от относительных интенсивностей соответствующих веществ в стандартном растворе не более чем на $\pm (0,1 \times I + 10)\%$ (где, I - относительная интенсивность иона, выбранного для идентификации, конкретного стандартного вещества).

Пример – Три иона, выбранные для идентификации, имеют следующие относительные интенсивности: 100 %, 50 % и 15 %. Максимально допустимое отклонение для I_2 и I_3 в пробе (I_1 согласно определению в пробе и в стандартном веществе составляет 100 %):

- $I_2: \pm (0,1 \times 50 + 10)\% = \pm 15\%$; относительная интенсивность в пробе должна составлять 35 % - 65 %;

- $I_3: \pm (0,1 \times 15 + 10)\% = \pm 11,5\%$; относительная интенсивность в пробе должна составлять 3,5 % - 26,5 %.

В целом действует следующее условие: после вычитания фона ни один ион значимой интенсивности не должен присутствовать в масс-спектре с большей массой, чем максимальная масса подлежащего идентификации соединения.

Таблица 2 – Примеры ионов для идентификации и количественного определения в масс-спектрометрическом детектировании

Наименование (соединения, в соответствии с таблицей 1)	Ионы для идентификации и количественного определения ^а , m/z
Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)	73, 87
Бензол	50, 77, 78
Бромбензол	77, (156, 158)
Бромхлорметан	(128, 130, 132)
Бромдихлорметан	47, (83, 85, 87), (127, 129)
н-бутилбензол	91, 92, 134
(s)-втор-бутилбензол	105, 134
Трет-бутилбензол	91, 119, 134
Хлорбензол	77, 112
2-хлортолуол	91, (126, 128)
4-хлортолуол	91, (126, 128)
Дибромхлорметан	(127, 129, 131)
1,2-дибром-3-хлорпропан (ДБХП)	75, (155, 157, 159)
1,2-дибромэтан	(107, 109)
Дибромметан	(172, 174, 176)
1,2-дихлорбензол	146, 148, 150
1,3-дихлорбензол	146, 148, 150
1,4-дихлорбензол	146, 148, 150
1,1-дихлорэтан	(63, 65)
1,2-дихлорэтан	(62, 64)
1,1-дихлорэтилен	(61, 63), (96, 98)
<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен	(61, 63), (96, 98)
<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	(61, 63), (96, 98)
Дихлорметан	(49, 51), (84, 86)
1,2-дихлорпропан	63, 76
1,3-дихлорпропан	63, (76, 78)
2,2-дихлорпропан	(77, 79)
1,1-дихлорпропен	(75, 77), (110, 112)
<i>цис</i> -1,3-дихлорпропен	(75, 77), 110
<i>транс</i> -1,3-дихлорпропен	(75, 77), 110
Этилбензол	91, 106
Этилтертбутиловый эфир (ЭТБЭ)	57, 59, 87
2-этил-4-метил-1,3-диоксолан	59, 87
2-этил-5,5-диметил-1,3-диоксан	56, 115
Геосмин	97, 111, 112, 125
Гексахлорбутадиен	(223, 225, 227), (260, 262)
Изопропилбензол (кумол)	105, 120
4-изопропилтолуол (<i>n</i> -цимол)	91, 119, 134
2-метилизоборнеол	95, 107
Метилтретбутиловый эфир (МТБЭ)	57, 73
Нафталин	127, 128, 129
<i>n</i> -пропилбензол	91, 120
Стирол	78, 103, 104
1,1,1,2-тетрахлорэтан	(131, 133, 135)
1,1,2,2-тетрахлорэтан	(83, 85), (166, 168)
Тетрахлорэтилен	(129, 131, 133), (164, 166, 168)
Тетрахлорметан	(117, 119, 121)

Продолжение таблицы 2

Наименование (соединения, в соответствии с таблицей 1)	Ионы для идентификации и количественного определения ^a , m/z
Толуол	65, 91, 92
Трибромметан (бромформ)	(79, 81), (171, 173, 175), (251, 253)
1,2,3-трихлорбензол	(180, 182, 184)
1,2,4-трихлорбензол	(180, 182, 184)
1,3,5-трихлорбензол	(180, 182, 184)
1,1,1-трихлорэтан	61, (97, 99), (117, 119)
1,1,2-трихлорэтан	61, (97, 99)
Трихлорэтилен	(95, 97), (130, 132, 134)
Трихлорметан (хлороформ)	47, (83, 85, 87)
1,2,3-трихлорпропан	75, 110
1,2,4-триметилбензол (псевдокумол)	105, 120
1,3,5-триметилбензол (мезитилен)	105, 120
Винилхлорид	(62, 64)
м- ксилол	91, 105, 106
о- ксилол	91, 105, 106
п- ксилол	91, 105, 106

^a Альтернативы возможны. Подчеркнуты основные пики, которые часто используют для количественного определения Группы ионов в скобках относятся к такой же группе распределения галогенных изотопов.

8.4 Измерение значений холостой пробы

Проводят измерение холостой пробы, используя воду (5.2) в соответствии с 8.1. Периодически проводят измерения холостой пробы (как минимум одно измерение в каждой серии) с целью проверки исправности оборудования и состояния химических реактивов. Измерения холостой пробы должны включать все стадии методики проведения испытания. Если значения холостой пробы аномально высокие (свыше 50 % нижнего определяемого уровня), проверяют каждую стадию методики проведения испытания и определяют причину, путем систематических проверок, чтобы иметь возможность устранить источник загрязнения. Посредством применения различных мер необходимо, насколько возможно, максимально снизить значения холостой пробы, например, предотвращая загрязнение через воздух в помещении и применяя соответствующие растворители (5.5), а также проводя контроль аналитического оборудования (например, ГХ/МС, автоматический дозатор).

9 Градуировка

9.1 Общие требования

Для правильной градуировки необходимо знать время удерживания определяемых соединений (см. таблицу 1). Его определяют при соответствующих хроматографических условиях, используя водные стандартные растворы индивидуальных стандартных веществ. Кроме того, используемое волокно должно обладать достаточной чувствительностью для определяемых соединений (4.2). Градуировочная зависимость, установленная для определенного соединения, действует только в пределах охватываемого ею диапазона концентрации. Кроме того она зависит от режима работы газового хроматографа и от типа или времени использования волокон, и ее следует регулярно проверять.

- Для каждого целевого соединения проводят градуировку стадии определения, с использованием водных стандартных растворов индивидуальных стандартных веществ или, что предпочтительнее, водных многокомпонентных стандартных растворов (5.8.4). Диапазон градуировки приводят в соответствие с необходимыми требованиями.

- Все стадии методики проведения испытания организуют таким образом, чтобы для каждого подлежащего определению соединения возникала линейная зависимость сигнала измерения от концентрации (ISO 8466-1). Определяют линейный рабочий диапазон, используя как минимум пять точек, соответствующих пяти разным концентрациям (которые, по возможности равномерно распределены по рабочему диапазону).

- Для штатного режима работы достаточно переградуировки путем измерения в двух точках, с соответствующей концентрацией. Переградуировку проводят регулярно в рамках одной серии проб (например, после 10 – 12 проб).

В таблице 3 указаны символы, используемые в формулах и нижеприведенном тексте, и их пояснение.

Т а б л и ц а 3 – Значение символов

Символ	Значение
<i>i</i>	Вещество
<i>e</i>	Измеренное значение при градуировке
<i>g</i>	Все стадии методики проведения испытания
<i>j</i>	Число по порядку у двух парных значений
<i>l</i>	Внутренний стандарт

9.2 Градуировка всех стадий методики проведения испытания с использованием внутреннего стандарта

Применение внутреннего стандарта содействует минимизации неизбежных мелких погрешностей, которые могут возникать при проведении методики ТФМЭ.

Определение концентрации в определенной степени не будет зависеть от эффектов матрицы в пробе воды. В целом определение не будет зависеть от возможного износа волокна, если переградуировка стандартной функции производится в штатном режиме работы с интервалом, например, 10 – 12 проб (4.2).

Примечание – Износ волокна является неизбежным процессом. При стандартных рабочих условиях чувствительность волокна постепенно снижается в ходе измерения большой серии проб. Данное волокно можно использоваться до тех пор, пока обеспечивается требуемая чувствительность (4.2).

Подходящие внутренние стандарты – это вещества, обладающие физико-химическими характеристиками аналогичными характеристикам соединений, которые должны быть определены с учетом их параметров экстракции и времени удерживания.

Сам внутренний стандарт не должен присутствовать в анализируемой пробе воды. Выбор подходящего вещества может быть затруднен и должен проверяться в зависимости от поставленной задачи. Некоторые дейтерированные и ¹³C-меченые стандартные вещества, указанные в таблице 1, являются наиболее подходящими для определения (5.8). Следует использовать более чем один внутренний стандарт.

К пробе воды до начала анализа (8.1) добавляют известное количество внутреннего стандарта *l*.

Массовая концентрация ρ_l должна быть одинаковой для всех растворов градуировки и серии проб. Такая же массовая концентрация внутреннего стандарта (5.8.4) должна быть в водных многокомпонентных стандартных растворах, подходящих для многоточечной градуировки.

Для градуировки всех стадий методики проведения испытания, готовят водные многокомпонентные стандартные растворы согласно 5.8.4, используют и анализируют в соответствии с разделом 8 (например, каждый по 10 мл).

Используя полученные пары значений для соотношений y_{iegj}/y_{legj} и ρ_{iegj}/ρ_{legj} строят график стандартной функции и функции линейной регрессии, используя формулу (1) (ISO 8466-1).

$$\frac{y_{ieg}}{y_{leg}} = m_{ilg} \frac{\rho_{ieg}}{\rho_{leg}} + b_{ilg} \quad (1)$$

где y_{ieg} — измеренное значение (зависимая переменная величина) вещества *i* при градуировке, зависимое от ρ_{ie} , единица измерения зависит от используемого метода оценки данных, например, выраженное как значение площади пика;

y_{leg} — измеренное значение внутреннего стандарта *l* при градуировке, единица измерения зависит от используемого метода оценки данных, например, выраженное как значение площади пика. Концентрация внутреннего стандарта во всех стандартных растворах одинаковая;

ρ_{ieg} — (независимая переменная величина) массовая концентрация вещества *i* в водном стандартном растворе, мкг/л;

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

- ρ_{leg} — (независимая переменная величина) массовая концентрация внутреннего стандарта I, мкг/л;
- m_{lg} — наклон стандартной кривой, показывающий зависимость y_{ie}/y_{leg} от соотношения ρ_{ie}/ρ_{leg} (коэффициент отклика);
- b_{lg} — отрезок, отсекаемый стандартной кривой на оси ординат, единица измерения зависит от используемого метода оценки данных.

10 Вычисление

10.1 Вычисление

Для градуировки всех стадий методики проведения испытания с использованием внутреннего стандарта, рассчитывают массовую концентрацию ρ_{ig} вещества i в пробе воды по формуле (2) с учетом формулы (1).

$$\rho_{ig} = \frac{y_{ig} - b_{ilg}}{m_{ilg}} \cdot \rho_{lg} \quad (2)$$

- где ρ_{ig} — массовая концентрация целевого вещества i в пробе воды, мкг/л;
- y_{ig} — измеренное значение для целевого вещества i в пробе воды, например, выраженное как значение площади пика;
- y_{lg} — измеренное значение внутреннего стандарта I в пробе воды, единица измерения зависит от используемого метода оценки данных, например, выраженное как значение площади пика;
- ρ_{lg} — массовая концентрация внутреннего стандарта I в пробе воды, мкг/л;
- b_{lg}, m_{lg} — см. формулу (1).

11 Представление результатов

Результаты анализа, полученные при применении настоящего стандарта, имеют погрешность измерения, которую следует учитывать при интерпретации результатов. В настоящем стандарте используют пробы воды, содержащие добавки определяемых соединений, с различными концентрациями для расчета воспроизводимости в процентах и выражения в качестве коэффициента вариации воспроизводимости $C_{V,R}$. Примеры данных приведены в таблицах F.1, F.2, F.3, F.4 и F.5.

Массовую концентрацию, в микрограммах на литр, индивидуальных соединений, приведенных в таблице 1, указывают с точностью до двух значимых цифр. В случае массовой концентрации $< 0,1$ мкг/л указывают только одну значимую цифру.

Примеры –	Трихлорметан (хлороформ)	11 мкг/л
	Тетрахлорэтилен	4,1 мкг/л
	о- ксилол	0,17 мкг/л
	Винилхлорид	0,09 мкг/л
	2-метилизоборнеол	0,01 мкг/л

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

- сведения об используемом методе со ссылкой на настоящий стандарт;
- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы воды;
- все необходимые данные, касающиеся используемого метода отбора проб;
- полученные результаты, представленные в соответствии с разделом 11;
- любое отклонение от метода, описанного в настоящем стандарте, и указание всех обстоятельств, которые могли повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)
Примеры волокон, которые могут быть использованы при твердофазной
микроэкстракции

В таблице А.1 приведены некоторые примеры ТФМЭ-волокон, которые были проверены при стандартизации и оказались подходящими для данной цели. Для большинства перечисленных в таблице 1 соединений может быть достигнута максимальная чувствительность в случае использования CAR/PDMS^а – волокон. Также можно использовать другие волокна, если их пригодность была подтверждена в ходе предварительных испытаний.

Т а б л и ц а А. 1 – Примеры подходящих ТФМЭ-волокон

Тип волокна (адсорбент)	Краткое обозначение	Толщина пленки	Длина волокна
Карбоксен ^{®а} Полидиметилсилоксан	CAR/PDMS ^а	75 мкм или 85 мкм	1 см
Дивинилбензол Карбоксен ^{®а} Полидиметилсилоксан	DVB/CAR/PDMS ^а	50/30 мкм	1 см

^а Карбоксен^{®а}, CAR/PDMS и DVB/CAR/PDMS являются примерами соответствующей продукции, имеющейся в продаже. Данные примеры служат только для информирования пользователей настоящего стандарта и не являются рекомендуемыми ISO.

Приложение В (справочное)

Примеры колонок для газовой хроматографии

Для газохроматографического анализа летучих органических соединений, указанных в таблице 1, можно использовать различные ГХ-капиллярные колонки. Рекомендуется использовать колонки длиной более 30 см и толщиной пленки > 1 мкм. Различные изготовители выпускают специальные ГХ-колонки для определения таких соединений. В таблице В.1 приведены некоторые примеры капиллярных колонок, которые были проверены в ходе выполнения работ по стандартизации, и оказались подходящими для данной цели. Также можно использовать другие колонки, если их пригодность была подтверждена в предварительных испытаниях.

Т а б л и ц а В . 1 – Примеры подходящих ГХ-капиллярных колонок

Подходящие фазы и продукция, имеющаяся в продаже	Размеры
Среднеполярная фаза: 6 % цианопропилфенил, 94 % диметилполисилоксан	Длина: 60 м, ID: 0,25 мм, пленка: 1,4 мкм
Среднеполярная фаза: 6 % цианопропилфенил, 94 % диметилполисилоксан	Длина: 60 м, ID: 0,32 мм, пленка: 1,8 мкм
Crossbond ^{®а} Silarylen фаза: 5 % фенил-арилен; 95 % диметилполисилоксан	Длина: 30 м, ID: 0,25 мм, пленка: 0,25 мкм
ГХ-капиллярная колонка специального ЛОС-типа с дифенил- / диметилполисилоксановой фазой	Длина: 60 м, ID: 0,32 мм, пленка: 1,5 мкм
Crossbond ^{®а} 6 % цианопропилфенил, 94 % диметилполисилоксан USP G43	Длина: 60 м, ID: 0,25 мм, пленка: 1,4 мкм Длина: 60 м, ID: 0,32 мм, пленка: 1,8 мкм Длина: 30 м, ID: 0,25 мм, пленка: 1,4 мкм
Crossbond ^{®а} 5 % фенил, 95 % диметилполисилоксан USP G27	Длина: 30 м, ID: 0,25 мм, пленка: 0,25 мкм Длина: 60 м, ID: 0,32 мм, пленка: 1 мкм
Среднеполярная VOCOL [®] -колонка ^а	Длина: 60 м, ID: 0,25 мм, пленка: 1,5 мкм
Rtx [®] -VMS (проприетарная Crossbond [®] фаза) ^а	Длина: 60 м, ID: 0,32 мм, пленка: 1,8 мкм
Rtx [®] -Volatiles (проприетарная Crossbond [®] дифенил/диметил полисилоксановая фаза) ^а	Длина: 60 м, ID: 0,25 мм, пленка: 1,00 мкм
^а Crossbond [®] -колонки: например, USP G43, USP G27, Rtx [®] -VMS, Rtx [®] -Volatiles и VOCOL [®] являются примерами соответствующей продукции, имеющейся в продаже. Данные примеры служат только для информирования пользователей настоящего стандарта и не являются рекомендуемыми ISO.	

Приложение С
(справочное)

Примеры внутренних стандартов

В таблице С.1 приведены рекомендации для выбора веществ, которые могут использоваться в качестве внутреннего стандарта, при определении соединений, перечисленных в таблице 1. Вещества, чаще всего использованные в качестве внутреннего стандарта участниками проведенного в июне 2013 г. межлабораторного испытания для валидации (см. таблицы F.1 и F.2), указаны с номерами в соответствии с таблицей С.2. Другие вещества также могут использоваться, если их пригодность была подтверждена в предварительных исследованиях.

Т а б л и ц а С . 1 – Вещества, используемые в качестве внутреннего стандарта

Наименование	Внутренний стандарт в соответствии с таблицей С.2				Наименование	Внутренний стандарт в соответствии с таблицей С.2			
	3	1	7	5		3	1	7	5
Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)	3	1	7	5	Этил-трет-бутиловый эфир (ЭТБЭ)	3	1	7	5
Бензол	7	1	5	4	2-этил-4-метил-1,3-диоксолан	5	1	8	3
Бромбензол	5	4	1	7	2-этил-5,5-диметил-1,3-диоксан	5	4	16	3
Бромхлорметан	1	5	8	7	Геосмин	5	4	19	1
Бромдихлорметан	1	5	8	7	Гексахлорбутадиен	5	4	16	8
н-бутилбензол	5	4	16	1	Изопропилбензол (кумол)	5	16	4	1
(s)-втор-бутилбензол	5	4	16	1	4-изопропилтолуол (n-цимол)	5	4	1	16
Трет-бутилбензол	5	4	16	1	2-метилизоборнеол	5	4	19	1
Хлорбензол	5	1	4	14	Метил-терт-бутиловый эфир (МТБЭ)	3	1	7	8
2-хлортолуол	5	4	1	16	Нафталин	5	4	19	1
4-хлортолуол	5	4	1	16	n-пропилбензол	5	4	1	13
Дибромхлорметан	5	1	8	22	Стирол	5	16	1	4
1,2-дибром-3-хлорпропан (ДБХП)	5	4	8	1	1,1,1,2-тетрахлорэтан	5	1	16	7
1,2-дибромэтан	5	1	8	12	1,1,2,2-тетрахлорэтан	5	8	4	16
Дибромметан	1	5	8	7	Тетрахлорэтен	5	1	8	16
1,2-дихлорбензол	5	4	1	14	Тетрахлорметан	7	1	8	5
1,3-дихлорбензол	5	4	1	13	Толуол	5	1	7	23
1,4-дихлорбензол	5	4	1	13	Трибромметан (бромформ)	5	8	16	4
1,1-дихлорэтан	1	8	5	7	1,2,3-трихлорбензол	5	4	1	23
1,2-дихлорэтан	8	1	5	7	1,2,4-трихлорбензол	5	4	1	23
1,1-дихлорэтилен	1	8	7	5	1,1,1-трихлорэтан	7	1	8	5
цис-1,2-дихлорэтилен	1	8	7	5	1,1,2-трихлорэтан	5	1	8	3
транс-1,2-дихлорэтилен	1	8	7	5	Трихлорэтилен	1	5	7	8
Дихлорметан	1	7	8	5	Трихлорметан (хлороформ)	1	7	8	5
1,2-дихлорпропан	1	5	8	7	1,2,3-трихлорпропан	5	4	8	16
1,3-дихлорпропан	5	1	8	22	1,2,4-триметилбензол (псевдокумол)	5	4	16	13
2,2-дихлорпропан	1	5	7	8	1,3,5-триметилбензол (мезитилен)	5	4	16	13
1,1-дихлорпропен	1	5	7	8	Винилхлорид	1	8	5	7
цис-1,3-дихлорпропен	1	5	8	12	o- ксилол	5	16	1	4
транс-1,3- дихлорпропен	5	1	8	22	p- ксилол	5	16	1	4
Этилбензол	5	16	4	1					

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

В таблице С.2 приведены примеры внутренних стандартов, которые были проверены в ходе выполнения работ по стандартизации, и оказались подходящими для данной цели.

Т а б л и ц а С . 2 – Примеры внутренних стандартов

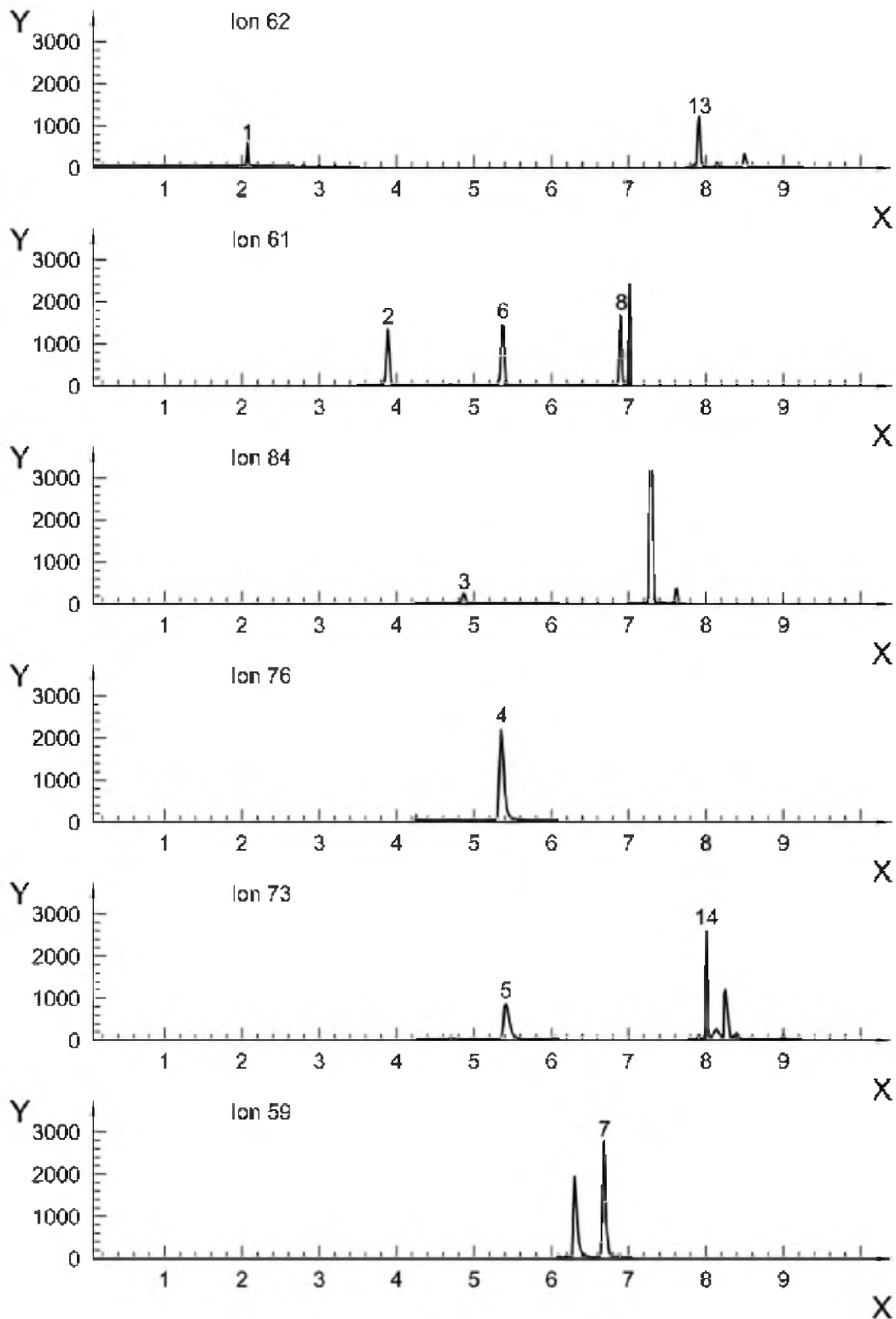
№	Наименование	Молекулярная формула	CAS регистрационный номер	Молярная масса г/моль	Плотность кг/л
1	Фторбензол	C_6H_5F	462-06-6	96,10	1,024
2	Фторбензол-d5	C_6D_5F	1423-10-5	101,08	1,078
3	МТБЭ-d3	$C_5H_6D_3O$	29366-08-3	91,15	0,765
4	1,2-дихлорбензол- d4	$C_6Cl_2D_4$	2199-69-1	151,03	1,341
5	Толуол-d8	C_7D_8	2037-26-5	100,11	0,943
6	2-бром-1-хлорпропан	C_3H_6BrCl	127054-38-0	157,44	1,537
7	Бензол-d6	C_6D_6	1076-43-3	84,15	0,948
8	1,2-дихлорэтан-d4	$C_2Cl_2D_4$	17060-07-0	102,94	1,307
9	Геосмин-d3	$C_{12}H_{19}D_3O$	135441-88-2	185,32	1,002
10	2-метилизоборнеол-d3	$C_{11}H_{17}D_3O$	135441-89-3	171,29	0,986
11	Аценафтен-d10	$C_{12}D_{10}$	15067-26-2	164,17	-
12	Бромметан-d5	C_2BrD_5	3675-63-6	113,95	1,527
13	4-бромфторбензол	C_6H_4BrF	460-00-4	175,00	1,593
14	Хлорбензол-d5	C_6D_5Cl	3114-55-4	117,59	1,157
15	n-декан-d22	$C_{10}D_{22}$	16416-29-8	164,42	0,842
16	Этилбензол-d10	C_8D_{10}	25837-05-2	116,23	0,949
17	Гексан-d14	C_6D_{14}	21666-38-6	100,29	0,767
18	2-изопропил-3-метоксипиразин	$C_8H_{12}N_2O$	25773-40-4	152,19	0,996
19	Нафталин-d8	$C_{10}D_8$	1146-65-2	136,22	-
20	Трихлорэтилен-d1	C_2Cl_3D	13291-68-4	132,39	1,474
21	Трихлорметан-d1	CCl_3D	865-49-6	120,39	1,500
22	1,2,3-трихлорпропан-d5	$C_3Cl_3D_5$	203578-27-2	152,46	0,790
23	Трифтортолуол	$C_7H_5F_3$	98-08-8	146,11	1,190
24	Винилхлорид-d3	C_2ClD_3	6745-35-3	65,52	0,911
25	o-ксилол-d10	C_8D_{10}	56004-61-6	116,25	0,953
26	p-ксилол-d10	C_8D_{10}	41051-88-1	116,25	0,948

Приложение D
(справочное)

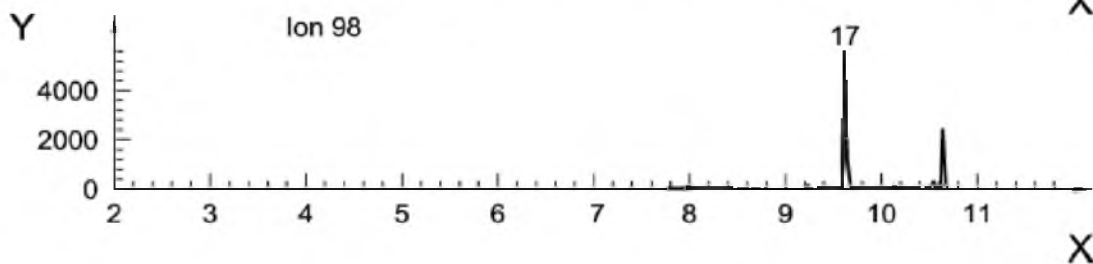
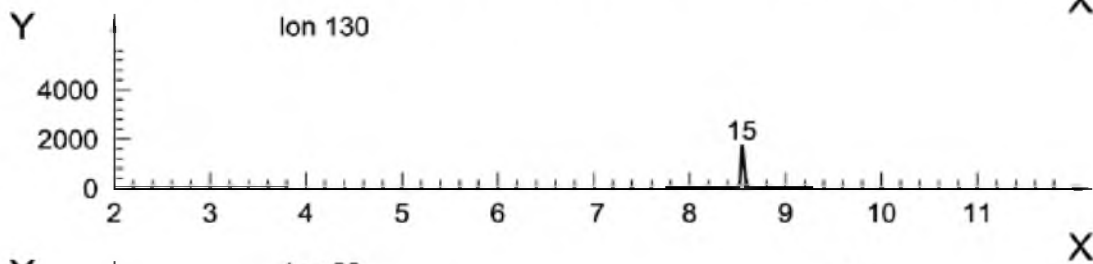
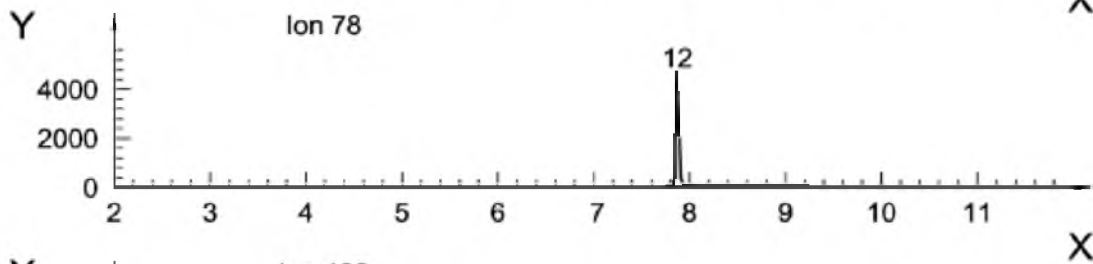
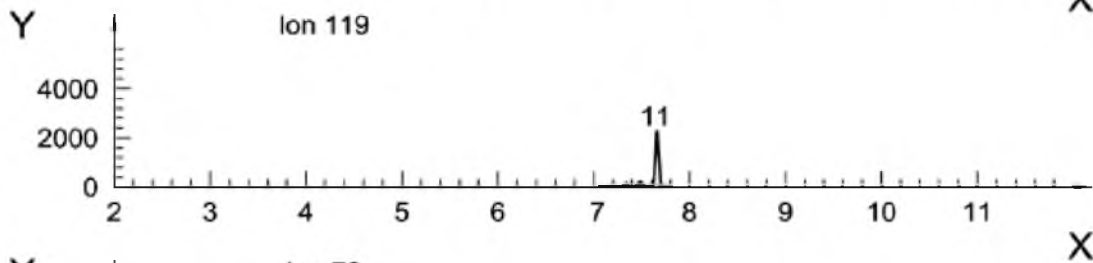
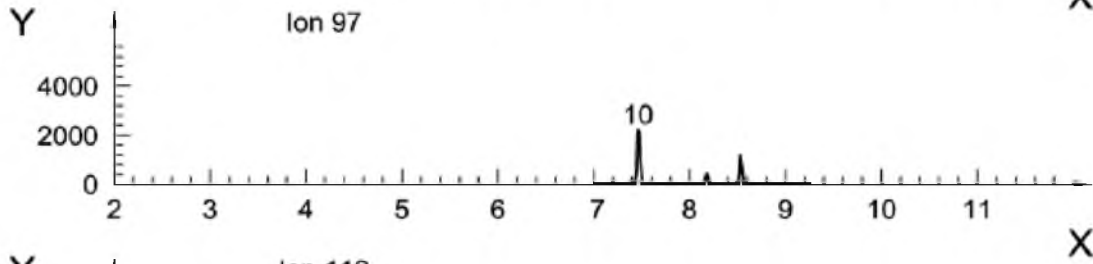
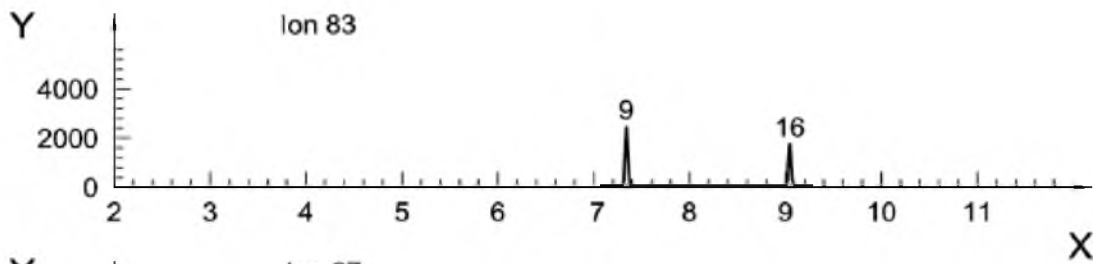
Подходящие условия для газовой хроматографии и примеры хроматограмм соединений, указанных в таблице 1

D.1 Хроматографические условия для хроматограмм, изображенных на рисунке D.1

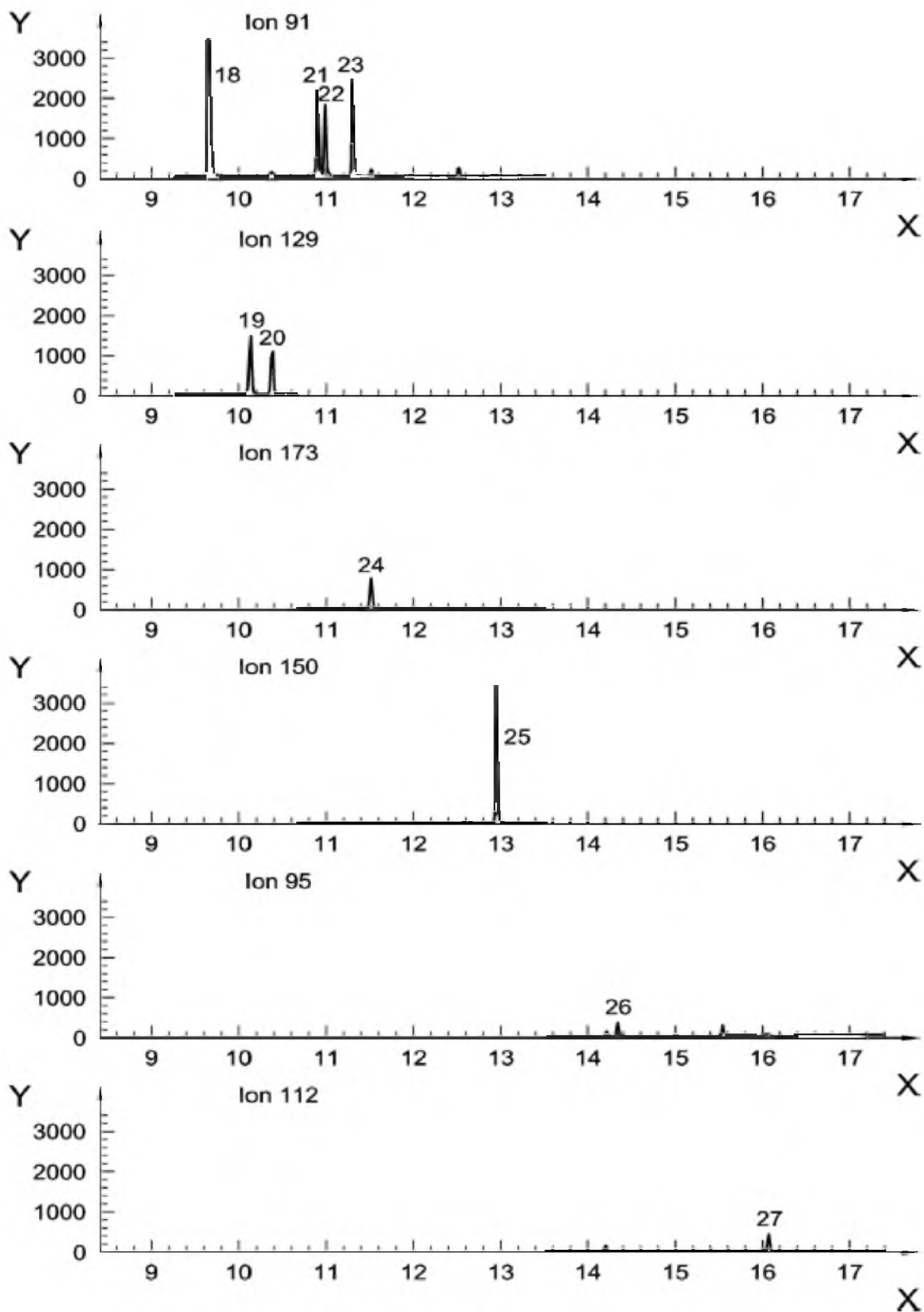
ГХ оборудование	Agilent 7890A ^a , Gerstel MPS 2 ^a , CTC Cycle Composer-Software ^a
Условия ТФМЭ:	В соответствии с разделом 8, объем пробы: 10 мл, количество NaCl: 3,0 г, волокно: Supelco Carboxen [®] /PDMS ^a (75 мкм), 1 см, 23-ий калибр, скорость перемешивания: 250 об/мин, время термостатирования: 10 мин, время экстракции: 10 мин, температура экстракции: 40 °С
Инжекция:	Лайнер-ID: 1,0 мм, Gerstel CIS 4 ^a , 260 °С; 10 °С/с до 280 °С; 10 мин; соотношение: 1:5
Капиллярная колонка:	Phenomenex ZB 624 ^a , 30 м × 0,25 мм × 1,4 мкм
Матрица и диапазон концентрации:	Грунтовая вода с добавками определяемых соединений; 0,25 – 0,35 мкг/л
Газ-носитель:	Гелий (5.0); 0,9 мл/мин
Температурная программа:	35 °С, 5 мин; 20 °С/мин до 250 °С; 5 мин
МС детектор	Agilent 5975C MSD ^a , Quadrupol-MS, EI 70 eV, SIM
^a Agilent 7890A, Agilent 5975C MSD, CTC Cycle Composer-software, Gerstel MPS 2, Gerstel KAS 4, Supelco Carboxen [®] /PDMS и Phenomenex ZB 624 являются примерами соответствующей продукции, имеющейся в продаже. Данные примеры служат только для информирования пользователей настоящего стандарта и не являются рекомендуемыми ISO.	



a)



b)



c)

Рисунок D.1 – Пример 1 газовой хроматограммы

Пояснение к рисунку

X	Время, мин		
Y	Интенсивность сигнала		
1	Винилхлорид	15	Трихлорэтилен
2	1,1-дихлорэтилен	16	Бромдихлорметан
3	Дихлорметан	17	Толуол-d8
4	МТБЭ-d3	18	Толуол
5	Метил- <i>терт</i> -бутиловый эфир (МТБЭ)	19	Тетрахлорэтилен
6	<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	20	Дибромхлорметан
7	Этил- <i>терт</i> -бутиловый эфир (ЭТБЭ)	21	Этилбензол
8	<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен	22	<i>м-п</i> - ксилол
9	Трихлорметан (хлороформ)	23	<i>о</i> -ксилол
10	1,1,1-тетрахлорэтан	24	Трибромметан (бромформ)
11	Тетрахлорметан	25	1,2-дихлорбензол- d4
12	Бензол	26	2-метилизоборнеол
13	1,2-дихлорэтан	27	Геосмин
14	Метил- <i>трет</i> -амиловый эфир (ТМАЭ)		

D.2 Хроматографические условия для хроматограммы, изображенной на рисунке D.2

ГХ оборудование	Varian CP 3800 ^a , CTC Combi-PAL ^a (мешалка) с опцией ТФМЭ
Условия ТФМЭ:	В соответствии с разделом 8, объем пробы: 10 мл, количество NaCl: 3,0 г, волокно: Supelco Carboxen [®] /PDMS ^a (75 мкм), 1 см, 23-ий калибр, скорость перемешивание: 250 об/мин, время термостатирования: 10 мин, время экстракции: 10 мин, температура экстракции: 40 °С
Инжекция:	Varian S/SL-инжектор (280 °С, 12 мин, без разделения), Gerstel CIS 3 ^a , 60 °С; 10 °С/с до 280 °С
Капиллярная колонка:	Restek Rtx [®] -VMS ^a , 60 м × 0,35 мм × 1,8 мкм
Матрица и диапазон концентрации:	Питьевая вода с добавками определяемых соединений; 1,0 мкг/л (бензол, толуол, этилбензол, <i>п</i> -ксилол, <i>о</i> -ксилол: 0,2 мкг/л)
Газ-носитель:	Гелий (5.0); 1,6 мл/мин (при 35 °С)
Температурная программа:	35 °С, 1 мин; 25 °С/мин до 100 °С; 7 мин; 30 °С/мин до 160 °С; 2 мин; 40 °С/мин до 240 °С; 8 мин (продолжительность: 24,6 мин)
МС детектор	Varian 1200 MS ^a , EI 70 eV, SIM
^a Varian GC 3800, CTC Combi-PAL, Supelco Carboxen [®] /PDMS, Gerstel KAS 3, Restek Rtx [®] -VMS и Varian 1200 MS являются примерами соответствующей продукции, имеющейся в продаже. Данные примеры служат только для информирования пользователей настоящего стандарта и не являются рекомендуемыми ISO.	

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

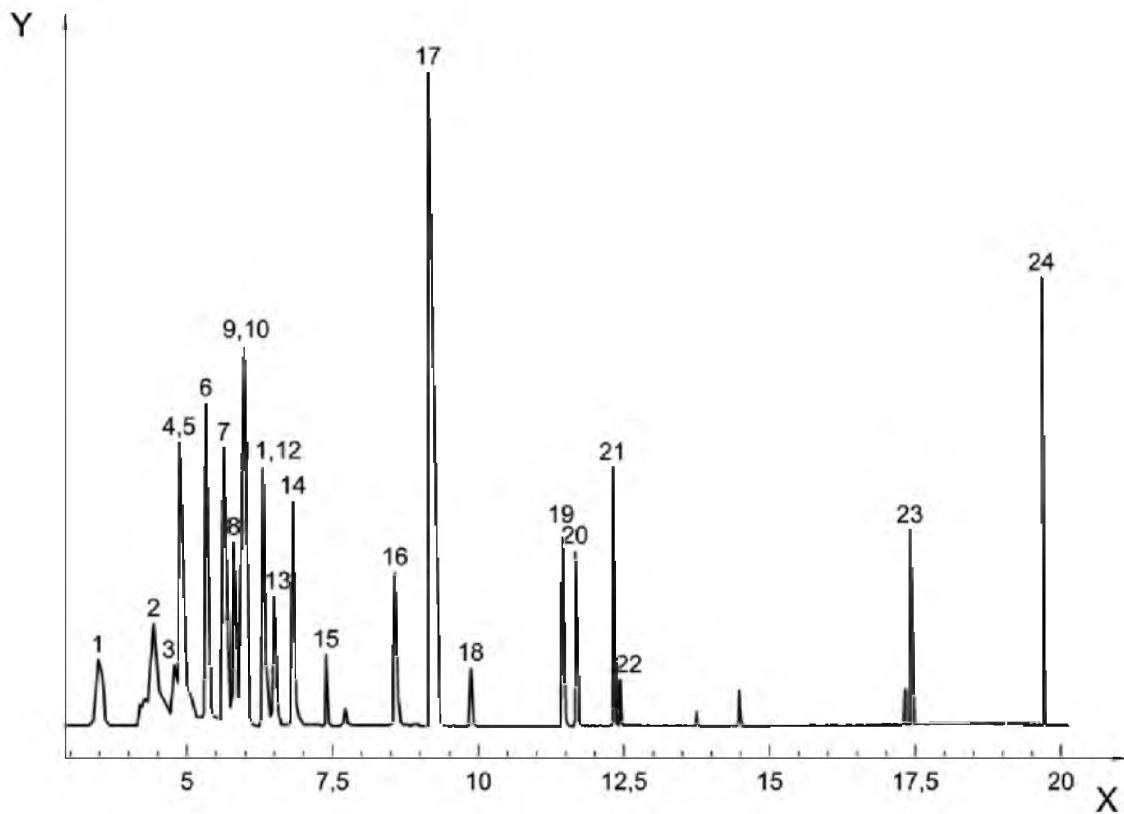


Рисунок D.2 – Пример 2 газовой хроматограммы

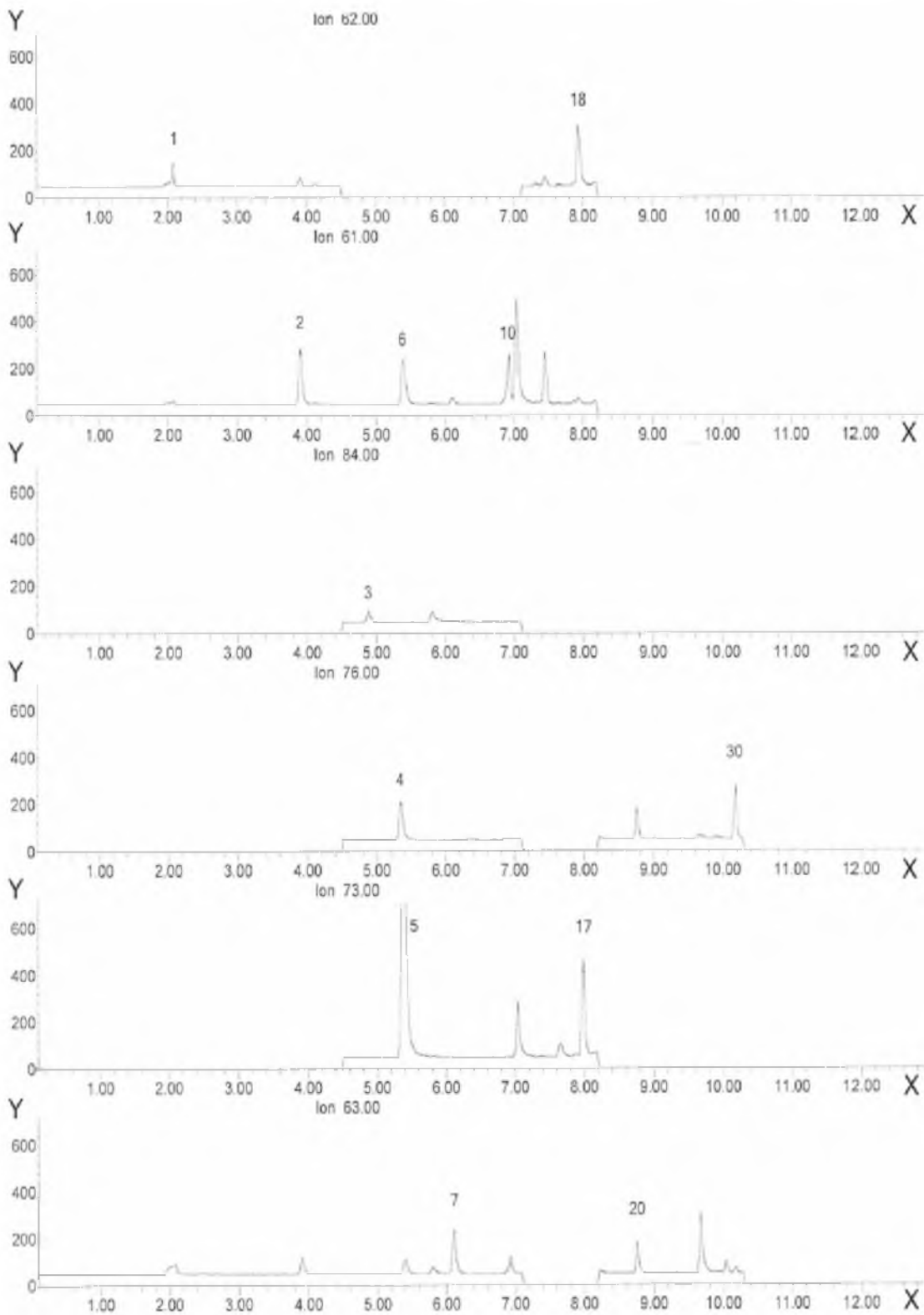
Пояснение к рисунку

X	Время, мин		
Y	Интенсивность сигнала		
1	Винилхлорид	13	1,2-дихлорэтан
2	1,1-дихлорэтилен	14	Трихлорэтилен
3	Дихлорметан	15	Бромдихлорметан
4	MTБЭ-d3	16	Толуол
5	транс-1,2-дихлорэтилен	17	Тетрахлорэтилен
6	Этил-tert-бутиловый эфир (ЭТБЭ)	18	Дибромхлорметан
7	цис-1,2-дихлорэтилен	19	Этилбензол
8	Трихлорметан (хлороформ)	20	m-/p-ксилол
9	Тетрахлорметан	21	o-ксилол
10	1,1,1-тетрахлорэтан	22	Трибромметан (бромформ)
11	Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)	23	2-метилизоборнеол
12	Бензол	24	Геосмин

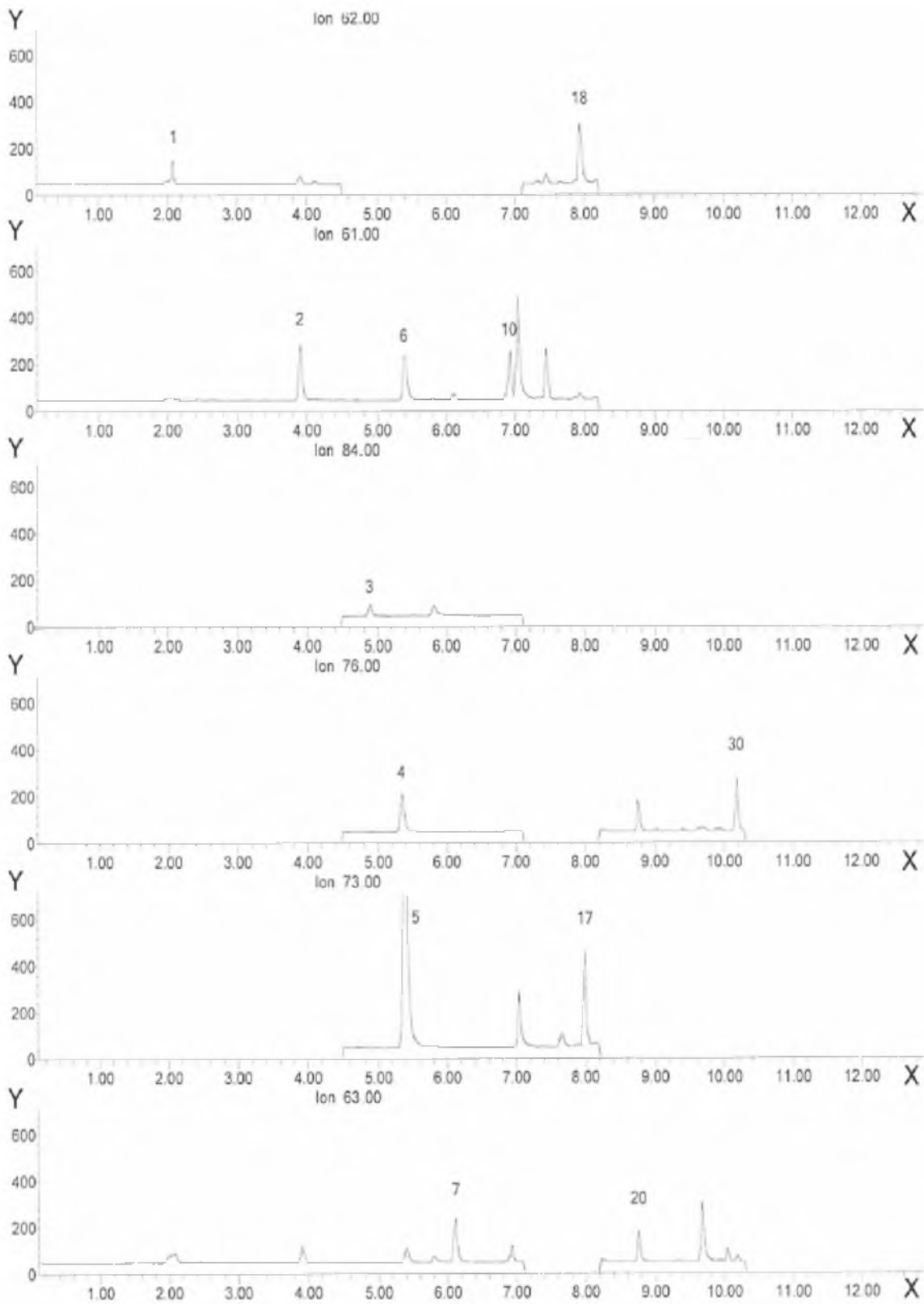
D.3 Хроматографические условия для хроматограмм, изображенных на рисунке D.3

ГХ оборудование	Agilent 7890A ^a , Gerstel MPS 2 ^a , CTC Cycle Composer-Software ^a
Условия ТФМЭ:	В соответствии с Разделом 8, объем пробы: 10 мл, количество NaCl: 3,0 г, волокно: Supelco Carboxen [®] /PDMS ^a (75 мкм), 1 см, 23-ий калибр, скорость перемешивания: 250 об/мин, время термостатирования: 10 мин, время экстракции: 10 мин, температура экстракции: 40 °С
Инжекция:	Лайнер-ID: 1,0 мм, Gerstel CIS 4 ^a , 260 °С; 10 °С/с до 280 °С; 10 мин; соотношение: 1:5
Капиллярная колонка:	Phenomenex ZB 624 ^a , 30 м × 0,25 мм × 1,4 /мкм
Матрица и диапазон концентрации:	Сточная вода с добавками определяемых соединений; 0,15 – 0,20 мкг/л
Газ-носитель:	Гелий (5.0); 0,9 мл/мин
Температурная программа:	35 °С, 5 мин; 20 °С/мин до 250 °С; 10 мин
МС детектор	Agilent 5975C MSD ^a , Quadrupol-MS, EI 70 eV, SIM
^a Agilent 7890A, Agilent 5975C MSD, Gerstel MPS 2, Gerstel KAS 4, CTC Cycle Composer-software, Supelco Carboxen [®] /PDMS и Phenomenex ZB 624 являются примерами соответствующей продукции, имеющейся в продаже. Данные примеры служат только для информирования пользователей настоящего стандарта и не являются рекомендуемыми ISO.	

ГОСТ ISO 17943
(проект, ВУ, первая редакция)

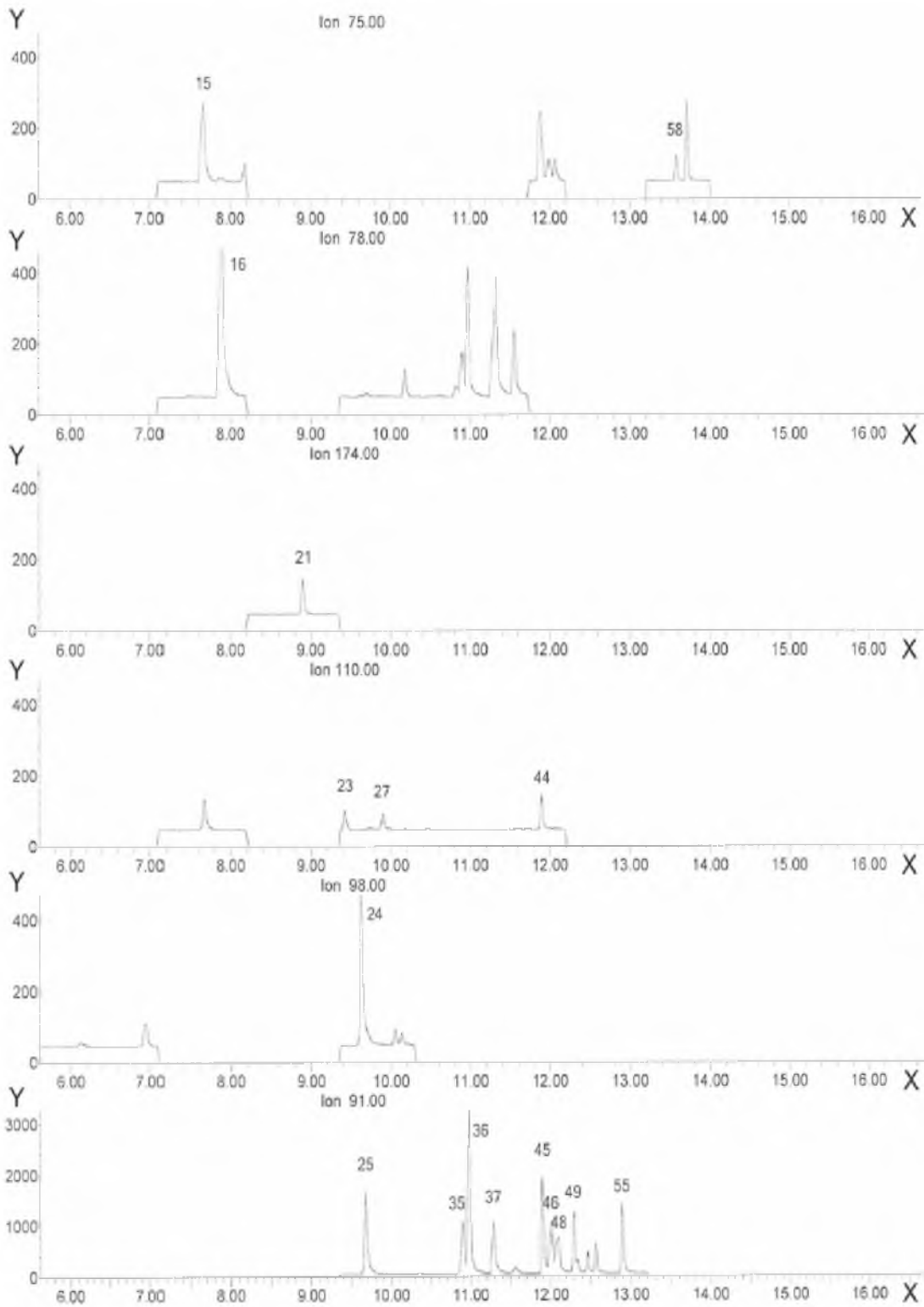


a)

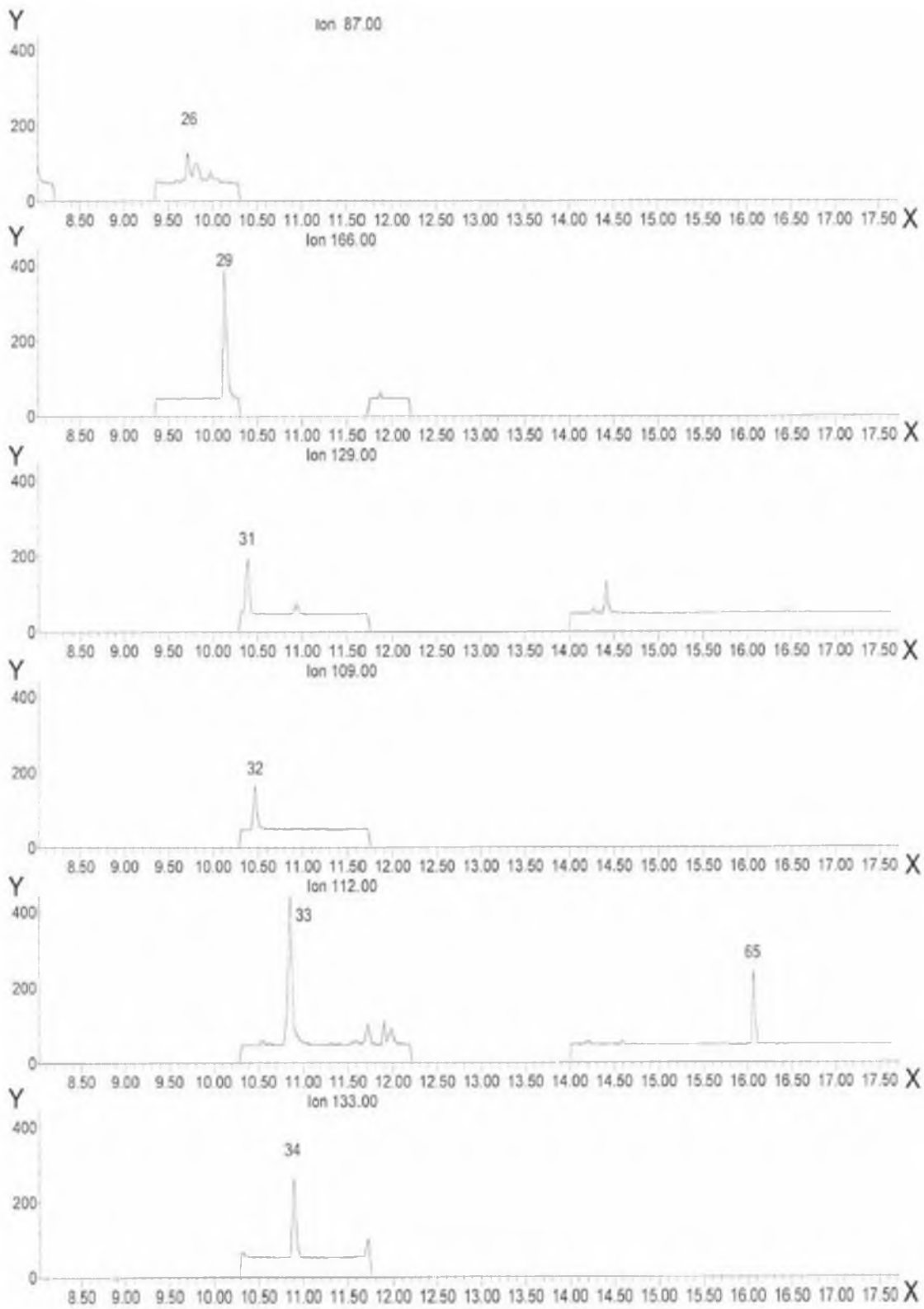


b)

ГОСТ ISO 17943
(проект, ВУ, первая редакция)

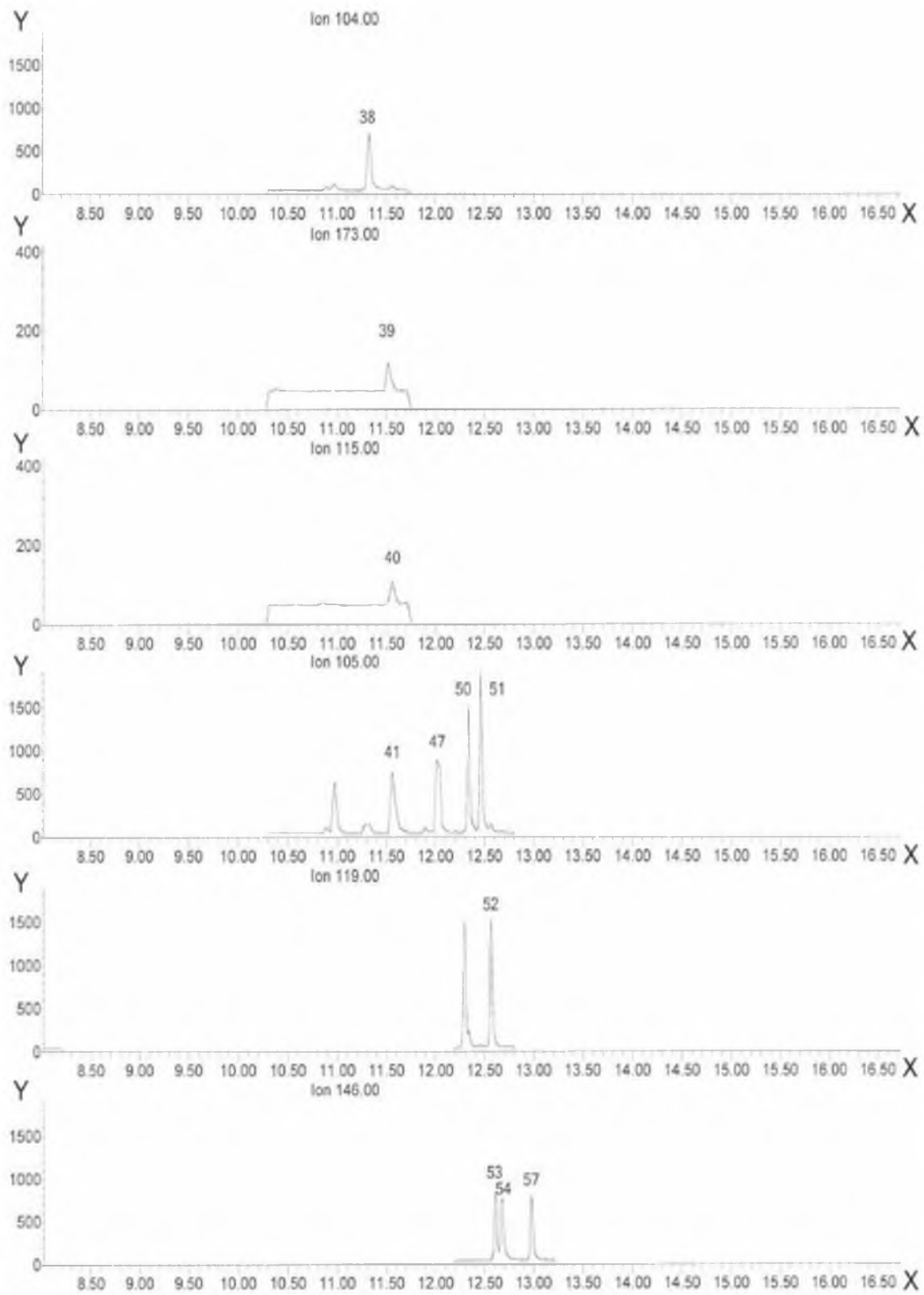


c)

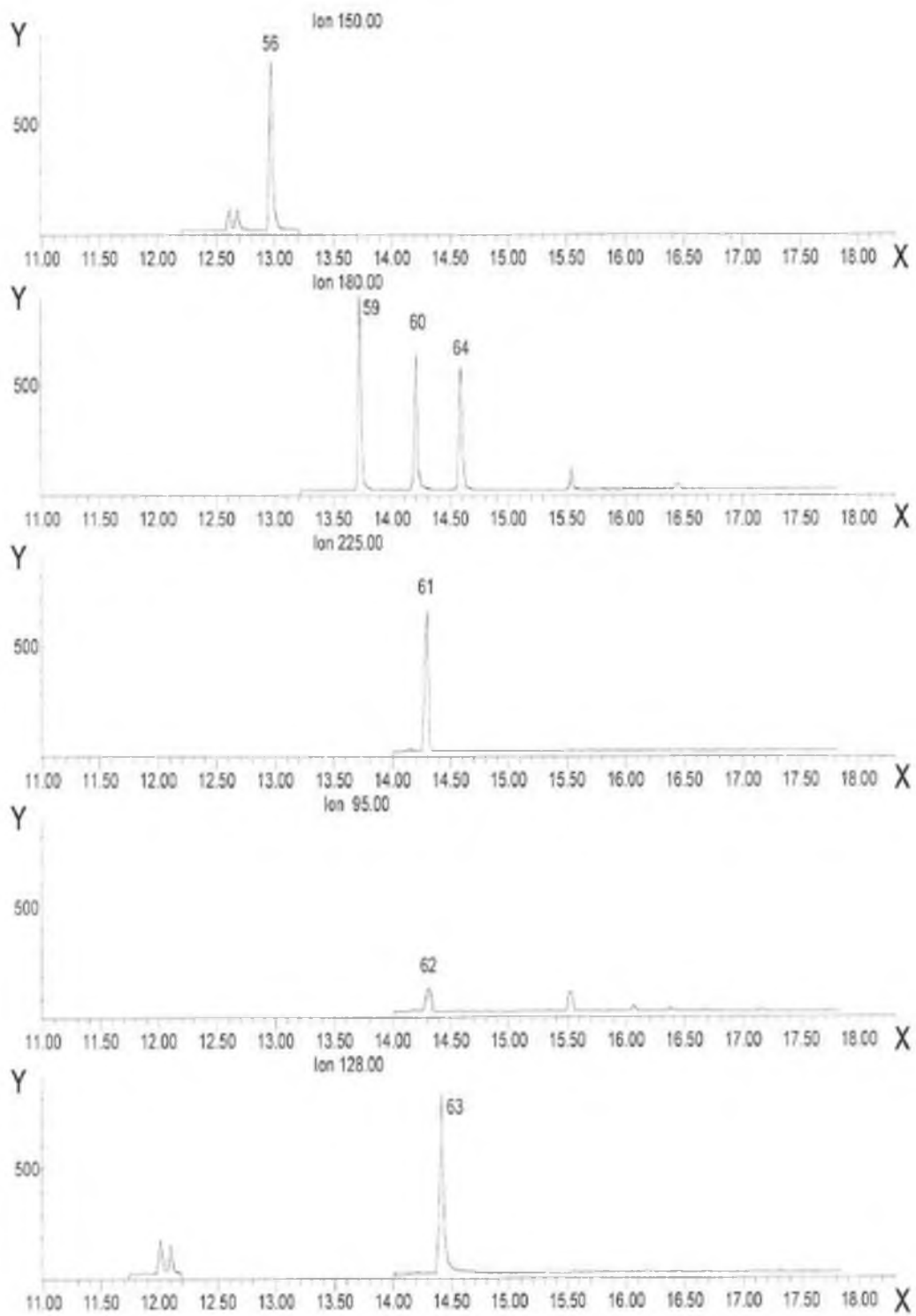


d)

ГОСТ ISO 17943
(проект, ВУ, первая редакция)



e)



д)

Рисунок D.3 – Пример 3 газовой хроматограммы

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

Пояснение к рисунку

Х	Время, мин	1) группа (время старта)			1) старт группы, мин
У	Интенсивность сигнала	2) выбранные ионы, <i>m/z</i>			2) выбранные ионы, <i>m/z</i>
1	Винилхлорид	Группа-1 (0,10 мин)	31	Дибромхлорметан	Группа-6 (10,30 мин)
2	1,1-дихлорэтилен	61, 62, 63, 64, 96, 98	32	1,2-дибромэтан	56, 77, 78, 91, 103,
3	Дихлорметан	Группа 2 (4,50 мин)	33	Хлорбензол	104, 105, 106, 107,
4	МТБЭ-d3	57, 59, 61, 63, 65,	34	1,1,1,2-тетрахлорэтан	109, 110, 112, 115,
5	Метил-терт-бутиловый эфир (МТБЭ)	73, 76, 77, 79, 84,	35	Этилбензол	120, 127, 129, 131,
6	<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	86, 87, 96, 97, 98,	36	<i>m</i> -П-ксилол	133, 135, 143, 171,
7	1,1-дихлорэтан	99	37	<i>o</i> -ксилол	173, 175
8	Этил-терт-бутиловый эфир (ЭТБЭ)		38	Стирол	
9	2,2-дихлорпропан		39	Трибромметан (бромформ)	
10	<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен		40	2-этил-5,5-диметил-1,3-диоксан	
11	Бромхлорметан	Группа-3 (7,10 мин)	41	Изопропилбензол (кумол)	
12	Трихлорметан (хлороформ)	61, 62, 64, 73, 75,	42	1,1,2,2-тетрахлорэтан	Группа-7 (11,70 мин)
13	1,1,1-трихлорэтан	77, 78, 79, 83, 85,	43	Бромбензол	75, 77, 83, 85, 91,
14	Тетрахлорметан	87, 97, 110, 117,	44	1,2,3-трихлорпропан	105, 110, 112, 120,
15	1,1-дихлорпропен	119, 128, 130, 132	45	<i>n</i> -пропилбензол	126, 128, 147, 156,
16	Бензол		46	2-хлортолуол	158, 166, 168, 170
17	Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)		47	1,3,5-триметилбензол	
18	1,2-дихлорэтан		48	4-хлортолуол	
19	Трихлорэтилен	Группа-4 (8,20 мин)	49	терт-бутилбензол	Группа-8 (12,20 мин)
20	1,2-дихлорпропан	63, 76, 83, 85, 93,	50	1,2,4-триметилбензол	91, 105, 119, 120,
21	Дибромметан	95, 130, 132, 134,	51	<i>цис</i> -бутилбензол	134, 146, 148, 150
22	Бромдихлорметан	172, 174, 176	52	4-изопропилтолуол (<i>n</i> -цимол)	
23	<i>цис</i> -1,3-дихлорпропен	Группа-5 (9,35 мин)	53	1,3-дихлорбензол	
24	Толуол-d8	57, 59, 63, 75, 77,	54	1,4-дихлорбензол	
25	Толуол	87, 91, 92, 97, 98,	55	<i>n</i> -бутилбензол	Группа-9 (12,80 мин)
26	2-этил-4-метил-1,3-диоксолан	99, 110, 132, 164,	56	1,2-дихлорбензол D4	91, 92, 134, 146,
27	<i>транс</i> -1,3-дихлорпропен	166	57	1,2-дихлорбензол	148, 150
28	1,1,2-трихлорэтан		58	1,2-дибром-3-хлорпропан	Группа-10 (13,20 мин)
29	Тетрахлорэтилен		59	1,3,5-трихлорбензол	75, 155, 157, 159, 180, 182, 184
30	1,3-дихлорпропан		60	1,2,4-трихлорбензол	Группа-11 (14,00 мин)
			61	Гексахлорбутадиен	95, 107, 112, 125,
			62	2-метилизоборнеол	127, 128, 129, 180,
			63	Нафталин	182, 184, 223, 225,
			64	1,2,3-трихлорбензол	260, 262
			65	Геосмин	

Приложение Е (справочное)

Общая информация о твердофазной микроэкстракции

В случае использования ТФМЭ определяемые соединения не полностью экстрагируются из пробы воды, а устанавливается равновесие распределения между растворенными в пробе воды молекулами определяемых соединений и адсорбированными на стационарную полимерную фазу. Для большинства соединений, указанных в таблице 1, равновесие распределения устанавливается спустя 10 мин. В зависимости от выбранных условий (например, температура экстракции) для этого может потребоваться более длительное время. Однако на практике не следует дожидаться установления равновесия, если точно соблюдать периоды экстракции (например, 10 мин) и другие влияющие факторы (например, время термостатирования, температура экстракции, материал фазы, количество добавленной соли) (см. раздел 8). Диффузионно-контролируемый перенос вещества к адсорбенту преимущественно не зависит от объема пробы. Однако количество переходящих в адсорбент молекул определяемых соединений (то есть выход экстракта) прямо пропорционально зависит от коэффициента распределения, объема стационарной фазы, а также концентрации соответствующих определяемых соединений в пробе воды (см. библиографию [10], [11] и [15])

Выход экстракта является процентным соотношением определяемых соединений, адсорбированных на ТФМЭ-волокне в указанных условиях (например, время экстракции, температура экстракции, материал фазы, количество добавленной соли, скорость перемешивания) и количества определяемых соединений в используемом объеме пробы (например, 10 мл). В зависимости от используемой партии волокна для одного соединения могут быть получены значения, существенно отличающиеся друг от друга. Выход экстракта также может быть определен экспериментально. С этой целью для каждого соединения результаты (выраженные в единицах площади), полученные при жидкой экстракции, сравнивают с результатами эксперимента, с применением ТФМЭ, и устанавливают процентное соотношение по массе. В рамках рабочей группы комитета по стандартизации были проведены соответствующие испытания для используемых волокон. Данные испытания описаны в валидационном документе DIN 38407-41. Результаты являются справочными, и действуют соответственно только для волокон, которые были использованы. На практике не требуется определять выход экстракции. Волокна можно использовать, пока в рамках методики достигается требуемая чувствительность для подлежащих анализу соединений.

**Приложение F
(справочное)**

Данные эффективности

Данные эффективности, указанные в таблицах F.1 и F.2, были определены в проведенном в июне 2013 г. международном межлабораторном испытании поверхностных вод и обработанных сточных вод. Указанные в таблицах F.3 – F.5 дополнительные данные эффективности были определены в проведенном ранее, в мае 2009 г., межлабораторном испытании с питьевой водой, грунтовыми водами и поверхностными водами.

Т а б л и ц а F . 1 – Данные эффективности для поверхностных вод с добавками определяемых соединений

Соединение	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> , %	<i>X</i> , мкг/л	$\bar{\bar{x}}$, мкг/л	η , %	<i>s_R</i> , мкг/л	<i>C_{V,R}</i> , %	<i>s_r</i> , мкг/л	<i>C_{V,r}</i> , %
Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)	24	96	2,0	0,089	0,088	98,9	0,015	17,3	0,005	5,9
Бензол	25	100	3,8	0,100	0,099	99,0	0,020	19,7	0,006	6,2
Бромбензол	21	84	8,7	0,100	0,106	106,0	0,033	30,9	0,010	9,9
Бромхлорметан	20	80	20,0	0,300	0,286	95,3	0,038	13,1	0,010	3,5
Бромдихлорметан	24	96	11,1	0,298	0,294	98,7	0,044	15,0	0,012	4,0
н-бутилбензол	23	92	4,2	0,250	0,216	86,4	0,052	24,3	0,017	7,7
(<i>s</i>)-втор-бутилбензол	24	94	6,0	0,040	0,042	105,0	0,015	35,3	0,004	8,5
Трет-бутилбензол	19	76	17,4	0,200	0,176	88,0	0,039	22,0	0,007	3,9
Хлорбензол	24	96	4,0	0,040	0,039	97,5	0,008	20,9	0,003	6,6
2-хлортолуол	22	88	8,3	0,100	0,096	96,0	0,022	23,3	0,005	5,6
4-хлортолуол	21	84	8,7	0,100	0,095	95,0	0,023	24,8	0,005	5,7
Дибромхлорметан	25	100	7,4	0,300	0,287	95,07	0,058	20,2	0,016	5,4
1,2-дибром-3-хлорпропан (ДБХП)	24	96	4,0	0,735	0,746	101,5	0,155	20,8	0,049	6,5
1,2-дибромэтан	25	100	7,4	0,500	0,501	100,2	0,072	14,3	0,025	5,0
Дибромметан	22	88	15,4	0,693	0,656	94,7	0,119	18,1	0,025	3,8
1,2-дихлорбензол	26	102	0,0	0,100	0,097	97,0	0,020	20,4	0,006	6,5
1,3-дихлорбензол	26	102	0,0	0,100	0,095	95,0	0,024	25,4	0,007	7,1
1,4-дихлорбензол	26	102	0,0	0,100	0,098	98,0	0,025	25,1	0,008	7,9
1,1-дихлорэтан	23	92	8,0	0,080	0,074	92,5	0,012	16,6	0,005	6,4
1,2-дихлорэтан	24	96	4,0	0,150	0,144	96,0	0,028	19,6	0,009	6,5
1,1-дихлорэтилен	24	96	0,0	0,080	0,071	88,8	0,021	29,4	0,006	8,5
<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен	22	88	8,3	0,298	0,264	88,6	0,040	15,2	0,013	5,0
<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	21	84	16,0	0,200	0,173	86,5	0,040	23,2	0,008	4,5
Дихлорметан	15	59	18,1	0,399	0,400	100,3	0,197	49,2	0,020	4,9
1,2-дихлорпропан	23	92	8,0	0,200	0,196	98,0	0,030	15,4	0,010	4,9
1,3-дихлорпропан	23	92	4,2	0,100	0,099	99,0	0,018	18,2	0,007	6,6
2,2-дихлорпропан	19	76	13,6	0,200	0,093	46,5	0,048	52,0	0,006	6,6
1,1-дихлорпропен	22	88	8,3	0,198	0,179	90,4	0,039	21,9	0,010	6,6
<i>цис</i> -1,3-дихлорпропен ^c	23	92	4,2	0,698	0,348	49,9	0,135	38,8	0,024	6,9
<i>транс</i> -1,3-дихлорпропен ^c	22	88	4,3	0,696	0,389	55,9	0,129	33,0	0,030	7,7
Этилбензол	24	94	13,0	0,050	0,044	88,0	0,010	23,4	0,003	6,2
Этилтретбутиловый эфир (ЭТБЭ)	24	96	4,0	0,079	0,096	121,5	0,020	21,3	0,007	7,3

Продолжение таблицы F.1

Соединение	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> , %	<i>X</i> , мкг/л	\bar{x} , мкг/л	η , %	<i>s_R</i> , мкг/л	<i>C_{V,R}</i> , %	<i>s_r</i> , мкг/л	<i>C_{V,r}</i> , %
2-этил-4-метил-1,3-диоксолан	20	80	4,8	0,743	0,752	101,2	0,135	18,0	0,050	6,6
2-этил-5,5-диметил-1,3-диоксан	23	92	4,2	0,741	0,759	102,4	0,126	16,6	0,053	7,0
Геосмин	19	76	17,4	0,080	0,085	106,3	0,015	18,1	0,007	8,4
Гексахлорбутадиен	23	91	12,5	0,246	0,226	91,9	0,062	27,5	0,015	6,6
Изопропилбензол (кумол)	25	100	7,4	0,100	0,098	98,0	0,027	27,3	0,006	6,1
4-изопропилтолуол (<i>n</i> -цимол)	20	78	10,3	0,040	0,038	95,0	0,013	34,5	0,003	7,2
2-метилизоборнеол	21	84	16,0	0,098	0,101	103,1	0,018	18,0	0,008	7,8
Метил-tert-бутиловый эфир (МТБЭ)	23	92	4,2	0,600	0,699	116,5	0,168	24,0	0,032	4,6
Нафталин	21	82	12,8	0,100	0,112	112,0	0,028	24,6	0,011	9,9
<i>n</i> -пропилбензол	22	88	8,3	0,100	0,093	93,0	0,026	27,5	0,007	7,1
Стирол	24	96	11,1	0,300	0,253	84,3	0,049	19,3	0,010	4,1
1,1,1,2-тетрахлорэтан	23	91	9,0	0,199	0,193	97,0	0,032	16,4	0,009	4,6
1,1,2,2-тетрахлорэтан	22	88	15,4	0,399	0,391	98,0	0,063	16,2	0,018	4,7
Тетрахлорэтилен	24	95	12,0	0,198	0,196	99,0	0,054	27,4	0,009	4,8
Тетрахлорметан	25	100	7,4	0,080	0,080	100,0	0,019	23,7	0,006	7,8
Толуол	25	100	3,8	0,100	0,094	94,0	0,028	29,5	0,007	7,6
Трибромметан	24	96	11,1	0,386	0,408	105,7	0,049	11,9	0,018	4,4
1,2,3-трихлорбензол	24	96	4,0	0,200	0,189	94,5	0,042	22,1	0,014	7,3
1,2,4-трихлорбензол	25	100	0,0	0,198	0,193	97,5	0,053	27,3	0,015	7,7
1,1,1-трихлорэтан	24	96	11,1	0,193	0,191	99,0	0,038	20,1	0,010	5,4
1,1,2-трихлорэтан	23	92	11,5	0,300	0,297	99,0	0,039	13,3	0,011	3,8
Трихлорэтилен	24	96	4,0	0,079	0,105	132,9	0,022	20,5	0,005	5,0
Трихлорметан	23	92	8,0	0,297	0,274	92,3	0,057	20,8	0,016	5,7
1,2,3-трихлорпропан	24	96	11,1	0,749	0,761	101,6	0,133	17,5	0,031	4,0
1,2,4-триметилбензол	25	99	4,8	0,089	0,098	110,1	0,026	26,9	0,006	5,7
1,3,5-триметилбензол	23	91	12,5	0,090	0,089	98,9	0,019	21,1	0,005	5,1
Винилхлорид	20	80	13,0	0,300	0,265	88,3	0,059	22,2	0,016	6,1
<i>o</i> - ксилол	26	101	2,9	0,050	0,051	102,0	0,014	27,7	0,003	5,4
<i>p</i> - ксилол	20	80	23,1	0,050	0,061	122,0	0,017	27,9	0,003	4,7

l – количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов
n – количество аналитических значений, оставшихся после исключения выбросов
o – процент выбросов
X – фактическое значение
 \bar{x} – общее среднее значение
 η – степень извлечения
s_R – стандартное отклонение воспроизводимости
C_{V,R} – коэффициент вариации воспроизводимости
s_r – стандартное отклонение повторяемости
C_{V,r} – коэффициент вариации повторяемости

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

Продолжение таблицы F.1

Соединение	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> , %	<i>X</i> , мкг/л	$\bar{\bar{x}}$, мкг/л	η , %	<i>s_R</i> , мкг/л	<i>C_{v,R}</i> , %	<i>s_r</i> , мкг/л	<i>C_{v,r}</i> , %
<p>^a Результаты для 2,2-дихлорпропана, <i>цис</i>-1,3-дихлорпропена и <i>транс</i>-1,3-дихлорпропена демонстрируют плохую степень извлечения и высокое значение коэффициент вариации. Данные результаты исследования не могли быть подтверждены в проведенных технической рабочей группой проверках испытания стабильности. Однако рекомендуется тщательно проверять степень извлечения данных соединений в рамках аналитической процедуры.</p> <p>^b Высокое значение коэффициента вариации воспроизводимости для дихлорметана можно проследить на основе значения холостой пробы лабораторного воздуха. В таблицах F.3 и F.4 указаны результаты без значений, создающих помехи для холостой пробы.</p>										

ГОСТ ISO 17943
(проект, ВУ, первая редакция)

Таблица F.2 – Данные эффективности для обработанных сточных вод с добавками определяемых соединений

Соединение	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>α</i> , %	<i>X</i> , мкг/л	\bar{x} , мкг/л	<i>η</i> , %	<i>s_R</i> , мкг/л	<i>C_{V,R}</i> , %	<i>s_r</i> , мкг/л	<i>C_{V,r}</i> , %
Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)	24	96	4,0	0,695	0,650	93,5	0,137	21,0	0,033	5,1
Бензол	25	99	4,8	0,799	0,744	93,1	0,133	17,8	0,030	4,1
Бромбензол	21	84	12,5	0,300	0,297	99,0	0,091	30,8	0,015	5,1
Бромхлорметан	22	88	12,0	0,999	0,953	95,4	0,165	17,3	0,041	4,3
Бромдихлорметан	24	96	11,1	0,497	0,478	96,2	0,080	16,6	0,023	4,7
<i>n</i> -бутилбензол	25	100	0,0	2,498	2,307	92,4	0,807	35,0	0,195	8,5
<i>цис</i> -бутилбензол	23	92	11,5	0,400	0,372	93,0	0,098	26,3	0,024	6,4
Трет-бутилбензол	23	92	4,2	0,499	0,477	95,6	0,134	28,2	0,034	7,1
Хлорбензол	23	92	11,5	0,100	0,093	93,0	0,022	23,3	0,004	4,4
2-хлортолуол	25	99	1,0	0,299	0,314	105,0	0,118	37,6	0,022	7,1
4-хлортолуол	23	92	4,2	0,299	0,277	92,6	0,058	21,0	0,020	7,2
Дибромхлорметан	23	91	15,7	0,499	0,475	95,2	0,085	17,8	0,023	4,8
1,2-дибром-3-хлорпропан	23	92	8,0	2,450	2,435	99,4	0,400	16,4	0,145	5,9
1,2-дибромэтан	24	95	12,0	1,499	1,447	96,5	0,129	8,9	0,070	4,8
Дибромметан	18	72	30,8	1,089	1,062	97,5	0,109	10,2	0,043	4,0
1,2-дихлорбензол	24	96	11,1	0,298	0,279	93,6	0,046	16,5	0,015	5,4
1,3-дихлорбензол	24	96	11,1	0,300	0,269	89,7	0,063	23,5	0,020	7,6
1,4-дихлорбензол	24	96	11,1	0,300	0,269	89,7	0,059	21,9	0,015	5,5
1,1-дихлорэтан	24	96	4,0	0,297	0,267	89,9	0,050	18,8	0,018	6,8
1,2-дихлорэтан	23	92	8,0	0,300	0,298	99,3	0,052	17,5	0,016	5,2
1,1-дихлорэтилен	24	95	5,0	0,130	0,126	96,9	0,039	31,3	0,009	6,9
<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен	22	88	8,3	0,198	0,191	96,5	0,036	19,1	0,010	5,5
<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	21	84	16,0	0,300	0,243	81,0	0,056	23,1	0,011	4,5
Дихлорметан ^b	18	72	10,0	1,499	1,077	71,8	0,459	42,6	0,069	6,4
1,2-дихлорпропан	25	100	0,0	0,400	0,369	92,3	0,058	15,7	0,024	6,5
1,3-дихлорпропан	24	96	0,0	0,200	0,185	92,5	0,033	17,7	0,013	6,9
2,2-дихлорпропан ^a	23	92	0,0	0,300	0,124	41,3	0,071	57,6	0,012	9,8
1,1-дихлорпропен	22	88	8,3	1,579	1,351	85,6	0,336	24,9	0,085	6,3
<i>цис</i> -1,3-дихлорпропен ^a	23	92	8,1	1,093	0,599	54,8	0,253	42,2	0,031	5,1
<i>транс</i> -1,3-дихлорпропен ^a	22	87	8,4	1,094	0,632	57,8	0,251	39,8	0,034	5,4
этилбензол	27	108	0,0	0,200	0,192	96,0	0,054	28,1	0,012	6,2
Этил-трет-бутиловый эфир (ЭТБЭ)	24	96	4,0	0,295	0,272	92,2	0,059	21,8	0,015	5,4
2-этил-4-метил-1,3-диоксолан	19	76	13,6	2,470	2,189	88,6	0,317	14,5	0,107	4,9
2-этил-5,5-диметил-1,3-диоксан	24	96	0,0	0,989	0,966	97,7	0,179	18,6	0,059	6,2
Геосмин	20	79	16,8	0,100	0,117	117,0	0,022	19,2	0,009	7,6
Гексахлорбутадиен	25	100	7,4	2,463	2,211	89,8	0,668	30,2	0,150	6,8
Изопропилбензол	26	104	3,7	0,799	0,742	92,9	0,179	24,1	0,037	4,9
4-изопропилтолуол	23	92	4,2	0,400	0,371	92,8	0,088	23,6	0,021	5,7
2-метилизоборнеол	21	84	16,0	0,156	0,169	108,3	0,044	26,1	0,011	6,7

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

Продолжение таблицы F.2

Соединение	l	n	o, %	X, мкг/л	\bar{x} , мкг/л	η , %	sR, мкг/л	CV,R, %	s _r , мкг/л	CV,r, %
Метил-tert-бутиловый эфир (МТБЭ)	22	88	8,3	1,499	1,441	96,1	0,302	20,9	0,075	5,2
Нафталин	23	90	8,2	0,300	0,302	100,7	0,057	18,7	0,024	8,1
n-пропилбензол	23	92	8,0	0,300	0,263	87,7	0,055	21,0	0,014	5,4
Стирол	25	100	7,4	1,499	1,257	83,9	0,279	22,2	0,059	4,7
1,1,1,2-тетрахлорэтан	24	96	4,0	0,497	0,454	91,3	0,080	17,6	0,026	5,8
1,1,2,2-тетрахлорэтан	23	92	11,5	1,499	1,417	94,5	0,217	15,4	0,065	4,6
Тетрахлорэтилен	24	96	11,1	0,099	0,114	115,2	0,036	31,2	0,007	5,9
Тетрахлорметан	23	92	14,8	0,200	0,178	89,0	0,050	28,3	0,013	7,0
Толуол	23	92	11,5	0,070	0,106	151,4	0,026	24,5	0,006	5,7
Трибромметан	24	96	11,1	1,930	1,933	100,2	0,241	12,5	0,089	4,6
1,2,3-трихлорбензол	25	100	3,8	1,998	1,866	93,4	0,439	23,5	0,127	6,8
1,2,4-трихлорбензол	25	100	3,8	1,976	1,845	93,4	0,470	25,5	0,132	7,2
1,1,1-трихлорэтан	25	100	7,4	0,387	0,331	85,5	0,092	27,7	0,021	6,2
1,1,2-трихлорэтан	24	96	7,7	0,600	0,554	92,3	0,090	16,2	0,026	4,7
Трихлорэтилен	21	84	19,2	0,197	0,233	118,3	0,039	16,8	0,010	4,4
Трихлорметан	24	96	4,0	1,980	1,972	99,6	0,485	24,6	0,107	5,5
1,2,3-трихлорпропан	24	96	11,1	2,498	2,298	92,0	0,351	15,3	0,094	4,1
1,2,4-триметилбензол	25	100	7,4	2,473	2,319	93,8	0,473	20,4	0,154	6,7
1,3,5-триметилбензол	26	104	3,7	2,483	2,173	87,5	0,421	19,4	0,115	5,3
Винилхлорид	22	88	8,3	0,599	0,459	76,6	0,118	25,7	0,046	10,1
o- ксилол	23	92	14,8	0,200	0,183	91,5	0,040	21,6	0,007	3,9
p- ксилол	26	104	3,7	0,200	0,184	92,0	0,055	30,1	0,014	7,6

l – количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов

n – количество аналитических значений, оставшихся после исключения выбросов

o – процент выбросов

X – фактическое значение

\bar{x} – общее среднее значение

η – степень извлечения

s_R – стандартное отклонение воспроизводимости

CV_R – коэффициент вариации воспроизводимости

s_r – стандартное отклонение повторяемости

CV_r – коэффициент вариации повторяемости

^a Результаты для 2,2-дихлорпропана, *цис*-1,3-дихлорпропена и *транс*-1,3-дихлорпропена демонстрируют плохую степень извлечения и высокое значение коэффициент вариации. Данные результаты исследования не могли быть подтверждены в проведенных технической рабочей группой проверках испытания стабильности. Однако рекомендуется тщательно проверять степень извлечения данных соединений в рамках аналитической процедуры.

^b Высокое значение коэффициента вариации воспроизводимости для дихлорметана можно проследить на основе значения холостой пробы лабораторного воздуха. В таблицах F.3 и F.4 указаны результаты без значений, создающих помехи для холостой пробы.

Таблица F.3 – Данные эффективности для питьевой воды с добавками определяемых соединений

Соединение	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> , %	<i>X</i> , мкг/л	$\bar{\bar{x}}$, мкг/л	η , %	s_R , мкг/л	$C_{V,R}$, %	s_r , мкг/л	$C_{V,r}$, %
Бензол	17	68	5,6	0,084	0,082	97,4	0,0100	12,2	0,0048	5,9
Бромхлорметан	19	76	5,0	0,304	0,298	98,1	0,0358	12,0	0,0154	5,2
<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен	19	76	0,0	0,369	0,354	95,9	0,0399	11,3	0,0188	5,3
Дибромхлорметан	19	76	5,0	0,392	0,365	93,1	0,0573	15,7	0,0232	6,4
1,2-дихлорэтан	19	76	0,0	0,320	0,320	99,9	0,0413	12,9	0,0172	5,4
1,1-дихлорэтилен	17	68	5,6	0,101	0,103	101,9	0,0181	17,5	0,0076	7,4
Дихлорметан	15	60	0,0	0,204	0,213	104,3	0,0503	23,6	0,0141	6,6
Этил-трет-бутиловый эфир (ЭТБЭ)	17	68	10,5	0,093	0,090	96,6	0,0095	10,5	0,0043	4,8
Этилбензол	18	71	1,4	0,044	0,041	93,6	0,0084	20,4	0,0032	7,8
Геосмин	18	72	5,3	0,028	0,026	92,7	0,0051	19,7	0,0028	10,9
2-метилизоборнеол	18	72	5,3	0,028	0,028	99,5	0,0066	23,9	0,0027	9,6
Метил-tert-бутиловый эфир (МТБЭ)	15	60	0,0	0,071	0,078	110,1	0,0135	17,2	0,0068	8,7
Метил-трет-амиловый эфир (ТМАЭ)	18	72	5,3	0,097	0,090	92,8	0,0123	13,7	0,0048	5,4
Тетрахлорэтилен	16	64	11,1	0,259	0,226	87,2	0,0344	15,2	0,0140	6,2
Трихлорметан	19	76	0,0	0,204	0,186	91,0	0,0250	13,4	0,0144	7,8
Толуол	18	72	0,0	0,134	0,130	96,9	0,0217	16,7	0,0102	7,8
<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	15	60	16,7	0,202	0,195	96,7	0,0200	10,2	0,0067	3,4
Трибромметан	18	72	5,3	0,222	0,226	101,8	0,0388	17,2	0,0142	6,3
1,1,1-трихлорэтан	19	76	5,0	0,300	0,273	91,0	0,0409	15,0	0,0148	5,4
Трихлорэтилен	20	80	0,0	0,308	0,290	94,2	0,0479	16,5	0,0156	5,4
Трихлорметан	18	72	0,0	0,151	0,176	116,6	0,0436	24,8	0,0112	6,4
Винилхлорид	18	72	5,3	0,131	0,107	81,9	0,0227	21,2	0,0089	8,3
<i>о</i> -ксилол	17	67	5,6	0,056	0,056	99,1	0,0099	17,8	0,0040	7,2
<i>м</i> -/ <i>п</i> -ксилол (сумма)	14	55	17,9	0,083	0,075	89,9	0,0098	13,1	0,0044	5,9

l – количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов
n – количество аналитических значений, оставшихся после исключения выбросов
o – процент выбросов
X – фактическое значение
 $\bar{\bar{x}}$ – общее среднее значение
 η – степень извлечения
 s_R – стандартное отклонение воспроизводимости
 $C_{V,R}$ – коэффициент вариации воспроизводимости
 s_r – стандартное отклонение повторяемости
 $C_{V,r}$ – коэффициент вариации повторяемости

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

Таблица F.4 – Данные эффективности для грунтовых вод с добавками определяемых соединений

Соединение	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> , %	<i>X</i> , мкг/л	$\bar{\bar{x}}$, мкг/л	η , %	<i>s_R</i> , мкг/л	<i>C_{V,R}</i> , %	<i>s_r</i> , мкг/л	<i>C_{V,r}</i> , %
<i>цис</i> -1,2-дихлорэтилен	19	76	0,0	0,717	0,682	95,1	0,0754	11,1	0,0377	5,5
1,1-дихлорэтилен	17	68	10,5	0,097	0,096	99,2	0,0150	15,6	0,0053	5,6
Дихлорметан	15	60	6,3	0,851	0,902	106,0	0,1717	19,0	0,0450	5,0
Тетрахлорэтилен	15	60	16,7	0,907	0,802	88,4	0,1358	16,9	0,0453	5,6
Трихлорметан	15	60	21,1	0,076	0,075	98,5	0,0116	15,4	0,0034	4,5
<i>транс</i> -1,2-дихлорэтилен	16	64	11,1	0,302	0,291	96,3	0,0352	12,1	0,0156	5,3
1,1,1-трихлорэтан	20	80	0,0	0,300	0,269	89,7	0,0363	13,5	0,0174	6,5
Трихлорэтилен	20	80	0,0	0,818	0,767	93,8	0,1162	15,1	0,0542	7,1
Трихлорметан	19	76	0,0	0,517	0,518	100,3	0,0708	13,7	0,0301	5,8
Винилхлорид	15	60	11,8	0,155	0,138	89,0	0,0263	19,0	0,0097	7,0

l – количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов
n – количество аналитических значений, оставшихся после исключения выбросов
o – процент выбросов
X – фактическое значение
 $\bar{\bar{x}}$ – общее среднее значение
 η – степень извлечения
s_R – стандартное отклонение воспроизводимости
C_{V,R} – коэффициент вариации воспроизводимости
s_r – стандартное отклонение повторяемости
C_{V,r} – коэффициент вариации повторяемости

Таблица F.5 – Данные эффективности для поверхностных вод с добавками определяемых соединений

Соединение	<i>l</i>	<i>n</i>	<i>o</i> , %	<i>X</i> , мкг/л	$\bar{\bar{x}}$, мкг/л	η , %	<i>s_R</i> , мкг/л	<i>C_{V,R}</i> , %	<i>s_r</i> , мкг/л	<i>C_{V,r}</i> , %
Бензол	18	72	5,3	0,986	0,910	92,3	0,1206	13,3	0,0367	4,0
1,2-дихлорэтан	16	64	11,1	2,000	2,021	101,0	0,2427	12,0	0,0576	2,9
Этил-tert-бутиловый эфир (ЭТБЭ)	16	64	15,8	0,584	0,577	98,9	0,0677	11,7	0,0214	3,7
Этилбензол	17	68	10,5	0,826	0,731	88,5	0,0866	11,8	0,0415	5,7
Геосмин	18	69	5,5	0,040	0,046	114,2	0,0090	19,6	0,0029	6,4
2-метилизоборнеол	18	69	5,3	0,040	0,043	106,3	0,0107	25,2	0,0039	9,2
Метил-tert-бутиловый эфир (МТБЭ)	14	56	17,6	1,184	1,275	107,7	0,1580	12,4	0,0555	4,4
Метил-tert-амиловый эфир (ТАМЭ)	17	68	10,5	0,730	0,695	95,1	0,0831	12,0	0,0280	4,0
Тетрахлорэтилен	17	68	5,6	2,592	2,171	83,8	0,2800	12,9	0,1227	5,7
Толуол	17	68	10,5	0,974	0,807	82,8	0,1255	15,6	0,0370	4,6
Трихлорэтилен	19	76	5,0	2,336	2,127	91,0	0,2551	12,0	0,1086	5,1
<i>о</i> - ксилол	17	68	10,5	0,704	0,656	93,2	0,0906	13,8	0,0290	4,4
<i>м-п</i> - ксилол (сумма)	17	68	10,5	0,826	0,754	91,2	0,1088	14,4	0,0405	5,7

l – количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов
n – количество аналитических значений, оставшихся после исключения выбросов
o – процент выбросов
X – фактическое значение
 $\bar{\bar{x}}$ – общее среднее значение

Продолжение таблицы F.5

Соединение	l	n	$\sigma, \%$	$X,$ мкг/л	$\bar{x},$ мкг/л	$\eta,$ %	$s_R,$ мкг/л	$C_{V,R},$ %	$s_r,$ мкг/л	$C_{V,r},$ %
<p>η – степень извлечения, s_R - стандартное отклонение воспроизводимости $C_{V,R}$ – коэффициент вариации воспроизводимости s_r - стандартное отклонение повторяемости $C_{V,r}$ - коэффициент вариации повторяемости</p>										

**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 3696	IDT	ГОСТ ISO 3696—2013 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля»
ISO 5667-1	—	*
ISO 5667-3	—	*
ISO 5667-5	—	*
ISO 8466-1	—	*
<p>*Соответствующие межгосударственные стандарты отсутствуют. До их принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык международных стандартов. Официальные переводы данных международных стандартов находятся в Национальном Фонде технических нормативных правовых актов Республики Беларусь.</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.</p>		

Библиография

- [1] ISO 648 Laboratory glassware — Single-volume pipettes (Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой)
- [2] ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Колбы мерные с одной меткой)
- [3] ISO 4796-2 Laboratory glassware — Bottles — Part 2: Conical neck bottles (Посуда лабораторная стеклянная. Бутылки. Часть 2. Бутылки с конической горловиной)
- [4] ISO 10301:1997 Water quality — Determination of highly volatile halogenated hydrocarbons (Качество воды. Определение содержания легколетучих галогенизированных углеводородов.)
- [5] ISO 11423-1:1997 Water quality — Determination of benzene and some derivatives — Part 1: Head-space gas chromatographic method (Качество воды. Определение бензола и некоторых его производных. Часть 1. Использование метода газовой хроматографии с отбором проб из газовой фазы)
- [6] ISO 11423-2:1997 Water quality — Determination of benzene and some derivatives — Part 2: Method using extraction and gas chromatography (Качество воды. Определение бензола и некоторых его производных. Часть 2. Метод с применением экстракции и газовой хроматографии)
- [7] ISO 15680:2003 Water quality — Gas-chromatographic determination of a number of monocyclic aromatic hydrocarbons, naphthalene and several chlorinated compounds using purge-and-trap and thermal desorption (Качество воды. Определение содержания моноциклических ароматических углеводородов, нафталина и некоторых хлорных соединений методом газовой хроматографии с применением дегазации, сепарации в ловушке и термодесорбции)
- [8] DIN 38407-41 German standard methods for the examination of water, waste water and sludge — Jointly determinable substances (group F) — Part 41: Determination of selected easily volatile organic compounds in water — Method using gas chromatography (GC-MS) after headspace solid-phase micro extraction (HS-SPME) (F 41) (Немецкие стандартные методы анализа воды и сточных вод для экспертизы воды, сточной воды и отстоя - Совместно определяемые вещества (группа F) - Часть 41: Определение отобранных легко летучих органических соединений в воде - Метод с помощью газовой хроматографии (GC-MS) после твердофазной микроэкстракции (HS-SPME) (F 41))
- [9] ANTONIOU, V., KOUKOURAKI, E.E., DIAMADOPOULOS, E.: Determination of chlorinated volatile organic compounds in water and municipal wastewater using headspace-solid phase microextraction-gas chromatography. J. Chromatogr., 1132 (2006), pp. 310-314. (Определение хлорированных летучих органических соединений с использованием парофазной микроэкстракции твердой фазы-газовой хроматографии)
- [10] ARTHUR, C.L.; POTTER, D.W.; BUCHHOLZ, K.D.; MOTLAGH, S., PAWLISZYN, J.: Solid-Phase Micro-extraction for the Direct Analysis of Water: Theory and Practice. LC-GC 10, (Nr. 9) pp. 656-661 (1992) (Микроэкстракция твердой фазы для прямого анализа воды: теория и практика)
- [11] BELARDI, R. P., PAWLISZYN, J.: The Application of Chemically Modified Fused Silica Fibers in the Extraction of Organics from Water Matrix Samples and their Rapid Transfer to Capillary Columns. Water Pollution Res. J. Can. 24, pp. 179-191 (1989) (Применение химически модифицированных волокон из плавленного кварца в экстракции органических соединений из матриц проб воды и их быстрый перенос в капиллярные колонки.)

ГОСТ ISO 17943

(проект, ВУ, первая редакция)

- [12] IKAI, Y., HONDA, S., YAMADA, N., ONUMA, S., TOMITA, B., KAWAMURA, N., and MIYAZAKI, Y.: Determination of Geosmin and 2-Methylisoborneol in Water using Solid Phase Extraction and Headspace-GC/MS. J. Mass Spectrom. Soc. Jpn. 21 (2003), pp. 174-178. (Определение геосмина и 2-метилизоборнеола в воде при помощи твердофазной экстракции и парофазной GC/MS)
- [13] KOCH, J., VOLKER, P.: Artefact-free Determination of Trihalomethanes in Chlorinated Swimming-pool Water Using Headspace Solid-phase Microextraction and Gas Chromatography. Acta Hydrochim. Hydrobiol. 25, pp. 87-95 (1997) (Определение без артефактов тригалометанов в хлорированной воде бассейнов для плавания при помощи парофазной микроэкстракции твердой фазы и газовой хроматографии)
- [14] NAKAMURA, S., DAISHIMA, S.: Simultaneous determination of 22 volatile organic compounds, methyl-tert-butyl ether, 1,4-dioxane, 2-methylisoborneol and geosmin in water by headspace solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry. Anal. Chim. Acta, 548, pp. 79-85 (2005). (Одновременное определение 22 летучих органических соединений, метил-трет-бутилового эфира, 1,4-диоксана, 2-метилизоборнеола и геосмина в воде при помощи парофазной микроэкстракции твердой фазы-газовой хроматографии-массовой спектрометрии)
- [15] ZHANG, Z., PAWLISZYN, J.: Headspace Solid-Phase Microextraction. J. Anal. Chem., 65, pp. 1843-1852 (1993) (Парофазная микроэкстракция твердой фазы)

УДК

МКС 13.060.50

IDT

Ключевые слова: качество воды, летучие органические соединения, парофазная твердофазная микроэкстракция, газовая хроматография/масс-спектрометрия

Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

Директор


И.И.Осмола

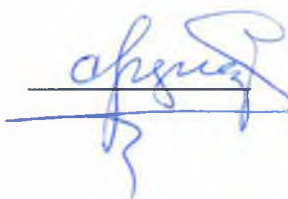
Заместитель директора
по техническому нормированию,
стандартизации и информатизации


А.Г.Скуратов

Начальник отдела
технического нормирования
и стандартизации пищевой
и сельскохозяйственной продукции


Л.М.Скорина

Начальник сектора
отдела технического нормирования
и стандартизации пищевой
и сельскохозяйственной продукции


К.А.Родригес

Инженер
отдела технического нормирования
и стандартизации пищевой
и сельскохозяйственной продукции


Н.Н.Шиманович