РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МЕТОДЫ ОТБОРА, СБРАБОТКИ И КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРОБ МОРСКОЙ ВОДЫ, ЛЬДА И СНЕЖНОГО ПОКРОВА В УСЛОВИЯХ ПОЛЯРНЫХ ЭКСПЕДИЦИЙ

РД 52.17.262-90

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ
МОСКВА
1990

gost.e-ecolog.ru

УДК 543.06:543.064; 543.06:543.3I+543.053 Группа Т58

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Методы отбора, обработки и концентрирования проб морской воды, льда и снежного покрова в условиях полярных экспедиций

РД 52.I7.262-90

ОКСТУ 000

Дата введения 0I.0I.I99I

Настоящие методические указания устанавливают правила отбора, обработки и концентрирования проб морской воды, льда и снежного покрова в условиях полярных экспедиций сетевых и научно-исследовательских учреждений Госкомгидромета СССР.

Методические указания разработаны в дополнение к ГОСТ I7.I.5.05-85.

I. СПЕЦИФИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ОТБОРА И ОБРАБОТКИ ПРОБ ОБЪЕКТОВ МОРСКОЙ СРЕДЫ НА СОДЕРЖАНИЕ ОСНОВНЫХ ГРУПП ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В УСЛОВИЯХ ПОЛЯРНЫХ ЭКСПЕДИЦИЙ

Определение химического состава природных вод делится на следующие этапы и операции:

подготовка к отбору проб,

отбор проб,

консервация или концентрирование проб,

хранение и транспортировка проб и концентратов,

химическая подготовка пробы или концентрата к окончательному анализу,

анализ (собственно измерение или определение),

обработка полученных результатов.

Для каждого этапа должна быть создана своя строгая, детально разработанная методика и технология выполнения работ, позволяющая в каждом конкретном случае обеспечить требуемую точность определения. При анализе объектов природной среды, содержание загрязняющих веществ в которых находится на уровне микроконцентраций, такой подход является по сути дела единственно возможным.

В настоящее время прямое поступление основных групп загрязняющих веществ (ЗВ) с промышленными и бытовыми отходами в воды морей Советской Арктики заметно ниже объемов сброса отходов в большинстве других прибрежных районов океана. Влияние речного стока носит ярко выраженный сезонный характер и распространяется на достаточно ограниченные районы прибрежной зоны. Концентрации загрязняющих веществ, обнаруженные в ядрах основных водных масс Северного Ледовитого океана (СЛО), перенос и трансформация которых определяет формирование полей концентраций загрязняющих веществ в водах арктических морей и Центрального Арктического бассейна, также низки и находятся на уровне от долей нанограмм до единиц и десятков микрограмм /I, 3/.

Отличительной особенностью арктических морей является наличие на их акватории в течение большей части года мощного снежно-ледяного покрова, который аккумулирует загрязняющие вещества, поступающие из атмосферы с осадками и сухими выпадениями, а в периоды своего роста и разрушения оказывает значительное влияние на уровни содержания ЗВ в поверхностных водах. Особенно ярко это проявляется в мелководных районах шельфовой зоны морей. Содержание основных ЗВ в снежно-ледяном покрове как правило выше, чем в подстилающих морских водах, но оно также укладывается в пределах от 10^{-10} до 10^{-5} г/л талых вод, то есть соответствует области микроконцентраций.

Необходимо отметить, что в Арктике основную роль в поступлении загрязняющих веществ из атмосферы играет их дальний атмосферный перенос. Вклад местных локальных источников хотя и заметен, но оказывает существенное влияние на ограниченные районы акватории.

Вышеизложенное позволяет рассматривать в большинстве фиксируемые в арктических морях уровни загрязняющих веществ, близкими к фоновым, табл.I. Аналогичные тенденции характерны и для антарктических морей.

Таблица I

Характерные уровни содержания основных групп загрязняющих веществ в объектах морской среды арктических морей

Объект	Концентрация загрязняющих веществ, г/л			
	Тяжелые металлы	Хлорорганические пестициды		Нефтяные углеводороды
		Группа ДДТ	Группа ГХЦГ	
Морская вода	10^{-8}–$5\cdot10^{-6}$	$5\cdot10^{-11}$–$5\cdot10^{-10}$	$5\cdot10^{-10}$–10^{-9}	10^{-5}–$5\cdot10^{-5}$
Морской лед	$5\cdot10^{-9}$–$5\cdot10^{-6}$	10^{-10}–10^{-9}	$5\cdot10^{-10}$–$2\cdot10^{-9}$	$5\cdot10^{-6}$–10^{-4}
Снежный покров	10^{-7}–$5\cdot10^{-5}$	$5\cdot10^{-10}$–$3\cdot10^{-9}$	10^{-9}–$3\cdot10^{-9}$	10^{-5}–10^{-4}

Практика работ по контролю загрязнения морской среды полярных областей показывает, что при крайне низком содержании загрязняющих веществ, даже применение современных физико-химических и физических методов анализа не позволяет получать достоверные и воспроизводимые результаты без детальной регламентации вопросов пробоотбора, консервации, транспортировки, хранения и предварительной обработки проб. Указанные работы имеют следующие особенности:

необходимость выполнения тонких аналитических операций непосредственно в полевых условиях, в том числе в условиях дрейфующих станций "Северный полюс" и воздушных высокоширотных экспедиций;

часто возникающий по тем или иным причинам значительный разрыв между отбором и обработкой пробы или обработкой и окончательным анализом проб;

необходимость транспортировки проб и концентратов на значительные расстояния, с использованием гусеничной наземной и авиационной техники, мало приспособленной для этих целей с точки зрения исключения влияния транспортировки на состав проб;

воздействие на пробы и концентраты низких отрицательных температур, частая смена положительных и отрицательных температур при хранении проб;

ограничения при отборе проб по весу и объему, необходимость при этом определения в пробе нескольких групп загрязняющих веществ в широкий диапазон встречающихся концентраций;

большие различия в физико-химических свойствах проб, отбираемых в различных районах морей.

Работа в области микроконцентраций предъявляет особые требования к материалам, конструкции и предварительной подготовке пробоотборных систем, а также приспособлениям для обработки, транспортировки и хранения проб.

Имеется значительное количество публикаций, авторы которых указывают на то, что искажения состава пробы, возникающие при контакте пробы с материалом пробоотборника и емкостей для хранения проб, могут приводить к ошибкам, достигающим нескольких сот процентов /I, 2, 3/.

Большинство серийно выпускаемых в настоящее время систем батометров для отбора проб морской воды (БМ-48, ААНИИ, ИОАН с винипластовым корпусом и др.) в условиях Арктики и Антарктики позволяют получать корректные результаты только в случае обследования крупных аварийных сбросов ЗВ. Применение их для целей мониторинга уровней содержания ЗВ, в том числе для работ на пунктах общегосударственной системы наблюдений и контроля окружающей среды (ОГСНК), в этих районах недопустимо. Пробоотборные приспособления для отбора проб снежного покрова и морского льда промышленностью серийно вообще не выпускаются.

В практике сетевых и исследовательских организаций, выполняющих экспедиционные работы в полярных районах, для отбора, транспортировки и хранения проб морской воды, снежного покрова и морского льда используется большое число различных приспособлений, выполненных из подручных материалов. При этом целесообразность принятых технических решений, как правило, не исследуется, влияние конструкционных материалов на состав пробы не учитывается.

Аналогично обстоит дело с разработкой и изготовлением специального аналитического оборудования для обеспечения чистоты обработки и концентрирования проб с микроколичествами ЗВ в мало-

приспособленных для этих целей условиях полевых лабораторий.

Технология отбора, методики подготовки оборудования, транспортировки, хранения и обработки проб, применяемые в различных организациях, также значительно различаются. Вместе взятое это приводит к большим искажениям результатов анализа и существенно снижает ценность получаемой информации (в том числе и на сети ОГСНК), а в ряде случаев практически исключает возможность ее использования.

Предлагаемые методические указания позволяют разрешить большинство поставленных выше проблем и значительно повысить качество информации об уровнях содержания загрязняющих веществ в объектах морской среды Арктики и Антарктики.

2. МЕТОДЫ ОТБОРА И ЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРОБ МОРСКОЙ ВОДЫ С ЦЕЛЬЮ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РАСТВОРЕННЫХ НЕФТЯНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ

2.1. Настоящие методические указания предназначены для проведения отбора проб морских вод поверхностных горизонтов с целью определения содержания растворенных углеводородов нефтяного происхождения и их экстракционного концентрирования в условиях полярных экспедиций, сетевых и научно-исследовательских учреждений Госкомгидромета СССР.

Требования к транспортировке и подготовке экстракционного оборудования и посуды, очистке реактивов и выполнению экстракционного концентрирования проб (пп.2.2, 2.3, 2.5) распространяются также на концентрирование проб талой воды, образующейся при обработке проб морского льда и снежного покрова.

Методика обеспечивает требования по чистоте при последующем количественном определении нефтяных углеводородов при их содержании в морской воде 10 мкг/л и более с использованием в качестве аналитического окончания флюоресцентной и инфракрасной спектроскопии, а также других физико-химических методов анализа.

2.2. Химическая посуда, оборудование, материалы, реактивы

2.2.1. Химическая посуда и оборудование

Колбы для экстракции 2 л, круглодонные, ГОСТ 7851;

Шприцы медицинские 10-20 мл, ГОСТ 4.311;

Иглы для шприцов 1А1-12х150-1; ГОСТ 25377;

Мерный цилиндр 25 мл, ГОСТ 1770;

Прибор для склеивания полиэтиленовой пленки, ГОСТ 15047;

Пинцет, ГОСТ 21241;

Прибор для перегонки растворителей, состоящий из следующих элементов:

Колба двугорлая со шлифами КГУ-2КШ 1-2 х/29-14, ГОСТ 7851;

Дефлегматор 50-60 см, ГОСТ 8682;

Насадка Бюрда, ГОСТ 8682;

Термометр (0-100 °С), ГОСТ 215;

Холодильник прямой ХПТ-КШ 505/14, ГОСТ 8682;

Аллонж АИО, ГОСТ 8682;

Приемная колба 500 мл, ГОСТ 7851;

Штатив лабораторный с зажимами, ШЛ, ГОСТ 20790;

Баня водяная;

Контактный термометр ТК, ГОСТ 9871;

Усилительное устройство УКТ-42, ГОСТ 26033;

Шланги резиновые, ГОСТ 5496;

Электроплитка Экран-1, ГОСТ 14919;

Капилляры;

Универсальное перемешивающее устройство с турбинной мешалкой (черт.8);

Ящики транспортные для комплекта полевой лаборатории;

Цилиндры Несслера объемом 50-100 мл, ГОСТ 15047;

Шкаф сушильный;

Склянка емкостью 0,5-1,0 л для хранения и транспортировки четыреххлористого углерода, используемого для мытья посуды, ГОСТ 7851;

2.2.2. Материалы

Бумага фильтровальная,

Вата медицинская, ГОСТ 5556;

Пленка полиэтиленовая, ГОСТ 10354;

Шпагат полипропиленовый, ГОСТ 1768;

Лейкопластырь, ГОСТ 16977;

2.2.3. Реактивы

Углерод четыреххлористый осч, CCl_4, ГОСТ 20288;

Калий двухромовокислый $K_2Cr_2O_7$, хч, ГОСТ 4220;

Кислота серная H_2SO_4, хч, ГОСТ 4204;

Этанол C_2H_5OH, ГОСТ 5962

2.3. Подготовка и очистка реактивов, посуды, оборудования и материалов

2.3.1. Очистка реактивов

Четыреххлористый углерод CCl_4, марки "осч" для экстракции проб морской воды перегоняется на установке с дефлегматором длиной 50-60 см. Для нагрева используется водяная баня с терморегулирующим устройством. Скорость перегонки устанавливается 0,5-1 капля в секунду. Во время перегонки через каждые 40-50 мл отбираются пробы непосредственно в измерительную кювету для проверки растворителя на чистоту. Для экстракции отбирается фракция четыреххлористого углерода, не имеющая поглощения в области 3200-3700 $см^{-1}$ по отношению к воздуху. В качестве эталонного образца можно использовать хроматографически чистый четыреххлористый углерод, выпускаемый в ампулах. Аналогичным образом перегоняется и проверяется на чистоту CCl_4 для подготовки посуды и оборудования.

Этанол, C_2H_5OH подвергается очистке перегонкой на аналогичной установке с дефлегматором длиной 20 см.

Дистиллированная вода для предохранения фасованного четыреххлористого углерода от загрязнения в процессе транспортировки подвергается очистке экстракцией. Для этого 2 л дистиллированной воды помещают в круглодонную колбу и экстрагируют в течение 20 мин. порцией четыреххлористого углерода 40 мл с помощью электромеханической мешалки. После расслаивания в течение 3 ч и оседания капель экстрагента на дно колбы, водный слой декантируют и используют в работе.

2.3.2. Подготовка стеклянной посуды

Стеклянная посуда для экстракции (колбы, шприцы, цилиндры Несслера, мерный цилиндр, бутыли для хранения CCl_4) промываются водопроводной водой, обрабатываются хромовой смесью и оставляются на 1-1,5 ч. Затем посуда тщательно отмывается водопроводной водой и трижды споласкивается порциями 25-50 мл дистиллированной воды. Вымытая посуда сушится в сушильном шкафу при 150-180 °С в течение 4-5 ч. Сушильный шкаф предварительно протирают влажной фильтровальной бумагой и ватным тампоном, смоченным этанолом. Перед загрузкой посуды шкаф прогревают в течение 1,5-2 ч.

Использование сушильного шкафа для подготовки посуды других видов анализа категорически запрещается. Сухая стеклянная посуда промывается проверенным на чистоту четыреххлористым углеродом.

Для этого порцией 20–25 мл CCl_4 последовательно ополаскивают 10–15 цилиндров Несслера или 3–4 колбы для экстракции. Затем проводят проверку посуды на чистоту. Для этого повторяют последовательную обработку партий посуды четыреххлористым углеродом. Растворитель из последней склянки каждой партии посуды помещают в измерительную кювету и спектрометрируют. В канал сравнения помещается кювета с чистым CCl_4. Критерием чистоты является отсутствие поглощения в области 2950–2700 $см^{-1}$. При обнаружении в смывах поглощения в указанной области спектра промывку данной партии посуды четыреххлористым углеродом повторяют и снова снимают спектр смыва в области 2950–2700 $см^{-1}$. Если дополнительная промывка не дает желаемого результата, необходимо повторить все операции по подготовке посуды еще раз.

В отмытые цилиндры Несслера помещают с помощью чистого мерного цилиндра 25 мл четыреххлористого углерода, проверенного на чистоту, и 20 мл предварительно проэкстрагированной дистиллированной воды. Цилиндр закрывают притертой пробкой, горлышко заворачивают бумажным колпачком и завязывают полипропиленовым шпагатом. В таком виде цилиндры Несслера устанавливаются в ячейки кассеты транспортного ящика комплекта полевой лаборатории. Заполнение и упаковка цилиндра Несслера производится сразу же после проверки их на чистоту.

Склянки для хранения четыреххлористого углерода, используемого при мытье посуды в экспедиционных условиях, заполняют растворителем и защищают его слоем 2–3 см предварительно проэкстрагированной дистиллированной воды. Склянки помещают в полиэтиленовые мешки и устанавливают в соответствующее отделение транспортного ящика полевой лаборатории.

Колбы для экстракции закрываются бумажными колпачками, обвязываются полипропиленовым шпагатом и запаиваются в полиэтиленовые мешки. Внутренняя поверхность мешков предварительно протирается этанолом и высушивается на воздухе в течение 10–15 мин.

Турбинная или лопастная мешалка протирается бязевым тампоном, смоченным четыреххлористым углеродом, и запаивается в полиэтиленовый мешок. Шприцы с длинными иглами заворачиваются в фильтровальную бумагу и запаиваются в отдельные полиэтиленовые мешки.

Все оборудование укладывается в соответствующие отделения транспортного ящика, фиксируется и в таком виде транспортируется к месту работы.

2.3.3. Обработка вспомогательных материалов

Полиэтиленовая пленка, предназначенная для изготовления упаковочных мешков, протирается этанолом, высушивается 5-10 мин. на воздухе, после чего сваривается по швам прибором для склеивания полиэтиленовой пленки. Изготавливать мешки следует непосредственно перед упаковкой посуды и оборудования. Запасной комплект мешков запаивается в полиэтиленовый пакет, который хранится в одном из отделений транспортного ящика.

2.4. Подготовка пробоотборного оборудования к отбор проб

2.4.1. Пробоотборное оборудование

Бутыль пробоотборная объемом 5 л, ГОСТ 7851
Трос капроновый диаметром 6 мм длиной 5-6 м, ГОСТ 10293
Груз стальной в полиэтиленовой оболочке массой 8 кг
Чехол бязевый для пробоотборной бутыли
Мешки полиэтиленовые
Ящик транспортный с полиэтиленовым вкладышем для пробоотборного оборудования
Бур кольцевой диаметром 220 мм
Карабины латунные
Совок полиэтиленовый
Рукавицы брезентовые, ГОСТ 20176
Костюм штормовой, ГОСТ 25194
Калоши, ГОСТ 13385.

2.4.2. Подготовка пробоотборного оборудования

Пробоотборные бутыли обрабатываются и проверяются на чистоту в базовой лаборатории так же, как и посуда для экстракции (п.2.3.2). На подготовленную и проверенную на чистоту бутыль надевают бязевый мешок, после чего мешок завязывают полипропиленовым шпагатом и устанавливают в соответствующее отделение транспортного ящика для пробоотборного оборудования.

Груз протирается бязевым тампоном, смоченным в этаноле, высушивается на воздухе в течение 10-15 мин и упаковывается в двойной полиэтиленовый мешок. Груз транспортируется в специальном отделении транспортного ящика.

Капроновый трос упаковывается в транспортный ящик вместе с грузом.

Чехлы для пробоотборной бутыли перед использованием кипятят в течение 30 мин в 2 %-ном растворе углекислого натрия, промывают дистиллированной водой и высушивают на воздухе в подвешенном состоянии. Запасной комплект чехлов хранится в запаянном полиэтиленовом пакете в отделении транспортного ящика полевой лаборатории.

Кольцевой бур тщательно протирается этанолом, нижняя (рабочая) часть бура упаковывается в полиэтиленовый мешок, после чего бур помещается во вкладыш транспортного ящика.

Латунные карабины и совок протираются бязевым тампоном, смоченным этанолом, и упаковываются в полиэтиленовые мешки. Совок и карабины транспортируются в ящике с кольцевым буром.

2.4.3. Отбор проб

Отбор проб производитоя двумя исполнителями. Место отбора проб при работе с использованием авиационной и гусеничной техники выбирается с наветренной стороны от трассы (или НШ) на расстоянии I50-200 м. Отбор проб выполняется из лунки, пробуренной в молодом или одиолетнем льду. Бурение льда осуществляется кольцевым буром диаметром 220 мм, который используют только для этих целей. Бур транспортируется к месту отбора проб в специальном транспортном ящике (черт.6). Пробоотборное оборудование доставляется к месту отбора проб на волокуше и оставляется на расстоянии не менее 3 м от точки бурения. Снежный покров на площади I $м^2$ вокруг точки бурения удаляется полиэтиленовым совком из комплекта пробоотборного оборудования. Удаляемый снег отбрасывается в одном направлении (по направлению ветра). По окончании бурения и извлечения из лунки керна льда, бур обтирается бязью, помещается в полиэтиленовый мешок и укладывается в транспортный ящик. Все работы по отбору проб выполняются в комплекте чистой защитной одежды (штормовой костюм, калоши, брезентовые рукавицы), используемой только для этих целей и надеваемой после прибытия на место отбора проб. Непосредственно по окончании отбора проб защитный комплект упаковывается в полиэтиленовый мешок и укладывается в отделение транспортного ящика. Ящик с пробоотборным оборудованием вскрывается после подготовки лунки. Вскрывать его сразу по прибытии на место отбора, а также на борту транспортных средств запрещается.

Для сборки пробоотборной системы с помощью латунных карабинов присоединяют маркированный фал и груз к бутыли в чехле (черт.2). Отмеренная длина фала должна обеспечивать достижение горлом бутыли горизонта 2 м от нижней кромки льда, при этом учитывают толщину основного ледяного покрова в конкретной точке отбора. Подготовленную таким образом систему погружают в воду. Не дожидаясь полного заполнения бутыли, пробоотборник поднимают и после нескольких энергичных встряхиваний вода из бутыли сливается. Затем пробоотборник вновь погружают в воду на заданный горизонт и, дождавшись прекращения выделения пузырей воздуха, поднимают на поверхность. Бутыль транспортируется на горизонт отбора в открытом виде. Время заполнения бутыли составляет 35-50 с. Вес груза обеспечивает достижение горизонта отбора за 4-5 с, причем при погружении в горле бутыли образуется воздушная пробка, препятствующая попаданию в бутыль морской воды во время движения вниз. Это гарантирует заполнение бутыли на заданном горизонте отбора.

Поднятую пробоотборную систему необходимо разобрать и подготовить к транспортировке. Для этого, не допуская контакта элементов пробоотборника со снежно-ледяным покровом, помещают груз в свободное отделение транспортного ящика и отсоединяют бутыль от груза и фала. Слив из бутыли 100-150 мл пробы, закрывают ее притертой пробкой, помещают в полиэтиленовый мешок и завязывают полипропиленовым шпагатом. Все элементы пробоотборника укладываются на свои места в транспортном ящике. Ящик закрывается и в закрытом виде доставляется к транспортному средству. При транспортировке замораживание проб не допускается. Контакт груза, бутыли и других элементов пробоотборника с поверхностью снежно-ледяного покрова в точке отбора не допускается.

Обработка проб производится немедленно после их доставки в базовую или полевую лабораторию.

При выполнении отбора проб морской воды с борта судна пробоотборный комплект доставляется в носовую часть на подветренный борт, подготавливается там к работе и погружается в воду на горизонт 1 м от поверхности согласно рекомендациям.

Отбор пробы должен быть закончен до полной остановки судна, т.е.на остаточном ходу. Проба упаковывается в транспортный ящик, как описано выше, и доставляется в судовую лабораторию, где немедленно обрабатывается.

Хранение проб морской воды, отобранных с целью определения содержания нефтепродуктов, до их обработки более 2 ч. недопустимо.

2.5. Обработка проб

Пробы морской воды подвергают экстракции четыреххлористым углеродом при помощи перемешивающего устройства. Перемешивающее устройство собирается на специальном штативе, входящем в комплект оборудования полевой лаборатории (п.7.2). Блок двигателя устанавливается на стойке штатива на такой высоте, чтобы турбинка (или лопасти) находились на расстоянии 2-2,5 см от дна колбы, установленной на подставку. Положение блока двигателя фиксируется таким образом, чтобы фторопластовый конус полностью закрывал горловину колбы (разрушение колбы практически исключено за счет "плавания" конуса). Для надежного закрепления блока двигателя используются фиксатор и стопор (черт.8). Из пробоотборной бутыли сливают верхний слой объемом 200-300 мл, экстракционную колбу дважды споласкивают порциями исследуемой морской воды по 50-100 мл и заливают в нее 2 л морской воды (до метки).

Из цилиндра Несслера с расфасованным экстрагентом (CCl_4) декантируют водный защитный слой и переносят четыреххлористый углерод (25 мл) в экстракционную колбу.

Турбинную (или лопастную) мешалку протирают бязевым тампоном, омоченным CCl_4. Колбу устанавливают на подставке на основании штатива, опускают блок двигателя, закрепляют его, включают установку в сеть и экстрагируют нефтепродукты из пробы. Продолжительность экстракции 30 мин, скорость вращения мешалки 2000-2500 об/мин, что обеспечивает полное диспергирование растворителя и оптимальные размеры его частиц. По окончании экстракции колба закрывается бумажным колпачком и оставляется для расслаивания водной и органической фазы на 3 ч. Во время расслаивания колбу следует несколько раз встряхнуть для удаления мелких капель CCl_4 с боковой поверхности колбы и поверхности воды.

Расслаивание фаз считается полным, когда водный слой над экстрактом полностью восстановит прозрачность. Верхний водный слой декантируется (осторожно сливается) так, чтобы не поднять со дна колбы экстракт, который вместе с остатками водного слоя переносится в цилиндр Несслера, из которого был взят CCl_4. Колба споласкивается 3-5 мл CCl_4, который берут из бутылки шприцем из-под водного слоя, после чего эти смывы объединяются с экстрак-

том. Цилиндр с экстрактом закрывается притертой пробкой, горло цилиндра оборачивается фильтровальной бумагой, обвязывается полипропиленовым шпагатом. Цилиндр снабжается этикеткой с номером пробы и устанавливается на свое место в кассету, входящую в комплект полевой лаборатории. В журнале первичной обработки проб делается запись, в которой указывается номер пробы, координаты станции, дата и время отбора и обработки пробы, толщина льда в точке сбора и примечания (приложение I). После экстракции колба промывается дистиллированной водой до полного стекания и затем 20 мл четыреххлористого углерода. Колба закрывается бумажным колпачком, помещается в полиэтиленовый мешок и закрепляется в соответствующем отделении транспортного ящика. Остаток пробы из пробоотборной бутыли сливается. Бутыль споласкивается свежей дистиллированной водой и 30–40 мл четыреххлористого углерода. Для полного стекания остатков воды и растворителя из бутыли ее оставляют в перевернутом виде на 2–3 ч, затем бутыль упаковывают в полиэтиленовый мешок и укладывают в транспортный ящик.

В экспедиционных условиях при отсутствии дистиллятора для промывки бутылей и колб используется дистиллированная вода, доставляемая из базовой лаборатории. *Хранение дистиллированной воды* производится в стеклянных бутылях с притертой пробкой или 10 литровых алюминиевых канистрах с винтовой пробкой.

Раз в месяц следует менять чехлы на пробоотборных бутылях. Старые чехлы обрабатываются согласно п.2.4.2. Бутыли и колбы ежемесячно промываются хромовой смесью, дистиллированной водой до нейтральной реакции смывных вод и споласкиваются два раза порциями четыреххлористого углерода по 20 мл.

Перед упаковкой в транспортные ящики все пробоотборное и экстракционное оборудование сушится на воздухе в течение 2–3 ч.

Дальнейшая обработка и анализ экстрактов производятся в соответствии с действующими методическими указаниями /4/ не позднее 6 месяцев с момента проведения экстракционного концентрирования проб.

2.6. Требования к помещению для обработки проб морской воды на содержание нефтяных углеводородов

В помещении для обработки проб запрещается курить, готовить и принимать пищу, обогревать помещение соляровыми печами или другими источниками тепла с использованием открытого пламени. Лако-

красочные работы в помещении должны быть закончены за I-2 месяца до проведения аналитических работ. Экстракцию желательно проводить в вытяжном шкафу, при его отсутствии - в постоянно проветриваемом помещении.

Недопустимо проводить экстракцию проб морской воды CCl_4 одновременно с экстракцией другими растворителями (хлороформом, гексаном и др.). Все нагревательные приборы в лабораторном помещении должны быть очищены от смазки, протерты ацетоном и предварительно прогреты вне лаборатории.

2.7. *Требования к квалификации аналитика*

Подготовку посуды, реактивов и оборудования, отбор и экстракцию проб морской воды может проводить квалифицированный техник, имеющий среднее специальное образование химического профиля. Контроль чистоты посуды и реактивов выполняется инженером-химиком, имеющим опыт работы по эксплуатации ИК-спектрофотометров.

2.8. Требования безопасности

Отбор проб морской воды выполняется с соблюдением требований по технике безопасности, предусмотренных ГОСТ I7.I.5-05. Подготовка посуды, оборудования, химреактивов и материалов, экстракционное концентрирование проб морской воды выполняется с соблюдением правил техники безопасности при работе с органическими растворителями и правилами техники безопасности при работе на электроустановках с напряжением до I000 В.

2.9. Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения содержания нефтяных углеводородов (НУ)

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды при определении НУ приведены в табл.2. При этом не учитывается время вывода на режим приборов (перегонная установка, сушильный шкаф, прибор для склеивания пленки), время сушки посуды, время экстракции дистиллированной воды и проб, время расслаивания водно-органических эмульсий.

Затраты времени на отбор проб зависят от конкретных условий его выполнения (толщина льда, метеорологические условия и т.д.) и времени, необходимого для транспортировки оборудования и личного состава к месту работ.

Таблица 2

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения содержания нефтяных углеводородов

Операция	Время на исполнение, ч	
	на 10 проб	на 100 проб
Подготовка и очистка реактивов		
четыреххлористый углерод, CCl_4	3,0	25,0
этанол, C_2H_5OH	0,3	3,0
вода, H_2O	-	0,5
Подготовка посуды		
мытье и химобработка	2,0	15,0
проверка на чистоту	0,5	3,0
расфасовка экстрагента	0,2	2,0
Изготовление полиэтиленовых мешков	1,0	4,0
Укладка комплекта полевой лаборатории	0,5	1,0
Обработка пробоотборного оборудования и проверка его на чистоту	2,0	6,0
Укладка комплекта пробоотборного оборудования	0,5	1,5
Подготовка проб к экстракции и разделение фаз	3,0	30,0
Обработка посуды и оборудования после экстракции	1,0	10,0
Всего	14,0	101,0

3. МЕТОДЫ ОТБОРА И ЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРОБ МОРСКОЙ ВОДЫ С ЦЕЛЬЮ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ

3.1. Назначение методики

Настоящие методические указания предназначены для проведения отбора проб поверхностных морских вод с целью определения содержания хлорорганических пестицидов (ХОП) и их экстракционного

концентрирования в условиях полярных экспедиций, сетевых и научно-исследовательских учреждений Госкомгидромета СССР.

Требования к транспортировке и подготовке экстракционного оборудования и посуды, очистке реактивов и выполнению экстракционного концентрирования ХОП из проб морской воды распространяются также на концентрирование ХОП из проб талой воды, образующейся при обработке проб морского льда и снежного покрова. Методика обеспечивает требования по чистоте при последующем количественном определении хлорорганических пестицидов при их содержании в морской воде 0,1 нг/л и более с использованием в качестве аналитического окончания газожидкостной хроматографии с детектированием по захвату электронов. Возникающие при этом погрешности находятся в пределах паспортной погрешности применяемых средств измерения.

3.2. Химическая посуда, оборудование, материалы, реактивы

3.2.1. Химическая посуда и оборудование

Бутылки для экстракции, 3 л, ГОСТ 7851;
Склянки ЁПК, ГОСТ 7851;
Бутыли для гексана, 1 л, ГОСТ 7851;
Шприцы медицинские 10-20 мл, ГОСТ 4.811;
Иглы для шприцев 1А1-12х150-1, ГОСТ 25377;
Воронки делительные, 2 л, ГОСТ 25336;
Воронки делительные 250 мл, ГОСТ 25336;
Цилиндр мерный 250 мл, ГОСТ 1770;
Прибор для склеивания полиэтиленовой пленки, ГОСТ 15047;
Пинцет, ГОСТ 21241;
Прибор для перегонки растворителя с дефлегматором, состоящий из элементов:
Колба двугорлая со шлифами КГУ-2КШ 1-2 л/29-14, ГОСТ 7851;
Дефлегматор 50-60 мм, ГОСТ 8682;
Насадка Вюрца, ГОСТ 8682;
Термометр (0-100 °С) ГОСТ 215;
Холодильник прямой ХПТ-КШ, 505/14, ГОСТ 8682;
Аллонж АМО 50/14-29, ГОСТ 8682;
Приемная колба 500 мл, ГОСТ 7851;
Штативы лабораторные с зажимами ШЛ, ГОСТ 20790;
Баня водяная;
Термометр контактный ТК, ГОСТ 3871;

Устройство усилительное УКТ-42, ГОСТ 26033;
Шланги резиновые, ГОСТ 5496;
Электроплитка Экран-1, ГОСТ 14919;
Капилляры;
Универсальное перемешивающее устройство с турбинной мешалкой (черт.9);
Ящик транспортный для комплекта полевой лаборатории;
Ящик транспортный для склянок Н.К.

3.2.2. Материалы

Бумага фильтровальная,
Вата медицинская, ГОСТ 5556;
Пленка полиэтиленовая, ГОСТ 10354;
Шпагат полипропиленовый, ГОСТ 17Ф8;
Лейкопластырь, ГОСТ 16977;

3.2.3. Химреактивы

Н-Гексан, C_6H_{14}, "хч" для хроматографии, ТУ 6096518;
Н-Гексан, C_6H_{14}, "ч", ТУ 6092937;
Ацетон, C_3H_6O, "осч", ГОСТ 2603;
Этанол гидролизный, C_2H_5OH, ГОСТ 17299;

Кислота серная, H_2SO_4, "хч", ГОСТ 4204;
Натрий углекислый, Na_2CO_3, "чда", ГОСТ 2156;

Калий двухромовокислый, $K_2Cr_2O_7$, "хч", ГОСТ 4220;

3.3. Подготовка и очистка реактивов, посуды, оборудования и материалов

3.3.1. Очистка реактивов

Гексан для экстракции проб морской воды перегоняется на установке с дефлегматором 50-60 см. Для нагрева используется водяная баня с терморегулирующим устройством. Скорость перегонки устанавливается 0,5-1 капля в секунду. Из каждой партии перегнанного гексана отбирают порцию 100 мл, упаривают до объема 0,5-1 мл и проверяют на чистоту согласно методическим указаниям /5/. Критерием чистоты экстрагента является отсутствие на хроматографе холостого определения пиков, мешающих определению хлорорганических пестицидов.

Ацетон "осч" в очистке не нуждается. При наличии ацетона более низкой квалификации его перегоняют на аналогичной установке с дефлегматором 20 см.

Этанол перегоняется на установке с дефлегматором 20 см.

Серная кислота очищается экстракцией перегнанным гексаном. Порция серной кислоты 100 мл трижды экстрагируется 20 мл гексана в делительной воронке на 250 мл.

3.3.2. Подготовка посуды

Стеклянная посуда для экстракции (бутыли, шприцы, склянки, БПК, мерный цилиндр, делительные воронки и пр.) промывается водопроводной водой, обрабатывается хромовой смесью и оставляется на 2-1,5 ч. Затем посуда тщательно отмывается водопроводной водой и обрабатывается горячим 3 %-ным раствором углекислого натрия. Вновь промывают посуду водопроводной водой до нейтральной реакции промывных вод и трижды ополаскивают порциями дистиллированной воды по 20-50 мл. Далее посуду дважды промывают порциями ацетона по 10-20 мл. Завершает обработку стеклянной посуды трехкратная промывка гексаном. Порцией гексана 20-30 мл последовательно ополаскивается 5-10 склянок БПК или 3-4 бутыли. Вымытая посуда сушится в сушильном шкафу при 120-130 °С в течение 4-5 ч. Сушильный шкаф предварительно протирают влажной фильтровальной бумагой и бязевым тампоном, смоченным в этаноле. Перед загрузкой посуды шкаф прогревается в течение 1,5-2 ч. Использование сушильного шкафа для подготовки посуды других видов анализа категорически запрещается.

Сухая стеклянная посуда промывается проверенным на чистоту гексаном. Для этого порцией гексана 20-25 мл последовательно ополаскивают 5-10 склянок БПК или 3-4 бутыли. Затем проводят проверку посуды на чистоту. Для этого повторяют последовательную обработку партий посуды перегнанным гексаном. Растворитель из последней склянки каждой партии упаривается до объема 0,5-1 мл и вводится в хроматограф. При обнаружении в смывах загрязнений промывку данной партии посуды гексаном повторяют и смыв вновь упаривают и вводят в хроматограф. Если дополнительная промывка не дает желаемого результата, необходимо повторить все операции по подготовке посуды еще раз.

В отмытые склянки БПК помещают с помощью чистого мерного цилиндра 80 мл проверенного на чистоту гексана, склянки закрывают притертой пробкой и колпачком. Устанавливают склянки в ячейки транспортного ящика. Заполнение и упаковку склянок производят сразу же после проверки их на чистоту.

Бутыли для хранения гексана, используемого при мытье посуды в экспедиционных условиях, заполняют перегнанным растворителем и закрывают притертой пробкой. На горло бутыли надевают защитный колпачок из фильтровальной бумаги и завязывают его полипропиленовым шпагатом. Бутыли помещают в полиэтиленовые мешки и устанавливают в отделение транспортного ящика полевой лаборатории.

Бутыли для экстракции закрывают притертой пробкой, горло бутылей заворачивают в фильтровальную бумагу, надевают на него колпачок из полиэтиленовой пленки и завязывают полипропиленовым шпагатом. Бутыли помещают в полиэтиленовые мешки и устанавливают в отделение транспортного ящика полевой лаборатории.

Делительные воронки упаковывают в полиэтиленовые мешки, завязывают полипропиленовым шпагатом и укладывают в транспортный ящик полевой лаборатории.

Шприцы заворачиваются в фильтровальную бумагу и запаиваются отдельно в полиэтиленовые мешки.

Турбинная (или лопастная) мешалка протирается бязевым тампоном, смоченным гексаном, и запаивается в полиэтиленовый мешок.

Все оборудование укладывается в соответствующие отделения транспортного ящика, фиксируется и в таком виде транспортируется к месту работ.

Все детали установки для перегонки гексана перед использованием обрабатывают хромовой смесью, отмывают водопроводной водой, обрабатывают 3 %-ным раствором углекислого натрия, вновь промывают водопроводной водой и ополаскивают тричды порциями дистиллированной воды 20-30 мл. Вымытые детали установки сушатся в сушильном шкафу при 120-130 °С в течение 4-5 ч. Обработку перегонной установки повторяют после перегонки 10-12 л гексана. Приемная колба ополаскивается первыми порциями отгона 3 раза по 10-15 мл.

3.3.3. Обработка вспомогательных материалов

Полиэтиленовая пленка, предназначенная для изготовления упаковочных мешков, протирается этанолом, высушивается в течение 5-10 мин на воздухе, после чего сваривается по швам с помощью

прибора для склеивания полиэтилена. Изготавливать мешки следует непосредственно перед упаковкой посуды и оборудования. Запасной комплект мешков запаивается в полиэтиленовый пакет, который хранится в одном из отделений транспортного ящика.

3.4. Подготовка пробоотборного оборудования и отбор проб

3.4.1. Пробоотборное оборудование

Бутыль пробоотборная объемом 5 л, ГОСТ 7851;

Трос капроновый диаметром 6 мм и длиной 5-6 м, ГОСТ 10293;

Груз стальной в полиэтиленовой оболочке, массой 8 кг;

Чехол бязевый для пробоотборной бутыли;

Мешки полиэтиленовые;

Карабины латунные;

Бур кольцевой диаметром 220 мм;

Ящик транспортный для пробоотборного оборудования с вкладышем;

Рукавицы брезентовые, ГОСТ 20176;

Костюм штормовой, ГОСТ 25194;

Калоши, ГОСТ 13385;

Совок полиэтиленовый.

3.4.2. Подготовка пробоотборного оборудования

Пробоотборные бутыли обрабатываются и проверяются на чистоту в базовой лаборатории так же, как и посуда для экстракции (п.3.3.2). На подготовленную и проверенную на чистоту бутыль надевают бязевый чехол. Бутыль в чехле помещается в полиэтиленовый мешок, мешок завязывается полипропиленовым шпагатом и устанавливается в соответствующее отделение транспортного ящика для пробоотборного оборудования.

Груз протирается бязевым тампоном, смоченным в ацетоне или этаноле, высушивается на воздухе 10-15 мин и упаковывается в двойной полиэтиленовый мешок. Груз транспортируется в одном из отделений транспортного ящика. Капроновый трос упаковывается в транспортный ящик вместе с грузом.

Чехол для пробоотборной бутыли перед использованием кипятят в течение 30 мин в 2 %-ном растворе углекислого натрия, промывают дистиллированной водой и высушивают на воздухе в подвешенном состоянии. Запасной комплект чехлов хранится в запаянном полиэтиленовом пакете в отделении транспортного ящика полевой лаборатории.

Кольцевой бур протирается бязевым тампоном, смоченным в этаноле. Нижняя (рабочая) часть бура упаковывается в полиэтиленовый мешок, после чего бур укладывается в транспортный ящик.

Латунные карабины и совок протираются бязевым тампоном, смоченным в этаноле, и упаковываются в полиэтиленовые мешки. Карабины и совок транспортируются в ящике с кольцевым буром.

Перед укладкой комплекта внутренняя поверхность вкладыша транспортного ящика протирается бязевым тампоном, смоченным в этаноле.

3.4.3. Отбор проб

Выбор места отбора, техника и приемы отбора проб морской воды для определения содержания хлорорганических пестицидов и их транспортировка аналогичны применяемым при отборе проб морской воды с целью определения содержания нефтяных углеводородов. При этом следует учитывать, что бутыли, предназначенные для отбора проб морской воды с целью определения содержания хлорорганических пестицидов нельзя использовать для отбора проб на содержание нефтяных углеводородов из-за принципиальных различий в их предварительной обработке.

Хранение проб морской воды при определении содержания хлорорганических пестицидов более 12 ч недопустимо. Результаты анализа проб, хранившихся без обработки дольше этого срока, рассматриваются как брак.

3.5. Обработка проб

Хлорорганические пестициды экстрагируют из проб морской воды гексаном при помощи универсального перемешивающего устройства. Перемешивающее устройство собирается на специальном штативе, входящем в комплект полевой лаборатории (черт.9). Блок двигателя устанавливают на стойке штатива на такой высоте, чтобы турбинка (или лопасти) находилась на расстоянии 5-10 см от дна экстракционной бутыли, установленной непосредственно на основание штатива. Положение блока двигателя фиксируется таким образом, чтобы фторопластовый конус полностью закрывал горловину бутылки (для предотвращения разрушения бутыли конус сделан "плавающим"). Для надежного закрепления блока двигателя используется фиксатор и стопор (черт.9). Из пробоотборной бутыли сливают верхний слой объемом 200-300 мл, экстракционную бутыль дважды ополаскивают порциями по 100-150 мл исследуемой морской воды и заливают в нее

4 л морской воды (до метки). Из склянки БПК с расфасованным экстрагентом заливают в экстракционную бутыль гексан (объем 80 мл).

Турбинную (или лопастную) мешалку протирают бязевым тампоном, смоченным в гексане. Устанавливают бутыль с пробой и экстрагентом на основание штатива, опускают блок двигателя, закрепляют его, включают установку в сеть и экстрагируют ХОП из пробы. Продолжительность экстракции 30 мин. Скорость вращения мешалки 2000-2500 об/мин, что обеспечивает полное диспергирование экстрагента и оптимальные размеры его частиц. По окончании экстракции поднимают блок двигателя на такую высоту, чтобы турбинка оказалась над горловиной бутыли. Перед этим необходимо несколько раз провернуть мешалку для удаления капель гексана из турбинки. Указанная операция проводится, когда турбинка находится непосредственно над слоем гексана, но еще не поднята над горловиной бутыли. Бутыль закрывается притертой пробкой с бумажным колпачком и оставляется для расслаивания водной и органической фаз на 1,5-2 ч. Расслаивание фаз считается полным, когда водный слой полностью восстановит свою прозрачность.

Органическую фазу и часть водной фазы объемом 1,0-1,5 л переносят в двухлитровую делительную воронку. После расслаивания нижний (водный) слой сливают. В воронку из бутыли снова добавляют 1,0-1,5 л водной фазы, которую после расслаивания также сливают. Операцию повторяют до полного опорожнения экстракционной бутыли. При разделении фаз необходимо исключить проскок органической фазы в сливной патрубок делительной воронки, вследствие чего рекомендуется полное разделение фаз выполнять только на заключительном этапе. На промежуточных стадиях в делительной воронке необходимо оставлять объем 100-150 мл водной фазы от предыдущей порции. В случае образования устойчивой эмульсии разрушают ее добавлением нескольких капель серной кислоты. Гексановый экстракт переносят из делительной воронки в склянку БПК, из которой был взят растворитель для экстракции.

Из склянки с растворителем для промывки посуды в экстракционную бутыль переносится шприцем порция гексана объемом 10 мл. Бутыль и воронка последовательно ополаскиваются, смыв объединяют с основным экстрактом.

Гексан, используемый для промывки, должен иметь ту же степень чистоты, что и гексан для экстракции.

Склянку ВПК закрывают притертой пробкой с колпачком, снабжают этикеткой с номером пробы и устанавливают в ячейку транспортного ящика. В журнале первичной обработки проб делается запись, в которой указывается номер пробы, объект анализа, координаты станции, дата и время отбора и обработки пробы, толщина льда в точке отбора и обработки пробы, толщина льда в точке отбора (приложение I).

После экстракции бутыль и делительную воронку промывают дистиллированной водой до полного стекания и затем 20 мл гексана. Бутыль и делительная воронка закрываются притертыми пробками, помещаются в полиэтиленовые мешки и укладываются в соответствующие отделения транспортного ящика полевой лаборатории.

Остаток пробы из пробоотборной бутыли сливается. Бутыль ополаскивают свежей дистиллированной водой и затем 20 мл гексана. Для полного стекания остатков воды и растворителя из бутыли ее оставляют в перевернутом виде на 2-3 ч, а затем бутыль упаковывают в полиэтиленовый мешок и устанавливают в транспортный ящик.

В экспедиционных условиях при отсутствии дистиллятора для промывки бутылей и делительных воронок используется дистиллированная вода, доставляемая из базовой лаборатории. Хранение дистиллированной воды производится в стеклянных бутылях с притертой пробкой или десятилитровых алюминиевых канистрах с винтовой крышкой.

Раз в месяц следует менять чехлы на пробоотборных бутылях. Старые чехлы обрабатываются согласно п.3.4.2. Бутыли и делительные воронки ежемесячно промываются хромовой смесью, дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и споласкиваются 2 раза порциями гексана объемом 20 мл.

Перед упаковкой в транспортные ящики все пробоотборное и экстракционное оборудование сушится на воздухе в течение 2-3 ч.

Дальнейшая обработка и анализ экстрактов производится в соответствии с методическими указаниями /5/ не позднее 6 месяцев с момента проведения экстракционного концентрирования проб.

3.6. Требования к помещению для обработки проб морской воды с целью определения содержания хлорорганических пестицидов

В помещении для обработки проб запрещается курить, готовить и принимать пищу, обогревать помещение печами или другими источниками тепла с использованием открытого пламени. Лакокрасочные работы в помещении должны быть закончены за 1-2 месяца до проведения аналитических работ. Экстракцию желательно проводить в вытяжном шкафу, а при его отсутствии - в постоянно проветриваемом помещении.

Недопустимо проводить экстракцию проб морской воды гексаном одновременно с экстракцией другими растворителями (хлороформом, четыреххлористым углеродом и др.). Все нагревательные приборы в лабораторном помещении должны быть очищены от смазки, протерты ацетоном и предварительно прогреты.

3.7. Требования к квалификации аналитика

Подготовку посуды, реактивов и оборудования, отбор и экстракцию проб морской воды может проводить квалифицированный техник, имеющий среднее специальное образование химического профиля.

Контроль чистоты посуды и реактивов выполняется инженером-химиком, имеющим опыт работы по эксплуатации газожидкостных хроматографов.

3.8. Требования безопасности

Отбор проб морской воды выполняется с соблюдением требований по технике безопасности, предусмотренных ГОСТ 17.1.5.05

Подготовка посуды, оборудования, химреактивов и материалов, экстракционное концентрирование проб морской воды выполняется с соблюдением правил техники безопасности при работе с органическими растворителями и правил техники безопасности при работе на электроустановках с напряжением до 1000 В.

3.9. Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения хлорорганических пестицидов.

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды при определении ХОП приведены в табл.3. При этом не учитывается время вывода на

режим работы приборов (перегонная установка, сушильный шкаф, прибор для склеивания полиэтиленовой пленки), время сушки посуды, время экстракции проб, время расслаивания водноорганических эмульсий. Затраты времени на отбор проб зависят от конкретных условий его выполнения (толщина льда, метеоусловия и т.д.) и времени, необходимого для транспортировки оборудования и личного состава к месту работ.

Таблица 3

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения содержания ХСП

Операция	Время на исполнение, ч	
	на 10 проб	на 100 проб
Подготовка и очистка реактивов		
гексан, C_6H_{14}	5,0	40,0
этанол, C_2H_5OH	0,3	3,0
серная кислота, H_2SO_4	1,0	10,0
Подготовка посуды		
мытье и обработка химическая	3,0	25,0
проверка на чистоту	1,5	10,0
расфасовка экстрагента	0,2	2,0
Изготовление полиэтиленовых мешков	1,0	4,0
Укладка комплекта полевой лаборатории	0,5	1,0
Обработка пробоотборного оборудования и проверка его на чистоту	3,0	9,0
Укладка комплекта пробоотборного оборудования	0,5	1,5
Подготовка проб к экстракции и разделение фаз	6,0	60,0
Обработка посуды и оборудования после экстракции	1,0	10,0
Всего	23,0	175,5

4. МЕТОДЫ ОТБОРА И ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ ПРОБ СНЕГА И МОРСКОГО ЛЬДА С ЦЕЛЬЮ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НЕФТЯНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ И ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ

4.1. Назначение методики

Настоящая методика предназначена для выполнения отбора и предварительной обработки проб снега и морского льда с целью определения содержания нефтяных углеводородов и хлорорганических пестицидов в условиях полярных экспедиций, сетевых и научно-исследовательских учреждений Госкомгидромета СССР.

В методике подробно освещаются вопросы подготовки пробоотборного оборудования, транспортировки и подготовки проб снега и морского льда к последующей обработке и анализу, кратко изложенные в ГОСТ 17.1.5.05-85, с учетом специфики экспедиционных исследований в Арктике и Антарктике.

Экстракционное концентрирование проб снега и морского льда для определения содержания нефтяных углеводородов выполняется согласно требованиям пп.2.2, 2.3, 2.5-2.7.

Экстракционное концентрирование проб снега и морского льда для определения содержания хлорорганических пестицидов выполняется согласно требованиям пп.3.2, 3.3, 3.5-3.7.

4.2. Химическая посуда, реактивы, оборудование и материалы

Контейнер из нержавеющей стали (п.7.2);
Электроплитка Экран-1, ГОСТ 14919;
Сифон стеклянный, ГОСТ 8682;
Шланг силиконовый, ГОСТ 19034;
Груша резиновая, ГОСТ 25299;
Захват из нержавеющей стали;
Совок из полиэтилена;
Уплотнитель снега;
Бур кольцевой диаметром 220 мм;
Транспортный ящик с вкладышем для пробоотборных контейнеров (п.7.2);
Транспортный ящик для кольцевого бура, совка, захвата и комплекта защитной одежды (п.7.2);
Бязь, ГОСТ 11680;
Комплект защитной одежды;

Натрий углекислый, Na_2CO_3 "ч", ГОСТ 2156;
Ацетон, CH_3COCH_3 "ч", ГОСТ 2603;
Этанол, C_2H_5OH, ректификат, ГОСТ 18300;

Оборудование, химическая посуда, реактивы и материалы для концентрирования проб талой воды с целью определения содержания НУ применяют согласно п.2.2, 2.3.

Оборудование, химическая посуда, реактивы и материалы для концентрирования проб талой воды с целью определения содержания ХОП используется согласно пп.3.2, 3.3.

4.3. Подготовка химической посуды и оборудования

Контейнер с крышкой для отбора и термической обработки снега и морского льда изготавливается из нержавеющей стали. В базовой лаборатории контейнер несколько раз промывается водопроводной водой. После этого внутренняя поверхность контейнера тщательно протирается влажным бязевым тампоном, на который наносится небольшое количество сухого углекислого натрия. По мере загрязнения тампоны следует менять. По окончании обработки контейнер вновь промывается водопроводной водой и заполняется на три четверти объема 3 %-ным раствором углекислого натрия. Контейнер закрывают крышкой и устанавливают на электроплитку. Раствор доводится до кипения, термообработка продолжается в течение часа, затем горячий раствор сливают. Контейнер промывается дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, высушивается на воздухе и тщательно протирается бязевым тампоном, смоченным этанолом. Затем контейнер со снятой крышкой нагревают на электроплитке до 100-150 °С; аналогичным образом производят термообработку крышки. Подготовленный контейнер закрывают крышкой и устанавливают в гнездо транспортного ящика.

Плитка электрическая для нагревания контейнера с пробой тщательно очищается от смазки с помощью ветоши, а затем бязевым тампоном, смоченным в этаноле. При наличии смазки в труднодоступных местах электроплитку следует разобрать. Для протирки допускается использование отходов органических растворителей. Электроплитку прокаливают, включив на максимальную мощность, в течение 4-5 ч. Охлажденную электроплитку заворачивают в фильтровальную бумагу и упаковывают в полиэтиленовый мешок.

Сифон для наполнения экстракционных емкостей талой водой представляет собой U -образную стеклянную трубку диаметром в 10 мм, длина колен 60 см. Сифон промывается свежеприготовленной хромовой смесью, затем водопроводной водой до нейтральной реакции промывных вод. Сифон споласкивают дистиллированной водой и пропускают через него 2 порции перегнанного этанола по 10-15 мл. Вымытый сифон сушится в сушильном шкафу 2-3 ч при температуре 120-140 °С, упаковывается в полиэтиленовый мешок и укладывается в транспортный ящик полевой лаборатории.

Силиконовый шланг обрабатывается кипячением в течение 15 мин в 3 %-ном растворе углекислого натрия, промывается дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и упаковывается в полиэтиленовый мешок вместе с резиновой грушей. Шланг с грушей хранятся в транспортном ящике полевой лаборатории.

Совок, кольцевой бур, скребок, захват и уплотнитель для снега тщательно протираются бязевым тампоном, смоченным в этаноле, упаковывается в отдельные полиэтиленовые мешки и укладываются в специальный транспортный ящик.

Полиэтиленовые вкладыши транспортных ящиков для упаковки пробоотборного оборудования и для упаковки кольцевого бура, захвата, совка и комплекта защитной одежды протираются изнутри бязевым тампоном, смоченным в этаноле.

Комплект защитной одежды, включающий в себя брезентовые рукавицы, штормовой костюм и калоши, упаковывается в полиэтиленовый мешок и хранится в транспортном ящике вместе с другими пробоотборными приспособлениями.

4.4. Отбор проб

4.4.1. Отбор проб снега

Место отбора проб снега выбирается с наветренной стороны от ВПП или трассы на расстоянии 150-200 м. Отбор проб производится двумя исполнителями.

К месту отбора проб оборудование доставляется в закрытых ящиках на волокуше и оставляется на расстоянии не ближе 3 м от места отбора. Совок и уплотнитель перед работой протирают бязевым тампоном, смоченным этанолом. Снег отбирают совком в контейнер из наддувов или скоплений у основания торосов. После загрузки в контейнер нескольких порций снега его следует утрамбовать уплотнителем до максимальной плотности. Заполненный утрамбованным

снегом контейнер закрывают крышкой и упаковывают пробоотборное оборудование в транспортные ящики. Если в районе работы нет наддувов и скоплений снега у основания торосов, отбирают пробу на произвольном участке полигона. В этом случае верхний слой снега 3-5 см удаляется и отбирается проба на всю глубину снегового покрова. Все работы по отбору снега выполняются в комплекте защитной одежды (брезентовые рукавицы, штормовой костюм, калоши), используемой только для этих целей и надеваемой после прибытия на место отбора проб. В процессе отбора необходимо соблюдать максимальную чистоту. Производить отбор проб снега следует при температуре окружающего воздуха ниже минус 5 °С и при толщине льда в месте отбора не менее 30 см. Контейнер для снега не должен извлекаться на месте отбора из транспортного ящика. Пробоотборное оборудование и ящики с пробами доставляются на борт транспортного средства в закрытом виде. При транспортировке подтаивания проб снега следует избегать.

Обработка проб производится немедленно после их доставки в базовую или полевую лабораторию. Хранение необработанных проб снега более суток недопустимо. Результаты анализа проб, хранившихся без обработки дольше этого срока, рассматриваются как брак.

4.4.2. Отбор проб морского льда

Место отбора проб морского льда выбирается с наветренной стороны от ВПП или трассы на расстоянии 150-200 м. Отбор проб производится двумя исполнителями.

К месту отбора проб оборудование доставляется в закрытых ящиках на волокуше и оставляется не ближе 3 м от места бурения. Полиэтиленовым совком удаляют снежный покров на площади 1 $м^2$ вокруг точки бурения и скребком зачищают поверхность льда. Совок, скребок и кольцевой бур перед работой протираются бязевым тампоном, смоченным этанолом. При толщине льда в точке отбора проб более 80 см кольцевым буром выбуривают керн высотой 50 см и обламывают его приспособлением, входящим в комплект бура. С контейнера снимают крышку и переносят в него керн льда с помощью захвата. Закрывают контейнер крышкой и упаковывают пробоотборное оборудование в транспортные ящики. Если толщина льда в точке отбора проб меньше 80 см и попытки отобрать керн морского льда указанного размера приводят к поступлению в лунку морской воды, отбирают два или несколько кернов меньшей длины. Бурение продолжают

до первых признаков просачивания в лунку морской воды. Выбуренные керны укладываются в контейнер и далее обрабатываются как одна проба. Керны должны извлекаться обязательно из сухой лунки, лед, извлеченный из пробуренной до воды лунки, отбору в контейнер и дальнейшей обработке не подлежит. Все работы по отбору проб морского льда выполняются в комплекте защитной одежды (брезентовые рукавицы, штормовой костюм, калоши), используемой только для этих целей и надеваемой после прибытия на место отбора проб. В процессе пробоотбора необходимо соблюдать максимальную чистоту. Контакт извлекаемого керна со снежно-ледяным покровом в точке отбора не допускается, контейнер для кернов на месте отбора не должен извлекаться из транспортного ящика.

Ящики с пробами и пробоотборным оборудованием доставляются на борт транспортного средства в закрытом виде. При транспортировке подтаивания проб морского льда следует избегать. Обработка проб производится немедленно после их доставки в базовую или полевую лабораторию. Хранение проб морского льда более суток недопустимо. Результаты анализа проб, хранившихся без обработки дольше этого срока рассматриваются как брак.

4.5. Обработка проб

В базовой лаборатории контейнер со снегом или керном льда извлекается из транспортного ящика и устанавливается на электроплитку. Включают электроплитку в сеть и производят таяние пробы. По окончании таяния талую воду следует перемешать, для чего закрытый контейнер несколько раз энергично встряхивают. Не допускается нагрев талой воды выше 15-20 °С. Категорически запрещается отбирать талую воду из контейнера до окончания полного таяния пробы снега (морского льда).

Талые воды переносятся из контейнера в экстракционные емкости с помощью сифона. Для этого сифон погружают в контейнер и засасывают воду в наружное колено резиновой грушей через силиконовый шланг. После заполнения сифона шланг с грушей отсоединяется и из сифона сливают 200-300 мл талой воды. В экстракционные емкости отбирают из сифона по 100-200 мл талой воды и прекращают ее вытекание, для чего сифон извлекают из контейнера. Экстракционные емкости промывают талой водой, промывные воды сливают. Сифон вновь погружают в контейнер и наполняют его водой, засасывая ее

с помощью резиновой груши через силиконовый шланг. После заполнения сифона шланг с грушей отсоединяют, сливают из сифона 100-150 мл воды и набирают в экстракционные емкости необходимое для анализа количество пробы. Остатки талой воды сливаются, контейнер промывается дистиллированной водой, протирается бязевым тампоном, смоченным в этаноле, и прогревается на электроплитке до температуры 100-150 °С. Аналогичным образом обрабатывают крышку контейнера.

Обработанный контейнер закрывают крышкой и устанавливают в отделение транспортного ящика.

Сифон промывается дистиллированной водой, упаковывается в полиэтиленовый мешок и укладывается в транспортный ящик полевой лаборатории.

Раз в месяц все пробоотборное оборудование проливается и обрабатывается согласно требованиям п.4.3 настоящей методики.

Пробы талой воды из морского льда и снега экстрагируют и анализируют так же, как пробы морской воды с соблюдением требований соответствующих методических указаний.

В журнале регистрации обработки проб делается запись, в которой указывается номер пробы, объект анализа, координаты станции, дата и время отбора и обработки пробы (толщина льда в точке отбора) и примечания (приложение 1).

4.6. Требования к помещению для предварительной обработки проб снега и морского льда

Во время таяния проб снега и морского льда в помещении запрещается работа со всеми летучими веществами (органическими растворителями, кислотами, раствором аммиака и пр.). Остальные требования к помещению аналогичны изложенным в п.2.6 методических указаний по отбору и экстракционному концентрированию проб морской воды с целью определения содержания растворенных нефтяных углеводородов и методических указаний по отбору и экстракционному концентрированию проб морской воды с целью определения содержания хлорорганических пестицидов (п.3.6).

4.7. Требования к квалификации аналитика

Подготовку посуды и оборудования, отбор и обработку проб снега и морского льда, экстракционное концентрирование талой воды может проводить квалифицированный техник, имеющий среднее специальное образование химического профиля.

4.8. Требования безопасности

Отбор проб морского льда и снега выполняется с соблюдением требований по технике безопасности, предусмотренных ГОСТ 17.1.5.05.

Подготовка посуды, реактивов, оборудования и обработка проб морского льда и снега выполняются с соблюдением правил техники безопасности при работе на электроустановках.

4.9. Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и обработки проб снега и морского льда

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и обработки проб снега и морского льда приведены в табл.4.

Таблица 4

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и обработки проб снега и морского льда

Операция	Время на исполнение, ч	
	на 10 проб	на 100 проб
Подготовка пробоотборного и вспомогательного оборудования (на 1 комплект)	8,0	9,0
Укладка комплекта пробоотборного оборудования	0,5	1,5
Предварительная обработка проб, подготовка к экстракции	10,0	100,0
Обработка посуды и оборудования после предварительной обработки проб	8,0	30,0
Всего:	16,5	140,5

Примечание. Время таяния проб и сушка посуды не учитываются.

Затраты времени на отбор проб зависят от конкретных условий его выполнения (толщина льда, метеоусловия и т.д.), а также времени, необходимого для транспортировки оборудования и личного состава к месту работы.

Нормы затрат времени на подготовку реактивов, посуды и оборудования для экстракционного концентрирования проб на проведение процесса экстракции приведены в пп.2.9 и 3.9.

5. МЕТОДЫ ОТБОРА И ЭКСТРАКЦИОННОГО КОНЦЕНТРИРОВАНИЯ ПРОБ МОРСКОЙ ВОДЫ С ЦЕЛЬЮ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

5.1. Назначение методики

Настоящая методика предназначена для проведения отбора проб поверхностных морских вод и их экстракционного концентрирования с целью определения содержания тяжелых металлов в условиях полярных экспедиций, сетевых и научно-исследовательских учреждений Госкомгидромета СССР.

Перечисленные ниже требования к транспортировке и подготовке лабораторного оборудования и реактивов, а также проведению операций экстракционного концентрирования с последующим получением твердых концентратов (пп.5.3, 5.4, 5.5) распространяются также на работы, связанные с концентрированием тяжелых металлов из талой воды, получаемой при обработке проб морского льда и снежного покрова.

Методика обеспечивает требования по чистоте при последующем количественном определении тяжелых металлов при их содержании в морской воде соответственно 0,05 мкг/л и более для марганца и меди; 0,15 мкг/л и более для свинца, кадмия и никеля; 0,5 мкг/л и более для железа; 1,5 мкг/л и более для цинка, ртути, кобальта с использованием в качестве аналитического окончания спектрального анализа.

5.2. Химическая посуда, оборудование, материалы, реактивы

5.2.1. Химическая посуда и оборудование

Воронка делительная объемом 1,0 л ГОСТ 25336;
Воронка делительная объемом 0,25 л ГОСТ 25336;
Колба мерная объемом 0,1 л ГОСТ 1770;
Пипетка на 1 мл ГОСТ 1770;
Пипетка на 5 мл ГОСТ 1770;
Пипетка с делениями на 10 мл ГОСТ 1770;

Колба круглодонная одногорлая объемом I,0 л со шлифом, ГОСТ I770;
Дефлегматор ГОСТ 8682;
Насадка Вюрца ГОСТ 8682;
Термометр (0-I00 °С) ГОСТ 2I5;
Холодильник прямой ХПТ-ИЩ 50б/I4 ГОСТ 8682;
Холодильник обратный ГОСТ 8682;
Аллонж АИО ГОСТ 8682;
Приемная колба объемом 0,5 л, ГОСТ 785I;
Штатив лабораторный с зажимами ШЛ, ГОСТ 20790;
Баня водяная;
Баня песчаная;
Термометр контактный ТК, ГОСТ 9871;
Устройство усилительное, ГОСТ 26033;
Электроплитка Экран-I, ГОСТ I49I9;
Шланг резиновый ГОСТ 5496;
Шланг силиконовый, ГОСТ I9034;
Капилляры;
Бутыль полиэтиленовая объемом I,0 л, ГОСТ I6337;
Бокс вентилируемый для упаривания экстрактов (черт.II);
Штатив для делительных воронок (черт.I2);
Устройство универсальное перемешивающее (черт.I0);
Лампа накаливания зеркальная (500 Вт, 220 В), ГОСТ I5049;
Комплект набивочных приспособлений;
Тигли фторопластовые;
Прибор для склеивания полиэтиленовой пленки, ГОСТ I5047;
Транспортные ящики с вкладышами.

5.2.2. Материалы

Электроды угольные для спектрального анализа "сч" диаметром 6 мм, ГОСТ I0274;
Бумага универсальная индикаторная, ГОСТ 5850;
Ткань Петрянова для фильтра, ГОСТ I4266;
Пленка полиэтиленовая, ГОСТ I0354;
Бумага фильтровальная,
Вата медицинская, ГОСТ 5556;

5.2.3. Реактивы

Хлороформ медицинский, $CHCl_3$, ГОСТ 20015;
Кислота азотная, HNO_3, "чда", ГОСТ 4461;
Раствор аммиака водный, NH_4OH, технический, ГОСТ 3760;
Диэтилдитиокарбамат натрия, $(C_2H_5)_2NCS_2Na$ "чда", ГОСТ 8864;
Этанол, C_2H_5OH, ГОСТ 5962;
Вода дистиллированная.

5.3. Подготовка и очистка реактивов, посуды, материалов и оборудования

5.3.1. Очистка реактивов, подготовка спектроскопической основы и электродов

Хлороформ для экстракции тяжелых металлов в виде их диэтилдитиокарбаматов перегоняется в стеклянном приборе. Для нагрева используется водяная баня, температура которой регулируется так, чтобы скорость перегонки не превышала 1-2 капель в секунду. Перегнанный хлороформ собирают в предварительно вымытые сухие стеклянные бутыли объемом 1,0 л, закрывающиеся притертыми или резьбовыми полиэтиленовыми пробками. Срок хранения очищенного растворителя не должен превышать 30-40 суток. Чистота хлороформа проверяется следующим образом. Проба растворителя объемом 20 мл помещается в тигель из фторопласта, куда предварительно вносится 50 мг спектроскопической основы. Тигель переносят в вентилируемый бокс и выпаривают хлороформ под лампой накаливания. Полученный сухой концентрат набивают в кратер угольного электрода с помощью набивочного комплекта и анализируют спектральным методом, сравнивая с эталонами. Содержание тяжелых металлов в очищенном хлороформе не должно превышать $5 \cdot 10^{-4}$ %.

Азотная кислота для подкисления проб морской воды и обработки (озоления) концентратов подвергается очистке перегонкой в стеклянном приборе. Нагрев осуществляют на песчаной бане, приемная колба при этом охлаждается льдом или снегом /7/. Перегнанную азотную кислоту собирают в предварительно вымытые стеклянные бутыли или колбы объемом 0,5 л с притертыми пробками. Использование резиновых пробок недопустимо. Срок хранения очищенной азотной кислоты не должен превышать 30 суток. Чистота азотной кислоты проверяется по методике, аналогичной методике проверки чистоты хло-

роформа. При этом содержание тяжелых металлов в очищенной кислоте не должно превышать также 3 10^{-4} %.

Водный раствор аммиака для нейтрализации и корректировки pH подкисленных проб морской воды получают насыщением бидистиллированной воды газообразным аммиаком /7/. В круглодонную колбу, снабженную холодильником, наливают 500 мл технического NH_4OH. Далее колбу укрепляют на водяной бане так, чтобы холодильник был направлен косо вверх и соединяют при помощи шланга из силиконовой резины верхний конец холодильника со стеклянной трубкой (пипеткой), опущенной в колбу-приемник, содержащую 300-400 мл бидистиллированной воды. При нагревании на водяной бане аммиак переходит в колбу-приемник и полностью поглощается водой. Колба-приемник должна охлаждаться снегом или льдом. Так как аммиак очень хорошо растворим в воде, полученный раствор NH_4OH может засосать в газоподводящую трубку. Поэтому необходимо сразу же отсоединить газоподводящую трубку, как только выделение аммиака прекратится. Полученный раствор NH_4OH хранят в полиэтиленовых бутылях с завинчивающимися пробками. Срок хранения очищенного NH_4OH не должен превышать 30 суток. Чистота NH_4OH проверяется аналогично проверке качества хлороформа и азотной кислоты. Содержание тяжелых металлов в NH_4OH не должно быть выше 3 10^{-4} %.

Диэтилдитиокарбамат натрия 2,5 %-ный раствор для экстракционного концентрирования тяжелых металлов. Готовят растворением в дистиллированной воде 2,5 г реактива квалификации "чда" в мерной колбе на 100 мл. Для очистки от примесей тяжелых металлов переносят раствор в делительную воронку объемом 250 мл, добавляют 5 мл хлороформа и встряхивают в течение 3 мин. После разделения фаз органический слой сливают в емкость для отходов растворителей. Очистку по приведенной схеме проводят 5-6 раз. По окончании процессов водный раствор диэтилдитиокарбамата натрия переносят из делительной воронки в вымытую дистиллированной водой мерную колбу с притертой пробкой и в таком виде используют при обработке проб.

Ввиду малой устойчивости растворов диэтилдитиокарбамата натрия во времени растворение и очистка реагента производится непосредственно перед обработкой проб. Использование раствора этого реагента на следующий день не допускается.

Вода бидистиллированная для промывки органической фазы и холостого опыта готовится перегонкой дистиллированной воды в стеклянном приборе. Бидистиллированная вода хранится в полиэтиленовых бутылях с завинчивающимися крышками. Срок хранения воды не более 30 суток. В экспедиционных условиях возможна замена бидистиллированной воды для промывки органической фазы и выполнения холостого опыта дистиллированной водой, очищенной экстракцией. Для этой цели I л дистиллированной воды помещают в делительную воронку, добавляют I мл 2,5 %-ный раствор диэтилдитиокарбамата, I0 мл хлороформа и встряхивают 5 мин. После полного разделения фаз (в течение 3-4 ч) органический слой сливают в емкость для отходов растворителей, а водную фазу используют для промывки экстрактов и в холостых опытах. Следует отметить, что вода в данном случае содержит диэтилдитиокарбамат натрия и некоторое количество хлороформа. По этой причине использовать очищенную таким способом воду в других работах недопустимо.

Этанол, C_2H_5OH, для протирки пробоотборного оборудования и приготовления спектроскопической основы перегоняется в стеклянном приборе. Чистота этанола после перегонки не контролируется.

Спектроскопическая основа, навески по 50 мг для приготовления концентрата, готовится по методике /4/ растиранием в агатовой ступке под слоем этанола спектрально чистого угольного порошка и сульфата калия с добавлением $Sr(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ и $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ в качестве элементов сравнения. Основа после растирания высушивается в боксе под лампой. Угольный порошок получают путем соскабливания пластинкой из стекла или тантала угольных электродов марки "оч".

Электроды с кратером для набивания концентратов изготавливаются на станке для заточки электродов. Диаметр электродов 6 мм, длина 30 мм, глубина кратера 6 мм, диаметр кратера 4 мм. Для удаления механических примесей и увеличения пористости каждый электрод обжигается на спектрографе в дуге переменного тока в течение 20-30 с. После этого электроды заворачивают в кальку, запаивают в полиэтиленовые чехлы и в таком виде хранят и транспортируют.

5.3.2. Подготовка посуды

Стеклянная химическая посуда (делительные воронки, мерные колбы, бутыли для хранения хлороформа, колбы, пипетки) промывается водопроводной водой, обрабатывается хромовой смесью и затем тщательно отмывается водопроводной водой и трижды споласкивается дистиллированной водой. Краны делительных воронок должны быть тщательно притерты, наличие смазки недопустимо. Высушенная посуда запаивается в полиэтиленовые мешки и хранится в специальном полиэтиленовом ящике, входящем в комплект лаборатории.

Тигли из фторопласта кипятят в течение 1-1,5 ч в концентрированной азотной кислоте, после чего тщательно промывают дистиллированной водой. Отмытые и высушенные тигли хранят также в специальном полиэтиленовом ящике. В процессе работы тигли протирают ватным тампоном, смоченным этанолом.

5.3.3. Подготовка вспомогательных материалов

Полиэтиленовая пленка, предназначенная для изготовления упаковочных мешков, протирается бязевыми тампонами, смоченными этанолом, высушивается 5-10 мин на воздухе, после чего сваривается по швам прибором для склеивания полиэтиленовой пленки. Запасной комплект мешков запаивается в полиэтиленовый пакет, который хранится в одном из отделений транспортного ящика.

5.3.4. Подготовка оборудования

Бокс для выпаривания состоит из корпуса, выполненного из органического стекла толщиной 8-10 мм, запорного устройства с фильтром для воздуха, узла крепления лампы накаливания ЗА-1 и центробежного вентилятора. Детали бокса выполнены из полимерных материалов, что исключает загрязнение получаемых концентратов металлами. Чертеж бокса и отдельных его узлов приведен на черт.11. В условиях стационарных лабораторий бокс устанавливается в вытяжном шкафу, а при отсутствии его (например, в экспедиционных условиях) к вентилятору подключается собственная вытяжная труба. Бокс транспортируется и хранится в специальном транспортном ящике. Перед началом работы к боксу присоединяют вентилятор, вытяжную трубу, устанавливают лампу и фильтр из ткани Петрянова. Затем протирают внутреннюю поверхность бязевыми тампонами, смоченными этанолом. Замена фильтра на боксе производится каждые два месяца.

Штатив для делительных воронок монтируется на крышке от полиэтиленового ящика для хранения химической посуды. Штатив и крышка сделаны из органического стекла, стойки штатива имеют покрытие из поливинилхлорида. Штатив предназначен для установки двух делительных воронок объемом 1,0 л и двух делительных воронок объемом 0,25 л. Перед началом работ штатив протирается бязевым тампоном, смоченным в этаноле. Внешний вид штатива приведен на черт.12.

Комплект набивочных приспособлений состоит из держателя, воронки, уплотнителя и ложечки. Воронка и уплотнитель, сделанные из органического стекла, после каждой операции набивки электрода протираются ватными тампонами, смоченными этанолом. Аналогично обрабатывается ложечка, сделанная из металлического тантала или ниобия. Набивочные приспособления хранятся в полиэтиленовом мешке, который, в свою очередь, находится вместе с фторопластовыми тиглями в специальном полиэтиленовом ящике.

Турбинная мешалка и конус, полностью выполненные из фторопласта, протираются бязевым тампоном, смоченным этанолом. После выдерживания в 2 моль HCl в течение 24 ч мешалка и конус промываются дистиллированной водой, не содержащей тяжелых металлов, высушиваются и запаиваются в полиэтиленовый мешок. Эта упаковка также хранится в полиэтиленовом ящике вместе с фторопластовыми тиглями.

Операция набивки концентратов тяжелых металлов в кратеры угольных электродов должна выполняться в специальном боксе с нарукавниками, если помещение, в котором проводятся данные работы, может являться источником загрязнения концентратов (пыль, ржавчина и т.д.). В этом случае внутренняя поверхность бокса, изготовленного из органического стекла, перед началом работ протирается бязевым тампоном, смоченным этанолом.

Транспортные ящики для хранения и перевозки оборудования, предназначенного для обработки проб (вентилируемый бокс, ящик для посуды, универсальное перемешивающее устройство), изготавливаются из фанеры и не имеют вкладышей.

5.4. Подготовка пробоотборного оборудования и отбор проб

5.4.1. Пробоотборное оборудование

Кассета пробоотборная из органического стекла (черт.4);

Бутыли полиэтиленовые объемом 1,0 л, ГОСТ 16337;

Груз массой 8 кг в оболочке из полиэтилена (п.7.2);

Трос капроновый, диаметром 6 мм и длиной 1,5 м для подвески груза к пробоотборной кассете, ГОСТ 10293;

Трос капроновый, диаметром 6 мм и длиной 5-6 м для подвески пробоотборной кассеты, маркированный через 1 м, ГОСТ 10293;

Мешки полиэтиленовые;

Ящик транспортный с вкладышем из полиэтилена для хранения и транспортировки пробоотборного оборудования (черт.5);

Бур кольцевой, диаметром 220 мм;

Совок полиэтиленовый;

Ящик транспортный с вкладышем для хранения и транспортировки кольцевого бура, совка и защитной одежды (черт.6);

Тампоны бязевые;

Костюм штормовой, ГОСТ 25194;

Перчатки нитяные, ГОСТ 20176;

Калоши, ГОСТ 13385;

5.4.2. Подготовка пробоотборного оборудования

Пробоотборная кассета выдерживается в 2 моль HCl в течение 48-72 ч, после чего тщательно промывается дистиллированной водой, высушивается и помещается в полиэтиленовый мешок, в котором хранится в специальном отделении вкладыша транспортного ящика.

Полиэтиленовые бутыли объемом 1,0 л тщательно промываются сначала водопроводной, а затем дистиллированной водой, после чего заливаются 2 моль раствором соляной кислоты и выдерживаются в течение 48-72 ч. По истечении этого срока соляная кислота сливается, а бутыли тщательно промываются дистиллированной водой, заполняются бидистиллированной (или деионизированной) водой и выдерживаются в течение 24 ч. После окончания этой операции воду сливают, бутыли ополаскивают свежей порцией бидистиллированной воды, закрывают крышками и протирают наружную поверхность последовательно смоченными в бидистиллированной воде и этаноле ватными тампонами. Крышки бутылей обрабатываются по той же схеме отдельно в химическом стакане объемом 1,0 л. Подготовленные таким способом бутыли запаиваются в полиэтиленовые пакеты комплектами по 3 шт.

Раствор соляной кислоты может быть использован неоднократно (до 10-15 операций обработки бутылей).

Груз протирают бязевым тампоном, смоченным в этаноле, высушивают на воздухе 10-15 мин, упаковывают в двойной полиэтиленовый мешок и хранят в одном из отделений вкладыша транспортного ящика (черт.5).

Капроновый трос диаметром 6 мм для подвески груза и пробоотборной кассеты перед использованием выдерживается сначала в течение 48-72 ч в 2 моль HCl, а затем в дистиллированной воде. После просушки фал упаковывается в полиэтиленовый мешок вместе с кассетой и хранится в одном из отделений вкладыша транспортного ящика. Трос (фал) для подвески пробоотборной кассеты длиной 5-6 м маркируется цветной синтетической тканью (полоски шириной 2-3 см) через 1,0 м.

Полиэтиленовые мешки для хранения бутылей и пробоотборной кассеты изготавливаются из полиэтиленовой пленки путем склеивания. Полиэтиленовую пленку перед этой операцией тщательно протирают бязевым тампоном, смоченным в этаноле, и высушивают на воздухе.

Кольцевой бур тщательно протирается этанолом и хранится в транспортном ящике.

Полиэтиленовые вкладыши транспортных ящиков для хранения пробоотборного оборудования и кольцевого бура перед укладкой комплекта протираются бязевым тампоном, смоченным этанолом.

5.4.3. Отбор проб

Отбор проб морских вод поверхностных горизонтов осуществляется из специально пробуренной лунки в молодом или однолетнем льду с горизонта 2 м от нижней кромки льда. Место для лунки выбирается на расстоянии 100-150 м от места стоянки транспортного средства с наветренной стороны. При выполнении работ в летний период с использованием судов отбор проб осуществляется с носовой части судна до момента его полной остановки после выключения двигателей. Пробоотборное оборудование доставляется к месту отбора проб на волокуше и оставляется на расстоянии не менее 3 м от точки бурения. Снежный покров на площади 1 $м^2$ вокруг точки бурения удаляется полиэтиленовым совком из комплекта пробоотборного оборудования. Удаленный снег отбрасывается в одном направлении (по направлению ветра). По окончании бурения и извлечения из лунки керна льда, бур обтирается бязью и укладывается в транспортный ящик.

Ящик с пробоотборным оборудованием вскрывается после подготовки лунки. Вскрывать его сразу же по прибытии на место отбора проб, а также на борту транспортного средства запрещается.

Полиэтиленовые бутыли извлекаются из полиэтиленовых мешков и ввинчиваются в диски пробоотборной кассеты. Далее к пробоотборной кассете прикрепляется груз и маркированный фал. Отмеренная длина фала должна обеспечивать достижение пробоотборной кассетой горизонта 2 м от нижней кромки льда (необходимо учитывать толщину основного ледяного покрова в конкретной точке отбора). Подготовленную таким образом систему опускают в лунку. По достижении пробоотборником заданной глубины отбора проб фал несколько раз подергивается вверх-вниз. После прекращения выхода воздушных пузырей пробоотборник извлекается из лунки. Бутыли вывинчиваются из дисков кассеты, закрываются винтовыми пробками, помещаются в полиэтиленовый мешок, в котором они хранились, и укладываются в транспортный ящик. Пробоотборная кассета, груз и фал также укладываются в транспортный ящик. В блокнот записывается номер станции, номер пакета с бутылями, горизонт отбора пробы (по фалу), толщина льда в точке отбора и координаты станции. Принцип отбора пробы с заданного горизонта указанным способом заключается в следующем. Полиэтиленовые бутыли доставляются на глубину отбора в открытом виде. Время заполнения каждой бутыли составляет 10-18 с, в то время как пробоотборник с грузом 8,0 кг достигает горизонта за 3-4 с. Учитывая это обстоятельство, а также наличие воздушных пробок в горловине бутылей при движении системы вниз, можно гарантировать заполнение системы на заданном поверхностном горизонте.

При пробоотборе необходимо соблюдать чистоту (максимальную). Необходимо работать только в чистых нитяных перчатках, которые должны храниться в отдельном полиэтиленовом пакете в пробоотборном ящике. Для подвески пробоотборного оборудования используется только капроновый фал. К месту отбора проб все приспособления должны транспортироваться только в специальном транспортном ящике. При отборе категорически запрещается использование любых неизолированных пластическими массами металлических предметов (тросов, грузов). Накануне пробоотбора внутренняя поверхность ящика, поверхность груза, кассета и полиэтиленовые мешки протираются бязевыми тампонами, смоченными этиловым спиртом.

Обработка полученных проб производится сразу же после доставки их в лабораторию. Срок хранения проб морской воды, отобранных с целью определения содержания тяжелых металлов, не должен превышать 12 ч.

5.5. Обработка проб

Пробы морской воды объемом 1,0 л сразу после отбора подкисляются 5 мл перегнанной азотной кислоты непосредственно в полиэтиленовых бутылях. Азотную кислоту добавляют пипеткой на 5 мл, встряхивая пробу. Переливать пробы в другую посуду или пользоваться стеклянной палочкой для перемешивания при проведении операции подкисления недопустимо. Бутыли с подкисленными пробами закрываются крышками и выдерживаются в течение 10-12 ч. По истечении указанного срока проба нейтрализуется водным раствором аммиака до pH = 6-8. Для нейтрализации раствор NH_4OH добавляется по каплям из пипетки объемом 10 мл с делениями непосредственно в полиэтиленовую бутыль с пробкой при ее постоянном встряхивании. Достижение требуемого значения pH контролируется с помощью универсальной индикаторной бумаги. В целях более быстрого выполнения операции нейтрализации целесообразно предварительно оттитровать используемую азотную кислоту раствором аммиака, установив таким образом ориентировочный объем NH_4OH, который следует добавлять в пробу.

Нейтрализованные пробы далее поступают на экстракционное концентрирование тяжелых металлов. Проба морской воды объемом 1,0 л с pH, равным 7-8, переносится после нейтрализации в делительную воронку, в которую последовательно добавляют 10 мл хлороформа и 5 мл 2,5 %-ного очищенного раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Для каждого из реактивов пользуются отдельными пипетками, хранящимися в чехле из полиэтилена. После добавления реагентов делительную воронку интенсивно встряхивают в течение 5 мин и, установив на штатив, ожидают полного разделения фаз, которое происходит в течение 3-5 мин. Экстракция тяжелых металлов из проб морской воды может выполняться также при помощи перемешивающего устройства. Перемешивающее устройство собирается на специальном штативе, входящем в комплект полевой лаборатории (п.7.2). При этом устанавливается поворотный столик для делительной воронки, специальная турбинная мешалка и конус из фторопласта, ограничительное кольцо, а блок двигателя закрепляется практически в

крайнем верхнем положении на стойке штатива (черт.10). Турбинная мешалка подбирается такой длины, чтобы отверстия турбинки при ее помещении в делительную воронку находились на 5-7 мм выше слоя хлороформа (т.е. длина мешалки зависит от применяемой делительной воронки). Делительная воронка устанавливается на поворотный столик, который затем поднимается до тех пор, пока фторопластовый конус не закроет верхний шлиф воронки ("плавание" конуса исключает разрушение делительной воронки). После включения установки экстрагируют ТМ в течение 5 мин, затем выключают мешалку и ожидают полного разделения фаз (3-5 мин). Опустив поворотный столик, переставляют делительную воронку на штатив.

После расслаивания фаз экстракт (нижний слой) переносят в делительную воронку объемом 0,25 л, куда предварительно добавлено 50 мл бидистиллированной воды (или очищенной предварительной экстракцией согласно п.5.3.1). В делительную воронку с пробой снова добавляют 5 мл хлороформа, после чего снова проводят экстракцию в течение 5 мин. После полного разделения фаз органическую фазу-экстракт также переносят в делительную воронку объемом 0,25 л, объединяя с органической фазой после первой экстракции. На заключительной стадии в делительную воронку с пробой добавляют 5 мл хлороформа и проводят экстракцию в течение 3 мин. После разделения фаз экстракт объединяют с органической фазой двух первых экстракций, перенося в делительную воронку емкостью 250 мл.

Объединенный экстракт встряхивают с бидистиллированной водой в делительной воронке емкостью 250 мл в течение 1 мин для его промывки. После разделения фаз органический слой сливают во фторопластовый тигель, куда предварительно помещено 50 мг спектроскопической основы, фторопластовые тигли с экстрактами тяжелых металлов помещают в вентилируемый бокс для упаривания хлороформа под зеркальной лампой накаливания. Тигли с органической фазой следует располагать под лампой таким образом, чтобы хлороформ испарялся без кипения и разбрызгивания. После испарения хлороформа в горячий тигель добавляют 1 мл азотной кислоты, добиваясь равномерного смачивания всего сухого остатка. Затем тигель снова устанавливают в бокс под лампу для выпаривания азотной кислоты. В этом случае тигли располагаются под лампой так, чтобы температура обработки была максимальной. По окончании этой операции сухой остаток

(концентрат) должен легко отделяться от стенок тигля.

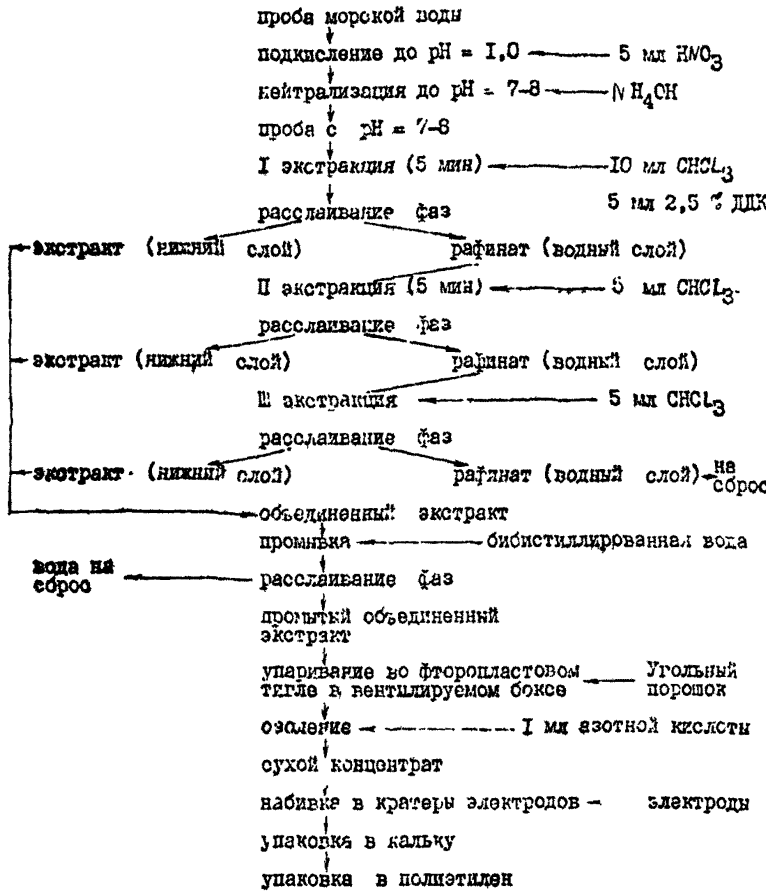
После охлаждения тигли переносят в бокс для набивки угольных электродов. Подготовленные ранее электроды извлекаются из полиэтиленовой упаковки и устанавливаются в держатель. На электрод одевается специальная воронка и концентрат из тигля при помощи лопаточки, изготовленной из тантала или ниобия, переносится в кратер электрода, где утрамбовывается уплотнителем из комплекта для набивки. После этого электрод заворачивают в кальку, помечают номером и запаивают в полиэтиленовый чехол. В журнале первичной обработки проб делается запись, в которой указывается номер электрода, номер станции, координаты станции, дата и время отбора и обработки пробы, толщина льда в точке отбора и информация, характеризующая процесс обработки пробы: цвет органического слоя, образование эмульсии, потери экстракта (приложение I).

После окончания экстракционного концентрирования водный слой (проба) выливается в спецканализацию, а делительные воронки ополаскиваются 200–300 мл морской воды, которая затем также сливается. Мыть делительные воронки водопроводной водой, моющими средствами, хромовой смесью, мылом и т.п. запрещается.

Для каждой серии из шести проб (три параллельных операции концентрирования) выполняют два холостых опыта, контролирующих чистоту применяемых реактивов. С целью проведения холостого опыта в делительную воронку наливают 100 мл бидистиллированной воды, добавляют 5 мл азотной кислоты, доводят pH до 7–8 раствором NH_4OH, вносят 5 мл 2,5 %-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия и трижды экстрагируют хлороформом по схеме, которая приведена для обработки проб морской воды. Последующие операции получения твердых концентратов и их перенесения в кратеры электродов не отличаются от таковых, применяемых при обработке проб морской воды. Электроды заворачиваются в кальку, на которой ставится порядковый номер и знак "холостой" и запаиваются в полиэтиленовый чехол. При этом в журнале первичной обработки проб делается запись, в которой указывается номер электрода, дата проведения холостого опыта и номера электродов, к которым относится данный холостой опыт (приложение 2).

Анализ концентратов производится методом спектрального анализа в соответствии с действующими методическими указаниями /4/. Срок хранения упакованных концентратов неограничен. Полная схема обработки проб приведена на черт.I.

Схема концентрирования проб морской воды с целью определения содержания тяжелых металлов



Черт.I

5.6. Требования к помещению для обработки проб морской воды с целью определения содержания тяжелых металлов

Стационарная лаборатория, в которой предполагается вести обработку проб морской воды с целью определения содержания тяжелых металлов, должна быть оборудована приточно-вытяжной вентиляцией, иметь системы водопровода и канализации, а также разводку электропитания. Стены лаборатории следует покрыть пластиком, кафельной плиткой или, в крайнем случае, покрасить эмалевыми красками, а пол покрыть линолеумом. Все металлические конструкции (водопроводные трубы, устройства вентиляции) не должны иметь открытых участков коррозии и обязательно красятся масляными или эмалевыми красками. На лабораторных столах следует иметь полимерное покрытие. Приточная вентиляция должна быть снабжена фильтрами, препятствующими поступлению пыли в лабораторию.

В экспедиционных условиях лаборатория должна помещаться в отдельном помещении, оборудованном вентиляцией, электропитанием и отоплением. Запрещается использовать для отопления лаборатории печи на жидком и твердом топливе. Требования к материалам внутренней отделки экспедиционной лаборатории аналогичны перечисленным выше для стационарных помещений.

5.7. Требования к квалификации исполнителей

Подготовку реактивов, посуды, оборудования и материалов, а также отбор проб морской воды и экстракционное концентрирование тяжелых металлов может выполнять квалифицированный техник, имеющий среднее специальное образование по специальности химического профиля. Анализ концентратов тяжелых металлов (включая контроль чистоты реактивов) выполняется инженером-химиком, имеющим опыт работы на оборудовании для спектрального анализа.

5.8. Требования по безопасности работ

Отбор проб морской воды выполняется с соблюдением требований по технике безопасности, предусмотренных ГОСТ 17.1.5.05-85.

Подготовка реактивов, посуды, оборудования и материалов, а также операции, связанные с экстракционным концентрированием тяжелых металлов, проводятся с соблюдением правил техники безопасности при работах с органическими растворителями, кислотами и щелочами, а также правилами техники безопасности при работе на электроустановках с напряжением до 1000 В.

5.9. Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения тяжелых металлов

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды при определении ТМ приведены в табл.5. При этом не учитывается время вывода на режим работы приборов (перегонные установки, прибор для склеивания пленки), время сушки посуды, время экстракции проб, время расслаивания водно-органических эмульсий, время упаривания экстрактов, время их озоления и время для набивки концентратов в кратеры электродов. Затраты времени на отбор проб зависят от конкретных условий его выполнения (толщина льда, метеоусловия и т.д.) и времени, необходимого для транспортировки оборудования и личного состава к месту работ.

Таблица 5

Нормы затрат времени на проведение подготовки, отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения ТМ

Операция	Время на исполнение, ч	
	на 10 проб	на 100 проб
Подготовка реактивов:		
кислота азотная	1,5	15,0
хлороформ	1,0	10,0
этанол	0,3	3,0
аммиак	0,6	6,0
Подготовка спектроскопической основы и стандартов	15,0	15,0
Заточка электродов для спектрального анализа	0,3	3,0
Приготовление навесок диэтилдитиокарбамата натрия и спектроскопической основы	0,2	2,0
Изготовление полиэтиленовых мешков	1,0	4,0
Подготовка посуды (мытье и химическая обработка)	1,0	10,0

продолжение табл.5

Операция	Время на исполнение, ч	
	на 10 проб	на 100 проб
Укладка комплекта полевой лаборатории	0,5	1,0
Обработка пробоотборного оборудования	3,0	9,0
Укладка пробоотборного оборудования (комплекта)	0,5	1,5
Подготовка проб к экстракции	1,0	6,0
Обработка посуды и оборудования после завершения концентрирования	0,5	5,0

6. МЕТОДЫ ОТБОРА И ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ОБРАБОТКИ ПРОБ СНЕГА И МОРСКОГО ЛЬДА С ЦЕЛЬЮ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

6.1. Назначение методики

Настоящая методика предназначена для выполнения отбора и предварительной обработки проб снега и морского льда с целью определения содержания тяжелых металлов в условиях полярных экспедиций, сетевых и научно-исследовательских учреждений Госкомгидромета СССР.

В методических указаниях подробно освещаются вопросы подготовки пробоотборного оборудования, транспортировки и подготовки проб снега и морского льда и их последующей обработки и анализа, изложенные кратко в ГОСТ 17.1.5.05-85 с учетом специфики экспедиционных исследований в Арктике и Антарктике.

6.2. Оборудование и реактивы

Контейнер с крышкой полиэтиленовый (п.7.2);
Захват из нержавеющей стали (п.7.2);
Совок полиэтиленовый;
Уплотнитель снега;
Бур кольцевой диаметром 220 мм;
Сифон стеклянный, ГОСТ 8682;
Шланг силиконовый, ГОСТ 19034;
Груша резиновая, ГОСТ 25299;

Пипетка на 5 мл, ГОСТ 1770 (СТСЭВ 1247, СТСЭВ 4021, СТСЭВ 4977);
Бутыли полиэтиленовые объемом 1 л, ГОСТ 16337;
Комплект защитной одежды;
Кислота соляная, HCl , "осч" или "хч", ГОСТ 14261;
Кислота азотная, HNO_3, "осч", ГОСТ 11125;
Этанол, C_2H_5OH, ГОСТ 5962;
Ацетон, CH_3COCH_3, "хч", ГОСТ 2603-79(СТСЭВ 4275);
Дистиллированная вода без следов тяжелых металлов

Оборудование, химическая посуда, реактивы и материалы для концентрирования проб талой воды с целью определения содержания ТМ применяют согласно п.5.2, 5.3

6.3. Подготовка посуды, реактивов и оборудования

Дистиллированная вода без следов тяжелых металлов готовится перегонкой воды в стеклянном дистилляторе. При отсутствии стеклянного дистиллятора допускается использовать деионизированную воду, полученную путем пропускания воды через колонку с катионитом КАУ-2х8. Подробно подготовка воды, не содержащей следов тяжелых металлов, описана в разделе 5. Этанол подвергается очистке перегонкой на установке с дефлегматором высотой 200 мм.

Контейнер из полиэтилена для отбора и термической обработки проб снега и морского льда промывается в базовой лаборатории теплым (40-50 °С) 3 %-ным раствором углекислого натрия, водопроводной водой до нейтральной реакции промывных вод и четырьмя порциями объемом 200-300 мл дистиллированной воды, не содержащей тяжелых металлов. Затем контейнер заполняют 2 моль раствором соляной кислоты и оставляют на 24 ч. Одна порция раствора соляной кислоты может использоваться для последовательной обработки трех контейнеров. Далее контейнер промывают 4-5 порциями объемом 200-300 мл дистиллированной воды, не содержащей тяжелых металлов. Подготовленный контейнер сушится на воздухе в перевернутом виде, закрывается крышкой и помещается во вкладыш транспортного ящика.

Сифон для переливания талой воды представляет собой стеклянную U-образную трубку диаметром 6-10 мм, длина колена 60 см. Сифон промывают свежеприготовленной хромовой смесью, затем водопроводной водой до нейтральной реакции промывных вод и 3-4 порциями дистиллированной воды, не содержащей тяжелых металлов,

общим объемом 300–500 мл. Вымытый сифон сушится в сушильном шкафу при температуре 120–130 °С в течение 2–3 ч, упаковывается в полиэтиленовый мешок и укладывается в транспортный ящик полевой лаборатории.

Пипетка обрабатывается так же, как сифон. Для заключительной промывки используется 30–40 мл дистиллированной воды, не содержащей следов тяжелых металлов.

Склянки (бутыли) полиэтиленовые обрабатываются 2 моль соляной кислотой. Подробно подготовка склянок описана в п.5.4 настоящих методических указаний.

Силиконовый шланг обрабатывается кипячением в течение 15 мин в 2 моль растворе соляной кислоты и промывается 100–150 мл дистиллированной воды без следов тяжелых металлов. Шланг упаковывают в полиэтиленовый мешок и укладывают в транспортный ящик полевой лаборатории.

Кольцевой бур и захват для кернов льда протираются бязевым тампоном, смоченным в этаноле (или ацетоне), упаковываются в отдельные полиэтиленовые мешки и укладываются в транспортный ящик.

Совок полиэтиленовый и уплотнитель снега замачиваются в 2 моль растворе соляной кислоты. Для этой цели их погружают в контейнер (во время обработки его раствором соляной кислоты) и выдерживают в течение суток. Затем совок и уплотнитель отмываются от соляной кислоты дистиллированной водой без следов тяжелых металлов до нейтральной реакции промывных вод. Высушенное на воздухе оборудование упаковывается в отдельные полиэтиленовые мешки и укладывается в транспортный ящик вместе с кольцевым буром.

Полиэтиленовые вкладыши транспортных ящиков для упаковки пробоотборного оборудования и для упаковки кольцевого бура, захвата, совка и комплекта защитной одежды протираются изнутри бязевым тампоном, смоченным в этаноле.

Комплект защитной одежды, включающий в себя брезентовые рукавицы, штормовой костюм и калоши, упаковывается в полиэтиленовый мешок и хранится в транспортном ящике с другими пробоотборными приспособлениями.

6.4. Отбор проб

Выбор места отбора, техника и приемы отбора проб снега и морского льда для определения содержания тяжелых металлов и их транспортировка аналогичны применяемым при отборе проб снега и

льда для определения содержания органических загрязняющих веществ. При этом следует учитывать, что пробы снега и морского льда для определения содержания тяжелых металлов отбираются только в полиэтиленовые контейнеры и при этом используются совок и уплотнитель, обработанные согласно п.6.3.

Хранение необработанных проб снега и морского льда для определения содержания тяжелых металлов более трех суток недопустимо. Результаты анализа проб, хранившихся без обработки дольше этого срока, рассматриваются как брак. При хранении следует избегать подтаивания проб.

6.5. Обработка проб

В базовой лаборатории контейнер со снегом извлекается из транспортного ящика и устанавливается в лабораторном помещении в теплом месте. Дальнейшая обработка пробы производится после полного таяния пробы. Категорически запрещается отбирать из контейнера талую воду до окончания таяния.

Контейнер с керном льда после извлечения из транспортного ящика выдерживается в теплом помещении полчаса в закрытом виде. Затем в контейнер заливается 2-3 л подогретой дистиллированной воды без следов тяжелых металлов с температурой 30-40 °С до заполнения всего свободного объема контейнера. После 15-минутной выдержки воду из контейнера полностью сливают с помощью сифона, засасывая ее резиновой грушей через силиконовый шланг, и повторяют промывку керна дистиллированной водой. Промытый керн оставляют в закрытом контейнере до полного таяния.

Талая вода переносится из контейнера в литровые полиэтиленовые склянки с помощью сифона. Сифон заполняют водой, отсоединяют шланг с грушей и сливают 200-300 мл талой воды. Склянки промывают 100-150 мл исследуемой воды и заполняют пробой до метки. Пробы подкисляются до pH 1,0-1,5. Для этого с помощью пипетки в склянки добавляют по 5 мл концентрированной очищенной азотной кислоты. Склянки закрывают крышкой, содержимое перемешивают энергичным встряхиванием и выдерживают подкисленные пробы в течение суток.

Пробы талой воды из морского льда и снега в дальнейшем концентрируют и анализируют так же, как пробы морской воды с соблюдением требований соответствующих методических указаний. Подкислен-

ные пробы допускается хранить без обработки в течение 2-3 суток.

Остатки талой воды сливают, контейнер промывается тремя порциями дистиллированной воды без следов тяжелых металлов по 200-300 мл и сушится на воздухе. Вымытый контейнер закрывают крышкой и устанавливают в отделение транспортного ящика.

Сифон промывают 200-300 мл дистиллированной воды без следов тяжелых металлов, упаковывают в полиэтиленовый мешок и укладывают в транспортный ящик полевой лаборатории.

Раз в месяц контейнеры для отбора проб и полиэтиленовые склянки обрабатываются раствором соляной кислоты согласно требованиям подраздела 6.3.

В журнале регистрации обработки проб делается запись, в которой указывается номер пробы, объект анализа, координаты станции, дата и время отбора и обработки проб, толщины льда в точке отбора и обработки проб и примечание (приложение I).

6.6. Требования к помещению для предварительной обработки проб снега и морского льда

В помещении для обработки проб запрещается курить, готовить и принимать пищу, обогревать помещение соляровыми печами или другими источниками тепла с использованием открытого пламени.

6.7. Требования к квалификации аналитика

Подготовку посуды и оборудования, отбор и предварительную обработку проб снега и морского льда может проводить квалифицированный техник, имеющий среднее специальное образование химического профиля.

Концентрирование и анализ проб должен производить квалифицированный инженер-химик, имеющий опыт работы по специальности не менее двух лет.

6.8. Требования безопасности

Отбор проб морского льда и снега выполняется с соблюдением требований по технике безопасности, предусмотренных ГОСТ 17.1.5.05-8

Подготовка посуды, реактивов, оборудования и обработка проб морского льда и снега выполняются с соблюдением правил техники безопасности при работе с органическими растворителями и едкими веществами.

6.9. Нормы затрат времени на операции подготовки, отбора и обработки проб снега и морского льда.

Нормы затрат времени на отбор проб зависят от конкретных условий его выполнения (толщина льда, метеоусловия и т.д.) и времени, необходимого для транспортировки оборудования и личного состава к месту работы.

Нормы затрат времени на подготовку реактивов, посуды и оборудования для концентрирования проб, а также проведение концентрирования, указаны в п.5.9 настоящих методических указаний. Время таяния проб и время сушки посуды в нормы затрат не включено.

Нормы затрат времени на подготовку отбора и обработку проб снега и морского льда приведены в табл.6.

Таблица 6

Нормы затрат времени на операции подготовки, отбора и обработки проб снега и морского льда

Операция	Время на исполнение, ч	
	на 10 проб	на 100 проб
Подготовка пробоотборного и вспомогательного оборудования (на 1 комплект)	3,0	9,0
Укладка комплекта пробоотборного оборудования	0,5	1,5
Предварительная обработка проб, подготовка к экстракции	10,0	100,0
Обработка посуды и оборудования после предварительной обработки проб	2,0	20,0
Всего	15,5	130,5

7. КОМПЛЕКТ ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ ОТБОРА И ОБРАБОТКИ ПРОБ С ЦЕЛЬЮ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОСНОВНЫХ ГРУПП ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ

7.1. Необходимость комплекта оборудования

Эффективное использование методик, приведенных в настоящем руководящем документе возможно только при наличии соответствующего пробоотборного и лабораторного оборудования, а также приспособлений для транспортировки и хранения проб, обеспечивающих неизменность состава последних.

Учитывая, что технические характеристики оборудования, выпускаемого для этих целей промышленностью, как правило, не удовлетворяют требованиям, предъявляемым при работе в специфических условиях полярных экспедиций, а приспособления для отбора, транспортировки и хранения проб снежно-ледового покрова серийно не выпускаются, в ААНИИ был разработан, изготовлен и многократно испытан в реальных условиях Арктики и Антарктики комплект такого оборудования и приспособлений.

7.2. Пробоотборное оборудование

Пробоотборное оборудование состоит из комплектов приспособлений для отбора, транспортировки и хранения проб морской воды, морского льда, снежного покрова и свежевыпавшего снега с целью определения в них органических (НУ, ХОП) и неорганических (ТМ) загрязняющих веществ.

7.2.1. Комплект оборудования для отбора, транспортировки и кратковременного хранения проб морской воды с целью определения содержания нефтяных углеводородов.

В комплект входят следующие элементы:

1) стеклянные бутыли емкостью 5 л и диаметром 180–185 мм	3 шт.
2) специальные бязевые чехлы с петлями из капронового троса	6 шт.
3) груз массой 8 кг в оболочке из полиэтилена	2 шт.
4) капроновый трос диаметром 6 мм и длиной 5–6 м, маркированный через каждый 1 м	2 шт.

5) латунные карабины для присоединения груза к бутыли — 3 шт.
6) полиэтиленовый вкладыш с крышкой — 1 шт.
7) транспортный ящик — 1 шт.

Чехол для пробоотборной бутыли представляет собой бязевый мешок с двумя боковыми кулисками, в которые вставляется отрезок капронового троса, опоясывающий бутыль в вертикальной плоскости. Концы троса надежно связываются, под дном бутыли завязывается незатягивающаяся петля для крепления груза. В верхней части чехла имеется третья кулиска, в которую вставляется отрезок полипропиленового шпагата для затягивания чехла на горле бутыли.

Груз представляет собой стальную болванку, заваренную в полиэтиленовую трубу с толщиной стенок 10-12 мм. Груз имеет петлю из капронового троса для крепления к пробоотборной бутыли.

Капроновый трос маркируется через каждый метр марками из цветной синтетической ткани.

Внешний вид пробоотборной системы с закрепленной бутылью показан на черт.2.

Вкладыш предназначен для хранения пробоотборного оборудования, которое хранится в специальных отделениях. Вкладыш с крышкой изготавливается из листового полиэтилена толщиной 3-5 мм сварным методом. Для предохранения от механических повреждений при транспортировке вкладыш помещается в транспортный ящик, изготовленный из фанеры толщиной 8 мм и деревянного бруса. Размещение комплекта в транспортном ящике показано на черт.3.

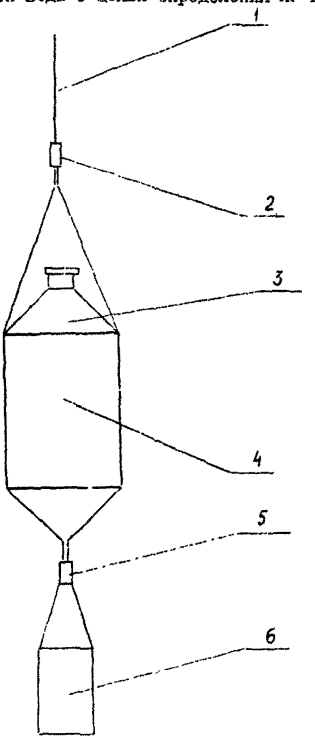
Комплект оборудования для отбора, транспортировки и кратковременного хранения проб морской воды с целью определения содержания ХОП аналогичен вышеописанному комплекту на НУ. Учитывая это, при необходимости отбора проб с целью определения как НУ, так и ХОП, используются два комплекта или, в крайнем случае, удваивается число бутылей и транспортных ящиков.

7.2.2. Комплект оборудования для отбора, транспортировки и кратковременного хранения проб морской воды с целью определения содержания ТМ

В комплект входит:

1) бутыли полиэтиленовые, объемом 1 л — 12 шт.
2) кассета пробоотборная — 1 шт.
3) груз массой 8 кг в оболочке из полиэтилена — 2 шт.

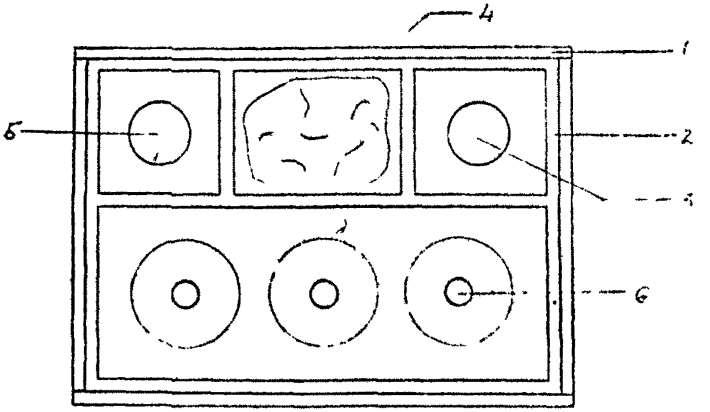
Внешний вид пробоотборной системы для отбора проб морской воды с целью определения НУ и ХОП



I - маркированный трос; 2,5 - карабин; 3 - бутыль; 4 - чехол; 6 - груз

Черт.2

Размещение комплекта для отбора проб морской воды на НУ и ХОП (вид сверху)



I – транспортный ящик; 2 – полиэтиленовый вкладыш; 3 – груз;
4 – комплект защитной одежды; 5 – запасной груз;
6 – пробоотборные бутыли

Чорт.3

4) трос капроновый диаметром 6 мм и длиной 5-6 м, маркированный через 1 м	2 шт.
5) полиэтиленовый вкладыш с крышкой	1 шт.
6) защитная одежда	1 компл.
7) транспортный ящик	1 шт.

Пробоотборная кассета состоит из трех дисков, изготовленных из органического стекла и соединенных тремя капроновыми фалами на равном расстоянии друг от друга. Каждый диск имеет в центре отверстие для отбора пробы, переходящее в углубление с резьбой для крепления полиэтиленовой бутыли. Бутыли ввинчиваются в кассету непосредственно перед отбором пробы. В верхней и нижней части пробоотборной кассеты имеются петли соответственно длиной 0,3 и 0,5 м для крепления капронового маркированного фала и груза. Как фал, так и груз крепятся без применения металлических карабинов. Маркированный фал и груз аналогичны описанным в п.7.2.1.

Вкладыш предназначен для хранения пробоотборного оборудования. В его конструкции предусмотрены специальные отделения для пробоотборной кассеты, груза (основного и запасного), троса, бутылей и комплекта защитной одежды. Вкладыш с крышкой изготавливаются из листового полиэтилена толщиной 3-5 мм сварным методом. Для предохранения от механических повреждений при транспортировке вкладыш помещается в транспортный ящик, изготовленный из фанеры толщиной 8 мм и деревянного бруса.

Внешний вид пробоотборной кассеты с закрепленными в ней бутылями и размещение комплекта в транспортном ящике показаны на черт.4. и черт.5.

7.2.3. Комплект оборудования для отбора, транспортировки и хранения проб снежного покрова и морского льда

В комплект входят следующие составляющие:

1) кольцевой бур диаметром 220 мм	1 шт.
2) захват для кернов льда	1 шт.
3) полиэтиленовый вкладыш для пробоотборных приспособлений	1 шт.
4) полиэтиленовый контейнер для транспортировки и хранения проб морского льда и снежного покрова с целью определения ТМ	4 шт.

5)	совок для отбора снега	I шт.
6)	уплотнитель снега	I шт.
7)	контейнер из нержавеющей стали для транспортировки и хранения проб морского льда и снежного покрова с целью определения НУ и ХСП	4 шт.
8)	вкладыш полиэтиленовый для контейнеров	4 шт.
9)	ящик транспортный для контейнеров	4 шт.
I0)	ящик транспортный для пробоотборного оборудования	I шт.

Для отбора проб морского льда используется гидрологический бур диаметром 220 мм и захват для кернов, изготовленный из нержавеющей стали. Указанные предметы хранятся и перевозятся во вкладыше с крышкой, изготовленном из листового полиэтилена толщиной 5-7 мм сварным методом. Вкладыш помещается в транспортный ящик, изготовленный из фанеры толщиной 8 мм.

Контейнеры для транспортировки и хранения проб морского льда и снежного покрова с целью определения ТЧ изготавливаются из листового полиэтилена толщиной 3-5 мм сварным методом. Аналогично изготавливается совок для отбора снега.

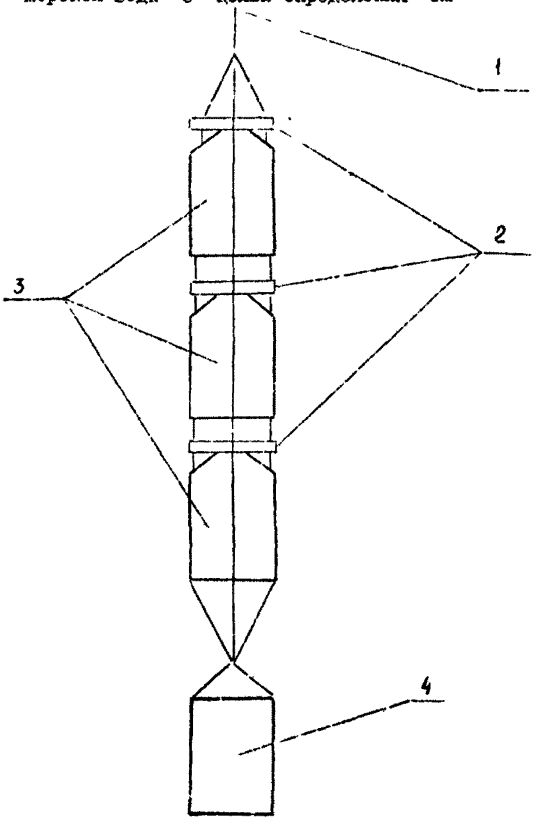
Контейнеры для транспортировки и хранения проб морского льда и снежного покрова с целью определения НУ и ХСП выполняются из листовой нержавеющей стали или титановых сплавов методом сварки.

Вкладыши для хранения и перевозки как контейнеров первого, так и второго типов, изготавливают из листового полиэтилена толщиной 3-5 мм сварным методом. Все вкладыши снабжены крышками из полиэтилена и помещены в транспортные ящики, сделанные из фанеры толщиной 5-8 мм и деревянного бруса. Размещение пробоотборного оборудования и контейнеров в транспортных ящиках показано на черт.6 и 7.

7.3. Лабораторное оборудование

Комплект лабораторного оборудования состоит из приспособлений и устройств, позволяющих выполнять обработку проб и концентрирование загрязняющих веществ в помещениях, малоприспособленных для химико-аналитических работ со следовыми количествами веществ. Предлагаемое лабораторное оборудование существенно снижает воз-

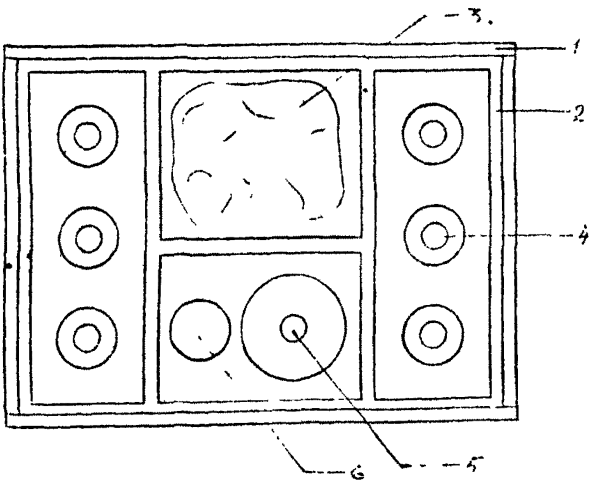
Внешний вид пробоотборника для отбора проб морской воды с целью определения ТМ



1 - маркировочный трос; 2 - диски для крепления бутылей;
3 - полиэтиленовые бутыли; 4 - груз

Черт.4

Размещение комплекта для отбора проб морской воды по определению содержания тяжелых металлов в транспортном ящике (вид сверху)



1 - транспортный ящик; 2 - полиэтиленовый вкладиш;
3 - защитный комплект; 4 - полиэтиленовые бутыли;
5 - пробоотборная кассета; 6 - груз

Черт.5

можность загрязнения пробы и позволяет сократить трудозатраты на обработку проб, повысить удобство работы исполнителей при надежном обеспечении транспортировки и хранения получаемых концентратов и используемых реактивов.

7.3.1. Комплект оборудования для обработки проб с целью определения содержания НУ

Комплект включает в себя:

1) универсальное перемешивающее устройство с турбинной мешалкой	1 шт.
2) ящик транспортный с кассетой для пробирок с растворителем и экстрактами НУ	1 шт.
3) вкладыш полиэтиленовый для хранения реактивов	1 шт.
4) ящик транспортный для реактивов	1 шт.
5) ящик транспортный для химической посуды	1 шт.
6) ящик транспортный для вспомогательных приспособлений и перемешивающего устройства	1 шт.

Универсальное перемешивающее устройство предназначено для проведения операции экстракционного концентрирования НУ, ХОП и ТМ органическими растворителями (четыреххлористый углерод, гексан, хлороформ) из водных сред. При экстракции НУ используется турбинная мешалка длиной 230 мм с радиальными отверстиями в нижней части ротора. Круглодонная колба с пробой устанавливается на специальную подставку. Внешний вид перемешивающего устройства для экстракционного концентрирования НУ приведен на черт.8.

Полиэтиленовый вкладыш предназначен для хранения реактивов и выполнен из полиэтилена толщиной 3 мм сварным методом.

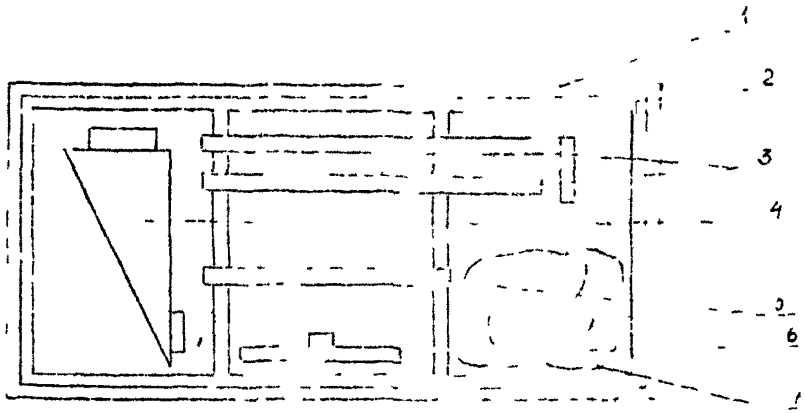
Все транспортные ящики сделаны из фанеры толщиной 8 мм и деревянного бруса.

7.3.2. Комплект оборудования для обработки проб с целью определения содержания ХОП

В комплект входят:

1) универсальное перемешивающее устройство с турбинной мешалкой	1 шт.
2) ящик транспортный для склянок БПК с растворителем и экстрактами ХОП	1 шт.

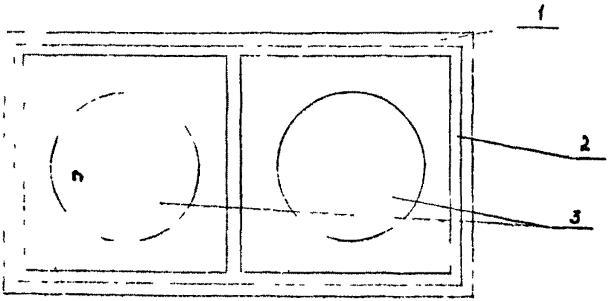
Размещение в транспортном ящике комплекта оборудования для отбора проб снежного покрова и морского льда



1 - транспортный ящик; 2 - полиэтиленовый вкладыш;
3 - кольцевой бур; 4 - совок для отбора снега;
5, 6 - уплотнитель для снега; 7 - комплект защитной одежды

Черт.6

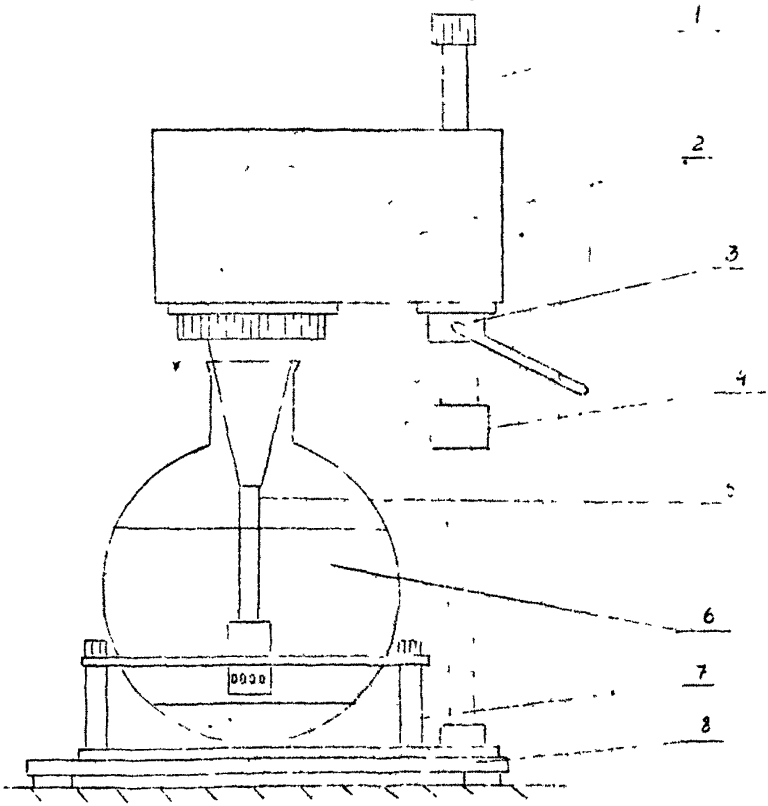
Размещение контейнеров в транспортном ящике



1 - транспортный ящик; 2 - полиэтиленовый вкладыш;
3 - контейнер для проб снега и льда

Черт.7

Внешний вид универсального перемешивающего устройства для экстракционного концентрирования НУ



1 – стойка штатива; 2 – блок двигателя; 3 – фиксатор; 4 – стопор; 5 – турбинная мешалка; 6 – колба с пробой; 7 – подставка для колбы; 8 – основание штатива

Черт.8

3) ящик транспортный для химической посуды	I шт.
4) ящик транспортный для вспомогательных приспособлений и перемешивающего устройства	I шт.

При экстракции ХОП используется турбинная мешалка длиной 260 мм с радиальными отверстиями в верхней части ротора. Бутыль емкостью 2-3 л с пробой устанавливается непосредственно на основание штатива перемешивающего устройства. Внешний вид перемешивающего устройства для экстракционного концентрирования ХОП приведен на черт.9.

Транспортные ящики сделаны из фанеры толщиной 5-8 мм и деревянного бруса.

7.3.3. Комплект оборудования для обработки проб с целью определения тяжелых металлов

Комплект оборудования включает в себя:

I) бокс вентилируемый для упаривания экстрактов и озоления концентратов	I шт.
2) тигли фторопластовые	6 шт.
3) приспособления для набивки концентратов	I компл.
4) ящик для химической посуды с разборным штативом для делительных воронок	I шт.
5) универсальное перемешивающее устройство	I шт.
6) ящик транспортный для вентилируемого бокса и перемешивающего устройства	I шт.
7) ящик транспортный для химической посуды	I шт.

Вентилируемый бокс (черт.II) предназначен для выпаривания экстрактов и озоления получаемых концентратов. Бокс изготавливается из листового органического стекла толщиной 8-10 мм сварным методом. Бокс снабжен специальным люком для загрузки проб, зеркальной лампой накаливания с патроном из фторопласта и центробежным вентилятором, полностью выполненным из полимерных материалов. С целью очистки воздуха, поступающего в бокс, используется фильтр из ткани Петрянова, который крепится на люке для загрузки проб.

Для выпаривания экстрактов и озоления получаемых концентратов можно использовать и выпускаемые объединением "Изотоп" боксы марки 7БП-01 после монтажа на них вентилятора, электрического патрона под зеркальную лампу накаливания и плиты для установки тиглей из фторопласта.

Разборный штатив (черт.12) для делительных воронок выполнен из органического стекла, а его металлические стойки закрыты трубкой из ПВХ. В разобранном виде штатив укладывается в ящик для химической посуды.

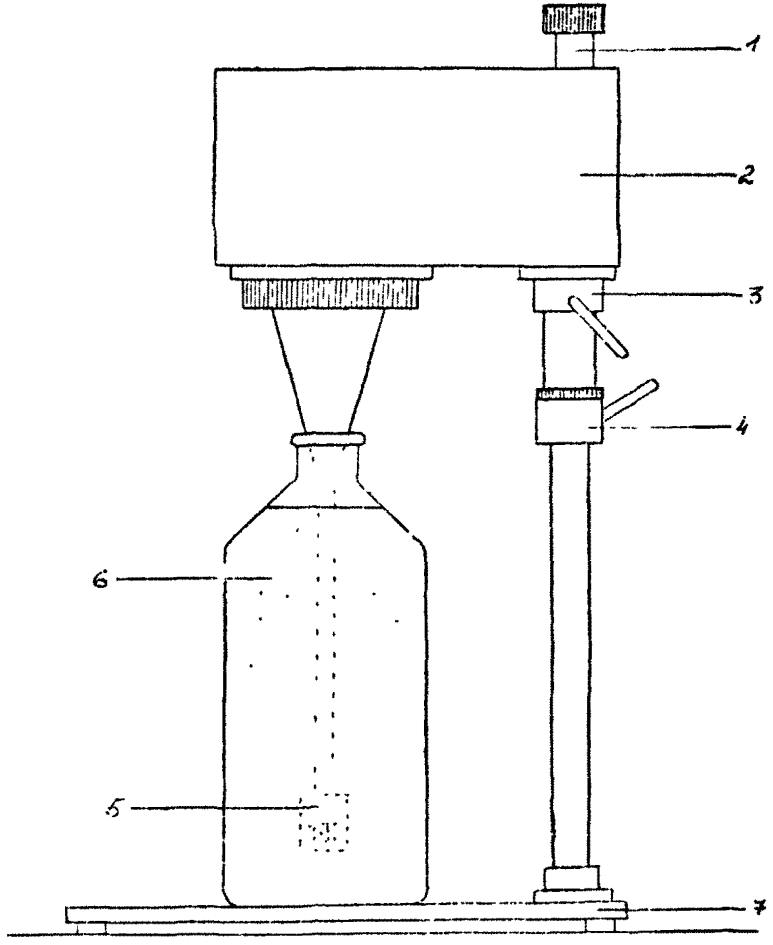
При экстракционном концентрировании ТМ с помощью универсального перемешивающего устройства используется специальная турбинная мешалка, полностью изготовленная из фторопласта. При этом на перемешивающем устройстве устанавливаются поворотный столик для делительной воронки и конус иной конструкции, нежели в случае экстракции НУ и ХОП. Внешний вид перемешивающего устройства для экстракционного концентрирования ТМ приведен на черт.10.

Для набивки концентратов ТМ в стержни угольных электродов используется комплект набивочных приспособлений из органического стекла: воронка и пестик, а также ложечка из химически чистого циркония или ниобия. Операция набивки концентратов ТМ в стержни электродов должна выполняться в специальном боксе с нарукавниками, если помещение, в котором проводятся данные работы, может являться источником загрязнения концентратов (пыль и т.п.).

Транспортные ящики сделаны из фанеры толщиной 5-6 мм и деревянного бруса. Их конструкция аналогична используемым в комплектах оборудования, применяемого при обработке проб на НУ и ХОП.

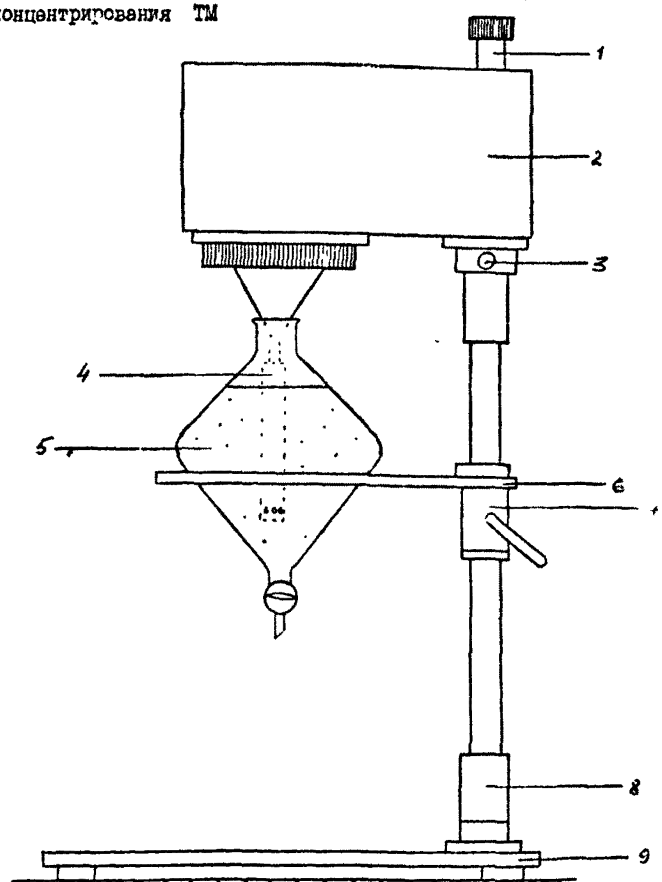
Комплект чертежей оборудования для отбора и обработки проб с целью определения содержания основных групп загрязняющих веществ высылается ЛАПЭМ по требованию заказчика.

.Внешний вид универсального перемешивающего устройства для экстракционного концентрирования ХОП



I – стойка штатива; 2 – блок двигателя; 3 – фиксатор; 4 – стопор; 5 – турбинная мешалка; 6 – бутыль с пробой; 7 – основание штатива

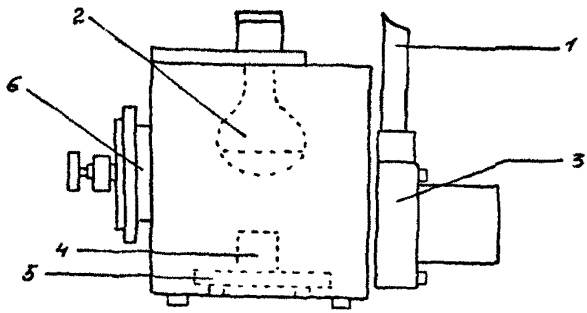
Внешний вид перемешивающего устройства для экстракционного концентрирования ТМ



I - стойка штатива; 2 - блок двигателя; 3 - фиксатор блока двигателя; 4 - мешалка; 5 - делительная воронка объемом I л; 6 - поворотный столик; 7 - фиксатор столика; 8 - кольцо; 9 - основание штатива

Черт.I0

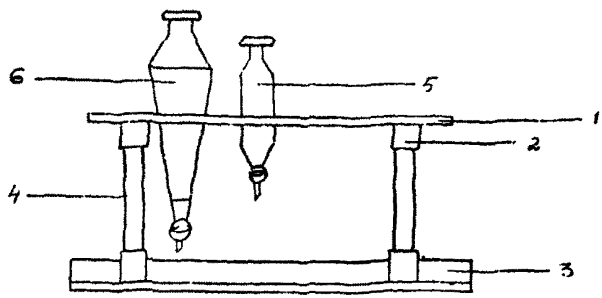
Вентилируемый бокс



I - вытяжная труба; 2 - лампа зеркальная; 3 - вентилятор; 4 - тигель; 5 - плита для установки тиглей; 6 - люк для загрузки тиглей

Черт.II

Штатив для делительных воронок



I - штатив; 2 - муфты; 3 - основание штатива; 4 - стойка; 5 - делительная воронка объемом 0,25 л; 6 - делительная воронка объемом I,0 л

Черт.I2

Таблица 7

Форма и пример записи в журнале регистрации обработки проб для определения содержания ТМ

Море	Номер электрода	Номер станции	Координаты станции	Дата отбора пробы	Время отбора (ч, мин)	Толщина льда в точке отбора, см	Объект анализа	Дата экстракции	Время экстракции, ч, мин	Примечания
Карское	I	I24	7I°C0' 69°00'	03.03.87	I5ч 20 мин.	I20	вода	03.03.87	2Iч C0 мин	
	2	I24	7I 00 69 00	03.03.87	I5 ч 40 мин	I20	лед	03.03.87	22 ч 4C мин	окрашивание экстракта

Приложение 2
Рекомендуемое

Таблица 8

Форма записи холостых опытов в журнале регистрации обработки проб с целью определения содержания Ti

Номер электрода	Номера электродов, для которых сделан данный холостой опыт	Дата выполнения холостого опыта	Время выполнения холостого опыта ч, мин	Примечание
3х	I-2	03.03.87	23 ч 00 мин	Трещины в электроде
4х	I-2	03.03.87	23 ч 20 мин	-

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

I. Дмитриев Ф.А., Пивоваров С.В. Распределение углеводородов в свежевыпавшем снеге и во льду на станции "Северный Полюс-22" (по наблюдениям 1977-1978гг).-Метеорология и гидрология,1981,6, с.65-69

2.Мельников С.А., Кузин А.И. Методы отбора, консервации, концентрирования и анализа для определения тяжелых и цветных металлов в пробах морской воды: Обзор.информ.-Обнинск,1985.-Вып.3- 35с.

3.Мельников С.А., Рачков В.С., Водоватова С.Н., Дмитриев Ф.А. Особенности анализа гидрохимических элементов и загрязняющих веществ в водах полярных областей.-Проблемы Арктики и Антарктики.-1985.-Вып.60-с.77-85

4.Руководство по методам химического анализа морских вод (Под редакцией С.Г.Орадовского).-Л.: Гидрометеоиздат,1977.

5.Методические указания по определению токсичных загрязняющих веществ в морской воде на фоновом уровне №45 (Под редакцией С.Г.Орадовского).-М.: Гидрометеоиздат,1982.

6.Методические указания по химическому анализу распресненных вод морских устьевых областей рек и эпиконтинентальных морей № 45.(Под редакцией С.Г.Орадовского).-М.: Гидрометеоиздат, 1984.

7.Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества.-М.: Химия, 1974.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН 12.02.90 Госкомгидромет СССР

2. ИСПОЛНИТЕЛИ А.И.Кузин к.х.н., С.А.Мельников
С.В.Власов, С.Н.Водоватова (ААНИИ)

3. ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП
за № 52.17.262-90 от 20.06. 1990 г.

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 4.311 -85	2.2.1, 3.2.1
ГОСТ 17.1.5 -05-85	2.8; 3.7; 4.1; 4.8; 5.8; 6.8
ГОСТ 215-73	2.2.1; 3.2.1; 4.2; 5.2.1; 6.2
ГОСТ 1768-75	2.2.2; 3.2.2
ГОСТ 1770-74	2.2.1; 3.2.1; 5.2.1; 6.2
ГОСТ 2156-76	4.2
ГОСТ 2603-79	3.2.3; 4.2; 6.2
ГОСТ 3760-79	5.2.3
ГОСТ 4204-77	2.2.3; 3.2.3
ГОСТ 4220-75	2.2.3; 3.2.3
ГОСТ 4461-77	5.2.3
ГОСТ 5496-78	2.2.1; 3.2.1; 5.2
ГОСТ 5556-81	2.2.2; 3.2.2; 5.2.2
ГОСТ 5850-72	5.2.2
ГОСТ 5962-67	2.2.3; 5.2.3; 6.2
ГОСТ 7851-74	2.2.1; 2.4.1; 3.2.1; 3.4.1
ГОСТ 8682-70	2.2.1; 3.2.1; 4.2; 5.2.1; 6.2
ГОСТ 8864-71	5.2.3
ГОСТ 9371-75	2.2.1; 5.2.1
ГОСТ 10274-79	5.2.2
ГОСТ 10293-77	2.4.1; 3.4.1; 5.4.1
ГОСТ 10354-82	2.2.2; 3.2.2; 5.2.2
ГОСТ 11125-84	2.2.2

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, перечисления, приложения
ГОСТ 11680-76	4.2
ГОСТ 13385-78	2.4.1; 3.4.1; 5.4.1
ГОСТ 14261-77	6.2
ГОСТ 14266-82	5.2.2
ГОСТ 14919-83	2.2.1; 3.2.1; 4.2; 5.2.1
ГОСТ 15047-78	2.2.1; 3.2.1; 5.2.1
ГОСТ 15049-81	5.2.1
ГОСТ 16337-77	5.2.1; 5.4.1; 6.2
ГОСТ 16977-71	2.2.2; 3.2.2
ГОСТ 17299-78	3.2.3
ГОСТ 18300-87	4.2
ГОСТ 19034-82	4.2; 5.2.1; 6.2
ГОСТ 20015-74	5.2.3
ГОСТ 20176-84	2.4.1; 3.4.1; 5.4.1
ГОСТ 20288-74	2.2.2
ГОСТ 20790-82	2.2.1; 3.2.1; 5.2.1
ГОСТ 25194-82	2.4.1; 3.4.1; 5.4.1
ГОСТ 25299-82	4.2; 6.2
ГОСТ 25336-82	3.2.1; 5.2.1
ГОСТ 25337-82	2.2.1; 3.2.1
ГОСТ 26033-83	2.2.1; 3.2.1; 5.2.1
ТУ 6092937-66	3.2.3
ТУ 6096518-70	3.2.3

Правила по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета.-Л.:Гидрометеоиздат,1983 г.

Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей и правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей.-Днепропетровск:Промінь,1972г.

СОДЕРЖАНИЕ С.

I. Специфические особенности отбора и обработки проб объектов морской среды на содержание основных групп загрязняющих веществ в условиях полярных экспедиций..... I

2. Методы отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения содержания растворенных нефтяных углеводородов..... 5

3. Методы отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения содержания хлорорганических пестицидов..... I5

4. Методы отбора и предварительной обработки проб снега и морского льда с целью определения содержания нефтяных углеводородов и хлорорганических пестицидов..... 26

5. Методы отбора и экстракционного концентрирования проб морской воды с целью определения тяжелых металлов..... 33

6. Методы отбора и предварительной обработки проб снега и морского льда с целью определения содержания тяжелых металлов..... 49

7. Комплект оборудования для отбора и обработки проб с целью определения содержания основных групп загрязняющих веществ..... 55

Приложение I. Форма и пример записи в журнале регистрации обработки проб для определения содержания ТМ..... 72

Приложение 2. Форма записи холостых опытов в журнале регистрации обработки проб с целью определения содержания ТМ..... 73

Список литературы..... 74

Информационные данные..... 78

Заказ I96 тираж 55 экз.
Подписано к печати 04.I0.90
Уч.изд.л.3.2 Цена I руб.

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ РД52.17.262-90

Номер изменения	Номер листа (страницы)				Номер документа	Подпись	Дата внесения изм.	Дата введения изм.
	измененного	замененного	нового	аннулированного				

gost.e-ecolog.ru