ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты

АБСОРБИРЛЕНГЕН ГАЛОГЕНДИК ОРГАНИКАЛЫК КОШУНДУЛАРДЫ АНЫКТОО (АОХ)

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АДСОРБИРУЕМЫХ ГАЛОГЕНООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ (АОХ)

Издание официальное

Кыргызстандарт

Бишкек

Предисловие

gost.e-ecolog.ru

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом CEN/TC 230 "Аналитика воды"

ВНЕСЕН Государственной инспекцией по стандартизации и метрологии при Правительстве Кыргызской Республики (Кыргызстандарт)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Кыргызстандарта от 2 августа 2001 г. № 84-СТ

3 Стандарт является полным аутентичным текстом Европейского стандарта EN 1485:1996 Качество воды. Определение адсорбируемых галогеноорганических соединений (AOX)

4 ВВЕДЕН впервые

© Кыргызстандарт, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Кыргызстандарта

Содержание

Введение ... 1
1 Область применения ... 1
2 Нормативные ссылки ... 2
3 Определения ... 3
4 Сущность метода ... 3
5 Реактивы ... 3
6 Приборы и оборудование ... 5
7 Отбор и подготовка проб ... 6
8 Проведение анализа ... 6
9 Обработка результатов ... 10
10 Отчет о проведении анализа ... 13
Приложение А ... 14
Приложение В ... 15
Приложение С ... 16

МКС 13.060.40
Ключевые олова: вода, качество, исследование воды, химический анализ, определение содержания, органические бромсодержащие соединения, органические хлорсодержащие соединения, галоген

ГОСУДАРСТВЕНЫЙ СТАНДАРТ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Суунун сапаты

АБСОРБИРЛЕНГЕН ГАЛОГЕНДИК ОРГАНИКАЛЫК КОШУНДУЛАРДЫ АНЫКТОО (АОХ)

Качество воды

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АДСОРБИРУЕМЫХ ГАЛОГЕНООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ (АОХ)

Water quality

DETERMINATION OF ABSORBABLE ORGANICALLY MOUND HALOGENS (AOX)

Дата введения 2002-01-01

Введение

Важно, чтобы исследования в соответствии с настоящим стандартом осуществлялись специально подготовленным квалифицированным персоналом.

АОХ — аналитический условный параметр, который используется для контроля качества воды. Он выражает сумму органически связанного хлора, брома и йода (кроме фтора), которые могут адсорбироваться активированным углем при определенных условиях и, если проба не фильтруется, находятся в нерастворимых веществах.

1 Область применения

Настоящий Европейский Стандарт описывает метод прямого определения содержания 10 мг/л и выше органически связанных галогенов хлора, брома и йода (обозначенных как хлорид), которые адсорбируются активированным углем.

Концентрация неорганических хлорид-ионов в анализируемой пробе (см. раздел 8) должна быть менее 1 г/л. Пробы с более высокой концентрацией перед анализом следует разбавить

В случае проб, содержащих взвешенные частицы, определяются также галогены, адсорбированные на твердом веществе. Фильтрование проб перед анализом позволяет провес

Издание официальное

ти определение растворимого AOX и AOX на частицах твердого вещества отдельно.

ПРИМЕЧАНИЕ: Некоторые полярные или гидрофильные соединения, например, монохлоруксусная кислота, количественно не определяются.

1.1 Факторы, влияющие на AOX

1.1.1 Высокие значения AOX могут быть обусловлены присутствием активного хлора. Взаимодействию этого окислителя с органическими компонентами пробы и с активированным углем можно воспрепятствовать путем добавления сульфита натрия непосредственно после отбора пробы.

1.1.2 Некоторые неорганические соединения брома и йода необратимо связываются активированным углем, что приводит к завышению результатов анализа. Это также можно устранить путем добавления сульфита натрия.

1.1.3 Органические соединения брома и йода могут при сгорании образовывать элементарный бром и йод, что может привести к более высокой степени окисления этих элементов. Эти фракции AOX определяются не полностью, что приводит к занижению результатов анализа.

1.1.4 Нерастворимые неорганические галогениды могут приводить к завышению результатов анализа.

1.1.5 В случае проб, содержащих живые клетки (например, микроорганизмы, водоросли), вследствие содержания в них хлора может наблюдаться завышение результатов анализа. В этом случае проба анализируется не раньше чем через 8 часов после подкисления.

1.1.6 В случае проб с высокой концентрацией хлоридов (около 1 г/л) метод встряхивания (см. 8.2.1) может иметь большие погрешности (завышение результатов анализа, см. 9.2), чем колоночный метод (см. 8.2.2).

2 Нормативные ссылки

Настоящий Европейский Стандарт содержит требования из других публикаций посредством ссылок на эти публикации с указанием и без указания года их издания. Эти нормативные ссылки приведены в соответствующих местах в тексте, а перечень публикаций приведен ниже. При ссылках на публикации с указанием года их издания последующие изменения или последующие редакции этих публикаций действительны для настоящего Европейского стандарта только в том случае, если они введены в действие путем изменения или путем подготовки новой редакции. При ссылках на публикации без указания года издания действительно последнее издание приведенной публикации.

EN 25667-1 : 1993

Качество воды - Отбор проб - Часть 1: Руководство по составлению программы отбора проб

EN 25667-2 : 1993

Качество воды - Отбор проб - Часть 2: Руководство по технике отбора проб

EN ISO 5667-3 : 1995

Качество воды - Отбор проб - Часть 3: Руководство по консервированию и обращению с пробами

prEN 1484 : 1994
Аналитика воды - Инструкция по определению общего органического углерода (TOC) и растворенного органического углерода (DOC)

EN ISO 3696 : 1995
Вода для аналитических целей - Требования и испытания

3 Определения

В настоящем Европейском Стандарте применяют термины с соответствующими определениями:

3.1 Адсорбируемые галогеноорганические соединения (AOX)

Эквивалентная масса галогенов брома, хлора и йода в органических соединениях, которая определяется в соответствии с данным методом и выражается в виде хлорида.

3.2 Растворенный органический углерод (DOC)

Количество углерода, присутствующее в воде в органическом веществе, проходящем при фильтрации через фильтр с размером пор 0,45 мкм.

4 Сущность метода

Подкисление пробы азотной кислотой. Адсорбция содержащихся в пробе воды органических веществ активированным углем либо путем встряхивания (метод встряхивания), либо на колонке. Вытеснение неорганических галогенидов промыванием активированного угля подкисленным раствором нитрата натрия. Сжигание активированного угля с адсорбированными на нем веществами в токе кислорода. Абсорбция галогеноводородов и аргентометрическое определение галогенид-ионов, например, с помощью микрокулонометрии. Получение результата в виде концентрации хлоридов.

5 Реактивы

Используют реагенты с квалификацией "чистый для анализа" и воду степени чистоты 1 в соответствии с EN ISO 3696.

Воду, реактивы и газы проверяют на чистоту.

Величина AOX должна быть незначительной по сравнению с наименьшим определяемым содержанием AOX. Общее содержание AOX, обусловленное качеством воды, реактивами и газами, можно определить путем измерения общего слепого значения в холостом опыте (см. 8.5).

5.1 Активированный уголь

Для метода встряхивания используют активированный уголь с размером зерен 10-50 мкм. Для колоночного метода применяют активированный уголь с размером зерен 50-150 мкм.

О хранении активированного угля см. Приложение А.

ПРИМЕЧАНИЕ: Для определения адсорбционной емкости могут применяться различные методы. Одним из таких методов является метод, описанный в литературе [1]. Йодное число указывает на адсорбционную емкость активированного угля. Определенное по [1] йодное число должно быть больше 1050.

Слепое значение промытого активированного угля при холостом определении должно быть меньше 15мг хлорида на 1 г активированного угля.

5.2 Азотная кислота, HNO_3, ρ = 1,4 г/мл, 65%-ная

5.3 Соляная кислота, c(HCl) = 0,100 моль/л. Концентрация ее должна быть точно известна, так как кислота используется для микротитрования (см. 8.4.1).

5.4 Серная кислота, H_2SO_4, ρ = 1,84 г/мл

5.5 Газы для сжигания, например, кислород (O_2) или смесь кислорода и инертного газа.

5.6 Концентрированный раствор нитрата, c($NaNO_3$) = 0,2 моль/л

Растворяют 17 г нитрата натрия ($NaNO_3$) в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл, добавляют 1,4 мл азотной кислоты (см. 5.2) и доливают водой до метки.

5.7 Промывной раствор нитрата, c($NaNO_3$) = 0,01 моль/л

В мерную колбу вместимостью 1000 мл помещают 50 мл концентрированного раствора нитрата (см. 5.6) и доливают водой до метки.

5.8 Раствор сульфита натрия c(Na_2SO_3) = 1 моль/л

Растворяют 126 г сульфита натрия (Na_2SO_3) в воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл и доливают водой до метки.

5.9 Концентрированный раствор 4-хлорфенола, AOX = 200 мг/л

Растворяют 72,5 мг 4-хлорфенола (C_6H_5ClO) в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл и доливают водой до метки.

5.10 Рабочий раствор 4-хлорфенола, AOX = 1 мг/л

Помещают 5 мл концентрированного раствора 4-хлорфенола (см. 5.9) в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доливают водой до метки.

5.11 Концентрированный раствор 2-хлорбензойной кислоты, AOX = 250 мг/л

Растворяют 110,4 мг 2-хлорбензойной кислоты (ClC_6H_4COOH) в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл и доливают водой до метки.

2-Хлорбензойная кислота растворяется очень медленно. Поэтому раствор необходимо готовить за день до его использования.

5.12 Рабочий раствор 2-хлорбензойной кислоты, AOX = 1 мг/л

Помещают 4 мл концентрированного раствора 2-хлорбензойной кислоты (см. 5.11) в мерную колбу вместимостью1000 мл и доливают водой до метки. Концентрированные растворы (см. 5.9 и 5.11) хранятся не менее месяца, рабочие растворы (см. 5.10 и 5.12) - не менее недели при 4 С в стеклянных бутылках.

5.13 Стандартные растворы для проверки методики (см. 8.4.2)

Помещают с помощью пипетки 1 мл, 5 мл, 10 мл, 20 мл и 25 мл рабочего раствора (см. 5.10 или 5.12) в пять отдельных мерных колб вместимостью 100 мл и доливают водой до метки.

Концентрация AOX в этих растворах составляет 10 мкг/л, 50 мкг/л, 100 мкг/л, 200 мкг/л и 250 мкг/л.

Растворы готовят ежедневно.

6 Приборы и оборудование

6.1 Аппаратура для сжигания

6.1.1 Установка для сжигания

Печь, с нагревом до температуры не менее 950 С, снабженная кварцевой трубкой с внутренним диаметром от 2 до 4 см и длиной около 30 см (см. рис. 1 в Приложении В).

6.1.2 Кварцевый сосуд, вставляемый в кварцевую трубку.

6.1.3 Устройство для аргентометрических измерений для определения концентрации галогенидов, например, микрокулонометр, способный определять 1 мкг хлорида с коэффициентом вариации повтора менее 10% или аналогичное устройство для определения хлорид-ионов.

6.1.4 Поглотительное устройство, заполненное серной кислотой (см. 5.4) для сушки газового потока, которое отрегулировано таким образом, что кислота не может попасть в печь.

6.1.5 Шприцы, пригодные для отбора от 1 до 10 мкл соляной кислоты (см.5.3).

6.2 Аппарат для адсорбции

6.2.1 Аппарат для адсорбции при методе встряхивания (см. 8.2.1)

6.2.1.1 Прибор для фильтрования, например, фильтровальная воронка емкостью V = 0,15 л с диаметром фильтра 25 мм.

6.2.1.2 Мембранный фильтр из поликарбоната, с внутренним диаметром 25 мм и величиной пор 0,45мкм, или из равноценного фильтрующего материала, например, кварцевый фильтр.

6.2.1.3 Колбы Эрленмейера

6.2.1.4 Механическая машина для встряхивания описанных в 6.2.1.3 колб со столом для проб.

6.2.2 Аппарат для адсорбции для колоночного метода (см. 8.2.2) состоит из поршневого насоса со шлангом из ПТФЭ (ПТФЭ — политетрафторэтилен или тефлон) и двух адсорбционных колонок, расположенных вертикально, с внутренним диаметром примерно 3 мм и длиной от 40 до 50 мм, заполненных приблизительно 50 мг активированного угля. Допускаются другие размеры колонок.

Нерастворимые твердые вещества могут привести к закупориванию колонок. Во избежание этого, необходимо использовать предварительный фильтр, заполненный, наполнителем из волокнистой керамики (Keramikwolle) (см. 6.2.3) в качестве фильтрующего материала и подключенный к аппарату для адсорбции.

6.2.3 Волокнистая керамика или равноценный ей материал для фиксирования активированного угля в колонках.

7 Отбор и подготовка проб

Следует использовать стеклянные сосуды или сосуды из пластмассы (например, из ПТФЭ). При этом необходимо обеспечить отсутствие потерь органических галогенсодержащих соединений или каких-либо загрязнений.

В случае предположения наличия в пробах низких концентраций органических галогенсодержащих соединений (например, если AOX менее 50 мкг/л), следует использовать стеклянные сосуды.

Пробы отбирают с учетом особых свойств матрицы, обеспечивая отсутствие потерь определяемых веществ.

Если в пробе предполагается наличие окислителей, сразу же после отбора пробы необходимо добавить в нее до 10 мл раствора сульфита натрия (см. 5.8) на литр пробы.

Чтобы проверить пробы на наличие активного хлора до и после добавления сульфита натрия (см. 5.8), поступают следующим образом на отдельной пробе: Переносят несколько миллилитров подкисленной пробы в стакан. Растворяют в пробе несколько кристаллов йодистого калия (KI) и добавляют несколько капель 1%-ного раствора крахмала. Синяя окраска указывает на присутствие активного хлора. Другие окислители с достаточным потенциалом окисления могут давать аналогичную реакцию.

Добавляют 2 мл азотной кислоты (см.5.2) на 1 л пробы, заполняют бутылку с пробой до краев без пузырей и, если необходимо (см.1.1.5), оставляют пробу на 8 часов. Обычно этого количества кислоты достаточно для достижения величины pH < 2.Однако иногда требуется добавить больше кислоты до достижения этого значения pH.

Пробу воды следует анализировать как можно скорее после отбора пробы или, если присутствуют живые клетки (см. 1.1.5), оставить на 8 часов после отбора пробы. Если это невозможно и есть необходимость хранения проб, то хранить подкисленные пробы следует при температуре 4 С или глубоко замороженными.

Перед началом исследования температуру проб необходимо довести до комнатной.

ПРИМЕЧАНИЕ: Пробы с летучими органическими галогенсодержащими соединениями, например, с хлорированными растворителями, должны быть проанализированы в течение 24 часов после отбора. Максимально допустимое время хранения не указывается, так как оно зависит от индивидуальных особенностей проб.

8 Проведение анализа

Анализируемые пробы в идеальном случае должны иметь значение AOX, лежащее в оптимальном рабочем диапазоне прибора, в общем случае между 10 и 300 мкг/л. Концентрация хлоридов не должна превышать 1 г/л. Может возникнуть потребность разбавить пробу подкисленной водой, чтобы добиться величины pH менее 2 перед началом анализа.

Если необходимо разбавление, следует использовать не менее 5 мл пробы-оригинала. Необходимо учитывать коэффициент разбавления (конечный объем делится на объем оригинала). Если коэффициент разбавления больше 10, разбавление следует проводить

как минимум в две стадии.

8.1 Гомогенизация

Необходимо обеспечить, чтобы проба в бутылке для проб стала гомогенной за счет перемешивания или встряхивания до установления полного смешивания.

Отбирают гомогенную исследуемую пробу объемом 100 мл.

Если проба не может быть полностью гомогенной, то до начала анализа ее следует отфильтровать. В таких случаях определяется только растворимая часть AOX пробы.

8.2 Адсорбция

8.2.1 Метод встряхивания

Исследуемую пробу переносят (см. 8.1)в колбу Эрленмейера с пробкой; вместимость колбы не должна превышать 250 мл, чтобы объем паров был небольшим.

Добавляют в колбу 5 мл концентрированного раствора нитрата (см. 5.6) и обеспечивают величину pH < 2.

Добавляют 50 мг активированного угля (см. 5.1), закрывают пробкой и встряхивают суспензию в течение 1 часа.

Фильтруют суспензию через фильтрующую систему (см. 6.2.1.1). Если при фильтровании появляются трудности, разбавляют исследуемую пробу и используют фильтрование под давлением.

Осадок, полученный в результате фильтрования, промывают примерно 25 мл промывочного раствора нитрата (см. 5.7), разделив его на несколько порций (см. примечание 2).

Сырой фильтр вместе с осадком помещают в кварцевый сосуд (см. 6.1.2) и действуют далее в соответствии с 8.3.

Для проверки полноты адсорбции:

- либо используют либо две различных аликвотных части исследуемой пробы, и/или части различной стадии разбавления,
- либо после завершения первой стадии адсорбционного процесса добавляют новые 50 мг активированного угля.

ПРИМЕЧАНИЕ 1: В первых двух случаях величины AOX не должны отличаться более чем на 10%. В третьем случае полученное при второй адсорбции значение AOX не должно превышать величину, равную 10% значения AOX, полученного при первой адсорбции Адсорбцию можно также считать полной, если DOC исследуемой пробы не превышает 10 мг/л.

ПРИМЕЧАНИЕ 2: Не нужно отсасывать фильтровальный осадок досуха, так как это может привести к завышению результата, например, за счет внесения зараженного воздуха лаборатории.

ПРИМЕЧАНИЕ 3: В случае высокой концентрации хлоридов, которую нельзя уменьшить разбавлением из-за уменьшения значения AOX (см. раздел 8), следует использовать колоночный метод (см. 8.2.2).

8.2.2. Колоночный метод

Добавляют 5 мл концентрированного раствора нитрата (см. 5.6) к исследуемой пробе (см. 8.1).

Проверяют, соответствует ли величина pH (должно быть pH менее 2), если нет, добавляют больше азотной кислоты (см. 5.2).

Анализируемую пробу пропускают через включенные в ряд адсорбционные колонки (см. 6.2.2) со скоростью 3 мл/мин.

Промывают колонки 25 мл промывочного раствора нитрата (см. 5.7) со скоростью 3 мл/мин.

Влажный активированный уголь и волокнистый керамический материал (который используется для фиксации активированного угля в колонках и для предварительной фильтрации исследуемой пробы) из каждой колонки сжечь отдельно (см. 8.3), также - если таковой использован - предварительный фильтр (см. 6.2.2).

Для проверки адсорбции на полноту и получения наиболее точного результата необходимо использовать результаты AOX обеих колонок (см. примечание 1).

ПРИМЕЧАНИЕ 1: Величина AOX второй адсорбционной колонки не должна превышать 10% от величины AOX первой колонки, в противном случае целесообразно повторить определение. При необходимости следует разбавить пробу или провести дополнительную стадию адсорбции. Если DOC не превышает 10 мг/л, можно считать, что адсорбция была полной. Для специальных случаев (например, поверхностные воды) предпочтительно совместное сжигание активированного угля из обеих колонок.

ПРИМЕЧАНИЕ 2: Промывание большим, чем 25 мл, объемом промывочного раствора нитрата (см. 5.7) уменьшает как хлоридные помехи, так и повторное определение AOX. Если метод модифицирован подобным образом, это необходимо отразить должным образом в отчете о проведении анализа.

ПРИМЕЧАНИЕ 3: Если одновременно определяют и нерастворимые вещества, то необходимо проследить, чтобы они не оставались в верхней части колонки.

8.3 Сжигание

Температура в камере сжигания (см. 6.1.1) должна быть не менее 950 ° C; прочие технологические параметры выбирают в соответствии с данными изготовителя установки.

Соединяют источник газа с трубкой для сжигания, а трубку для сжигания — с поглотительным устройством (см. 6.1.4).

Следует предотвращать забрасывание серной кислоты в трубку для сжигания. Это может произойти при резком падении температуры или давления.

Устанавливают скорость протока газа около 150 мл/мин.

Вставляют кварцевый сосуд (см. 6.1.2) в соответствии с данными изготовителя в зону нагрева трубки для сжигания.

ПРИМЕЧАНИЕ: На результат определения могут влиять, например, количество активированного угля, объем исследуемой пробы, размеры печи, время пребывания в ней, температура печи и скорость потока газа (см. 5.5 и 8.3).

8.4 Проверка эффективности метода

8.4.1 Проверка измерительного устройства для определения концентрации галогенидов

В случае микрокулонометрического определения измерительный прибор следует проверять ежедневно в пределах рабочего диапазона, при этом по крайней мере одна исследуемая проба должна быть проанализирована следующим образом:

Помещают с помощью шприца (см. 6.1.5) небольшое количество раствора соляной кислоты (см. 5.3) (от 5 мкл до 8 мкл) непосредственно в ячейку для титрования.

Измеряют количество электричества, использованное при этом. В кулонометрии за основу берут 100%-ный выход по току. Для практических целей важно определить фактический выход по току. Корректирующий коэффициент определяют по формуле (1):

$$Q = a \cdot Q_t \quad (1)$$

где Q - измеренное перемещенное количество электричества для пробы соляной кислоты, в кулонах;

Q_t - теоретическое количество электричества для пробы соляной кислоты, в кулонах;

a - корректирующий коэффициент.

Теоретическое количество электричества $Q\,t$ вычисляют по формуле (2):

$$Q_t = V \cdot c_{cl} \cdot F \quad (2)$$

где V- объем раствора соляной кислоты, в литрах;

c_{cl} - концентрация хлорида в соляной кислоте, в моль/л;

F - постоянная Фарадея, равная 96 487 С/моль

8.4.2 Проверка методики

8.4.2.1 Ежедневная проверка

Методику ежедневно проверяют путем помещения стандартного раствора (см. 5.13) с концентрацией, находящейся в середине рабочего диапазона, в измерительное устройство. Полученное значение и теоретическое значение не должны различаться более, чем на 10%.

8.4.2.2 Первичная проверка

Первичная проверка проводится, если данный метод внедряется в данной лаборатории; если заменяются важные детали прибора; если ежедневная проверка (см. 8.4.2.1) дала отклонение больше, чем 10% или если для определения используется новый сотрудник.

Анализируют холостой опыт (слепую пробу) и по крайней мере 5 стандартных растворов (см. 5.13); измеренные значения сравнивают с номинальными результатами.

Проверяют корреляцию измеренных и номинальных значений АОХ.

ПРИМЕЧАНИЕ: Результат принимается, если корреляционный коэффициент больше или равен 0,999 и угол подъема калибровочного графика находится в диапазоне от 0,95 до 1,05. Дополнительно данные можно оценить графически; это позволяет идентифицировать резко выпадающие значения. Высокая дисперсия или нелинейность могут способствовать появлению неудовлетворительных результатов.

8.5 Холостое определение слепого значения

8.5.1 Общие положения

Измеренное общее слепое значение при холостом определении не должно превышать

3 мкг (что соответствует 30 мкг/л в 100 мл растворе исследуемой пробы), в противном случае следует перепроверить стадию адсорбции, стадию сжигания и аргентометрическое титрование в отдельности.

Если слепое значение для холостого определения превышает 10 мкг/л, следует учитывать стандартное отклонение слепого значения для проверки предела обнаружения.

Существенное загрязнение воздуха лаборатории может быть вызвано лабораторными реактивами или другими источниками, например, корректирующими жидкостями для пишущих машинок.

8.5.2 Метод холостого определения слепого значения

Вместо пробы используют 100 мл подкисленной воды и анализируют ее таким же образом, как это описано для анализа пробы (см. 8.3).

ПРИМЕЧАНИЕ: Если исследуемая проба (см. 8.1) одновременно содержит низкую концентрацию AOX и концентрацию хлорида около 1 г/л, можно получить характерное для этого случая завышение результата. В таких случаях вместо подкисленной воды используются 100 мл подкисленного раствора хлорида (с такой же концентрацией, как и в исследуемой пробе, подкисленной азотной кислотой до pH < 2). Таким образом можно компенсировать все завышения результатов меньшие или равные 5%, вызванные неорганическими хлоридами.

9 Обработка результатов

9.1 Метод расчета

Массовую концентрацию адсорбируемых , галогеноорганических соединений в виде хлоридов Q_{Cl} (AOX) вычисляют по формуле (3):

$$Q_{Cl}(AOX) = \frac{N - N_0}{V} \cdot \frac{M \cdot a}{F} \cdot D$$

где

N_o - измеренная величина адсорбируемых галогеноорганически связанных AOX, в кулонах;

N - слепое значение при холостом определении согласно 8.5, в кулонах;

M - молярная масса хлорида, $M = 35{,}45 \times 10^6$ мкг/моль, если результат указывается в микрограммах на литр, и $M = 35{,}45 \times 10^3$, если результат указывается в миллиграммах на литр;

V - объем пробы для адсорбции, в литрах;

a, F - как указано в уравнениях (1) и (2);

D - коэффициент разбавления, если оно необходимо.

Результат указывается в микрограммах на литр или в миллиграммах на литр хлорида с двумя значащими цифрами.

ПРИМЕР: 74 мкг/л

6,2 мг/л

9.2 Основные технические данные метода

В таблицах 1-3 показаны результаты циклического опыта с 96 участниками, осуществ-

ленного в Германии в октябре 1992 г.

Обозначения для таблиц 1-3:

L - количество участвующих лабораторий;

N - количество отдельных результатов анализа без выпадающих значений; в случае слепого значения указывалось не менее 4 слепых значений на каждую лабораторию;

NAP - относительная доля резко выпадающих значений, в процентах;

$\bar{x}$ - общее среднее значение, в микрограммах на литр;

x_{conv} - условно правильное значение, в микрограммах на литр;

RR - доля повторного нахождения, в процентах;

S_R - сравнительное стандартное отклонение, в микрограммах на литр;

V_R - сравнительный вариационный коэффициент, в процентах;

s_r - стандартное отклонения повтора, в микрограммах на литр;

V_r - вариационный коэффициент повтора, в процентах.

Таблица 1: Результаты метода встряхивания

№	Проба Матрица	*L*	*N*	*NAP* %	$\bar{x}$ мг/л	x_{conv} мг/л	*RR* %	S_R мг/л	V_R %	s_r мг/л	*Vr* %
1	Речная вода[1)]	56	204	7,3	48,35	45,00	107	7,5032	15,5	3,9663	8,20
2		56	193	13	64,55	45,00	143	20,689	32,1	6,9408	10,8
3	Синтетическая стандартная проба [2)]	56	214	3,6	90,49	100,0	90,5	11,741	13,0	4,5857	5,07
4		56	218	2,2	131,6	100,0	132	37,021	28,1	11,744	8,93
5a	Промышленные сточные воды [3)]	56	207	6,8	183,6	195,0	94,1	18,033	9,82	8,0737	4,40
5b		56	217	2,3	175,6	195,0	90,1	35,859	20,4	11,681	6,65
6		56	207	7,2	199,7	195,0	102	24,758	12,4	10,567	5,28

Окончание таблицы 1

7	Слепое значение [4]	56	477	9,5	8,04		5,5330	68,9	2,0659	25,7

[1] Речная вода (Рейн), AOX: 45 мкг/л
Проба 1: в оригинале, хлорид: 81 мг/л, DOC: 6 мг/л
Проба 2: как проба 1, но с помощью NaCl содержание хлоридов увеличено до 1,14 /л
[2] Синтетический раствор п-хлорфенола, теоретическое AOX: 100 мкг/л
Проба 3: неизмененный раствор
Проба 4: В растворе с помощью NaCl увеличено содержание хлоридов до 975 мг/л
[3] Разбавленные промышленные сточные воды, AOX: 195 мкг/л
Проба 5a: неизмененная проба; хлорид: 160 мг/л, DOC: 10 мг/л
Проба 5b: как проба 5a, но DOC изменено с помощью калийгидрофталата до 50 мг/л
Проба 6: как проба 5a, но содержание хлоридов изменено с помощью NaCl до 1,04 г/л
[4] Деионизованная вода участвующих в опыте лабораторий

Таблица 2: Результаты колоночного метода

	Проба Матрица	*L*	*N*	*NAP* %	$\bar{x}$ мг/л	x_{conv} мг/л	*RR* %	S_R мг/л	V_R %	s_r мг/л	*Vr* %
1	Речная вода[1]	40	153	3,2	44,58	45,00	99,1	6,5263	14,6	4,0248	9,03
2		40	139	12	57,18	45,00	127	11,836	20,7	4,6956	8,22
3	Синтетическая стандартная проба [2]	40	158	0	93,85	100,0	93,8	8,1012	8,63	4,3238	4,60
4		39	153	0,7	113,4	100,0	113	17,254	15,2	8,4458	7,47
5a	Промышленные сточные воды [3]	40	158	0	193,3	195,0	99,1	25,288	13,1	10,541	5,46
5b		40	149	2,0	193,7	195,0	99,3	28,870	14,9	12,235	6,31
6		39	142	7,8	199,8	195,0	103	25,527	12,8	10,579	5,29
7	Слепое значение [4]	40	354	5,4	8,72			7,7410	88,8	3,3815	38,8

[1] bis [4] siehe Tabelle 1

Таблица 3: Общий результат
(комбинированная оценка результатов метода встряхивания и колоночного метода)

		L	*N*	*NAP* %	$\bar{x}$ мг/л	x_{conv} мг/л	*RR* %	S_R мг/л	V_R %	s_r мг/л	*Vr* %
1	Речная вода[1)]	96	358	5,3	46,77	45,00	104	7,3605	15,7	4,0094	8,57
2		96	339	11	62,42	45,00	139	18,941	30,3	6,6366	10,6
3	Синтетическая стандартная проба [2)]	96	372	2,1	91,92	100,0	91,9	10,473	11,4	4,476 4	4,87
4		96	335	11	117,3	100,0	117	18,765	16,0	8,762 3	7,49
5a	Промышленные сточные воды [3)]	96	365	3,9	187,8	195,0	96,3	21,981	11,7	9,2215	4,91
5b		96	366	2,1	183,0	195,0	93,8	34,323	18,8	11,908	6,51
6		96	349	7,4	199,8	195,0	102	25,038	12,5	10,572	5,29
7	Слепое значение [4)]	96	831	7,8	8,33			6,5693	78,9	2,706 1	32,5
[1)] bis [4)] siehe Tabelle 1											

10 Отчет о проведении анализа

Отчет о проведении анализа должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий Европейский Стандарт;

b) идентификацию пробы воды;

c) использованные методы адсорбции, сжигания и определения;

d) указание результата согласно 9.1;

e) указание всех обстоятельств, которые могли повлиять на результат.

Приложение А

(информационное)

Хранение активированного угля

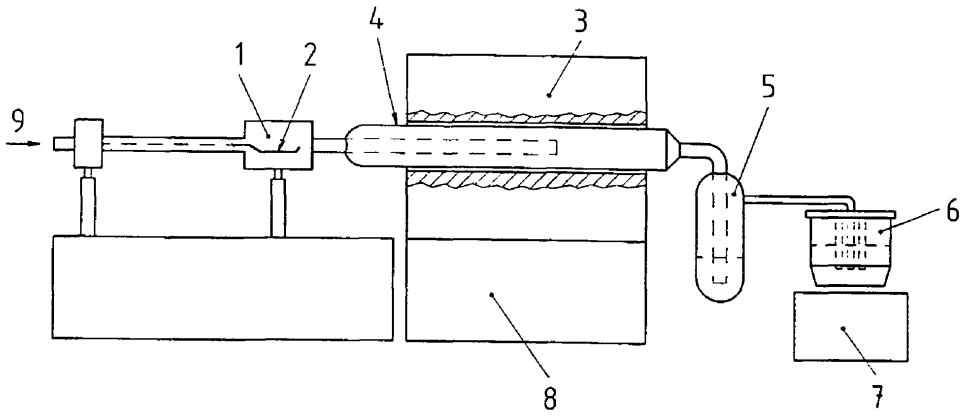
Активированный уголь с известной адсорбционной емкостью и низким содержанием неорганических хлоридов, пригодный для определения АОХ, имеется в продаже.

Активированный уголь может содержать адсорбируемые соединения (включая другие органические галогенсодержащие соединения), которые он может поглощать из воздуха. После вскрытия упаковки уголь может в течение 5 дней стать неактивным. Чтобы поддерживать величину слепого значения угля как можно более низким, отбирают небольшие количества от 1,5 г до 2 г и хранят их в запаянных стеклянных ампулах (суточное количество). Содержимое ампулы следует использовать в день ее вскрытия. Неиспользованный остаток в конце дня выбрасывается.

Остаточный запас на складе хранится в запаянном виде. Если величина слепого значения слишком велика, следует использовать другую партию активированного угля после предварительной проверки слепого значения.

Приложение B

(иформационное)



1 Подача пробы на AOX
2 AOX-проба
3 Печь
4 Трубка для сжигания
5 Поглотительное устройство, заполненное серной кислотой
6 Ячейка для титрования
7 Мешалка
8 Устройство регулирования температуры, скорости подачи газа
9 Источник газа для сжигания

Рис.1: Схематическое изображение установки для определения AOX (в качестве примера)

Приложение С

(информационное)

Литературная ссылка:

[1] AWWA Standard of the American Water Works Association B 604/74, стр. 672-681

Подписано к печати 30.01.2002. Объем усл.печ.л.1,.25.

Формат 60x84/16 Заказ 11. Тираж 30.

gost.e-ecolog.ru

рт, 720040, г. Бишкек, ул. Панфилова, 197