ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

**СТБ 17.13.05-01-2008/
ISO 8245:1999**

**Охрана окружающей среды и природопользование
Мониторинг окружающей среды
Качество воды**

РУКОВОДЯЩИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА (TOC) И РАСТВОРЕННОГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА (DOC)

**Ахова навакольнага асяроддзя і прыродакарыстанне
Маніторынг навакольнага асяроддзя
Якасць вады**

КІРУЮЧЫЯ ЎКАЗАННІ ПА ВЫЗНАЧЭННІ СУМАРНАГА ЎТРЫМАННЯ АРГАНІЧНАГА ВУГЛЯРОДУ (TOC) І РАСТВОРАНАГА АРГАНІЧНАГА ВУГЛЯРОДУ (DOC)

(ISO 8245:1999, IDT)

Издание официальное

БЗ 8-2008



**Госстандарт
Минск**

gost.e-ecolog.ru

УДК 628.1.03:543.632.42(083.74)(476) МКС 13.060.50 КП 02 (IDT)

Ключевые слова: качество воды, общий углерод, суммарный органический углерод, растворенный органический углерод, летучий органический углерод, очищенный органический углерод, нелетучий органический углерод, неочищенный органический углерод.

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт комплексного использования водных ресурсов» (РУП «ЦНИИКИВР»)

ВНЕСЕН Министерством природных ресурсов и охраны окружающей среды Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 16 декабря 2008 г. № 59

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 8245:1999 Water quality – Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC) (Качество воды. Руководящие указания по определению суммарного содержания органического углерода (TOC) и растворенного органического углерода (DOC).

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

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий стандарт, имеется в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» ссылка на международный стандарт актуализирована.

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Оборудование 4
7 Отбор и подготовка проб 4
7.1 Отбор проб 4
7.2 Подготовка проб воды 4
8 Процедура 4
8.1 Калибровка 4
8.2 Контрольные измерения 5
8.3 Определение 5
9 Регистрация результатов 5
9.1 Методы расчета 5
9.2 Точность результатов измерений 6
10 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторного анализа определения ТОС 7
Приложение В (справочное) Определение содержания ТОС в пробах, содержащих взвешенные частицы 8
Библиография 10

Введение

Испытания в соответствии с настоящим стандартом должны проводиться персоналом соответствующей квалификации.

Суммарный органический углерод (TOC) – это та часть растворенного и нерастворенного органического вещества, которая присутствует в воде. Она не дает информации о природе органического вещества.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Охрана окружающей среды и природопользование
Мониторинг окружающей среды
Качество воды
РУКОВОДЯЩИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА (TOC) И РАСТВОРЕННОГО ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА (DOC)

Ахова навакольнага асяроддзя і прыродакарыстанне
Маніторынг навакольнага асяроддзя
Якасць вады
КІРУЮЧЫЯ ЎКАЗАННІ ПА ВЫЗНАЧЭННІ СУМАРНАГА ЎТРЫМАННЯ АРГАНІЧНАГА ВУГЛЯРОДУ (TOC) І РАСТВОРАНАГА АРГАНІЧНАГА ВУГЛЯРОДУ (DOC)

Environmental protection and nature use
Environmental monitoring
Water quality
Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

В настоящем стандарте установлены требования по определению суммарного углерода (TC), суммарного неорганического углерода (TIC) и суммарного органического углерода (TOC) в питьевой, подземной, поверхностной, морской и сточной водах. В нем описывается ход определения, влияющие факторы, требования к реактивам и процедура предварительной подготовки проб воды.

Методы, приведенные в настоящем стандарте, применяются к пробам воды, содержащим органический углерод в количестве от 0,3 мг/л до 1000 мг/л. При содержании углерода в меньших концентрациях, например, в питьевой воде, измерения проводятся более чувствительными методами. Более высокие концентрации определяются после соответствующего разбавления пробы.

Настоящий стандарт не устанавливает методы отбора проб.

Летучие вещества, такие как бензол, толуол, циклогексан и хлороформ, также могут определяться при использовании этого метода.

Цианид, цианат и частицы свободного углерода (сажа, копоть), присутствующие в пробе, могут быть определены совместно с органическим углеродом.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходим следующий ссылочный документ. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения):

ИСО 5667-3:2003 Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Руководство по хранению и обращению с пробами воды.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 суммарный углерод; TC (total carbon): Суммарное содержание органического и неорганического углерода, присутствующего в воде, включая элементарный углерод.

Издание официальное

3.2 суммарный неорганический углерода; TIC (total inorganic carbon): Суммарное содержание неорганического углерода, присутствующего в воде в форме элементарного углерода, суммарного содержания диоксида углерода, оксида углерода, цианидов, цианатов и тиоцианатов.

Примечание – Приборы, определяющие TOC, обычно измеряют TIC как CO_2, присутствующий в виде гидрокарбонатов и карбонатов.

3.3 суммарный органический углерод; TOC (total organic carbon): Суммарное содержание углерода, присутствующего в воде в виде органического вещества, растворенного или взвешенного, включающего цианаты, элементарный углерод и тиоцианаты.

3.4 растворенный органический углерод; DOC (dissolved organic carbon): Суммарное содержание углерода в воде, присутствующего в виде органического вещества, проходящего при фильтровании через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, включая цианаты и тиоцианаты.

3.5 летучий органический углерод; VOC (volatile organic carbon); **очищенный органический углерод; POC** (purgeable organic carbon): Органический углерод, присутствующий в воде, который может быть выделен в условиях данного метода.

3.6 нелетучий органический углерод; NVOC (non-volatile organic carbon); **неочищенный органический углерод; NPOC** (non-purgeable organic carbon): Органический углерод, присутствующий в воде, который не может быть выделен в условиях данного метода.

4 Сущность метода

Органический углерод (органический С) в воде – углерод, который может быть окислен подходящим окислителем до оксида углерода с помощью ультрафиолетового (УФ) или другого высокоэнергетического излучения.

Применение УФ-излучения с использованием кислорода допускается для незагрязненных вод, содержащих низкие концентрации TOC.

Примечание – В присутствии гуминовых веществ низкие величины содержания TOC могут определяться при использовании УФ-излучения.

Диоксид углерода, образовавшийся при окислении, может быть определен непосредственно или после его восстановления до метана (CH_4).

Конечное определение CO_2 осуществляется различными методами, такими, например, как инфракрасная спектрометрия, титрование (предпочтительно не водного раствора), путем определения теплопроводности, кондуктометрией, кулонометрией, ионометрией с использованием чувствительных к диоксиду углерода электродов или с применением пламенного ионизационного детектирования (используется, в частности, после восстановления CO_2 до метана).

В дополнении к органическому углероду проба воды может содержать диоксид углерода или анионы угольной кислоты. Перед определением TOC этот неорганический углерод удаляют путем продувки подкисленной пробы газом, который не содержит CO_2 и органических соединений. В противном случае определяется суммарное содержание общего углерода (TC) и отдельно содержание неорганического углерода (TIC), а содержание органического углерода (TOC) может быть подсчитано путем вычитания значения содержания общего неорганического углерода (TIC) из значения суммарного содержания общего углерода (TC). Этот метод применим для проб, в которых содержание общего неорганического углерода меньше, чем содержание общего органического углерода (TOC).

Летучие органические вещества, такие как бензол, толуол, циклогексан и хлороформ, удаляются путем отгонки. При наличии этих веществ концентрация TOC определяется отдельно или же применяется дифференциальный метод (TC – TIC = TOC). При использовании дифференциального метода значение TOC будет выше или, по меньшей мере, сходно с величиной TIC.

Неорганический углерод удаляется окислением пробы с последующей продувкой или определяется отдельно.

5 Реактивы

Используются реактивы только определенного аналитического качества.

В настоящем стандарте указаны только те реактивы и газы, применение которых требуется большинством методов для выполнения определения TOC. Реактивы должны использоваться, храниться или проходить предварительную обработку в соответствии с требованиями изготовителя.

5.1 Вода для разбавления

Содержание ТОС в воде, используемой для разбавления и приготовления градуировочных растворов, должно быть настолько мало, чтобы не приниматься в расчет при сравнении с содержанием (ТОС) в пробах (см. таблицу 1).

Выбор метода предварительной обработки воды, предназначенной для разбавления, зависит от диапазона измеряемой концентрации в пробе, как указано в таблице 1.

Примечание – Для измерений содержания ТОС при концентрации меньше 0,5 мг/л предпочтительнее готовить воду для холостых и калибровочных растворов непосредственно перед проведением анализов (см. таблицу 1).

Таблица 1 – Методы подготовки воды для разбавления

Содержание ТОС в пробе, мг/л	Максимально допустимое содержание ТОС в воде для разбавления, мг/л	Вода для разбавления: методы обработки
Менее 10	0,1* 0,3	Ультрафиолетовое облучение конденсация
10 – 100	0,5	Двойная дистилляция со смесью $KMnO_4/K_2Cr_2O_7$
Более 100	1	Дистилляция
* Только для воды высшей степени очистки		

5.2 Гидрофталат калия, основной раствор, ρ (органический С) = 1000 мг/л

Растворяют 2,125 г гидрофталата калия ($C_8H_5KO_4$), высушенного в течение 1 ч при температуре от 105 °С до 120 °С, в 700 мл воды (5.1) в мерной колбе вместимостью 1000 мл, затем доводят объем раствора водой до метки.

Раствор стабилен в течение 2 мес при хранении его в плотно закрытой склянке в холодильнике.

5.3 Гидрофталат калия, стандартный раствор, ρ (органический С) = 100 мг/л

100 мл основного раствора гидрофталата калия (5.2) пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят объем раствора водой (5.1) до метки.

Раствор стабилен в течение 1 нед при хранении его в плотно закрытой склянке в холодильнике.

5.4 Стандартный раствор для определения неорганического углерода,
ρ (неорганический С) = 1000 мг/л.

В мерной колбе вместимостью 1000 мл растворяют 4,415 г карбоната натрия (Na_2CO_3), высушенного при температуре (285 ± 5) °С, приблизительно в 500 мл воды (5.1).

Добавляют 3,500 г кислого карбоната натрия ($NaHCO_3$), высушенного в течение 2 ч над силикагелем и доводят объем раствора водой до метки (5.1).

Раствор стабилен при комнатной температуре в течение 2 нед.

5.5 Стандартный раствор, для контроля функционирования системы

Примечание 1 – В межлабораторных испытаниях для этих целей применяется фталоцианин меди. Подходящий для исследования раствор фталоцианина меди, ρ (органический С) = 100 мг/л, может быть приготовлен следующим образом:

В мерной колбе вместимостью 1000 мл растворяют 0,256 г фталоцианина тетрасулфоновой кислоты (соль тетра натрия) ($C_{32}H_{12}CuN_8O_{12}S_4Na_4$) в 700 мл воды и разбавляют до метки водой (5.1).

Раствор стабилен около 2 нед.

Предупреждение – этот реактив токсичен.

Примечание 2 – Реактивы, указанные в 5.2, 5.4 и 5.5, можно заменить другими стабильными титриметрическими веществами.

5.6 Нелетучие кислоты для удаления диоксида углерода, например, фосфорная, ρ (H_3PO_4) = = 0,5 моль/л или, если это необходимо, более концентрированная.

5.7 Газы, такие как воздух, азот, кислород, очищенные от диоксида углерода и органических примесей.

Другие газы могут применяться в соответствии с инструкциями изготовителя приборов.

6 Оборудование

Используют следующее оборудование

6.1 Оборудование для определения органического углерода

6.2 Приспособление для гомогенизации, например, магнитная мешалка для гомогенизации диспергированного вещества, соответствующий ультразвуковой прибор или высокоскоростная мешалка.

7 Отбор и подготовка проб

7.1 Отбор проб

См. ISO 5667-3.

При отборе проб следует обеспечивать их представительность (это особенно важно, когда присутствуют нерастворенные вещества), и необходимо соблюдать осторожность, чтобы избежать загрязнения пробы органическими веществами.

Пробы воды помещают в стеклянные или полиэтиленовые склянки, которые должны быть заполнены пробой доверху, и если предполагается биологическая активность, пробу подкисляют до pH = 2, например, с помощью фосфорной кислоты (5.6). В некоторых случаях очистка от летучих веществ происходит путем окисления пробы для удаления диоксида углерода. Если предполагается наличие летучих органических компонентов, измерения проводят без окисления пробы, и пробы должны быть подготовлены к проведению испытаний в течение 8 ч. В противном случае пробы хранятся в холодильнике при температуре от 2 °C до 5 °C и должны быть проанализированы в течение 7 дн. В противном случае пробы могут храниться несколько недель при температуре от минус 15 °C до минус 20 °C.

7.2 Подготовка пробы воды

Если отобранная проба не является однородной и не может быть достигнута ее представительность даже после интенсивного встряхивания, используют соответствующий прибор (в соответствии с 6.2) для гомогенизации пробы.

Однородность пробы может быть проверена, например, путем анализа частей пробы из верхнего и нижнего слоев наполненного водой сосуда.

Если необходимо определить только растворенные органические вещества (DOC), пробу пропускают через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, предварительно промытый горячей водой до полного удаления осевших на нем органических веществ. Вместе с тем, остаточный углерод в фильтрате должен быть определен и принят в расчет.

8 Процедура измерения

8.1 Калибровка

Методы, основанные на сравнении (например, инфракрасное детектирование), требуют калибровки. В случае абсолютных методов, например, ацидиметрии или кулонометрии, калибровка необходима для подтверждения надежности аналитической системы.

Калибровка прибора выполняется в соответствии с инструкциями изготовителя прибора (средства измерения).

Калибровочная кривая устанавливается путем анализа стандартных растворов гидрофталата калия известных концентраций. Например, для массовых концентраций в диапазоне от 10 до 100 мг/л необходимо подготовить серию как минимум из пяти калибровочных растворов из основного раствора гидрофталата калия (5.2) следующим образом:

a) для приготовления калибровочных растворов добавляют пипеткой в каждую из ряда мерных колб вместимостью по 100 мл, например, 0 мл (контрольный образец), 1 мл, 2 мл, 3 мл, 5 мл и 10 мл раствора гидрофталата калия (5.2) и доводят объем водой до метки (5.1);

b) каждый раствор анализируют, в том числе контрольный раствор (из колбы без добавления гидрофталата калия) в соответствии с инструкциями изготовителя прибора;

c) строят калибровочную кривую путем графического изображения массовых концентраций TOC в миллиграммах углерода на литр по отношению к единицам отклика сигнала прибора, (*I*).

Обратная величина наклона результирующей калибровочной кривой представляет собой калибровочный коэффициент *f* в миллиграммах углерода на литр.

Для определения величины TIC необходимо построить калибровочную кривую, анализируя калибровочные растворы, приготовленные из стандартного раствора, полученного согласно 5.4.

Исходя из определения величины содержания TOC как разности величин содержания TC и TIC, необходимо также построить калибровочную кривую, проанализировав калибровочные растворы смеси стандартных растворов, приготовленных согласно 5.3 и 5.4 с известными концентрациями компонентов.

8.2 Контрольные измерения

С целью контроля точности результатов, полученных данным методом, анализируют контрольные растворы (5.2, 5.3, 5.4, или 5.5, учитывая примечание 2 в 5.5) для каждой серии проб.

Если фиксируется отклонение выше предусмотренного техническими требованиями лабораторного качества, рассматривают следующие причины ошибок:

– неисправность оборудования (например, в системе окисления или детектирования, утечки, погрешности в установлении температуры или подаче газа);

– изменение концентрации контрольного раствора;

– загрязнение измерительного блока.

Регулярно проверяют целостность измерительной системы в соответствии с инструкциями изготовителя и отсутствие утечки.

Контрольные измерения являются дополнением к приборным методам контроля качества выполнения измерений, которые описаны в инструкциях производителя приборов.

8.3 Определение

Технически выполнение измерений концентрации TOC в пробах осуществляют в соответствии с инструкциями по эксплуатации средств измерений.

Когда TOC определяют непосредственно, предварительно до анализа удаляют суммарный неорганический углерод путем подкисления пробы до pH ниже 2.

Концентрация TOC должна быть в пределах рабочего диапазона прибора. Это достигается путем разбавления пробы.

Перед каждой серией определения TOC (например, каждые 10 определений) выполняют соответствующие контрольные измерения в интервалах концентраций, рекомендованных изготовителем, или в соответствии с системой контроля качества измерений лаборатории (научно-исследовательского учреждения).

После окисления систему (примерно в течение 5 мин) продувают струей чистого инертного газа, свободного от CO_2 и органических примесей, для удаления CO_2.

9 Регистрация результатов

9.1 Методы расчета

В зависимости от типа прибора, используемого для измерения TOC, получают разные значения, по которым подсчитывают содержание TOC или DOC в анализируемой пробе. В случае непрерывных измерений эти величины могут регистрироваться в виде высоты или площади пика или объема раствора, необходимого для титрования. Обычно используют площадь пика. Высоту пика используют только в случае, если она пропорциональна концентрации.

В случае квазинепрерывных измерений содержания TOC или DOC концентрацию CO_2, производимого вследствие сгорания органических материалов, регистрируют, например, как линию на ленточном самописце. Длина отрезка между этой и нулевой линиями пропорциональна концентрации TOC.

Массовую концентрацию рассчитывают с использованием калибровочной кривой (8.1).

Массовую концентрацию TOC или DOC, выраженную в миллиграммах углерода на литр, определяют по следующей формуле:

$$\frac{I \cdot f \cdot V}{V_p}, \qquad (1)$$

где I – величина сигнала, регистрируемого прибором;

f – градуировочный фактор, определяемый в соответствии с 8.1, мг/л;

V – объем воды, добавленной для разбавления, мл;

V_p – объем пробы с учетом разбавления, мл.

Результаты приводят в виде двух или трех значащих цифр в зависимости от величины случайной погрешности выполняемых измерений.

Примеры:

ρ (TOC) = 0,76 мг/л или

ρ (TOC) = 530 мг/л или

ρ (TOC) = 6,32 × 10^3 мг/л.

9.2 Точность результатов измерений

Информация по повторяемости и воспроизводимости метода, полученная по результатам межлабораторного анализа, приведена в приложении А.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылка на настоящий стандарт;

b) все данные, необходимые для полной идентификации определяемой пробы;

c) данные, касающиеся условий хранения лабораторных проб до анализа, включая время между отбором проб и их испытанием;

d) предварительная подготовка (время осаждения, фильтрование);

e) массовая концентрация TOC и DOC соответственно в пробе, выраженная в миллиграммах углерода на литр;

f) подробности любых отклонений от процедуры, установленной настоящим стандартом или любых других обстоятельств, которые могли повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного анализа определения TOC

Таблица А.1

Проба	Номинальное содержание TOC, мг/л	Общее содержание TOC, мг/л	Степень извлечения, %	Воспроизводимость		Повторяемость		Количество лабораторий	Количество аналитических результатов после исключения результатов, выпавших за пределы определения	Количество результатов, выпавших за пределы определения
				Стандартное отклонение, мг/л	Коэффициент вариации, %	Стандартное отклонение, мг/л	Коэффициент вариации, %			
1	2,3	2,99	129,9	0,687	23	0,19	6,3	55	259	13
2	18,5	19,2	103,9	1,23	6,4	0,38	2	56	260	9
3	120	139	115,9	12,4	8,9	2,8	2	54	236	16
4		307		13,9	4,5	3,8	1,2	54	244	20
Проба 1: Фталоцианин меди тетрасульфоновой кислоты, тетранатриевая соль										
Проба 2: Смесь гидрофталата калия и фталоцианина меди тетрасульфоновой кислоты, тетранатриевая соль										
Проба 3: Смесь гидрокарбоната калия, гидрофталата калия и фталоцианина меди тетрасульфоновой кислоты, тетранатриевая соль										
Проба 4: Промышленная сточная вода, реальная проба, фильтрованная										

Примечания

1 Причиной отклонения от истинного значения в 130 %, как установлено для пробы 1 (проба с высокой концентрацией TOC), возможно являются ошибки системы (не обнаружение или только частичное обнаружение концентрации TOC в холостой пробе).

2 Увеличение отклонения от истинного значения в случае пробы 3 возможно вызвано очень большой концентрацией TIC. В подобных случаях рекомендации производителей приборов в отношении количества кислоты и времени отгонки (легкой фракции) могут не оправдаться.

Приложение В
(справочное)

Определение содержания ТОС в пробах, содержащих взвешенные частицы

В.1 Дополнительные условия

Приборы, применяемые для определения ТОС, по техническим условиям должны, по крайней мере, быть пригодными для измерения частиц размером до 100 мкм.

Примечания

1 В межлабораторных анализах (таблица В.1) были измерены пробы, содержащие частицы в 100 мкм.

2 Если определение ТОС в пробах, содержащих взвеси, не приводит к воспроизводимым результатам даже после интенсивной гомогенизации, проба фильтруется, содержание ТОС в фильтрате и осадке определяется отдельно.

Системы, основанные на окислении с использованием ультрафиолетового излучения, не пригодны для определения микроцеллюлозы, как пробы, содержащей взвеси (см. В.4, таблица В.1, проба 1b).

В.2 Тестовая суспензия для контроля выполнения испытаний проб со взвесями

Тестовая суспензия необходима для подтверждения гомогенизации и частичного растворения компонентов пробы (взвешенных частиц).

Для приготовления этой суспензии, помещают 225 г целллюлозы $(C_6H_{10}O_5)_n$, (размер частиц от 20 до 100 мкм, концентрация углерода в пробе тестовой суспензии: 100 мг/дм^3) во влажную мерную колбу вместимостью 1000 мл. Объем раствора доводят водой до метки и размешивают с помощью магнитной мешалки до тех пор, пока суспензия не станет однородной. Ультразвуковой режим не используют, так как он уменьшает размеры частиц. Смесь стабильна в холодильнике примерно около 2 нед., но ее необходимо перемешивать перед использованием.

Суспензию из одинаково пригодных веществ обычно используют как тестовую суспензию, например, для анализа сточных вод от целлюлозно-бумажных производств.

В.3 Проверка однородности и степени извлечения частично растворенных компонентов пробы (контроль при проведении испытаний проб со взвесями)

Целесообразно для каждой серии анализов проб, содержащих сухое вещество, в отношении которых проводится гомогенизация и извлечение взвешенных веществ, проводить проверку с использованием тестовой суспензии (В.2). Отбор аликвоты пробы осуществляют в процессе перемешивания. Если используют автоматический пробоотборник, пробы должны непрерывно перемешиваться во время анализа. Среднее значение троекратного измерения должно быть между 90 мг/л и 110 мг/л, отклонение коэффициента воспроизводимости должно быть меньше 10 %.

Примечания

1 В данном случае размер частиц имеет значение.

2 Оптимальная гомогенизация без разделения частиц обеспечивается, например, вибрирующим перемешиванием.

В.4 Данные исследований

См. таблицу В.1

Таблица В.1 – Результаты межлабораторного анализа определения ТОС

Проба	Номинальное содержание ТОС, мг/л	Средняя величина ТОС, мг/л	Извлечение, %	Воспроизводимость		Повторяемость		Количество лабораторий	Количество аналитических результатов после исключения результатов, выпавших за пределы определения	Количество результатов, выпавших за пределы определения
				Стандартное отклонение, мг/л	Коэффициент вариации, %	Стандартное отклонение, мг/л	Коэффициент вариации, %			
1 a	20	16,65	83,2	7,5	45,1	2	12,0	32	149	0
1 b	20	0,53	2,7	0,4	75,0	0,15	27,3	15	56	10
Проба 1 a: Микрокристаллы целлюлозы (определение путем сжигания)										
Проба 1 b: Микрокристаллы целлюлозы (окисление путем ультрафиолетового облучения)										

Библиография

[1] Durr W. and Merz W. Evaluation of the TOC – ISO interlaboratory trial and discussion of the results, Vom Wasser, 55, 1980, pp. 287 – 294.
Определение количества ТОС – Международная организация по стандартизации: межлабораторный анализ и обсуждение результатов. Для воды, 55, 1980, с. 287 – 294.

[2] Methods for the examination of waters and associated materials. The instrumental determination of total organic carbon, total oxygen demand and related determinands. Her Majesty's Stationary Office, London, 1995.
Методы для проверки вод и сопутствующих веществ. Инструментальное определение общего органического углерода, общей потребности в кислороде и связанные определяющие факторы. Ее Величества Государственная канцелярия, издающая правительственные документы, Лондон, 1995.

[3] ISO/TP 13530 Water quality – Guide to analytical quality control for water analysis.
(Качество воды. Руководящие указания для аналитического контроля качества при анализе воды).

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 19.12.2008. Подписано в печать 29.01.2009. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,4 Уч.- изд. л. 0,72 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru