ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А. А. Соловьянов
" мая 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ПРОБАХ ПРИРОДНОЙ, ПИТЬЕВОЙ И СТОЧНОЙ ВОДЫ НА АНАЛИЗАТОРЕ "ФЛЮОРАТ - 02"

ПНД Ф 14.1:2:4.120-96

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
1997

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Госкомэкологии России

Главный метролог
Госкомэкологии России

Начальник ГУАК Г.М.Цветков

Разработчик: НПФ "Люмэкс"
Адрес: 198005, г.Санкт - Петербург, Московский пр., 19
Телефон: (812) 259-50-54, 259-10-37, 251-10-44
Факс: (812) 316-65-38

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ПРОБАХ ПРИРОДНОЙ, ПИТЬЕВОЙ И СТОЧНОЙ ВОДЫ НА АНАЛИЗАТОРЕ ЖИДКОСТИ "ФЛЮОРАТ-02"

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации формальдегида в пробах природной, питьевой и сточной воды на анализаторе жидкости "Флюорат-02".

Диапазон измеряемых концентраций 0,02 - 0,5 мг/дм^3 без разбавления пробы. При концентрации формальдегида в пробе более 0,5 мг/дм^3 допускается разбавление проб до указанных выше концентраций дистиллированной водой.

Допускается присутствие до 5 мг/дм^3 железа, до 10 мг/дм^3 фосфата, меди, до 2 мг/дм^3 сульфида, фенолов, до 100 мг/дм^3 мочевины, щелочных, щелочноземельных элементов, магния, нефтепродуктов алюминия, цинка, свинца, кадмия, сульфата, хлорида, аммония. Допустимо также присутствие 150-кратных количеств ацетальдегида, других алифатических альдегидов. При превышении указанных величин необходимо использовать другой метод анализа.

1. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод измерения основан на проведении реакции образования люминесцирующего соединения при взаимодействии формальдегида с 1,3-циклогександионом в присутствии ионов аммония. Для отделения формальдегида от мешающих компонентов пробы его отгоняют.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей величин, указанных в табл.1.

Таблица 1

Характеристика погрешности при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон концентраций формальдегида, мг/дм^3	Характеристика погрешности измерений, δ, %
от 0,02 до 0,05 включительно	60
свыше 0,05 до 0,25 включительно	30
свыше 0,25 до 0,5 включительно	20

Примечание. При разбавлении исходной пробы характеристика погрешности определяется в соответствии с концентрацией формальдегида в разбавленной пробе.

Значения характеристики погрешности не зависят от измеряемых концентраций в указанных пределах.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений массовой концентрации формальдегида применяют следующие средства измерения, реактивы, вспомогательные устройства, материалы и растворы.

3.1 Средства измерений

Анализатор жидкости "Флюорат-02" ТУ 4321-001-20506233

Весы аналитические 2-го класса точности (ВЛР-200, ВЛА-200) ГОСТ 24104

Меры массы ГОСТ 7328

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3 ГОСТ 29227

Бюретка 2-го класса точности вместимостью 25 или 50 см^3 ГОСТ 20292

Колбы мерные 2-500-2, 2-100-2, 2-50-2 ГОСТ 1770

Государственный стандартный образец раствора формальдегида (1 мг/см^3) ГСО 6263

Допускается использование ГСО с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

3.2 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Аммоний уксуснокислый, х.ч.	ГОСТ 3117
Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118
Формальдегид, 40%-ный раствор (формалин)	ГОСТ 1625
Натрия тиосульфат, стандарт-титр	ТУ 6-09-2540
Иод, стандарт-титр	ТУ 6-09-2540
Натрия гидроксид, х.ч.	ГОСТ 4328
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204
1,3-Циклогександион имп.	

3.3. Вспомогательные устройства

Баня водяная с регулятором температуры	
Пробирки стеклянные с пришлифованными пробками вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Колбы конические вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки лабораторные В-75-110 хс	ГОСТ 25336
Фильтры беззольные "синяя лента"	ТУ 6-09-1678
Устройство для перегонки проб воды вместимостью 50 или 100 $см^3$	
Бутыли из стекла с винтовыми пробками вместимостью 500 - 1000 $см^3$ для отбора и хранения проб	

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений массовой концентрации фенола необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности:

4.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.019.

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

4.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009

4.5. При работе необходимо соблюдать требования, изложенные в технической документации на анализатор "Флюорат-02".

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают инженера, техника или лаборанта не ниже 6 разряда, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории не менее 1 года, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20±5°С;
атмосферное давление	84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);
влажность воздуха	не более 80% при температуре 25°С;
напряжение в сети	220±10 В
частота переменного тока	50±1 Гц

7. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор проб питьевой воды производится в стеклянные бутыли, предварительно ополоснутые отбираемой водой. Правила подготовки стеклянной посуды приведены в Приложении 1. Объем отбираемой пробы составляет не менее 100 $см^3$. Анализ пробы необходимо выполнить в течение 24 час с момента отбора пробы. Пробы, содержащие осадок или взвесь, необходимо профильтровать через фильтр "синяя лента", отбрасывая первые 25 $см^3$ фильтрата.

Проба воды не должна подвергаться прямому воздействию солнечного света. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в специальную тару, которая обеспечивает их сохранность и предохраняет от резких перепадов температуры.

При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают цель анализа, предполагаемые загрязнители, место и время отбора, номер пробы, фамилию и должность лица, отобравшего пробу.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка прибора к работе

Подготовку прибора к работе производят в соответствии с Инструкцией по эксплуатации. В канал возбуждения помещают светофильтр № 13, в канал регистрации - № 9. Прибор должен быть поверен.

8.2. Приготовление вспомогательных растворов

Перед приготовлении растворов 1,3-циклогександиона (п.8.2.1) и формальдегида (п.8.2.7 и 8.2.8) дистиллированную воду необходимо прокипятить и хранить в закрытой стеклянной таре.

8.2.1 Раствор 1,3-циклогександиона в аммиачно-ацетатном буферном растворе.

50 г уксуснокислого аммония растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды, приливают 12 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и вносят 50 мг 1,3-циклогександиона. После полного растворения разбавляют водой до метки в мерной колбе вместимостью 500 $см^3$. Для получения воспроизводимых результатов раствор рекомендуется выдержать перед использованием в течение 12 час.

Срок хранения раствора в холодильнике - 1 месяц

Примечание. Недопустимо совместное хранение растворов формальдегида и поглотительного раствора!

8.2.2. Соляная кислота, раствор с объемной долей 20%.

К 80 $см^3$ воды осторожно приливают 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Срок хранения не ограничен.

8.2.3 Раствор гидроксида натрия, молярная концентрация 5 моль/$дм^3$.

20 г гидроксида натрия растворяют в 100 $см^3$ воды.

Срок хранения раствора в полиэтиленовом сосуде - 2 месяца.

8.2.4 Раствор иода молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/$дм^3$.

Готовят из стандарт-титра по прилагаемой инструкции.

8.2.5 Раствор тиосульфата натрия молярной концентрации эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Готовят из стандарт-титра по прилагаемой инструкции.

8.2.6 Определение концентрации формальдегида в формалине.

Операцию по п.8.2.6 проводят только при отсутствии ГСО раствора формальдегида. В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 10 см^3 формалина, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. 5 см^3 полученного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют при помощи бюретки 40 см^3 раствора иода по п.8.2.4 и по каплям раствор гидроксида натрия по п.8.2.3 до получения бледно-желтой окраски. Колбу закрывают пробкой и помещают на 10 мин в темное место, затем приливают 5 см^3 раствора соляной кислоты по п.8.2.2 и вновь оставляют в темном месте на 10 мин. Затем в колбу приливают 50 - 100 см^3 воды и оттитровывают избыток иода раствором тиосульфата натрия до полного обесцвечивания. Одновременно проводят контрольное титрование, для чего отбирают 40 см^3 раствора иода, приливают 5 см^3 раствора соляной кислоты и титруют раствором тиосульфата натрия до полного обесцвечивания.

Расчет концентрации формальдегида (С, г/дм^3) проводят по формуле:

$$C = \frac{(V_к - V_р) \cdot C_{тс} \cdot K \cdot 30}{V \cdot F},$$

где $V_к$ - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на контрольное титрование, см^3

$V_р$ - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование рабочего раствора, см^3

$C_{тс}$ - концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3 ($C_{тс}$ = 0,1 моль/дм^3)

K - коэффициент разбавления формалина (K = 50)

V - объем раствора формалина, взятый для титрования (V=5 см^3)

F - стехиометрический фактор (F = 2)

8.2.7. Раствор формальдегида, массовая концентрация 100 мг/дм^3.

При наличии ГСО формальдегида раствор готовят двухступенчатым разбавлением раствора ГСО дистиллированной водой. Для этого 0,5 см^3 ГСО или промежуточного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и разбавляют метки дистиллированной водой.

Раствор устойчив в течение 1 месяца. Относительное значение погрешности концентрации для P = 0,95 составляет 1,4%.

При отсутствии ГСО раствор готовят разбавлением исходного формалина дистиллированной водой до требуемой концентрации в несколько ступеней. При этом разбавление на каждой ступени не должно превышать 10-кратного.

8.2.8. Растворы формальдегида для градуировки анализатора, массовая концентрация 0,5 мг/дм^3 и 0,05 мг/дм^3.

Первый из указанных растворов готовят разбавлением раствора формальдегида по п.8.2.7. Для этого отбирают 5 см^3 раствора формальдегида по п.8.2.7 с концентрацией 10 мг/дм^3 и разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 дистиллированной водой до метки.

Раствор с концентрацией 0,05 мг/дм^3 готовят разбавлением раствора формальдегида с концентрацией 0,5 мг/дм^3. Для этого отбирают 10 см^3 раствора формальдегида с концентрацией 0,5 мг/дм^3 и разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 дистиллированной водой до метки. Растворы готовят непосредственно перед употреблением!

8.3 Приготовление растворов для градуировки прибора "Флюорат".

Растворы для градуировки готовят в пробирках с хорошо притертыми пробками. В первую пробирку помещают 3,0 см^3 дистиллированной воды, во вторую - 2,0 см^3 раствора формальдегида с концентрацией 0,5 мг/дм^3 и 1,0 см^3 дистиллированной воды (растворы № 1 и № 2 соответственно). Затем в обе пробирки вводят по 2 см^3 раствора реагента по п.8.2.1. Пробирки закрывают пробками, помещают на водяную баню и нагревают 45 мин при 60°С. Растворы охлаждают и приступают к градуировке анализатора по п.8.4.

Примечание. 1. Пробирки с высокими содержаниями формальдегида (выше 0,1 мкг) рекомендуется размещать в водяной бане как можно дальше от пробирок с низкими концентрациями и фоновым раствором (желательно в разных гнездах).

2. Нижняя граница определяемых концентраций, указанная в методике, достигается только при тщательном соблюдении указанных требований.

3. Работать с растворами формальдегида и с поглотительным раствором желательно в разных помещениях.

4. Все пробирки, пробки и кюветы необходимо ОБЯЗАТЕЛЬНО высушить перед приготовлением каждой новой серии градуировочных растворов и проб.

8.4 Градуировка анализатора и контроль стабильности градуировочной характеристики

Градуировку осуществляют путем измерения сигналов флуоресценции растворов № 1 и № 2, приготовленных по п.8.3 в соответствии с настоящей МВИ и Инструкцией по эксплуатации прибора "Флюорат-02".

Для модификаций "Флюорат-02-1" и "Флюорат-02-3".

Установку режима "Фон" производят при помощи раствора № 1, а установление параметра "А" в режиме "Градуировка" (нажатием клавиши "Г") - при помощи раствора № 2. Параметр "С" задается равным 0,500. Допускается вводить известное значение множителя "А" с клавиатуры прибора.

Для модификаций "Флюорат-02-2М" и "Флюорат-02-3М".

Входят в меню "Градуировка", устанавливают С0=0 и С1=0,500. Значение параметра "J0" устанавливают по раствору № 1, а "J1" - по раствору № 2. При этом значения параметров "С2" - "С7" и "J2" - "J7" должны быть равны нулю. Допускается вводить известное значение множителя "J1" (но не "J0"!) с клавиатуры прибора (меню "Ввод").

Таблица 2

Смеси для контроля стабильности градуировочной характеристики.

№	Компоненты	Объем, $см^3$	Концентрация, $мг/дм^3$	Относительная погрешность (P=0,95), %
1	Раствор по п.8.2.7 Вода дистиллированная	5 до 100	0,5	1,6
2	Смесь № 1 Вода дистиллированная	50 до 100	0,25	1,8
3	Смесь № 1 Вода дистиллированная	20 до 100	0,1	1,8
4	Смесь № 1 Вода дистиллированная	10 до 100	0,05	1,8
5	Смесь № 1 Вода дистиллированная	5 до 100	0,025	1,8

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

Контроль стабильности градуировочной характеристики состоит в измерении концентрации формальдегида в нескольких смесях (табл.2, смеси №№ 1-5). Приготовление образца проводится по п.8.3.

Градуировка анализатора признается правильной, если отклонение полученных значений от содержания формальдегида в соответствующем растворе не превышает 10% в диапазоне концентраций 0,1 - 0,5 мг/дм^3 и 20% при меньших концентрациях.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Одновременно анализируют не менее двух параллельных проб и холостую пробу, для приготовления которой отбирают 25 см^3 дистиллированной воды и проводят ее через все стадии анализа.

В колбу перегонного устройства помещают 25 см^3 пробы, добавляют 2 см^3 концентрированной серной кислоты и оттоняют на песчаной бане от 10 до 12 см^3 дистиллята. Затем добавляют дистиллированную воду (объем 10 - 12 см^3) и продолжают оттонку до получения 20 - 22 см^3 дистиллята. Дистиллят разбавляют в мерной колбе вместимостью 25 см^3 дистиллированной водой.

В пробирки с притертыми пробками вместимостью 10 см^3 отбирают по 2 см^3 полученных растворов, добавляют 1 см^3 дистиллированной воды и 2 см^3 раствора реагента по п.8.2.1. Пробирки помещают на водяную баню и нагревают 45 мин при 60°С (рекомендуется нагревать растворы проб одновременно с растворами для градуировки анализатора). Растворы охлаждают и измеряют концентрацию формальдегида в пробе в режиме "Измерение" (клавиша "И").

Примечание. Допускается изменять объем отбираемой пробы, а также исключать стадию оттонки формальдегида, если на серии представительных проб установлено, что погрешность измерения не превосходит величин, приведенных в табл.1.

10. ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Расчет концентрации формальдегида в пробе ведут по формуле:

$$X = C_1 - C_0$$

где C_1 - концентрация формальдегида в пробе (показание прибора), мг/дм^3

C_0 - концентрация формальдегида в холостой пробе (показание прибора), мг/дм^3

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

результат анализа $\bar{X}$ (мг/дм^3), характеристика погрешности, δ (%), $P = 0,95$ или $\bar{X} + \Delta$, мг/дм^3, $P = 0,95$, где

$$\Delta = \frac{\delta \bullet \bar{X}}{100}, \text{ мг/дм}^3$$

За результат анализа ($\bar{X}$) принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений X_1 и X_2 ($\bar{X}=(X_1+X_2)/2$), расхождение между которыми не превосходит значений норматива оперативного контроля сходимости d. Значения норматива оперативного контроля сходимости приведены в табл.3 (п.12). Выбор значения d проводят по значениям $\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений оформляют записью в журнале. Результаты измерений удостоверяются лицом, проводившим измерение, а при необходимости - руководителем (главным метрологом) организации (предприятия), подпись которых заверяется печатью организации (предприятия).

12. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Периодичность контроля воспроизводимости измерений зависит от количества рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля.

Образцами для контроля являются представительные пробы природных, сточных, очищенных сточных и питьевых вод. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата анализа, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. В работе должны участвовать два аналитика. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| < D,$$

где $\overline{X}_1$ - результат анализа рабочей пробы, мг/дм^3;

$\overline{X}_2$ - результат анализа этой же пробы, полученный другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов, мг/дм^3;

D - допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы (табл.3).

Выбор значения D проводят по значениям $\overline{X} = (\overline{X}_1 + \overline{X}_2)/2$.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

Примечание. Перевод значений D из относительных единиц (%) в абсолютные (мг/дм^3) осуществляют по формуле:

$$D = \frac{D(\%) \bullet \overline{X}}{100}, \text{ мг/дм}^3, \text{ где } \overline{X} = \frac{(\overline{X}_1 + \overline{X}_2)}{2}$$

Таблица 3

Нормативы оперативного контроля для МВИ определения массовой концентрации формальдегида при P = 0,95

Диапазон концентраций, мг/дм^3	Нормативы оперативного контроля	
	сходимости d, (P=0,95, n=2),%	воспроизводимости D, (P=0,95, m=2),%
от 0,02 до 0,05 вкл.	40	75
свыше 0,05 до 0,25 вкл	15	35
свыше 0,25 до 0,5 вкл	10	20

12.2. Оперативный контроль погрешности

Периодичность контроля погрешности измерений зависит от количества рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля.

Образцами для контроля являются представительные пробы природных, сточных, очищенных сточных и питьевых вод. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы - X_1 во вторую ово-

дят добавку формальдегида (С, мг/дм^3) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, с добавкой - X_2. Результаты анализа исходной рабочей пробы - X_1, и рабочей пробы с добавкой - X_2, получают по возможности в одинаковых условиях, т.е. их получает один аналитик использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т.д. Добавка должна приводить к увеличению концентрации фенола в пробе на 50 - 150%.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$|X_2 - X_1 - C| < K_д,$$

где $K_д$ - норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм^3.

При внешнем контроле (Р = 0,95) принимают

$$K_д = \sqrt{\Delta^2_{x1} + \Delta^2_{x2}},$$

где Δ_x и Δ_{x2} - характеристики погрешности для исходной пробы и пробы с добавкой, мг/дм^3:

$\Delta_{x1} = 0,01 \cdot \delta_{x1} \cdot X_1$; и $\Delta_{x2} = 0,01 \cdot \delta_{X2} \cdot X_2$

При внутрилабораторном контроле (Р = 0,90) принимают, что

$$K'_д = 0,84 \cdot K_д$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива К выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

ПОДГОТОВКА ХИМИЧЕСКОЙ ПОСУДЫ ДЛЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений массовой концентрации формальдегида необходимо особенно тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

1. Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную серную кислоту или концентрированную азотную кислоту. КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩАЕТСЯ использовать для мытья соду, щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь, а также смазывать шлифы любыми смазками.

2. Посуда предварительно отмывается водопроводной водой, затем в нее наливают приблизительно на 1/2 объема кислоту (п.1) и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд. Пипетки при помощи груши заполняют кислотой выше метки. Затем посуду промывают дистиллированной водой не менее 5 раз.

3. Для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в стаканчик и из него набирают в пипетку. ЗАПРЕЩАЕТСЯ погружать пипетку во весь объем раствора.

4. Необходимо иметь отдельный набор посуды для определения формальдегида.

5. Все пробирки, пробки и кюветы необходимо ОБЯЗАТЕЛЬНО сушить в сушильном шкафу перед приготовлением каждой новой серией проб.

6. Нижний предел обнаружения, указанный в методике, достигается только при тщательном соблюдении указанных требований.

НАУЧНО - ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА АНАЛИТИЧЕСКОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ "ЛЮМЭКС"
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО - ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ

СВИДЕТЕЛЬСТВО О МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

методики выполнения измерений массовой концентрации формальдегида в пробах природных, питьевых и сточных вод на анализаторе жидкости "Флюорат - 02" (М 01-25-96)

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Значения характеристики погрешности

Диапазон измеряемых содержаний, мг/дм^3 без разбавления пробы	Характеристика погрешности МВИ, δ, % (P=0,95)
от 0,02 до 0,05 вкл	60
свыше 0,05 до 0,25 вкл	30
свыше 0,25 до 0,5 вкл	20

В связи с разбавлением проб при концентрации формальдегида свыше 0,5 мг/дм^3 характеристика погрешности выбирается в соответствии со значением концентрации формальдегида в разбавленной пробе.

2. Значения нормативов оперативного контроля

2.1. Значения нормативов оперативного контроля случайной составляющей погрешности (сходимости и воспроизводимости)

Диапазон концентраций, мг/дм^3	Нормативы оперативного контроля	
	воспроизводимости d, (P=0,95, n=2) %	сходимости D, (P=0,95, m=2) %
от 0,02 до 0,05 вкл.	75	40
свыше 0,05 до 0,25 вкл	35	15
свыше 0,25 до 0,5 вкл	20	10

2.2. Значения нормативов оперативного контроля погрешности

Норматив оперативного контроля погрешности (допускаемое значение разности между результатом контрольного измерения пробы - X_1, пробы с добавкой - X_2 и величиной добавки - С) во всем диапазоне измеряемых содержаний рассчитывают по формулам:

- при проведении внутрилабораторного контроля (Р = 0,90)

$$К_д = 0,84 \cdot \sqrt{\Delta^2_{x1} + \Delta^2_{x2}}, мг/дм^3$$

- при проведении внешнего контроля (Р = 0,95)

$$К_д = \sqrt{\Delta^2_{x1} + \Delta^2_{x2}}, мг/дм^3$$

Δ_{x2} (Δ_{x1}) (мг/дм^3) - характеристики погрешности, соответствующая пробе с добавкой (исходной пробе).

$\Delta_{x2} = 0,01 \cdot \delta_{x2} \cdot X_2$ (X_2 - содержание компонента в пробе с добавкой)

$\Delta_{x1} = 0,01 \cdot \delta_{x1} \cdot X_1$ (X_1 - содержание компонента в исходной пробе)

В связи с разбавлением проб при концентрации формальдегида свыше 0,5 мг/дм^3 характеристика погрешности выбирается в соответствии со значением концентрации формальдегида в разбавленной пробе.

СОГЛАСОВАНО	**УТВЕРЖДАЮ**
Зам. директора УНИИМ	Директор НПП "Л Ю М Э К С"
_____ И. Е. Добровинский	_____ Л. А. Строганов
"___" _____ 1996г.	"___" _____ 1996г.

gost.e-ecolog.ru