Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение концентрации химических веществ в воде централизованных систем питьевого водоснабжения

Сборник методических указаний
МУК 4.1.737—99—4.1.754—99

Выпуск 2

Издание официальное

Минздрав России
Москва•1999

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение концентраций химических веществ в воде централизованных систем питьевого водоснабжения

Сборник методических указаний
МУК 4.1.737—99—4.1.754—99

Выпуск 2

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** концентраций химических веществ в воде централизованных систем питьевого водоснабжения: Сборник методических указаний.—Вып. 2.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 1999.—175 с.

ISBN 5—7508—0185—3

1. Подготовлены авторским коллективом специалистов в составе: А. Г. Малышева (руководитель), Н. П. Зиновьева, Ю. Б. Суворова, И. Н. Топорова, Т. И. Голова (НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина РАМН).

2. Утверждены и введены в действие Первым заместителем министра здравоохранения Российской Федерации – Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 10 апреля 1999 г.

3. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Максакова Е. И.
Технические редакторы Смирнов В. В., Климова Г. И.
Верстка, корректура Юшкова Т. Г.

Подписано в печать 29.10.99

Формат 60x88/16 Печ. л. 11,0

Тираж 3000 экз. Заказ 6591

ЛР № 021232 от 23.06.97 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано с оригинал-макета в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции, ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия "Первая Образцовая типография" Министерства Российской Федерации по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10
Тел.: 235-20-30

© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 1999

Содержание

Предисловие 4
Область применения 7
Хромато-масс-спектрометрическое определение фенолов в воде 9
Хромато-масс-спектрометрическое определение фталатов и органических кислот в воде 21
Хромато-масс-спектрометрическое определение бензола, толуола, хлорбензола, этилбензола, о-ксилола, стирола в воде 33
Газохроматографическое определение диметилсульфида, сероуглерода, тиофена и диметилдисульфида в воде 46
Хромато-масс-спектрометрическое определение фенантрена, антрацена, флуорантена, пирена, хризена и бензо(а)пирена в воде 55
Инверсионное вольтамперометрическое измерение концентрации ионов цинка, кадмия, свинца и меди в воде 67
Газохроматографическое определение дивинилбензола в воде 78
Газохроматографическое определение диметилвинилкарбинола в воде 86
Газохроматографическое определение диметилового эфира терефталевой кислоты в воде 94
Газохроматографическое определение диэтилбензола в воде 103
Фотометрическое определение йода в воде 111
Газохроматографическое определение 2-метил-5-винилпиридина в воде 117
Газохроматографическое определение метилдиэтаноламина в воде 125
ВЭЖХ определение нитробензола в воде 133
Газохроматографическое определение стирола воде 141
Газохроматографическое определение фенола в воде 149
Ионохроматографическое определение формальдегида в воде 158
ВЭЖХ определение хлорпропамида в воде 167
Список литературы 176

Предисловие

По данным международных регистров в мире зарегистрировано около 16 млн. химических соединений, а общее число потенциально загрязняющих окружающую среду веществ определяется в пределах 40—60 тыс. Известно, что в сточных водах различных производств идентифицировано до 12 тыс. химических ингредиентов, в поверхностных и питьевых водах разных стран доказано присутствие до тысячи соединений. В Российской Федерации в соответствии с гигиеническими требованиями к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения установлены гигиенические нормативы содержания около 800 веществ, в поверхностных водах – около 1500. Однако не для всех нормируемых в воде веществ существуют методы аналитического контроля.

В современных условиях, когда количество опасных химических веществ постоянно возрастает, и каждый исследуемый водный объект может содержать специфические, ранее не определявшиеся вещества, особую актуальность приобретает задача контроля качества воды неизвестного состава, когда можно ожидать присутствия любых соединений.

Для совершенствования аналитического контроля качества воды следует исходить из следующего алгоритма:

- проведение обзорного анализа, включающего идентификацию и количественное определение возможно более полного спектра загрязняющих веществ в водах практически неизвестного состава;
- выбор ведущих показателей на основе выявленного компонентного состава по степени их гигиенической значимости с учетом комплекса критериев: уровни концентраций, групповая принадлежность, специфичность для сточных вод местных источников загрязнения, способность веществ к трансформации, возможность образования более токсичных продуктов трансформации;
- текущий контроль с использованием целевых анализов по выбранным ведущим показателям.

Схема проведения обзорного анализа воды неизвестного состава выглядит следующим образом. Методика исследования предусматривает изучение интегральных показателей, анализ неорганических веществ и анализ органических соединений. Интегральные показатели степени загрязненности воды включают определение pH, перманганатного индекса, биохимического потребления кислорода.

Для оценки степени загрязнения воды целесообразно определение ненормируемого показателя – общего, органического и неорганического углерода. Из комплекса неорганических веществ гигиеническую значимость имеют катионы металлов, ряд элементов (например, берилий, мышьяк, бор и др.) и анионный состав. Аналитическое исследование органических загрязняющих веществ в воде разделяют на анализ летучих и труднолетучих соединений. Выявление и анализ летучих соединений основан на их извлечении из воды газовой экстракцией инертным газом, улавливании сорбентом, термодесорбции, хроматографическом разделении на капиллярной колонке, идентификации по масс-спектрам. Такой подход позволяет определять низкомолекулярные галогенуглеводороды, ароматические соединения, кетоны, эфиры, альдегиды, спирты, нитрилы, нитросоединения, серусодержащие углеводороды. Рекомендуемая для обзорного анализа и контроля летучих органических соединений в воде хромато-масс-спектрометрическая методика приведена в сборнике "Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. МУК 4.1.646—4.1.660—96" (Вып. 1).

Решение идентификационной задачи и количественного определения труднолетучих органических соединений в воде требуют проведения следующих этапов работы: жидкостно-экстракционное или твердофазно-экстракционное выделение органических веществ; получение концентрата органических веществ упариванием элюата или экстракта; реэкстракция соединений из концентрата; хроматографическое разделение смеси веществ на капиллярной колонке; идентификацию по масс-спектрам; количественную оценку. Такой алгоритм аналитического исследования воды применяют для идентификации высокомолекулярных галогенсодержащих эфиров, насыщенных углеводородов и олефинов, аминов и амидов, бензидинов и ненасыщенных карбоновых кислот и их эфиров, анилинов, нитроароматических соединений, фталатов, фенолов, масел. Применение хромато-масс-спектрометрии обеспечивает возможность идентификации в воде органических углеводородов C_1-C_{40}, их кислород-, азот-, серу- и галогенсодержащих производных ниже уровня большинства гигиенических нормативов с определением более 100 веществ в одной пробе.

В настоящем сборнике приведены хромато-масс-спектрометрические методики, рекомендуемые для обзорного анализа и контроля труднолетучих органических соединений в воде. В сборник вошли

также методики инверсионного вольтамперометрического измерения концентраций металлов, хроматографического, в том числе газохроматографические, высокоэффективные жидкостнохроматографические, ионохроматографические и фотометрические методики контроля ряда органических соединений (всего 19 методических указаний).

Последовательность расположения методических указаний представлена следующим образом: сначала приведены многокомпонентные методы контроля (всего 6), далее – по алфавиту однокомпонентные методы контроля конкретных веществ (всего 13).

д. б. н. А. Г. Малышева

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации – Главный государственный санитарный врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
10 апреля 1999 г.
МУК 4.1.737—99—4.1.754—99
Дата введения: с момента утверждения

Область применения

Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде предназначены для использования органами государственного санитарно-эпидемиологического надзора при осуществлении государственного контроля за соблюдением требований к качеству воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения, водохозяйственными организациями, производственными лабораториями предприятий, контролирующими состояние водных объектов, а также научно-исследовательскими институтами, работающими в области гигиены водных объектов.

Включенные в сборник методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТа Р 8.563—96 "Методики выполнения измерений", ГОСТа 17.0.0.02—79 "Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения".

Методики выполнены с использованием современных физико-химических методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать содержание химических веществ на уровне и меньше их предельно допустимых концентраций в воде, установленных в СанПиНе 2.1.4.559—96 "Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества", а для веществ, не включенных в перечень этого документа, – в СанПиНе 4630—88 "Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения".

Издание официальное

Методические указания одобрены и приняты на бюро секции по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды Проблемной комиссии "Научные основы экологии человека и гигиены окружающей среды" и бюро Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Министерства здравоохранения Российской Федерации.

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации – Главный государственный санитарный врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
10 апреля 1999 г.
МУК 4.1.742—99
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Инверсионное вольтамперометрическое измерение концентрации ионов цинка, кадмия, свинца и меди в воде

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воды централизованных систем питьевого водоснабжения для определения в ней содержания ионов цинка, свинца и меди в диапазоне концентраций от 0,0025 мг/дм^3 до 0,025 мг/дм^3 и кадмия от 0,00025 мг/дм^3 до 0,025 мг/дм^3.

Предельно допустимые концентрации в воде централизованных систем питьевого водоснабжения составляют для:

цинка	5 мг/дм^3;
кадмия	0,001 мг/дм^3;
свинца	0,03 мг/дм^3;
меди	1 мг/дм^3.

1. Погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 30 % ($\delta_{отн.}$) при доверительной вероятности 0,95.

Издание официальное

2. Метод измерений

Измерения концентраций ионов цинка, кадмия, свинца и меди выполняют методом инверсионной вольтамперометрии, основанным на восстановлении данных ионов на вращающемся стеклоуглеродном (или углеситалловом) электроде и последующем окислении электрохимического концентрата при анодной развертке потенциала.

Нижний предел измерения при времени 100—200 с для ионов цинка, свинца и меди составляет 0,001 мг/дм^3 (0,001 мкг/см^3) и 0,0005 мг/дм^3 (0,0005 мкг/см^3) – для иона кадмия.

Потенциалы пиков окисления (относительно хлоридсеребряного электрода сравнения) соответственно равны:

цинка	1,02;
кадмия	0,62,
свинца	0,49,
меди	0,08 В.

Не требуется деаэрации раствора и специальной пробоподготовки.

Измерению не мешают катионы железа, кальция, магния и анионы сульфата, хлорида, фосфата. Мешают ионы таллия и сульфида. Мутные воды должны быть отцентрифугированы, сильноокрашенные (выше 100 °С) и содержащие значительные количества органических веществ (величина перманганатной окисляемости > 5 мгО/дм^3) – минерализованы по ГОСТу 18293—72.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

3.1. Средства измерений

Система вольтамперметрическая СВА-1БМ или установка вольтамперметрическая Сульфат-1М с входящими в их комплекты самопишущими потенциометрами Н 307 и рабочими электродами из стеклоуглерода, углеситалла (реализуемый метод – инверсионная вольтамперометрия ИВА)	ТУ 25—7424.054—88 ТУ 2574.053—88

Хронопотенциометр МБХ с запоминающим осциллографом С-8—13	ТУ 25—0511.021—83
Анализатор вольтамперометрический АВА-1	
Установка хронопотенциометрическая УХП (реализуемый метод – инверсионная вольтамперметрия)	

Возможно использование также иной аналогичной по характеристикам аппаратуры, обеспечивающей работу в режиме ИВА.

Ячейка электрохимическая ЯЭ-4. Допустимо использовать любую другую трехэлектродную химическую ячейку, в которой рабочий объем отделен от хлоридсеребряного электрода сравнения катионообменной мембраной или электролитическим мостиком	
Электрод сравнения лабораторный типа ЭВЛ-1М4	ГОСТ 5.1532—72
Электрод вспомогательный (платиновый или графитовый)	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Аппарат для дистилляции воды (стеклянный с пришлифованными соединениями)	МРТУ 42—2028—02
Колбы мерные, вместимостью 25—1000 см^3	ГОСТ 1770—74
Пипетки, вмест. 1, 2, 5, 10 см^3 с делениями	ГОСТ 20242—74
Стаканы химические, вмест. 25—100 см^3	ГОСТ 19908—80
Воронки стеклянные химические	ГОСТ 8613—75

3.2. Вспомогательные устройства

Баня водяная	ТУ 61—1—2850—76

3.3. Реактивы

Цинк металлический, гранулированный высокой чистоты	ГОСТ 3640—79
Стандартный образец состава раствора иона цинка	ГСО 6084—91
Кадмий металлический, ч. д. а.	ТУ 6—09—3095—78
Стандартный образец состава раствора иона кадмия	ГСО 5222—90
Свинец азотнокислый, х. ч.	ГОСТ 4236—77
Стандартный образец состава раствора иона свинца	ГСО 6077—91

Медь металлическая, ос. ч. кл. В3	МРТУ 14—15—1—65
Ртуть металлическая марки Р-00	ГОСТ 4658—73
Стандартный образец состава раствора иона ртути	ГСО 7343—96
Ртуть азотнокислая, окисная, 0,5-водная х. ч.	ГОСТ 4520—78
Кислота азотная, х. ч. пл. 1,4	ГОСТ 4461—77
Кислота соляная, х. ч.	ГОСТ 3118—77
Кислота фосфорная, х. ч.	ГОСТ 6552—80
Спирт этиловый	ГОСТ 18300

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1.005—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием электроустройства соблюдают требования, предъявляемые ко всем электроприборам: приборы должны быть надежно заземлены, на включенной установке нельзя снимать крышку, все предварительные работы с ячейкой необходимо проводить с отключенной кнопкой "Ячейка"; во время профилактических работ и ремонта приборы должны быть отключены от сети.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускается персонал, изучивший действующие правила эксплуатации электроустановок и паспорт прибора.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

6.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТу 15150—69 при температуре воздуха (20 ± 10) °С, атмосферном давлении 630—800 мм. рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

6.2. Выполнение измерений на приборах проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, потенциометров и электродов, отбор проб.

7.1. Приготовление растворов

Стандартный раствор цинка № 1 (с = 0,1 мг/дм³). 0,1 г цинка растворяют в 10 см³ 1 М раствора соляной кислоты при нагревании, раствор охлаждают, переносят в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, и доводят до метки раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Срок хранения – 12 мес.

Стандартный раствор цинка № 2 (с = 10 мкг/см³). Разбавляют 10 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ 0,025 М фосфорной кислоты. Срок хранения – 1 мес.

Стандартный раствор цинка № 3 (с = 1 мкг/см³). Разбавляют 1 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Раствор готовится в день использования.

Стандартный раствор кадмия № 1 (с = 100 мкг/см³). 0,1 г кадмия растворяют в 5—10 см³ 6 М HCl при нагревании, охлаждают раствор, переносят в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, и разбавляют раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Срок хранения – 12 мес.

Стандартный раствор кадмия № 2 (с = 10 мкг/см³). Разбавляют 10 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Срок хранения – 1 мес.

Стандартный раствор кадмия № 3 (с = 1 мкг/см³). Разбавляют 1 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Раствор готовится в день использования.

Стандартный раствор свинца № 1 (с = 100 мкг/см³). 0,16 г свинца азотнокислого растворяют в 0,025 М фосфорной кислоты в мерной колбе, вместимостью 1000 см³, и доводят до метки тем же раствором. Срок хранения – 12 мес.

Стандартный раствор свинца № 2 (с = 10 мкг/см³). Разбавляют 10 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Срок хранения – 1 мес.

Стандартный раствор свинца № 3 (с = 1 мкг/см³). Разбавляют 1 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Раствор готовится в день использования.

Стандартный раствор меди № 1 (с = 100 мкг/см³). 0,1 г меди растворяют в 5—10 см³ азотной кислоты (1 : 1) при нагревании, раствор упаривают, охлаждают, переносят в мерную колбу, вместимостью 1000 см³, и разбавляют 0,025 М фосфорной кислоты. Срок хранения – 12 мес.

Стандартный раствор меди № 2 (с = 10 мкг/см³). Разбавляют 10 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ раствором 0,025 М фосфорной кислоты. Срок хранения – 1 мес.

Стандартный раствор меди № 3 (с = 1 мкг/см³). Разбавляют 1 см³ стандартного раствора № 1 до 100 см³ раствором фосфорной кислоты. Раствор готовят в день использования.

Для приготовления стандартных растворов можно использовать Государственные стандартные образцы.

Нитрат ртути 0,001 М. 0,2 г ртути растворяют в 10 см³ HNO_3 (1 : 1) и разбавляют в мерной колбе, вместимостью 1000 см³, дистиллированной водой или к 0,3242 г азотнокислой ртути добавляют 50 см³ воды, 10 см³ азотной кислоты (1 : 1) и разбавляют в мерной колбе, вместимостью 1000 см³, водой. Срок хранения – 6 мес.

Соляная кислота 1 М. Готовят из фиксанала или растворяют 83 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ в колбе, вместимостью 1000 см³. До метки доводят водой.

Соляная кислота 6 М. 495 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ помещают в колбу, вместимостью 1000 см³, и доводят водой до метки.

Фосфорная кислота 1 М. 91,7 см³ фосфорной кислоты уд. в. 1,83 г/см³ (70 %) разводят водой в колбе, вместимостью 1000 см³, и доводят до метки.

Фосфорная кислота 0,025 М. 25 см³ фосфорной кислоты 1 М разводят водой в колбе, вместимостью 1000 см³, и доводят до метки.

Азотная кислота 1 : 1. Поместить 200 см³ воды в колбу, вместимостью 1000 см³, прибавить 500 см³ концентрированной азотной кислоты уд. в. 1,4 и довести до метки водой. В работе используется бидистиллят.

7.2. Подготовка электрода и потенциометра

Торец стеклоуглеродного или углеситаллового электрода полируют на фильтровальной бумаге, смоченной этиловым спиртом, промывают дистиллированной водой и закрепляют в держателе.

При помощи ручек потенциометров установки потенциалов задают необходимые условия:

потенциал регенерации электрода	$E_{рег.}$ = + 0,5 В;
потенциал накопления	$E_{н}$ = — 1,3 В;
потенциал успокоения	$E_{усп.}$ = 1,3 В;
потенциал начала стадии растворения	$E_{рас.}$ = —1,3 В.

Длительность каждой стадии:

1 стадия – регенерация электрода	$t_{рег.}$ = 20 с;
2 стадия – накопление (электролиз)	$t_{н}$ = 100—200 с;
3 стадия – успокоение раствора	$t_{усл.}$ = 8 с.

При наличии раствора, содержащего исследуемые ионы, после выполнения указанных стадий аналитические сигналы регистрируются в виде пиков на регистраторе (рис. 1).

7.3. Отбор проб

Пробы воды отбирают в соответствии с ГОСТом 24481—80 в полиэтиленовые емкости, объемом 1000 см³, промытые предварительно соляной кислотой (1 : 1), водопроводной и дистиллированной водой. Воду консервируют добавлением 1 см³ химически чистой концентрированной азотной кислоты на 1000 см³ пробы. Консервированные пробы устойчивы в течение 2—3 мес.

8. Выполнение измерений

В мерную колбу, вместимостью 25 см³ помещают 0,25 см³ 1М H_3PO_4, 0,2 см³ 0,001М раствора нитрата ртути и доливают до метки водой.

Приготовленную таким образом пробу помещают в электролитическую ячейку (в качестве электролизера могут быть использованы кварцевый стаканчик или чашка).

Проводят электроконцентрирование без деаэрации раствора при 1,3 В при перемешивании на стеклоуглеродном электроде. Поверхность рабочего электрода формируется непосредственно в процессе электролиза (одновременно с осаждением исследуемых металлов в течение 100—200 с) и регистрируют вольтамперограмму в интервале 1,3 + 0,3 В (также без деаэрации).

Содержание элементов определяют, начиная с цинка, введя добавку стандартного раствора Ccm_1, чтобы высота пика увеличилась примерно в 2 раза (H_1). Затем вводят еще 1 стандартную добавку цинка Ccm_2, регистрируют полученные аналитические сигналы (H_2) и графически определяют содержание цинка (в мкг/см³).

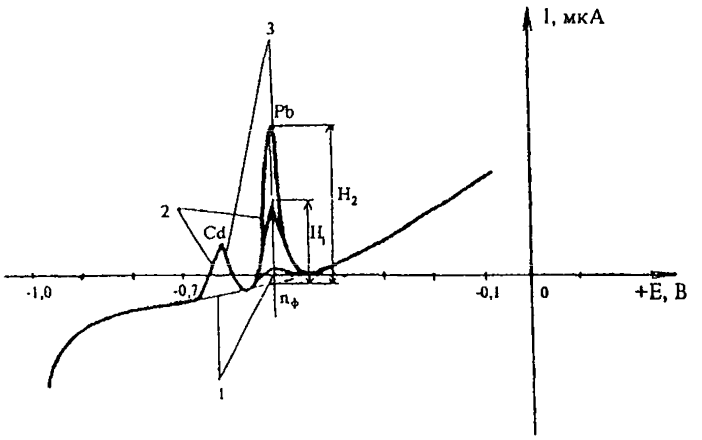

Рис. 1. Вольтамперограммы, полученные методом ИВА.

1 – раствор фона (пик растворения кадмия отсутствует, H_ϕ – высота пика растворения свинца);

2 – анализируемый раствор (появляется пик растворения кадмия и увеличивается пик растворения свинца, характеризуемый высотой H_1);

3 – анализируемый раствор после введения в него калибровочного раствора свинца (высота пика растворения свинца H_2 примерно равна $2H_1$).

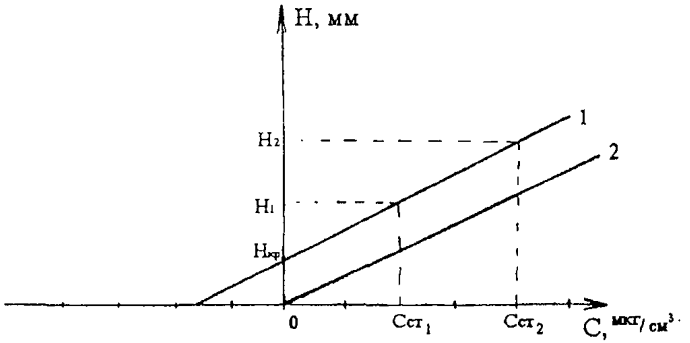

Рис. 2. Градуировочный график

1 – при наличии компонента в пробе;

2 – при его отсутствии.

Отрезок, отсекаемый по оси "х" слева от нуля и будет соответствовать искомой концентрации ионов цинка в исследуемом растворе (C_x) (мкг/см^3) рис. 2.

Далее последовательно проводят определение кадмия, свинца и меди аналогичным образом, вводя стандартные добавки соответствующих ионов. При этом сигналы необходимо регистрировать на одной чувствительности прибора.

Перед обработкой любых результатов необходимо проанализировать "холостую пробу" дистиллированной воды по п. 8, чтобы убедиться в отсутствии помех и загрязнений.

9. Обработка результатов измерений

Расчет можно провести и по формуле для метода добавок. В этом случае достаточно сделать по одной добавке стандартного раствора каждого иона. Концентрация "C" в растворе анализируемой пробы (в мкг/см^3) рассчитывается следующим образом:

$$C = \frac{H_1 \times C_{cm} \times V_{cm}}{(H_2 - H_1) \times 25 + H_2 \times V_{cm}}$$, где

H_1 – высота пика анализируемого элемента в пробе, мм;

H_2 – высота после добавки стандартного раствора в анализируемый раствор, мм;

C_{cm} – концентрация добавленного стандартного раствора определяемого иона, мкг/см^3;

V – объем добавленного стандартного раствора, см^3;

25 – объем исследуемого раствора, взятый в ячейку, см^3.

Вычисляют среднее значение концентрации определяемого вещества:

$$\overline{C} = 0{,}5\left(\sum_{i=1}^{2} Ci\right)$$

Рассчитывают относительную разницу результатов двух параллельных измерений одной пробы:

$$C_1 - C_2 \le 0{,}01 \cdot d \cdot \overline{C}$$, где

d – оперативный контроль сходимости, равный 42,3 %.

10. Оформление результатов измерения

Средние значения результатов измерения концентрации веществ в 2 параллельных пробах воды записывают в протокол по форме:

Протокол №
количественного химического анализа

1. Дата проведения анализа _____
2. Место отбора пробы _____
3. Название лаборатории _____
4. Юридический адрес лаборатории _____

_____

Результаты химического анализа

Шифр или № пробы	Определяемый компонент	Концентрация, мг/дм³	Погрешность измерения, %

Руководитель лаборатории:
Исполнитель:

11. Контроль погрешности методики выполнения измерений

11.1. *Контроль сходимости.* Выполняют по п. 9. При превышении норматива оперативного контроля сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

11.2. *Оперативный контроль погрешности.* Проводится при смене реактивов, после ремонта прибора. Образцами для контроля являются реальные пробы питьевой воды, к которым делаются добавки измеряемых веществ в виде раствора. Отбирают 2 пробы воды и к 1 из них делают добавку таким образом, чтобы содержание определяемого вещества увеличилось по сравнению с исходным на 50—150 %, так, чтобы концентрация в пробе не выходила за верхний диапазон. Каждую пробу анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – $C_{исх}$ и рабочей пробы и с добавкой – C'. Результаты анализа исходной рабочей пробы – $C_{исх}$ и с добавкой – C' получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает 1 аналитик с использованием 1 набора мерной посуды, 1 партии реактивов и т. д.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$/C^{I} - C_{исх.} - C/ < Kg, \text{ где}$$

C – добавка вещества, мкг/дм³;

Kg – норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм³.

При внешнем контроле ($P = 0,95$) принимают

$$Kg = \sqrt{\Delta^2 C^{1} + \Delta^2 C_{исх.}}, \text{ где}$$

ΔC^{I} и $\Delta C_{исх.}$ – характеристика погрешности для исходной пробы и пробы с добавкой, мг/дм³:

$$\Delta C_{исх.} = 0,01 \cdot \delta_{отн.} \cdot C_{исх.} \text{ и}$$

$$\Delta C^{1} = 0,01 \cdot \delta_{отн.} \cdot C^{1}$$

При внутрилабораторном контроле ($P = 0,90$) принимают:

$$K'g = 0,84 \cdot Kg$$

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

Методические указания разработаны Е Ф. Горшковой и Г. В. Гуськовым (МНИИГ им. Ф. Ф. Эрисмана) и А. И. Каменевым и И. П. Витер (МГУ им. М. В. Ломоносова).

Список литературы

1. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества: СанПиН 2.1.4.559—96.—М.: ГКСЭН России, 1996.—111с.

2. Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения: СанПиН 4630—88—М.: МЗ СССР, 1988.—60с.

3. Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения: Сборник методических указаний.—М.: МЗ России,1997.—112с.

gost.e-ecolog.ru