ЦЕНТР ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ ВОДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер
Центра исследования
и контроля воды
_____ Г.Ф. Глущенкова
"02" 11 2005 г.

МЕТОДИКА

выполнения измерений содержания
общего азота в пробах сточных вод

ЦВ 2.01.10-91"А"

ФР.1.31.2003.00873

Санкт-Петербург

2005

gost.e-ecolog.ru

Содержание общего азота в воде – это суммарное содержание всех присутствующих соединений азота в виде нитратов, нитритов, аммиака и ионов аммония и органического азота.

Азот по Кьельдалю – это суммарное содержание органического и аммонийного азота в пробе.

1 Назначение МВИ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации азота по Кьельдалю в пробах сточных вод в диапазоне от 1 до 200 мг/дм^3, а также методику расчета содержания общего азота в пробах сточных вод.

2 Характеристика погрешности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает с доверительной вероятностью $P = 0,95$ получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации азота по Кьельдалю, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$), $\pm \delta$, %
от 1,0 до 5,0	25
св.5,0 до 50	15
св. 50 до 200	10

Если в исходной пробе определяемая массовая концентрация азота по Кьельдалю выше установленного верхнего предела диапазона измерений, то допускается производить определение после разбавления исходной пробы дистиллированной водой, проводя одновременно контроль точности результата измерения по 12.2.

3 Принцип метода измерений

Метод измерений азота по Кьельдалю основан на переводе соединений органического азота в аммонийные соединения путем термической минерализации пробы серной кислотой, отгонки аммиака из минерализованной пробы и титриметрическом определении суммарного содержания ионов аммония в дистилляте. Органический азот в виде гетероциклических соединений, таких как азиды, азины, азосоединения, нитрилы, нитро- и нитрозосоединения, оксимы, семикарбазоны, определять этим методом нельзя.

Содержание общего азота в пробе сточной воды рассчитывают суммированием полученного результата измерений массовой концентрации азота по Кьельдалю и содержания азота в форме нитратов и нитритов, массовая концентрация которых в пробе сточной воды измерена по другим документам на МВИ.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

4.1 Средства измерений

4.1.1 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001, с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 0,1 мг.

4.1.2 Пипетки градуированные по ГОСТ 29227-91, 2-го класса точности или дозаторы с погрешностью дозируемого объема не более 2,5 %.

4.1.3 Колбы мерные по ГОСТ 1770-74, 2-го класса точности.

4.1.4 Цилиндры по ГОСТ 1770-74, 2-го класса точности

4.1.5 ГСО состава водных растворов общего (органического) азота, например ГСО 7193-95 – 7194-95.

4.2 Вспомогательные устройства.

4.2.1 Колбы Кьельдаля вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336-82.

4.2.2 Установка для отгонки с приспособлением для перегонки непосредственно из колбы Кьельдаля.

4.2.3 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83, или деструкционная установка для сжигания общего азота типа ''Turboterm'' фирмы ''Gerhard''.

4.3 Реактивы и материалы.

4.3.1. Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

4.3.2 Метиловый красный по ТУ 6-09-4070-75.

4.3.3 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77 или стандарт-титр (фиксанал).

4.3.4 Кислота щавелевая по ГОСТ 22180-76 или стандарт-титр (фиксанал).

4.3.5 Селен кристаллический по ТУ 6-09-5358-87.

4.3.6 Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87.

4.3.7 Бидистиллированная вода или дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72 дважды перегнанная.

Все реактивы должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а. Допускается использование средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

5 Требования безопасности

При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и ГОСТ 12.4.021-75.

При работе с электроустановками должны соблюдаться требования по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019-79.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности при работе с нагревательными приборами. Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

6 Требования к квалификации оператора

Определение содержания азота общего может выполнять лаборант - химик, имеющий среднее специальное образование, опыт работы в лаборатории анализа вод не менее 1 года, освоивший данную МВИ и подтвердивший соответствие характеристик погрешности нормативам контроля точности по разделу 12.

7 Условия выполнения измерений

При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать условия, установленные в руководстве по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования. Измерения объемов воды и растворов производят при температуре окружающей среды от 15 до 25 ^{0}С.

8 Отбор проб

Общие требования к отбору проб по ГОСТ Р 51592-2000. Объем пробы воды для определения должен быть не менее 0,5 $дм^3$. Пробы отбирают в стеклянную или пластиковую посуду.Анализ проб проводят не позднее, чем через 8 часов после их отбора. В противном случае допускается хранить пробы не более 24 часов при температуре не выше 5 °С, при добавлении 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Приготовление растворов и реактивов

9.1.1 Раствор гидроксида натрия с массовой долей 33%

Для приготовления 1 кг раствора взвешивают 330 г гидроксида натрия и осторожно растворяют в 670 $см^3$ бидистиллированной воды

Срок хранения – не более одного года.

9.1.2 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации C (NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н)

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора 4,0 г гидроксида натрия растворяют в ~ 900 $см^3$ дистиллированной воды, охлаждают до комнатной температуры, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и доводят до метки. В случае применения стандарт-титра (фиксанала) готовят согласно инструкции по применению.

Срок хранения – не более 6 мес.

9.1.3 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации C (NaOH) = 0,02 моль/$дм^3$ (0,02н).

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 200 $см^3$ раствора гидроксида натрия, приготовленного по 9.1.2, и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Срок хранения – не более 3 мес.

9.1.4 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации C (NaOH) = 0,05 моль/$дм^3$ (0,05н).

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 500 $см^3$ раствора гидроксида натрия, приготовленного по 9.1.2, и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Срок хранения – не более 6 мес.

Все растворы гидроксида натрия хранят в плотно закрытых сосудах из полимерного материала.

9.1.5 Раствор серной кислоты молярной концентрации C (1/2 H_2SO_4) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н)

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ наполовину заполненную дистиллированной водой помещают 2,8 $см^3$ концентрированной серной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. В случае применения стандарт-титра (фиксанала) готовят согласно инструкции по применению. Срок хранения – не более одного года.

9.1.6 Раствор серной кислоты молярной концентрации C (1/2 H_2SO_4) = 0,02 моль/$дм^3$ (0,02 н)

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ помещают 200 $см^3$ раствора серной кислоты, приготовленного по 9.1.5, и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Срок хранения – не более 3 мес.

9.1.7 Раствор щавелевой кислоты концентрации C (1/2 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1н)

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ наполовину заполненную дистиллированной водой помещают 6,3 $см^3$ концентрированной щавелевой кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. В случае применения стандарт-титра (фиксанала) готовят согласно инструкции по применению. Срок хранения – не более 6 мес.

9.1.8 Раствор щавелевой кислоты концентрации С (1/2 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) = 0,02 моль / дм^3 (0,02 н)

Для приготовления 1 дм^3 раствора в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 помещают 200 см^3 раствора щавелевой кислоты, приготовленного по 9.1.7, и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Срок хранения – не более 3 мес.

9.1.9 Спиртовой раствор метилового красного с массовой долей 0,1% (индикатор)

Для приготовления 100 см^3 раствора 0,1 г натриевой соли метилового красного растворяют в 7,4 см^3 раствора гидроксида натрия, приготовленного по 9.1.4, и далее разбавляют до 100 см^3 этиловым спиртом. Срок хранения – не более одного года.

9.2 Установление поправочного коэффициента раствора гидроксида натрия молярной концентрации С (NaOH) = 0,02 моль/дм^3 (0,02н)

10 см^3 раствора щавелевой кислоты молярной концентрации 0,02 моль/дм^3 по 9.1.3 (V_1) разбавляют в 150 см^3 бидистиллированной воды и титруют раствором гидроксида натрия молярной концентрации 0,02 моль/дм^3 (V_2), с добавлением нескольких капель индикатора метилового красного по 9.1.9 до перехода окраски в лимонно-желтый цвет.

Поправочный коэффициент (K) раствора гидроксида натрия вычисляют по формуле: $K = V_1 / V_2$. Значение поправочного коэффициента должно быть равным (1,00 ± 0,03). Поправочный коэффициент устанавливают при приготовлении свежего раствора гидроксида натрия, но не реже одного раза в неделю.

10 Выполнение измерений

10.1 В соответствии с предполагаемым содержанием азота в колбу Кьельдаля помещают рекомендуемый объем анализируемой сточной воды: до 3 мг/дм^3 - 250 см^3, от 3 до 50 мг/дм^3 - 100 см^3, от 50 до 100 мг/дм^3 - 50 см^3, от 100 до 200 мг/дм^3 - 25 см^3.

Если необходимый объем пробы меньше 100 см^3, то объем пробы в колбе доводят до 100 см^3 бидистилированной водой, затем прибавляют 10 см^3 концентрированной серной кислоты и 0,1 г селена кристаллического. Кипятят на электрической плитке под тягой до полного выпаривания воды. Затем начинается разложение органических веществ и появляются пары белого цвета, колбу при этом необходимо закрыть втулкой и продолжить кипячение до тех пор, пока раствор в колбе не станет прозрачным и слегка зеленоватого оттенка. Ориентировочное время сжигания 2,5 - 3,0 часа.

При использовании деструкционной установки типа «turboterm» в пробирку установки помещают 100 см^3 сточной воды или меньший объем, доведенный до 100 см^3 бидистилированной водой, прибавляют 10 см^3 концентрированной серной кислоты, 0,1 г селена кристаллического и кипелки. Пробирки помещают в штатив, штатив загружают в установку. Термическую обработку проб проводят в соответствии с Приложением Б.

10.2 После сжигания пробу охлаждают до комнатной температуры в течение 30 – 60 минут, затем содержимое колбы разбавляют бидистиллированной водой до объема 150-200 см^3 и переносят в колбу для отгонки.

В приемную колбу установки для отгонки помещают 10 см^3 раствора серной кислоты, приготовленного по 9.1.6, несколько капель метилового красного. Конец трубки холодильника должен быть опущен в раствор кислоты.

После этого в отгонную колбу приливают 60 см^3 33%-ного раствора гидрооксида натрия, колбу быстро присоединяют к холодильнику. Содержимое колбы доводят до кипения, кипятят 45 – 60 минут, пока в колбе не останется 1/3 первоначального объема.

Если в процессе отгонки в приемной колбе начинает изменяться цвет раствора кислоты из розового в лимонно-желтый, это означает, что взятого количества раствора серной кислоты недостаточно для поглощения аммиака. В этом случае необходимо добавить еще 10 см^3 раствора серной кислоты. Взятое количество кислоты учитывается затем в формуле при вычислении результатов измерений.

Не рекомендуется использовать более 20 см^3 раствора серной кислоты, в этом случае анализ необходимо повторить с меньшим объемом воды.

10.3 По окончании отгона содержимое приемной колбы (дистиллят) титруют раствором гидроксида натрия, приготовленным по 9.1.3, до перехода окраски раствора из розовой в лимонно-желтую.

10.4 Для проведения холостого опыта 100 см^3 бидистиллированной воды, используемой для разбавления пробы, обрабатывают по 10.2 и дистиллят титруют по 10.3.

11 Вычисление и оформление результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию азота по Кьельдалю, C_A, в мг/дм^3, рассчитывают по формуле:

$$C_A = \frac{(Va - Vb) \cdot K \cdot C_M \cdot 14 \cdot 1000}{V_{пр}}$$

где: Va - объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, израсходованный на титрование 10-20 см.^{3}, 02 н раствора серной кислоты при проведении холостого опыта, см^3;

Vb - объем раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, израсходованный на титрование дистиллята анализируемой пробы, см^3;

K - поправочный коэффициент раствора гидроксида натрия;

C_M - молярная концентрация раствора гидроксида натрия, 0,02 моль/дм^3;

14 - количество азота, эквивалентное 1 моль гидрооксида натрия; мг

1000 - коэффициент пересчета;

$Vпр$ - объем пробы, взятый для анализа, см^3.

При необходимости проверки приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости (например, по требованию заказчика или в случае анализа сложных проб) получают два результата измерений по разделу 10 в условиях повторяемости. Проверяют приемлемость результатов измерений c_1 и c_2, сравнивая расхождение между ними с пределом повторяемости (r для n = 2, таблица 2). Если полученное значение расхождения не превышает предела повторяемости, то за результат измерений принимают среднее из двух полученных значений c_1 и c_2. В противном случае процедуру повторяют.

11.2. Результаты измерений массовой концентрации азота по Кьельдалю в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$C_A \pm \Delta_A, \text{ мг/дм}^3,$$

где Δ_A - значение границы интервала, в котором абсолютная погрешность измерения массовой концентрации органического и аммонийного азота находится с доверительной P = 0,95, мг/дм^3.

Значение Δ рассчитывается по формуле:

$$\Delta_A = \delta \cdot C_A/100$$

где δ - значение границы интервала, в котором относительная погрешность измерения массовой концентрации органического и аммонийного азота находится с доверительной вероятностью P=0,95, % (таблица 1).

11.3 Массовую концентрацию общего азота C_N, мг/дм^3, рассчитывают по формуле:

$$C_N = C_A + C_{NO_2} + C_{NO_3}$$

где C_{NO_2} - массовая концентрация азота нитритов в анализируемой сточной воде, измеренная по МВИ массовой концентрации нитрит-ионов в пробах сточных вод, мг/дм^3;

C_{NO_3} - массовая концентрация азота нитратов в анализируемой сточной воде, измеренная по МВИ массовой концентрации нитрат-ионов в пробах сточных вод, мг/дм^3.

11.4 Результаты измерений массовой концентрации общего азота в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$C_N \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3,$$

где Δ - значение границы интервала, в котором абсолютная погрешность измерения массовой концентрации общего азота находится с доверительной вероятностью P = 0,95, мг/дм^3.

Значение Δ рассчитывается по формуле:

$$\Delta = \Delta_A + \Delta_{NO2} + \Delta_{NO3}$$

где Δ_{NO2} - значение границы интервала, в котором абсолютная погрешность измерения массовой концентрации азота нитритов находится с доверительной вероятностью P = 0,95, мг/дм^3 (согласно МВИ массовой концентрации нитрит-ионов в пробах сточных вод);

Δ_{NO3} - значение границы интервала, в котором абсолютная погрешность измерения массовой концентрации азота нитратов находится с доверительной вероятностью P = 0,95, мг/дм^3, (согласно МВИ массовой концентрации нитрат-ионов в пробах сточных вод).

Пример: Измерено содержание в пробе сточной воды:

азота по Кьельдалю – 10 мг/дм^3 с погрешностью 1,5 мг/дм^3;

азота нитритов – 0,10 мг/дм^3 с погрешностью 0,025 мг/дм^3;

азота нитратов – 1,0 мг/дм^3 с погрешностью 0,25 мг/дм^3.

Результат измерений массовой концентрации общего азота $C_N = (11,1 \pm 1,8)$ мг/дм^3.

12 Контроль качества результатов измерений

12.1 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, раздел 6, используя методы контроля стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и контроля стабильности правильности рутинного анализа. Средство контроля готовят из ГСО (п.4.1.5) и дистиллированной воды и анализируют согласно разделу 10. При построении контрольных карт для расчета пределов действия и предупреждения используют значения стандартного отклонения промежуточной прецизионности при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование», $\sigma_{I(T,O,E)}$, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации аммонийного и органического азота, мг/дм^3	Предел повторяемости ($n = 2$), r, %	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности (при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование»), $\sigma_{I(T,O,E)}$, %
от 1 до 5	34	13
св. 5 до 50	20	8
св. 50 до 200	12	5

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Периодичность проведения контроля стабильности результатов измерений устанавливают индивидуально для каждой лаборатории в соответствии с документами по внутрилабораторному контролю качества результатов анализа.

12.2 Оперативный контроль точности результатов измерений

При внедрении методики в практику работы лаборатории проводят контроль точности результатов измерений, используя метод добавок в пробы различных типов вод, анализируемых в лаборатории.

В качестве добавки может использоваться раствор, приготовленный из ГСО. Численное значение добавки рассчитывается таким образом, чтобы полученное после введения добавки Сд, мг/дм^3, значение массовой концентрации аммонийного и органического азота в пробе воды, Ск, мг/дм^3, удовлетворяло условию:

$$Ск = (1,5 \div 2)С$$

где С- экспериментально установленное значение массовой концентрации аммонийного и органического азота в в пробе до введения добавки, мг/дм^3.

Анализ пробы воды с добавкой производят в тех же условиях, что и исходной пробы воды.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|Ск - С - Сд| \le К$$

где К - норматив оперативного контроля точности, мг/дм^3,

Сд - действительное значение массовой концентрации аммонийного и органического азота в добавке, мг/дм^3,

Значения норматива оперативного контроля точности рассчитываются по формуле:

$$K = 0,84\sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2}$$

где Δ_1 и Δ_2 - значения границ интервала, в котором абсолютная погрешность измерений массовой концентрации аммонийного и органического азота в пробе с добавкой и в пробе без добавки находится с доверительной вероятностью $P = 0,95$, мг/дм^3, (таблица 1).

При превышении норматива оперативного контроля точности эксперимент повторяют. В случае повторного превышения норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и принимают меры для их устранения.

После внедрения МВИ в практику работы лаборатории при необходимости проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят межлабораторные сравнительные испытания с использованием данной методики для оценки стандартного отклонения воспроизводимости (см. приложение А). В случае невозможности организации межлабораторных сравнительных испытаний допускается, согласно МИ 2336-2002, оценить значение стандартного отклонения воспроизводимости, σ_R, по формуле: $\sigma_R = 1{,}2 \cdot \sigma_{I(T.O.E)}$. Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, пункт 5.3. Сопоставление альтернативных методов измерений проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, раздел 8.

Приложение А

(информационное)

Результаты межлабораторных сравнительных испытаний

Оценки стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости

В таблице А.1 представлены данные по результатам межлабораторных сравнительных испытаний (МСИ), проведенных Органом по аккредитации ЦИКВ среди аккредитованных лабораторий и обработанных в соответствии с п.7.4 ГОСТ Р 5725-2-2002. Представленные данные не применимы для обобщений.

Таблица А.1

Наименование образца	Дата МСИ	p	n	μ, мг/дм^3	y, мг/дм^3	s_r, мг/дм^3	s_r, %	s_R, мг/дм^3	s_R, %
Очищенная сточная вода	28.02.96 г.	11	2	-	3,6	0,1	3	0,4	11
Очищенная сточная вода	28.02.96 г.	11	2	-	8,5	0,3	4	0,5	6
Контрольный образец	28.02.96 г.	11	2	7,5	7,3	0,2	3	0,4	6
Очищенная сточная вода	29.09.99 г.	9	2	-	6,0	0,2	3	0,3	5
Очищенная сточная вода	29.09.99 г.	9	2	-	12,3	0,2	2	0,4	3

p – количество лабораторий;

n – количество измерений, полученных в каждой лаборатории;

μ – аттестованное значение массовой концентрации азота по Кьельдалю в образце;

y – общее среднее значение массовой концентрации азота по Кьельдалю в образце;

s_r – оценка стандартного отклонения повторяемости результатов измерений;

s_R – оценка стандартного отклонения воспроизводимости результатов измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ПРОБ

Инструкция для работы на деструкционной установке "TURBOTERM" фирмы "GERHARD" при выполнении измерений массовой концентрации аммонийного и органического азота (азота по Кьельдалю) в пробах сточных вод.

Внимание! При любых неисправностях Вы можете немедленно остановить работу системы пробоподготовки нажатием клавиши Stop.

Чтобы обеспечить нужное разрежение и полное удаление паров штатив должен быть полностью заполнен.

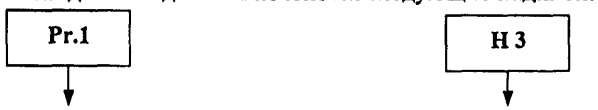
1. Поместите заполненный штатив с пробами в нижнее отделение двухуровневой стойки.

2. Удалите поддон и поместите узел удаления паров на штатив с пробирками TURBOTERM. Отгонка выходящих продуктов сгорания осуществляется через перевернутые стеклянные воронки с фторопластовыми уплотнениями. Убедитесь, что воронки плотно насажены на пробирки TURBOTERM.

3. Включите водоструйный насос (откройте водопроводный кран).

4. Включите прибор в сеть (розетка) и включите сетевой выключатель на панели прибора.

На лицевой панели дисплея должны появиться следующие надписи:



Дисплей режимов Дисплей таймера

Дисплей режимов показывает номер программы (от **1** до **9**).

На дисплее таймера отображено количество стадий нагревания (от **H 0** до **H 9**).

Например: **H 0** - означает, что нагрев не используется,

H 3 - введено 3 стадии нагревания и т. д.

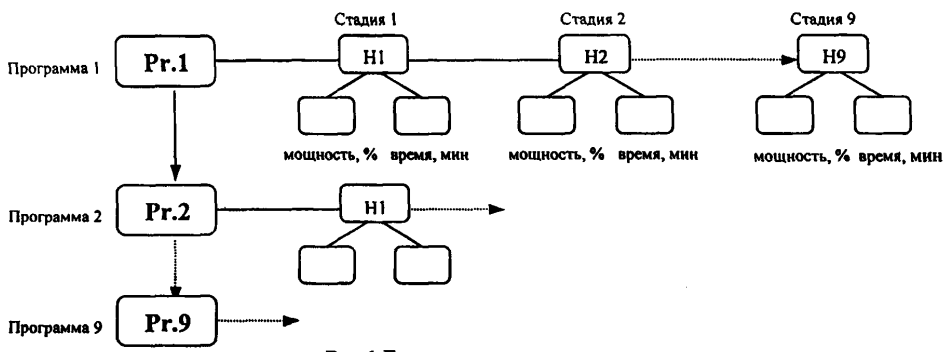


Рис.1 Блок-схема программы

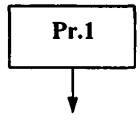
5. Выберете нужную программу пробообработки нажатием клавишей ''+'' или ''-''.

Запустите работу прибора по выбранной программе нажатием клавиши **RUN**, после чего должно наблюдаться периодическое изменение яркости дисплея (мигание).

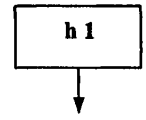
На дисплее режимов будет высвечиваться значение мощности нагревателя проб, на дисплее таймера – время, остающееся до окончания данной стадии нагревания.

Для *ввода или корректировки* программы необходимо произвести следующие действия:

А) Нажатием клавиши **Prog**, на дисплее кратковременно должна появиться надпись:



Первая программа

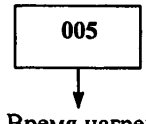


Первая стадия нагревания

Б) Затем должен высветиться *установленный* режим первой стадии нагревания:



Мощность нагревателя 100%



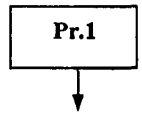
Время нагрева 5 минут

Параметры режима нагревания проб можно изменить, для этого необходимо нажать клавиши ''+'' или ''-''. Мигающая точка на дисплее означает, что прибор готов к изменению мощности нагревателя проб. С помощью клавиш ''+'' или ''-'' необходимо установить нужное значение мощности нагревателя проб.

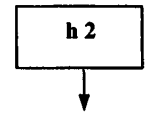
После этого, если необходимо, изменить время нагревания, для этого следует нажать клавишу **Time** и аналогичным образом изменить число на дисплее таймера.

В) Нажатием клавиши **Prog** переходим ко второй стадии нагревания.

На дисплее должна появиться надпись:



Первая программа



Вторая стадия нагревания

Затем должен высветиться *установленный* режим второй стадии нагревания:



Мощность нагревателя 60%

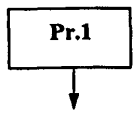


Время нагрева 120 минут

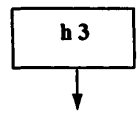
На второй стадии нагревания следует понизить мощность нагревателя до 50% - 70%, в зависимости от интенсивности кипения. Для изменения мощности и времени нагревания поступают в соответствии с п.4 (Б).

Д) Нажатием клавиши Prog переходим к третьей стадии нагревания.

На дисплее должна появиться надпись:



Первая программа

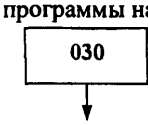


Третья стадия нагревания

Затем должен высветиться установленный режим третьей программы нагревания:

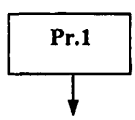


Мощность нагревателя 90%

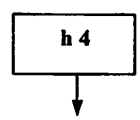


Время нагрева 030 минут

Е) Если изменять установленные параметры не надо, то нажимаем клавишу "+", на дисплее должно высветиться:



Первая программа

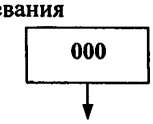


Четвертая стадия нагревания

Затем высвечивается установленный режим 4-й стадии нагревания

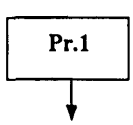


Мощность нагревателя 0%

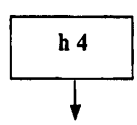


Время нагрева 000 минут

Ж) Нажмите клавишу Stop. Должна высветиться первоначальная надпись:

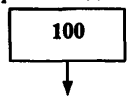


Первая программа

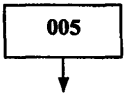


Четвертая стадия нагревания

3) Для запуска откорректированной программы нажмите клавишу Run, при этом высвечивается режим первой стадии нагревания:



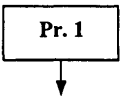
Мощность нагревателя
100%



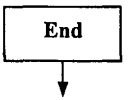
Время нагрева
5 минут

Экран дисплея будет мигать.

6. По окончании работы прибора по программе раздастся короткий звуковой сигнал и на дисплее таймера появится надпись **End**:



Первая программа
нагревания



Окончание программы

7. Для охлаждения нагретых пробирок с пробами следует удалить штатив с пробирками из нагревателя и поставить его на нижний упор. Во время охлаждения проб водоструйный насос должен оставаться включенным.

8. Выключить прибор из сети.

9. Выключить водоструйный насос.

Центр Исследования и Контроля Воды
аккредитован в Системе аккредитации аналитических лабораторий (центров)
Госстандарта России, № Госреестра РОСС RU.0001.510045
Метрологическая служба аккредитована на право аттестации методик выполнения измерений и проведения метрологической экспертизы документов, в том числе применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора,
№ Госреестра 01.00031-97

199034, Санкт-Петербург, Университетская наб., 7/9
Факс (812) 103-00-65

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 070077

о метрологической аттестации
методики выполнения измерений содержания
общего азота в пробах сточных вод
ЦВ 2.01.10-91 «А»

Методика выполнения измерений содержания общего азота в пробах сточных вод, разработанная Центром исследования и контроля воды,

регламентированная в документе:

«Методика выполнения измерений содержания общего азота в пробах сточных вод (ЦВ 2.01.10-91 «А»)

аттестована в соответствии с ГОСТ 8.563-96 (ГОСТ 8.010-90).

Аттестация осуществлена по результатам экспериментального исследования МВИ, проведенного в 1991 году и данным внутрилабораторного контроля воспроизводимости и точности результатов измерений, полученным в 2001 году.

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

Диапазон измерений массовой концентрации азота по Кьельдалю, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95), ± δ, %
от 1,0 до 5,0	25
св.5,0 до 50	15
св. 50 до 200	10

Дата выдачи свидетельства 28 октября 2002 года

Директор Н.П. Ушаков

gost.e-ecolog.ru

195009, Санкт-Петербург, ул. Комсомола, 9
Телефон: (812) 103 0065
Факс: (812) 103 0065
E-mail: welcome@ aqua-analyt.com