ЦЕНТР ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ ВОДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Главный инженер
Центра исследования и
контроля воды.
_____Г.Ф. Глущенкова
«02» ____11____2005 г.

Закрытое акционерное общество «Центр исследования и контроля воды» Санкт-Петербург

МЕТОДИКА

выполнения измерений массовой концентрации
общего фосфора и фосфора фосфатов в пробах питьевых, природных
и сточных вод фотометрическим методом

ЦВ 3.04.53-2004

ФР.1.31.2004.01231

Санкт-Петербург
2005

gost.e-ecolog.ru

1 Назначение и область применения

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов в пробах сточных вод в диапазоне концентраций от 0,1 до 1000 мг/дм^3, и общего фосфора в пробах питьевых и природных вод в диапазоне от 0,013 до 1000 мг/дм^3.

2 Характеристики погрешности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает с вероятностью P=0,95 получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов (фосфат-ионов) в пробах сточных вод, С, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95), $\pm\Delta$, мг/дм^3
от 0,1 до 10 включ.(от 0,3 до 31 включ.)	$0,03 + 0,2 \cdot C$
св. 10 до 1000 включ. (св. 31до 3100 включ.)	$0,2 \cdot C$

Таблица 2

Диапазон измерений массовой концентрации общего фосфора в пробах питьевой и природной воды, С, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95), $\pm\Delta$, мг/дм^3
от 0,013 до 0,1 включ.	$0,5 \cdot C$
св. 0,1 до 10 включ.	$0,03 + 0,2 \cdot C$
св. 10 до 1000 включ.	$0,2 \cdot C$

3 Метод измерений

3.1 Метод измерений содержания общего фосфора и фосфора фосфатов заключается во взаимодействии ионов ортофосфатов с ионами молибдата и сурьмы с образованием комплекса фосфорно-молибденовой гетерополикислоты и восстановлении его аскорбиновой кислотой с последующим фотометрическим определением полученного окрашенного соединения при длине волны излучения (690 ± 20) нм. Для определения общего фосфора пробы подвергаются предварительной минерализации всех фосфорсодержащих веществ надсернокислым аммонием в среде серной кислоты.

3.2 Мешающие влияния и способы их устранения

Сильнокислые или сильнощелочные пробы предварительно нейтрализуют до pH = 4 - 11.

Определению мешают сульфиды и сероводород в концентрациях, превышающих 3 мг/дм^3. Их мешающее влияние устраняют добавлением нескольких миллиграммов твердого марганцевокислого калия на 100 см^3 пробы. После встряхивания в течение 1-2 минут раствор должен оставаться слаборозовым.

На определение оказывает влияние присутствие соединений мышьяка, который образует с молибдатом аналогичную фосфору гетерополикислоту. Если в пробе предполагается или известно присутствие соединений мышьяка, то за 10 минут до добавления смешанного реактива к пробе по 9.2 добавляют 1 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия массовой концентрации 12 $г/дм^3$. Измерение оптической плотности такой пробы по 9.3 следует провести через 10-11 минут, не более.

Определению фосфат-ионов мешают нитриты в концентрации 0,3 $мг/дм^3$ и более. Их мешающее влияние устраняют прибавлением 1,5 $см^3$ раствора мочевины с массовой долей 40 % после минерализации по 9.1

Определению мешает железо в концентрации больше 5 $мг/дм^3$. Его мешающее влияние устраняют прибавлением в анализируемую пробу эквивалентного количества ЭДТА (трилона "Б").

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

4.1 Средства измерений.

4.1.1 Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны $\lambda = 690 \pm 20$ нм, кюветы с рабочей длиной 2,5; 3 или 5 см.

4.1.2 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-2001 с ценой деления не более 0,1 мг, погрешностью не более 0,75 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г.

4.1.3 Цилиндры мерные или мензурки по ГОСТ 1770-74.

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

4.1.5 Пипетки градуированные по ГОСТ 29227-91, 2 класса точности.

4.1.6 Государственный стандартный образец состава водных растворов фосфат- ионов, например, ГСО 7018-93 – 7020-93.

4.1.7 Секундомер механический или песочные часы.

4.2 Вспомогательные устройства.

4.2.1 Автоклав-стерилизатор, обеспечивающий давление (0,20 ± 0,02) Мпа и температуру (132 ± 2) °С, например, типа ГК-10-1, или электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919-83, или деструкционная установка типа «turboterm» фирмы «Gerhard».

4.2.2 Бутылочки из боросиликатного стекла фирмы SHOTT GL 32 вместимостью 50 $см^3$ с крышками PBT и прокладками PTEE.

4.2.3 Колбы конические плоскодонные термостойкие или стаканы термостойкие по ГОСТ 25336-82.

4.2.4 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336-82.

4.2.5 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.

4.2.6 Стаканы термостойкие по ГОСТ 25336-82.

4.2.7 Фильтры обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678-86.

4.3 Реактивы и материалы.

4.3.1 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, ч.д.а.

4.3.2 Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478-75, ч.д.а.

4.3.3 Аммоний молибденовокислый, 4-х водный по ГОСТ 3765-78, ч.д.а.

4.3.4 Калий антимонилвиннокислый по ТУ 6-09-803-76.

4.3.5 Карбамид (мочевина) по ГОСТ 6691-77, ч.д.а.

4.3.6 Гидроокись натрия по ГОСТ 4328-77, ч.д.а.

4.3.7 Кислота аскорбиновая (фарм.).

4.3.8 Фенолфталеин (индикатор) по ТУ 6-09-5360-87, спиртовой раствор с массовой долей 0,1%.

4.3.9 Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652-73.

4.3.10 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, ч.д.а.

4.3.11 Натрий серноватистокислый 5-водный по ГОСТ 27068-86.

4.3.12 Универсальная индикаторная бумага для измерения pH по ТУ 6-09-1181-71.

4.3.13 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72.

4.3.14 Хлороформ по ГОСТ 20015-88.

Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы 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.

Требования по электробезопасности при работе с электроустановками 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 в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к прибору. Организация обучения работающих безопасности труда должна производиться по ГОСТ 12.0.004-90.

6 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица со средним специальным образованием, имеющие стаж работы в химической лаборатории не менее 6 месяцев и освоившие методику выполнения измерений.

7 Условия выполнения измерений

При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать следующие условия:

температура окружающего воздуха,	^{0}C	20±5
атмосферное давление,	кПа	101 ± 4
относительная влажность воздуха,	%	65±15
напряжение питания сети,	В	220 +22/-33
частота питающей сети,	Гц	50±1.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Приготовление растворов

8.1.1 Раствор серной кислоты для минерализации с массовой долей 38 %

Для приготовления 1 дм^3 раствора 278 см^3 концентрированной серной кислоты осторожно, при перемешивании приливают к 500 см^3 дистиллированной воды. После охлаждения объем раствора доводят до 1000 см^3 дистиллированной водой. Срок хранения не ограничен.

8.1.2 Раствор серной кислоты с массовой долей 23 %

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора 153 $см^3$ концентрированной серной кислоты осторожно, при перемешивании приливают к 500 $см^3$ дистиллированной воды. После охлаждения объем раствора доводят до 1000 $см^3$ дистиллированной водой. Срок хранения не ограничен.

8.1.3 Серная кислота молярной концентрации 0,5 моль/$дм^3$

Для приготовления 1 $дм^3$ раствора 28 $см^3$ концентрированной серной кислоты осторожно, при перемешивании приливают к 500 $см^3$ дистиллированной воды. После охлаждения объем раствора доводят до 1000 $см^3$ дистиллированной водой.

8.1.4 Раствор аммония молибденовокислого с массовой долей 3 %

Для приготовления 100 $см^3$ раствора 3 г молибденовокислого аммония растворяют в 97 $см^3$ горячей дистиллированной воды. Раствор хранят в бутыли из полиэтилена при температуре 4 - 8 ^{0}С в темноте. Срок хранения раствора - 3 месяца (если выпадет осадок молибдата, то реактив не применяется). Пользоваться раствором можно не ранее чем через 2 суток после приготовления.

8.1.5 Раствор аскорбиновой кислоты с массовой долей 2,2 %

Для приготовления 100 $см^3$ раствора 2,2 г аскорбиновой кислоты растворяют в 97,8 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят в холодильнике при температуре 4 - 8 ^{0}С. Срок хранения 3 недели.

8.1.6 Раствор калия антимонилвиннокислого с массовой долей 0,068 %

Для приготовления 0,5 $дм^3$ раствора 0,34 г калия антимонилвиннокислого помещают в колбу вместимостью 500 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

8.1.7 Смешанный реактив.

Смешивают 5 частей раствора серной кислоты с массовой долей 23 % с 2 частями раствора аммония молибденовокислого, 2 частями раствора аскорбиновой кислоты и 1 частью раствора антимонилвиннокислого калия. Смешанный раствор готовят непосредственно перед использованием.

8.1.8 Раствор натрия гидроокиси массовой долей 8 %

80 г гидроокиси натрия растворяют в 920 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 месяцев.

8.1.9 Растворы для устранения мешающих влияний

При необходимости для устранения мешающих влияний соединений мышьяка или нитрит-иона готовят следующие растворы:

8.1.9.1 Раствор серноватистокислого натрия массовой концентрации 12 г/$дм^3$

Для приготовления 100 $см^3$ раствора 1,2 г серноватистокислого натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в дистиллированной воде. Срок хранения раствора в темной бутылке не более 3 месяцев.

8.1.9.2 Приготовление раствора мочевины с массовой долей 40 %

Для приготовления раствора 40 г мочевины растворяют в 60 г дистиллированной воды. Срок хранения 3 месяца.

8.1.10 Рабочий градуировочный раствор с номинальной массовой концентрацией фосфора 2,5 мг/$дм^3$.

Пример приготовления рабочего раствора из ГСО состава растворов фосфат-ионов с номинальной массовой концентрацией фосфат-иона равной 0,1 г/$дм^3$.

Для приготовления 100 см^3 рабочего раствора с массовой концентрацией фосфора 2,5 мг/дм^3 в мерную колбу номинальной вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 7,7 см^3 раствора ГСО и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

8.1.11 Градуировочные растворы

Для приготовления 50 см^3 градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 50 см^3 с внесенными порядка 20 см^3 дистиллированной воды, пипеткой добавляют 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; см^3 рабочего градуировочного раствора, прибавляют по 5 см^3 смешанного реактива, перемешивают и доводят объем раствора в каждой колбе дистиллированной водой до метки. Получают растворы с массовой концентрацией фосфора 0; 0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; мг/дм^3. Первый градуировочный раствор с массовой концентрацией фосфора равной нулю является холостой пробой. Растворы готовят в день использования.

8.2 Определение градуировочной зависимости

Спустя 15 минут после приготовления измеряют оптическую плотность полученных растворов на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при $\lambda = (690 \pm 20)$ нм в кювете с рабочей длиной 2,5; 3 или 5 см относительно дистиллированной воды. Измерение оптической плотности повторяют 2 - 3 раза, вычисляют среднее значение оптической плотности для каждого раствора. Определяют градуировочную зависимость оптической плотности (D) от массовой концентрации фосфора в градуировочных растворах (С).

Рассчитывают коэффициент градуировочной зависимости (К):

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{n} C_i \cdot \Delta D_i}{\sum_{i=1}^{n} \Delta D_i^2},$$

где: $\Delta D_i = D_i - D_{хол}$

D_i - оптическая плотность градуировочных растворов

$D_{хол}$ - оптическая плотность холостой пробы

Контроль правильности определения градуировочной зависимости проводят по максимальному отклонению $K_i = C_i / \Delta D_i$ от К.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$|Ki - K| / K \le 0,25$, в диапазоне от 0,025 до 0,1 мг/дм^3;

$|Ki - K| / K \le (0,015 + 0,1 \cdot Ci) / Ci$, в диапазоне св.0,1 до 0,4 мг/дм^3.

Контроль стабильности градуировочной зависимости проводят не реже 1 раза в квартал, по трем градуировочным растворам с различной массовой концентрацией фосфора. Норматив контроля стабильности градуировочной зависимости (G) равен 0,5 Δ. В случае смены реактивов и превышения норматива G проводят новое определение градуировочной зависимости.

8.3 Отбор проб

Общие требования к отбору проб по ГОСТ Р 51592-2000, или другой нормативной документацией, утвержденной в установленном порядке. Объем пробы сточной воды для определения составляет 100 - 300 см^3 в зависимости от концентрации общего фосфора. Пробы отбирают и хранят в стеклянной или полиэтиленовой посуде. Анализ проводят как можно быстрее, не позднее 6 часов после отбора пробы. Пробу, отобранную для определения общего фосфора допускается хранить при температуре 2 -5 °С в течение 2 суток. Пробу,

отобранную для определения фосфатов, при необходимости консервируют 3 - 4 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ воды и хранят при температуре 2 - 5 ^0C не более 2-х суток. Пробу, отобранную для определения общего фосфора, не фильтруют. Перед проведением анализа пробы энергично взбалтывают.

9 Выполнение измерений

9.1 В термостойкую колбу или стакан помещают аликвоту пробы сточной воды. (При использовании автоклава аликвоту пробы помещают в бутылочку из боросиликатного стекла, при использовании деструкционной установки типа «turboterm» аликвоту пробы помещают в пробирку установки).

Добавляют дистиллированную воду так, чтобы общий объем аликвоты пробы сточной воды и дистиллированной воды составил ~50 $см^3$ (пробы питьевой и природной воды ~100 $см^3$) в колбе или стакане, или пробирке установки (~ 30 $см^3$ в бутылочке из боросиликатного стекла), а содержание фосфора в ней было от 0,025 до 0,4 $мг/дм^3$. Прибавляют 1 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 38 % и 0,4 г аммония надсернокислого. Раствор кипятят до тех пор, пока в колбе или стакане, или пробирке установки не останется около 10 $см^3$ раствора.

При использовании установки типа «turboterm» термическую обработку проб проводят в соответствии с Приложением 1.

При использовании автоклава бутылочки из боросиликатного стекла помещают в автоклав и выдерживают при температуре 132 °С и давлении 0,2 Мпа в течение 30 минут.

После охлаждения в пробу прибавляют одну - две капли раствора фенолфталеина и раствор гидроокиси натрия до появления слаборозовой окраски. Затем раствор обесцвечивают прибавлением раствора серной кислоты молярной концентрации 0,5 $моль/дм^3$.

9.2 Реакционную смесь фильтруют в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, ополаскивая реакционную колбу или стакан (бутылочку при использовании автоклава) и фильтр небольшим количеством дистиллированной воды, затем добавляют 5 $см^3$ смешанного реактива и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

9.3 Через 15 минут измеряют оптическую плотность окрашенного раствора и холостой пробы на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре при длине волны $\lambda = (690 \pm 20)$ нм.

9.4 Определение фосфора фосфатов проводят по 9.2, поместив в колбу аликвоту профильтрованной пробы, в зависимости от предполагаемого содержания фосфатов.

10 Вычисление и оформление результатов измерений

10.1 Расчет массовой концентрации общего фосфора или фосфора фосфатов, Ср, $мг/дм^3$, проводят по формуле:

$$Cp = \frac{K_{гр} \cdot \Delta D \cdot 50}{V},$$

где: $K_{гр}$ - коэффициент градуировочной зависимости;

ΔD - оптическая плотность анализируемой пробы за вычетом холостой пробы;

V - объем аликвоты пробы, взятой для анализа, $см^3$.

10.2 При необходимости выражения результата анализа содержания фосфора фосфатов в виде фосфат -ионов, полученный результат необходимо умножить на коэффициент пересчета равный 3,07.

10.3 Оформление результатов измерений

Результаты измерений массовой концентрации общего фосфора или фосфора фосфатов в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$C \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3,$$

где: Δ - абсолютная погрешность измерения массовой концентрации общего фосфора или фосфора фосфатов, мг/дм^3, при доверительной вероятности P=0,95, таблицы 1 и 2.

11 Контроль качества результатов измерений

11.1 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 показателя правильности рутинного анализа. Средство контроля готовят из ГСО состава водных растворов фосфат-ионов, аналогично пункту 8.1.11. и анализируют согласно разделу 9. 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 3.

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

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

Таблица 3

Диапазон измерений массовой концентрации общего фосфора, мг/дм^3	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности при различиях по факторам «время», «оператор», «оборудование», $\sigma_{I(T,O,E)}$ %
от 0,013 до 0,1 включ.	$0,25 \cdot C$
св. 0,1 до 10 включ.	$0,014 + 0,1 \cdot C$
св.10 до 1000 включ.	$0,1 \cdot C$

11.2. Контроль точности измерений при внедрении МВИ

При внедрении МВИ в практику работы лаборатории необходимо провести контроль точности результатов измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов, используя метод добавок в пробы вод.

Для контроля берут не менее пяти проб разного состава, анализируемых в лаборатории. Каждую пробу делят на две части. Первую часть пробы анализируют в соответствии с разделом 9, получая результат измерений массовой концентрации общего

фосфора или фосфора фосфатов (С). Во вторую часть пробы вводят добавку. Добавку готовят из ГСО состава водных растворов фосфат-ионов. Численное значение добавки рассчитывается таким образом, чтобы полученное после введения добавки значение массовой концентрации общего фосфора или фосфора фосфатов в пробе воды ($C_к$) удовлетворяло условию:

$$C_к = (1{,}5 \div 2)\, C,$$

где С - экспериментально установленное значение массовой концентрации общего фосфора или фосфора фосфатов в пробе до введения добавки.

Измерение содержания общего фосфора и фосфора фосфатов в пробе воды с добавкой производят в тех же условиях, что и исходной пробы воды.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$| C_к - C - \mu | \le 0{,}84 \sqrt{\Delta_1^2 + \Delta_2^2},$$

где μ - действительное значение массовой концентрации общего фосфора или фосфора фосфатов в добавке;

Δ_1 и Δ_2 - абсолютная погрешность определения массовой концентрации общего фосфора или фосфора фосфатов в пробе с добавкой и в пробе без добавки (при Р = 0,95).

Значения Δ_1 и Δ_2 рассчитываются по формулам:

$$\Delta_1 = (\delta \cdot C_к)/100; \qquad \Delta_2 = (\delta \cdot C)/100$$

где δ - значения границ интервала, в котором относительная погрешность находится с доверительной вероятностью Р = 0,95, % (таблицы 1 и 2).

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. 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 1

ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ПРОБ

Инструкция для работы на деструкционной установке "TURBOTERM" фирмы "GERHARD" при выполнении измерений массовой концентрации фосфора общего в пробах питьевых, природных и сточных вод.

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

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

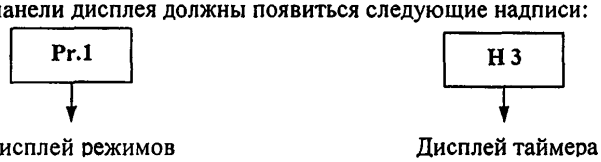
1. Поместите заполненный штатив с пробами в нижнее отделение двухуровневой стойки.

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 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.

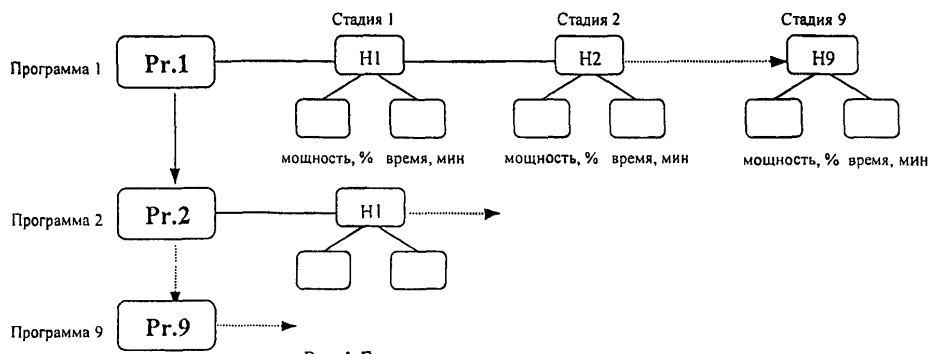


Рис.1 Блок-схема программы

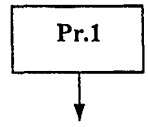
5. Выберете нужную программу термической обработки проб нажатием клавишей ''+'' или ''-''.

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

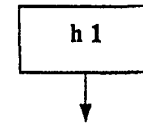
На дисплее режимов будет высвечиваться значение мощности нагревателя проб, на дисплее таймера – время, остающееся до окончания данной стадии нагревания.

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

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

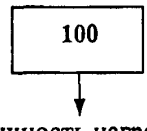


Первая программа

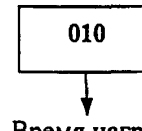


Первая стадия нагревания

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



Мощность нагревателя
100%



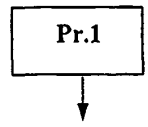
Время нагрева
10 минут

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.

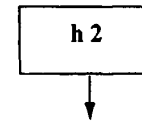
После этого, если необходимо, изменить время нагревания, для этого следует нажать клавишу **Time** и аналогичным образом изменить число на дисплее таймера.

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

На дисплее должна появиться надпись:

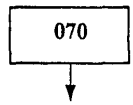


Первая программа



Вторая стадия
нагревания

Затем должен высветиться *установленный* режим второй стадии нагревания:



Мощность нагревателя
70%



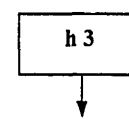
Время нагрева
20 минут (V пробы 50 $см^3$)
45 минут (V пробы 100 $см^3$)

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).

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

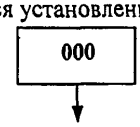


Первая программа



Третья стадия
нагревания

Затем высвечивается установленный режим 3-й стадии нагревания

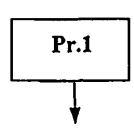


Мощность нагревателя
0%

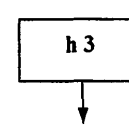


Время нагрева
000 минут

Д) Нажмите клавишу Stop. Должна высветиться первоначальная надпись:

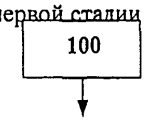


Первая программа

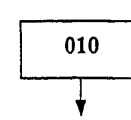


Третья стадия
нагревания

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



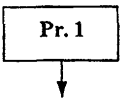
Мощность нагревателя
100%



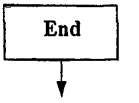
Время нагрева
10 минут

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 01.00031-2002

195009, Санкт-Петербург, ул. Комсомола, 9
Факс (812) 542-72-38

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 070090

о метрологической аттестации
методики выполнения измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом
ЦВ 3.04.53 - 2004

Методика выполнения измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов в пробах питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом (ЦВ 3.04.53 - 2004),

разработанная Центром исследования и контроля воды,

регламентированная в документе: «Методика выполнения измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов в пробах питьевых, природных и сточных вод (ЦВ 3.04.53 - 2004»

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

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ, метрологической экспертизы материалов по ее разработке, данным внутрилабораторного контроля, полученным в 1997-1999 годах и экспериментальным данным, полученным в 2004 году.

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

Объект измерений	Диапазон измерений массовой концентрации общего фосфора, мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95) ±Δ, мг/дм^3
Питьевая и природная вода	от 0,013 до 0,1 св. 0,1 до 10 св. 10 до 1000	0,5 · C 0,03 + 0,2 · C 0,2 · C

Объект измерений	Диапазон измерений массовой концентрации общего фосфора и фосфора фосфатов (фосфат-ионов), мг/дм^3	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P=0,95) ±Δ, мг/дм^3
Сточная вода	от 0,1 до 10 (от 0,3 до 31) св. 10 до 1000 (св.31 до 3100)	0,03 + 0,2 · C 0,2 · C

Дата выдачи свидетельства 27 мая 2004 года

Директор Н.П. Ушаков

gost.e-ecolog.ru