РД 52.24.504-98

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖИРОВ В ВОДАХ ИК-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Ростов-на-Дону
1998

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом

2 РАЗРАБОТЧИКИ А.Г.Страдомская, доктор хим.наук (руководитель разработки), Л.Н.Каримова, Г.Е.Ажогина

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С.8.06.98 г.

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 21.10.97 г, протокол N 2 (22)

5 АТТЕСТАТ Выдан Гидрохимическим институтом в 1995 г. N 504

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦГБ ГМП в 1998 г. N 504

7 РАЗРАБОТАН ВПЕРВЫЕ

Введение

В водные объекты жиры поступают с хозяйственно-бытовыми и сточными водами жироперерабатывающих, шерстепрядильных предприятий, мясокомбинатов, боен, предприятий химической промышленности, выпускающей жирные кислоты, глицерин, мыла, жирозаменители и т.д. Значительное количество жиров образуется в процессе фотосинтеза, метаболизма растительных и животных организмов, их посмертном разложении.

Жиры, в основном, состоят из триглицеридов - полных эфиров глицерина и жирных кислот. В состав их также входят моно- и диглицериды, фосфолипиды, свободные жирные кислоты, стеарины и их эфиры и т.д. Жирнокислотный состав животных жиров представлен, в основном, олеиновой, пальмитиновой и стеариновой кислотами; в состав естественных жиров входят жирные кислоты, содержащие четное число атомов углерода, такие, как миристиновая, линолевая, линоленовая.

Концентрации жиров в природных водах могут колебаться от десятых долей до десятков миллиграммов в кубическом дециметре воды. Высокие концентрации жиров заметно ухудшают кислородный режим водных объектов и приводят к образованию соединений, негативно влияющих на их экологическое состояние. В связи с этим актуальность контроля за содержанием жиров в водах не вызывает сомнений.

Содержание жиров в водах не нормируется.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖИРОВ В ВОДАХ ИК-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения 01.01.2000 г

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает ИК-фотометрическую методику измерения массовой концентрации жиров в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне 0,10 - 0,60 мг/дм^3. При анализе проб воды с массовой концентрацией жиров, превышающей 0,60 мг/дм^3, необходимо разбавление элюата, подлежащего фотометрированию.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

В соответствии с ГОСТ 27384 погрешность определения жиров в водах не нормируется.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблице.

При определении жиров в пробах с массовой концентрацией свыше 0,60 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность определения не превышает значений, рассчитанных по приведенным в таблице зависимостям.

3 Метод измерения

Определение основано на выделении жиров из воды двукратной экстракцией хлороформом, концентрировании и хроматографическом разделении экстракта в тонком слое оксида алюминия в системе

Таблица - Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций жиров С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,10 - 0,40 св. 0,40 - 0,60	0,01+0,024 С 0,10	0,033 С 0,06	0,02+0,056 С 0,20

подвижных растворителей гексан-четыреххлористый углерод-ледяная уксусная кислота. Жиры, образующие хроматографичскую зону, имеющую величину R_f, равную 0,45-0,55, элюируют с пластинки четыреххлористым углеродом и количественно определяют по интенсивности поглощения С-Н связей метиленовых (-CH_2 -) и метильных (-CH_3) групп в инфракрасной области спектра (λ=2926 см$^{-1}$ или 3,42 мкм). В качестве стандарта используют тристеарат, составляющий основу различных жиров животного происхождения.

На результаты определения могут влиять естественные липиды, однако их концентрации в водах значительно ниже концентраций жиров антропогенного происхождения.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 ИК-фотометр, обеспечивающий измерения при длине волны 3,42 мкм, с кюветами длиной не менее 40 мм (фотометр, входящий в комплект анализаторов АН-1, АН-2, КН-1 или аналогичный по характеристикам прибор).

4.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104.

4.1.3 Весы технические лабораторные 4 класса точности с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 Шкаф сушильный общелабораторный по ГОСТ 13474.

4.1.5 Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.6 Печь муфельная ПМ-8 по ТУ 79-337.

4.1.7 Установка из стекла для перегонки растворителей, включающая перегонную колбу вместимостью 1 $дм^3$, ёлочный дефлегматор длиной не менее 25 см и холодильник ХПТ длиной не менее 30 см по ГОСТ 25336.

4.1.8 Колбы мерные не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью 50 $см^3$ - 4

4.1.9 Пипетки градуированные не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29227 вместимостью: 0,2 $см^3$ - 1
1 $см^3$ - 1
5 $см^3$ - 1

4.1.10 Пипетки с одной отметкой не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью 5 $см^3$ - 6

4.1.11 Пипетки по ГОСТ 29227 или капилляры вместимостью 0,1 $см^3$ - 6

4.1.12 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью: 25 $см^3$ - 2
50 $см^3$ - 1
500 $см^3$ - 1
1000 $см^3$ - 2

4.1.13 Цилиндр мерный с притертой пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 50 $см^3$ - 1

4.1.14 Пробирки градуированные или цилиндры мерные с притертой пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 10 $см^3$ - 6

4.1.15 Колбы конические с притёртыми пробками по ГОСТ 25336 вместимостью: 25 $см^3$ - 1
50 $см^3$ - 6

4.1.16 Стаканы химические по ГОСТ 25336 вместимостью 5-10 $см^3$ - 6
50 $см^3$ - 6

4.1.17 Стаканчик для взвещивания (бюкс) высокий по ГОСТ 25336 диаметром 20-25 мм - 1

4.1.18 Воронки делительные по ГОСТ 25336 вместимостью 1 $дм^3$ - 4

4.1.19 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336 диаметром 4 см - 6

4.1.20 Приспособление для нанесения незакрепленного тонкого слоя оксида алюминия - 1

4.1.21 Камера для хроматографирования с притертой крышкой диаметром 25-30 см - 2

4.1.22 Пластинки стеклянные размером 12 х 18 см - 2

4.1.23 Стеклянные палочки длиной 12-15 см - 6

4.1.24 Сито с диаметром отверстий 0,1-0,2 мм - 1

4.1.25 Эксикатор по ГОСТ 25336 - 1

4.1.26 Скальпель - 1

4.1.27 Шпатель металлический - 1

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Тристеарат по ТУ 6-09-07-926, ч.

4.2.2 Четыреххлористый углерод по ГОСТ 20288, х.ч., или ТУ 6-09-3219, ос.ч.

4.2.3 Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

4.2.4 н-Гексан по ТУ 6-09-3375, ч.

4.2.5 Сульфат натрия безводный по ГОСТ 4166, ч.

4.2.6 Оксид алюминия для хроматографии по ТУ 6-09-3916 или оксид алюминия по ГОСТ 8136, ч.д.а.

4.2.7 Уксусная кислота ледяная по ГОСТ 61, ч.д.а.

4.2.8 Иод металлический по ГОСТ 4159, ч.д.а.

4.2.9 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

4 2.10 Фильтры бумажные обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-69-1678.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Отбор и хранение проб

Отбор проб воды производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Объем отбираемой пробы 1 $дм^3$. Допускается отбирать пробу объемом 0,5 $дм^3$, если концентрация жиров превышает 0,5 $мг/дм^3$. Отобранные пробы не фильтруют и помещают в склянки, закрывающиеся притертыми или обёрнутыми алюминиевой фольгой корковыми или пластиковыми (не резиновыми!) пробками.

Экстракционное извлечение жиров должно быть выполнено в течение 1 сут после отбора проб. Если это невозможно, пробы консервируют хлороформом или четыреххлористым углеродом, добавляя его в склянку с пробой из расчета 4-5 $см^3$ на 1 $дм^3$ воды.

Законсервированные пробы можно хранить в холодильнике до 20 сут, экстракты - в хорошо закрытой посуде до 3 мес. При экстракции пробу воды используют целиком и обязательно ополаскивают стенки склянки, в которой хранилась проба, растворителем-экстрагентом.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Подготовка реактивов

6.1.1 Оксид алюминия

Сорбент просеивают через сито (4.1.24) и используют мелкую фракцию. Хранят в эксикаторе в колбе с притертой пробкой. Перед употреблением прокаливают при 600 °С в течение 4 часов. При хранении в эксикаторе в колбе с притертой пробкой оксид алюминия пригоден к использованию в течение 1 мес.

6.1.2 Четыреххлористый углерод

Проверяют чистоту каждой партии растворителя, выполняя измерение содержания соединений, поглощающих в ИК-области, в соответствии с 7.5 и используя для сравнения очищенный CCl_4. Если содержание этих соединений превышает 0,01 $мг/см^3$, выполняют очистку растворителя следующим образом.

В делительную воронку вместимостью 1 $дм^3$ помещают 0,4 $дм^3$ CCl_4, добавляют 0,5 $дм^3$ дистиллированной воды и встряхивают в

течение 1 мин. Слой CCl_4 сливают в колбу. Процедуру повторяют с новой порцией дистиллированной воды.

К промытому CCl_4добавляют около 10 г безводного сульфата натрия и, периодически перемешивая, выдерживают 10-15 мин. Обезвоженный CCl_4 декантируют в перегонную колбу и перегоняют, отбирая отдельно первые 50-60 $см^3$, основную фракцию ($t_{кип}$ =76,7-76,8 °С) и оставляя в перегонной колбе около 50 $см^3$ CCl_4.

6.1.3 Хлороформ.

Проверяют чистоту каждой партии хлороформа, выполняя измерение содержания соединений, поглощающих в ИК-области, в соответствии с 7.5.

Для проверки наличия примесей, поглощающих в ИК-области, 30 $см^3$ хлороформа помещают в стаканчик и упаривают при комнатной температуре под током воздуха досуха (в вытяжном шкафу!). Остаток растворяют в очищенном CCl_4 и измеряют интенсивность поглощения в ИК-области спектра.

Если содержание соединений, поглощающих в ИК-области превышает 0,01 $мг/см^3$, выполняют перегонку хлороформа, собирая фракцию с $t_{кип}$ = 61,2 °С в соответствии с 6.1.2. Хранят в склянке из темного стекла не более 1 мес.

6.1.4 н-Гексан.

Проверяют чистоту каждой партии н-гексана, выполняя измерение содержания соединений, поглощающих в ИК-области, аналогично хлороформу (6.1.3). При недостаточной чистоте н-гексан перегоняют, собирая фракцию с $t_{кип}$ =68,8-68,9 °С в соответствии с 6.1.2.

6.1.5 Сульфат натрия безводный.

Перед употреблением прокаливают при 400 °С в течение 8 ч. Хранят в эксикаторе.

6.1.6 Дистиллированная вода, очищенная четыреххлористым углеродом.

Экстрагируют в делительной воронке пробу воды четыреххлористым углеродом из расчета 20 см CCl_4 на 1 $дм^3$ воды.

6.1.7 Тристеарат.

Тристеарат дополнительно очищают хроматографически следующим образом: 40-50 мг вещества, растворенного в 0,1-0,2 $см^3$, наносят

на 4-5 сплошных хроматографических пластинки (по 0,02-0,03 $см^3$ на каждую) и разделяют в хроматографической камере в системе растворителей в соответствии с разделом 7. Тристеарат, обнаруженный в виде коричневой полосы на пластинке при проявлении в парах иода (R_f =0,45-0,55), после испарения последнего элюируют с пластинок четыреххлористым углеродом. Растворитель удаляют под тягой. Очищенный таким образом тристеарат используют для приготовления градуировочного раствора.

6.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из очищенного трестеарата в соответствии с 6.2.1-6.2.2. Перед выполнением этой процедуры тристеарат и четыреххлористый углерод выдерживают в помещении с температурой 20 ±2 °С не менее 2 ч.

6.2.1 Основной раствор тристеарата с массовой концентрацией 1,00 $мг/см^3$

25,0 мг очищенного тристеарата (6.1.7) взвешивают на аналитических весах, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, растворяют в четыреххлористом углероде, доводят до метки и перемешивают.

6.2.2. Рабочий градуировочный раствор тристеарата с массовой концентрацией 0,060 $мг/см^3$

Градуированной пипеткой вместимостью 5 $см^3$ отбирают 3,0 $см^3$ основного раствора тристеарата (6.2.1) в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Доводят объем раствора до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Рабочий градуировочный раствор концентрацией 0,060 $мг/см^3$ используют для установления градуировочных зависимостей (градуировки) при измерении с помощью анализаторов АН-1, АН-2, КН-1.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 3 % относительно приписанного значения массовой концентрации тристеарата.

В случае использования ИК-фотометров других типов градуировочные растворы готовят в соответствии с инструкцией по градуировке данного прибора.

6.3 Подготовка и градуировка ИК-фотометра

Подготовку ИК-фотометра к работе и его градуировку осуществляют в соответствии с инструкцией по эксплуатации используемого прибора.

6.4 Подготовка хроматографической пластинки

На чисто вымытую хромовой смесью и высушенную стеклянную пластинку (4.1.22) насыпают немного оксида алюминия (6.1.1) и с помощью специального приспособления - валика - наносят 6 полос сорбента шириной 1,0 см и толщиной 0,1 см. Избыток оксида алюминия между полосами и по краям пластинки счищают скальпелем.

6.5 Приготовление подвижной фазы

В мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 50 $см^3$ добавляют 35 $см^3$ гексана, 15 $см^3$ четыреххлористого углерода, 1 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и тщательно перемешивают. Смесь готовят перед проведением хроматографирования и используют в течение одного рабочего дня.

7 Выполнение измерений

7.1 Определение жиров в холостой пробе

Определение массовой концентрации жиров в холостой пробе выполняют одновременно с анализом серии проб воды. Для этого берут 0,5-1,0 $дм^3$ очищенной дистиллированной воды (6.1.6) и обрабатывают ее, согласно 7.2-7.4. При высокой величине холостого определения (более 0,1 $мг/дм^3$) выполняют его повторно и, в случае

необходимости, выявляют и устраняют причину загрязнения холостой пробы.

7.2 Экстракция

Пробу воды из транспортной склянки целиком переносят в делительную воронку соответствующей вместимости. В склянку приливают хлороформ с таким расчетом, чтобы его объем вместе с использованным для консервации пробы растворителем составил 10-15 $см^3$. Тщательно ополаскивают растворителем стенки склянки, в которой находилась проба, и переносят его в делительную воронку. Выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин. После расслоения фаз нижний слой (экстракт) сливают в колбу с притертой пробкой вместимостью 50 $см^3$. Оставшуюся в делительной воронке пробу воды повторно экстрагируют 10-15 $см^3$ хлороформа. Экстракты сливают в ту же колбу и подвергают обработке, как описано в 7.3, или оставляют на хранение в холодильнике. После отделения экстракта измеряют объем пробы воды в воронке мерным цилиндром.

7.3 Тонкослойная хроматография

Экстракты обезвоживают сульфатом натрия, добавляя его в колбу небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой или встряхиванием.

Добавление сульфата натрия прекращают после полного исчезновения эмульсии.

Обезвоженный экстракт переносят в стакан вместимостью 50 $см^3$, ополаскивают стенки колбы с сульфатом натрия небольшими порциями растворителя, которые присоединяют к основной порции экстракта. Экстракт оставляют в вытяжном шкафу при комнатной температуре для упаривания до объема около 2 $см^3$. Количественно переносят экстракт в стаканчик вместимостью 5-10 $см^3$, обмывая стенки хлороформом и оставляют до полного упаривания. Остаток растворяют в 0,2 $см^3$ хлороформа, ополаскивая им стенки стаканчика.

Подвижную фазу, приготовленную в соответствии с 6.5, наливают

в хроматографическую камеру и оставляют не менее, чем на 10 мин до начала хроматографирования пластинки для насыщения камеры парами подвижной фазы. Сконцентрированную пробу с помощью пипетки вместимостью 0,1 $см^3$ или капилляра малыми порциями (0,01-0,02 $см^3$) наносят на полосу с оксидом алюминия на расстоянии 6-7 мм от края хроматографической пластинки в виде пятна диаметром не более 2 мм. Пластинку помещают в хроматографическую камеру под углом около 20 °.

Через 3-5 мин, когда фронт подвижной фазы достигнет верхнего края сорбента, пластинку вынимают и после испарения растворителя помещают в другую камеру (4.1.21), предварительно насыщенную парами иода в течение 10 мин. Жиры на пластинке образуют коричневые пятна, имеющие величину R_f =0,45-0,55. Границы этих пятен отмечают скальпелем.

7.4 Элюирование

Отмеченный участок сорбента после исчезновения паров иода с помощью скальпеля счищают в воронку с бумажным фильтром и с помощью пипетки вместимостью 5 $см^3$ элюируют жиры небольшими (по 2-2,5 $см^3$) порциями CCl_4 в пробирку с притертой пробкой. Общий объем элюата доводят до 10 $см^3$.

7.5 Измерение

Помещают элюаты в кювету ИК-фотометра и производят измерение концентрации жиров, используя для сравнения CCl_4, очищенный в соответствии с 6.1.2.

При использовании анализаторов АН-1, АН-2, КН-1 измеряют концентрации жиров в элюате, считывая показания прибора. Если концентрация превышает величину 0,06 мг/см (60 мг/дм), разбавляют элюат четыреххлористым углеродом и повторяют измерение.

В случае применения ИК-фотометров других типов выполняют измерение концентрации жиров в элюате в соответствии с инструкцией по эксплуатации данного прибора.

Если конструкцией ИК-фотометра предусмотрена компенсация показаний холостого опыта, допускается выполнение измерений относительно холостой пробы с соответствующей компенсацией.

8 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию жиров в пробе анализируемой воды или холостой пробе (C_x, мг/дм^3), рассчитывают по формуле

$$C_x \frac{C V_1}{V}, \quad (1)$$

где C - концентрация жиров в элюате по показаниям прибора или градуировочной зависимости, мг/см^3;

V_1 - объём элюата, см^3;

V - объём пробы воды, дм^3.

За результат измерения принимают разность массовых концентраций жиров в анализируемой и холостой пробах.

Если проводилось разбавление элюата, результат определения умножают на степень разбавления.

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_x \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \quad (P = 0,95), \quad (2)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации жиров (таблица).

Численное значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

9 Контроль погрешности измерений

9.1 Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости проводят по результатам определения жиров в повторных рабочих пробах воды. Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа соответствуют условиям проведения контрольных определений.

Для проведения контроля отбирают основную и две контрольные пробы и консервируют их в соответствии с разделом 5. Выполняют определение жиров в основной и одной из контрольных проб. Интервал между анализом основной и контрольной пробы должен составлять 1-3 сут.

Результат контроля признают удовлетворительным, если расхождение основного (C_{x1}) и контрольного (C_{x2}) определения не превышает норматива контроля D:

$$| C_{x1} - C_{x2} | \le D \qquad (3)$$

Норматив контроля рассчитывают по формуле

$$D = 2{,}77\ \sigma(\mathring{\Delta}) \qquad (P=0{,}95), \qquad (4)$$

где $\sigma(\mathring{\Delta})$ - характеристика случайной составляющей погрешности для концентрации жиров, рассчитанной по формуле $(C_{x1} + C_{x2})/2$ (таблица).

При превышении норматива повторяют определение с использованием второй контрольной пробы. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

9.2 Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок. Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны.

Для выполнения контроля определяют концентрацию жиров в пробе без добавки ($C_х$) и в пробе с известной добавкой тристеарата ($C_{хд}$).

Добавка ($C_д$) к пробе должна составлять не более 100 % от содержания жиров в пробе. При отсутствии жиров в пробе добавка должна быть равна удвоенной минимально определяемой концентрации. Пробу с добавкой анализируют одновременно с рабочими пробами.

Результат контроля признают удовлетворительным, если:

$$|C_{хд} - C_х - C_д| \le K_п \qquad (5)$$

Норматив контроля ($K_п$) рассчитывают по формуле

$$K_п = \Delta_c + 2{,}77\ \sigma\left(\mathring{\Delta}\right) \quad (P=0{,}95), \qquad (6)$$

где Δ_c и $\sigma\left(\mathring{\Delta}\right)$ - характеристики систематической и случайной составляющих погрешности определения концентрации жиров в пробе без добавки $C_х$ (таблица).

При превышении норматива повторяют определение с использованием другой пробы. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

10 Требования безопасности

10.1 При выполнении измерений массовой концентрации жиров в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в "Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета". -Л.: Гидрометеоиздат, 1983, или в "Типовой инструкции по технике безопасности для гидрохимических лабораторий служб Роскомвода", М., 1995.

10.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся ко 2, 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

10.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

10.4 Определение следует проводить при наличии вытяжной вентиляции. Оператор, выполняющий определение, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности при работе с хлороформом и другими органическими растворителями, используемыми в анализе.

11 Требования к квалификации операторов

К выполнению определений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее 3 лет, освоившие методику выполнения измерений.

12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов в расчете на 100 определений требуется 5,0 чел-ч.

На установление градуировочной зависимости - 1,0 чел-ч.

На анализ единичной пробы - 3,0 чел.-ч.

На анализ серии из 6 проб - 8,0 чел.-ч.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 504
о метрологической аттестации

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации жиров в водах ИК-фотометрическим методом

ОСНОВАНА на выделении жиров из воды экстракцией хлороформом, концентрировании и хроматографическом разделении экстракта в тонком слое оксида алюминия в системе подвижных растворителей гексан-четыреххлористый углерод-ледяная уксусная кислота. Жиры, образующие хроматографическую зону, имеющую величину R_f, равную 0,45-0,55, элюируют с пластинки четыреххлористым углеродом и количественно определяют по интенсивности поглощения С-Н связей метиленовых ($-CH_2-$) и метильных ($-CH_3$) групп в инфракрасной области спектра (λ=2926 $см^{-1}$ или 3,42 мкм).

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом.

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.504-98.

АТТЕСТОВАНА в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1995 году.

В результате аттестации МВИ установлено:

1. МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций жиров С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,10 - 0,40 св. 0,40 - 0,60	0,01+0,024 С 0,10	0,033 С 0,06	0,02+0,056 С 0,20

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 10 РД 52.24.504-98.

3. Дата выдачи: сентябрь 1997 г.

Главный метролог ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru