УТВЕРЖДАЮ
Руководитель ГЦИ СИ ВНИИР
Директор ФГУП ВНИИР
_____ Н.П. Иванов
«27» декабря 2006

РЕКОМЕНДАЦИЯ

Государственная система обеспечения единства измерений

Анализатор загрязнений сточной воды

СТОК – 101

Методика поверки

МИ 2980- 2006

Казань 2006

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНА	Федеральным государственным унитарным предприятием Всероссийским научно – исследовательским институтом (ФГУП ВНИИР)
ИСПОЛНИТЕЛИ:	Фишман И.И., к.ф-м.н., Мусин И.А., к.т.н, Сладовский А.Г., Саиткулов В.Г., д.т.н., профессор, Хуснутдинов Ш.Н., к.т.н., Саиткулов Н.О.
УТВЕРЖДЕНА	ФГУП ВНИИР 27 декабря 2005 г.
ЗАРЕГИСТРИРОВАНА	ФГУП ВНИИМС
ВВЕДЕНА ВПЕРВЫЕ	

Настоящая рекомендация не может быть полностью или частично воспроизведена, тиражирована и (или) распространена без разрешения ООО «Фирма «Мера»

Содержание

1 Область применения ……..

2 Операции и средства поверки ……

3 Требования безопасности и требования к квалификации поверителей …

4 Условия поверки и подготовка к ней……

4 Проведение поверки и обработка результатов измерений ……

6 Оформление результатов поверки……

Приложение А Методика определения содержания примесей (взвешенных веществ) в сточных водах ……..

Приложение Б Методика определения содержания (массовой концентрации) нефтепродуктов в сточных водах ……

Государственная система обеспечения единства измерений Анализаторы загрязненности сточной воды СТОК – 101 Методика поверки	МИ 2980 -2006

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая рекомендация распространяется на анализаторы сточной воды СТОК – 101 (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Межповерочный интервал: не более двух лет.

2 ОПЕРАЦИИ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1 При проведении поверки выполняют следующие операции:

- внешний осмотр (5.1);
- опробование (5.2);
- определение метрологических характеристик (5.3).

2.2 При проведении поверки применяют следующие средства измерений, оборудование и реактивы:

- аттестованные пробы сточной воды (приложения А и Б);
- фотометр КФК – 3, диапазон измерений 315 … 990 нм, с погрешностью ± 3 нм или спектрофотометр СФ – 46, диапазон измерений 190 … 1100 нм, с погрешностью ± 1 %;
- весы аналитические высшей точности по ГОСТ 24104;
- посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770:
  - колбы мерные на 50, 100, 1000 мл;
  - мерные цилиндры;
  - пипетки на 1, 2, 5, 10, 20 мл;

- делительные воронки;

- колба Бунзена по ГОСТ 25336;

- воронки стеклянные по ГОСТ 8613;

- бумажные фильтры по ТУ 6 – 09 – 1678 – 77 или фильтровальная бумага по ГОСТ 12026;

- фильтрационные мембраны Владипор марки МФА – МА № 9 по ТУ 6 – 05 – 1903 – 81 с размерами пор 0,851 … 0,95 мкм$

- гексан (ч) по ТУ 6 – 09 – 3376 – 78;

- хлористый кальций по ТУ 6-09-5077.

2.3 Все применяемые средства измерений имеют действующие свидетельства о поверке.

3 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЕЙ

3.1 При проведении поверки соблюдают правила электробезопасности согласно ГОСТ 12.1.019 и руководства по эксплуатации анализатора.

3.2 Организацию обучения безопасности труда поверителей проводят согласно ГОСТ 12.0.004.

3.3 К проведению измерений при поверке допускают лиц:

- имеющих опыт работы с анализатором;

- прошедших обучение и аттестованных в качестве поверителя в области физико – химических измерений;

- изучивших руководства по эксплуатации поверяемого анализатора и средств поверки и настоящую рекомендацию.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20±10)°С;

- относительная влажность воздуха от 30 до 80%;

- атмосферное давление от 84 до 107 кПа;

- напряжение в сети (220 ± 10) В.

4.2 Подготовку анализатора к поверке осуществляют в соответствии с эксплуатационной документацией.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают соответствие анализатора следующим требованиям:

- на наружных поверхностях отсутствуют дефекты, влияющие на его работу;

- маркировка четкая и соответствует эксплуатационной документации;

- комплектность анализатора соответствует эксплуатационной документации.

5.2 Опробование

5.2.1 Датчик анализатора устанавливают в имитатор СТОК – 101. Включают питание анализатора и через 1 мин проводят первый отсчет показаний анализатора, а затем еще девять отсчетов .

Вычисляют среднее значение по формуле

$$П = \frac{\sum П_i}{n},$$

где $П_i$ – показания анализатора, мг/л;

n – количество измерений.

5.2.2 Измеряют продолжительность, в мин, десяти измерений t_{10}, вычисляют цикл измерений по формуле

$$Ц = \frac{t_{10}}{10}, \text{ мин.}$$

Результаты измерений считаются положительными, если значение П находится в пределах от 40 до 60 мг/л, а цикл измерений Ц не превышает 1 мин.

5.3 Определение метрологических характеристик

5.3.1 Для определения погрешности одновременно с проведением измерений и регистрацией их результатов анализатором отбирают пробы сточной воды в стеклянные бутылки по 10 проб для определения содержания:

примесей;

нефтепродуктов.

5.3.2 Определяют содержания примесей $X_п$ в соответствии с приложением А и нефтепродуктов $X_н$ – приложением Б.

5.3.3 Рассчитывают разность между суммарным определением содержания загрязнений по $X_{сумм}$, в мг/л, равную сумме показаний $X_п$ и $X_н$, и показанием анализатора П, в мг/л :

$$П_1 - X_{1сумм} = Δ_1,$$

$$\ldots\ldots\ldots\ldots,$$

$$П_i - X_{iсумм} = Δ_i,$$

$$\ldots\ldots\ldots\ldots,$$

$$П_{10} - X_{10сумм} = Δ_{10}.$$

5.3.4 Рассчитывают СКО анализатора в абсолютной и относительной форме:

$$СКО_{анал} = \sqrt{\frac{\sum(\Delta_i - \overline{\Delta})^2}{9}}, \text{ мг/л;}$$

$$СКО_{анал} = \frac{СКО_{анал}, мг/л}{\sum \frac{П_i}{100}} * 100, \%.$$

5.3.5 Рассчитывают систематическую погрешность анализатора в абсолютной и относительной форме :

$$\Delta_{сист}^{анал} = \frac{\sum \Delta_i}{10}, \text{ мг/л},$$

$$\Delta_{сист}^{анал} = \frac{\Delta_{сист}^{анал}}{\sum \frac{П_i}{10}}, \%.$$

5.3.6 Рассчитывают СКО определения содержания примесей ($СКО_п$) и нефтепродуктов ($СКО_н$) в абсолютной и относительной форме:

$$СКО_п = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \overline{X})^2}{9}}, \text{ мг/л}; \qquad СКО_н = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \overline{X})^2}{9}}, \text{ мг/л};$$

$$СКО_п = \frac{СКО_п, мг/л}{\sum \frac{П_i}{10}}, \%; \qquad СКО_н = \frac{СКОн, мг/л}{\sum \frac{П_i}{10}}, \%.$$

5.3.7 Рассчитывают систематические погрешности определения содержания загрязнений:

$$\Delta_{сист\ н} = \Delta_н - t*СКО_н;$$

$$\Delta_{сист\ п} = \Delta_п - t*СКОп,$$

где $\Delta_п$, $\Delta_н$ – погрешности методик определения содержания примесей и нефтепродуктов по приложениям А и Б..

5.3.8 Рассчитывают общую систематическую погрешность :

$$\Delta_{сист}^{общ} = 1{,}1\sqrt{\Delta_{систп}^{\ 2} + \Delta_{систп}^{н\ 2} + \Delta_{сист}^{анал\ 2}}.$$

5.3.9 Рассчитывают погрешность анализатора :

$$\Delta_{анал} = \Delta_{сист}^{общ} + t * СКО_{анал}.$$

5.3.10 Анализатор считают годным, если $\Delta_{анал}$ не превышает 15 %.

5.3.11 Протокол поверки ведут при необходимости и оформляют в произвольной форме.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Анализатор, прошедший поверку с положительными результатами, признают годным к применению. На него выдают свидетельство о поверке согласно ПР 50.2.006.

6.2 Анализатор, прошедший поверку с отрицательными результатами, к применению не допускают. На него выдают извещение о непригодности и изъятии из эксплуатации с указанием причин согласно ПР 50.2.006. Свидетельство о предыдущей поверке аннулируют.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПРИМЕСЕЙ (ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ) В СТОЧНЫХ ВОДАХ

А.1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящее приложение распространяется на содержание примесей (взвешенных веществ) в сточных водах и устанавливает методику его определения.

Методика разработана на основе ПНДФ 14.1:2.110 и аттестована ФГУП УНИИМ Ростехрегулирования.

А.2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Гравиметрический метод определения взвешенных веществ основан на выделении их из пробы фильтрованием воды через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм или бумажный фильтр "синяя лента" и взвешивании осадка на фильтре после высушивания его до постоянной массы.

А.3 НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Гормы погрешности измерений установлены ГОСТ 27384.

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице А.1.

Таблица А.1

Диапазон определяемых содержаний, мг/дм^3	Доверительная погрешность, Δ, мг/дм^3, (P=0,95)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, (P=0,95; m=2)
От 2 до 10	1	1,4
От 10 до 50	2	2,8
Св. 50	5	7,0

А.4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ. МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

А.4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы:

Весы лабораторные, 2 класса точности по ГОСТ 24104.

Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

Устройство для фильтрования проб под вакуумом с использованием мембранных фильтров.

Цилиндры мерные 1(3)-500 и 1(3)-1000 по ГОСТ 1770.

Воронки лабораторные В-56-80 ХС и В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-2-500-40 ТХС и Кн-2-1000-42 по ГОСТ 25336.

Стаканы химические В-1-500 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) СН-45/13 и СН-60/14 по ГОСТ 25336.

Чашки биологические (Петри) ЧБН-1-100 по ГОСТ 25336.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Пинцет.

Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм любого типа диаметром не более 6 см, устойчивые к нагреванию при 110°С или фильтры бумажные обезволенные "синяя лента" диаметром не более 11 см по ТУ 6-09-1678.

Соляная кислота по ГОСТ 3118.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная.

А.4.2 Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования (в том числе импортных) с характеристиками не хуже указанных в А.4.1.

А.5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений соблюдают требования:

- техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.103.

- электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;

- пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004. В помещении имеются средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

А.6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений допускают операторов, владеющий техникой гравиметрического анализа и обученных безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

А.7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха (22±6) °С,

атмосферное давление (84 … 106) кПа,

относительная влажность (80±5)%,

частота переменного тока (50±1) Гц,

напряжение в сети (220±10) В.

А.8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

А.8.1 Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты 1:1, а затем дистиллированной водой.

При отборе пробы исключают попадание в нее масляной или жировой поверхностной пленки.

А.8.2 Пробу воды отбирают в стеклянную посуду. Использование полиэтиленовой посуды допускается, если анализ пробы будет выполнен в тот же день.

Объем отбираемой пробы: не менее 1000 $см^3$ при содержании взвешенных веществ не более 50 $мг/дм^3$ и не менее 500 $см^3$ при содержании взвешенных веществ более 50 $мг/дм^3$.

А.8.3 Пробы анализируют не позже, чем через 6 ч после отбора или хранят в холодильнике при температуре не более 5°С не более 7 дней.

А.8.4 При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

-цель анализа, предполагаемые загрязнители;

-место, время отбора;

-номер пробы;

-должность и фамилию оператора, отбирающего пробу, дату.

А.9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

А.9.1 Подготовка мембранных фильтров

Фильтры кипятят в дистиллированной воде 5 … 10 мин. Кипячение проводят 3 раза, сливая после каждого раза воду и заменяя ее свежей. Затем фильтры помещают в чашки Петри и сушат в сушильном шкафу при 105°С в течение часа. Чистые фильтры хранят в закрытых чашках Петри.

Перед использованием фильтр маркируют мягким карандашом, с помощью пинцета помещают в маркированный бюкс, сушат при 105°С в течение часа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают закрытый бюкс с фильтром на аналитических весах.

А.9.2 Подготовка бумажных фильтров

Бумажные обезволенные фильтры «синяя лента" маркируют, складывают, помещают в воронки и промывают 100 … 150 $см^3$ дистиллированной воды. Затем пинцетом вынимают фильтр из воронки, помещают в сложенном виде в маркированный бюкс и высушивают в сушильном шкафу при 105°С в течение часа. Затем охлаждают бюксы с фильтрами в эксикаторе и, закрыв их крышками, взвешивают на аналитических весах. Повторяют процедуру сушки до тех пор, пока разница между взвешиваниями составит не более 0,5 мг.

А.9.3 Приготовление раствора соляной кислоты

30 $см^3$ соляной кислоты смешивают с 170 $см^3$ дистиллированной воды.

А.10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

А.10.1 Определение содержания взвешенных веществ с использованием мембранного фильтра

Подготовленный и взвешенный мембранный фильтр закрепляют в устройстве для фильтрования и пропускают тщательно перемешанный отмеренный объем воды. Последний зависит от количества взвешенных веществ. Масса осадка взвешенных веществ на фильтре: не менее 2 мг и не более 200 мг. Приставший к стенкам воронки для фильтрования осадок смывают на мембранный фильтр порцией фильтрата.

По окончании фильтрования фильтр с осадком дважды промывают дистиллированной водой порциями по 10 $см^3$, извлекают пинцетом из устройства для фильтрования, помещают в тот же бюкс, подсушивают сначала на воздухе, а затем в сушильном шкафу при 105°С в течение часа, после чего взвешивают. Повторяют процедуру сушки до тех пор, пока разница между взвешиваниями составит не более 0,5 мг при массе осадка 50 мг и 1 мг при массе осадка более 50 мг.

А.10.2 Определение взвешенных веществ с использованием бумажного фильтра

Взвешенный бумажный фильтр помещают в воронку, смачивают небольшим количеством дистиллированной воды для хорошего прилипания и фильтруют отмеренный объем тщательно перемешанной воды (см. А.10.1).

По окончании фильтрования дают воде полностью стечь, затем фильтр с осадком трижды промывают дистиллированной водой порциями по 10 $см^3$, осторожно вынимают пинцетом и помещают в тот же бюкс, в котором его взвешивали до фильтрования. Фильтр высушивают 2 ч при температуре 105° С, охлаждают в эксикаторе и, закрыв бюкс крышкой, взвешивают. Повторяют процедуру сушки, пока разница между взвешиваниями составит не более 0,5 мг при массе осадка 50 мг и 1 мг при массе осадка более 50 мг.

А.11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание взвешенных веществ в анализируемой пробе воды $X_п$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_п = \frac{(m_2 - m_1)1000}{V}, \qquad (А.1)$$

где m_2 - масса бюкса с мембранным или бумажным фильтром с осадком взвешенных веществ, г;

m_1 - масса бюкса с мембранным или бумажным фильтром без осадка, г;

V - объем профильтрованной пробы воды, дм^3.

А.12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат измерений представляют в следующем виде :

$$X_п = \pm\Delta, \text{ мг/дм}^3; P=0,95, \qquad (А.2)$$

где Δ - доверительная погрешность измерений содержания взвешенных веществ (таблица А.1).

Численные значения результата измерений оканчивают цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

А.13 КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Образцами для оперативного контроля воспроизводимости выбирают представительные пробы сточных вод. Одновременно отбирают две пробы, объем которых равен объему, необходимому для проведения измерений, и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата измерений, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. В работе участвуют два оператора. Разность результатов измерений: не более норматива оперативного контроля воспроизводимости D, указанного в таблице А.1.

$$|X_1 - X_2| < D, \qquad (A.3)$$

где X_1, X_2 - результаты измерений, полученные двумя операторами с использованием разных наборов мерной посуда и партий реактивов, в том числе в другой лаборатории, мг/дм^3;

D - допускаемое расхождение между результатами измерений.

Значение D определяют по формуле

$$X=(X_1+ X_2)/2. \qquad (A.4)$$

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

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ (МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ) НЕФТЕПРОДУКТОВ В СТОЧНЫХ ВОДАХ

Б.1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящее приложение распространяется на содержание (массовую концентрацию) нефтепродуктов в сточных водах и устанавливает методику его определения.

Методика разработана на основе ПНДФ 14.1:2.116 и аттестована ФГУП УНИИМ Ростехрегулирования.

Б.2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод определения массовой концентрации нефтепродуктов основан на извлечении нефтепродуктов из анализируемых вод органическим растворителем, отделении от других органических веществ колоночной хроматографией на оксиде алюминия и количественном определении гравиметрическим методом.

Б.3 НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Нормы погрешности измерений установлены ГОСТ 27384.

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Диапазон определяемых содержаний, мг/дм^3	Наименование метрологической характеристики		
	Доверительная погрешность, δ, %, (P=0.95)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости D, % (P = 0,95;m=2)	Норматив оперативного контроля сходимости d, % (P = 0,95; n=2)
От 0,3 до 0,5	50	69	53
Свыше 0,5 до 50	25	35	26
Свыше 50	10	14	11

Б.4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ. МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Б.4.1 При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, оборудование, материалы и реактивы:

Весы лабораторные, 2 класса точности по ГОСТ 24104.

Вентилятор комнатный типа ВН10-УЧ по ГОСТ 7402.

Термометр КШ-14/23 по ТУ 25-2021.007-88.

Колбы конические К-250-ТХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХПТ или ХШ по ГОСТ 25336.

Колба КН-500 (Эрленмейера) по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-3-1000;ВД-3-2000 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1-1000 по ГОСТ 1770.

Мензурка 100 по ГОСТ 1770.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Стакан НН-50; 100 по ГОСТ 19908.

Колбы 2-25-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки мерные с делениями 0,1 $см^3$:

4(5)-2-1(2),

6(7)-1-5(10),

3-1-50 по ГОСТ 20292.

Бутыли из стекла с притертыми пробками вместимостью 2000 … 3000 $см^3$ для отбора и хранения проб.

Колонка с оксидом алюминия.

Гексан по ТУ 6-09-3375

Углерод четыреххлористый по ГОСТ 20288

Хлороформ по ТУ 6-09-800

Алюминия оксид по ТУ 6-09-3916

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166

Кислота соляная по ГОСТ 3118

Кислота серная по ГОСТ 4204

Все реактивы квалификации не ниже х.ч.

Б.4.2 Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования (в том числе импортных) с характеристиками не хуже указанных в Б.4.1.

Б.5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При выполнении измерений соблюдают требования:

- техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.103;

- электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019;

- пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004. В помещении имеются средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Б.6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений допускают операторов, владеющих техникой гравиметрического метода анализа и обученных безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

Б.7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха (20±5) °С,

атмосферное давление (84 … 106) кПа,

относительная влажность (80±5) %,

частота переменного тока (50±1) Гц,

напряжение сети (220±10) В.

Б.8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Б.8.1 Пробу воды отбирают в стеклянную емкость с притертой пробкой. Если определение содержания нефтепродуктов в день отбора невозможно, то

пробы консервируют 2 … 4 $см^3$ экстрагента (четыреххлористый углерод, хлороформ) на 1 $дм^3$ воды. Срок хранения законсервированной пробы: не более двух недель.

Объем пробы (при концентрации нефтепродуктов 0,3 … 3,0 $мг/дм^3$): не менее 3,5 $мг/дм^3$.

Б.8.2 При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность и фамилию оператора, отбирающего пробу, дату.

Б.9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

В колонку с оксидом алюминия (стеклянную трубку длиной 10 см и диаметром 0,7 … 1,0 см с оттянутым нижним концом до диаметра 0,1 см) помещают стеклянную вату слоем 0,5 см, затем 2 … 3 см слоя оксида алюминия (приблизительно 1 г) и снова стеклянную вату. Оксид алюминия в колонке меняют после каждой пробы.

Б.10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Б.10. 1 Определение концентрации нефтепродуктов 0,3 … 3,0 $мг/дм^3$

Б.10.1.1 Пробу воды объемом 3 … 3,5 $дм^3$ подкисляют соляной кислотой плотностью 1,19 $г/см^3$ до $pH< 5$. Затем приливают 150 $см^3$ хлороформа или четыреххлористого углерода, погружают мешалку так, чтобы её лопасти были в воде на 50 мм выше границы слоев воды и растворителя и перемешивают в течение 10 мин.

Затем переносят большую часть водного слоя в другой сосуд такой же вместимости, а оставшийся водный слой и слой хлороформа помещают в делительную воронку вместимостью 500 … 700 $см^3$. Через 15 мин сливают нижний слой хлороформа в коническую колбу (Эрленмейера) вместимостью 500 $см^3$,

стараясь не захватить ни воды, ни промежуточного слоя эмульсии. Переливают водный раствор из второго сосуда снова в первый, туда же переносят оставшийся в делительной воронке водный слой с эмульсией, добавляют вторую порцию хлороформа 150 $см^3$ и снова перемешивают мешалкой в течение 5 … 7 мин. Снова сливают большую часть водного слоя, остаток переносят в ту же делительную воронку. Через 15 мин отделяют второй экстракт и присоединяют его к первому, не захватывая при этом водного слоя. Затем небольшим количеством хлороформа (около 50 $см^3$) обмывают стенки сосуда, в котором проба находилась до экстракции, переносят в ту же делительную воронку, взбалтывают, дают некоторое время отстояться и присоединяют слой хлороформа к первым двум экстрактам.

Экстракцию хлороформом можно также проводить следующим способом: в делительную воронку, вместимостью 1… 2 $дм^3$ помещают 3 раза по 1 $дм^3$ исследуемой воды и последовательно взбалтывают с двумя порциями по 20 $см^3$ хлороформа. Экстракты соединяют и прибавляют к ним 50 $см^3$ хлороформенного раствора, полученного при ополаскивании сосуда, где хранили пробу.

Примечание - Склянку, в которой находили пробу, ополаскивают растворителем, который используют для экстракции.

Б.10.1.2 Колбу с экстрактом присоединяют к холодильнику, помещают её в кипящую водяную баню или ставят на горячую закрытую плитку и отгоняют хлороформ до тех пор, пока в колбе не останется 10 … 20 $см^3$ раствора. Дают колбе остыть и разбирают прибор. Остатки хлороформа удаляют при комнатной температуре. Предварительно взвешенный бюкс (с крышкой) помещают в вытяжном шкафу на расстоянии 25 … 35 см от обычного комнатного вентилятора, снимают крышку, заполняют бюкс на три четверти полученным экстрактом, включают вентилятор. По мере испарения экстракт подливают в бюкс, пока не перенесут полностью. Колбу из-под экстракта обмывают небольшой порцией хлороформа и переносят в тот же бюкс. Когда в бюксе останется менее 0,5 $см^3$

хлороформенного раствора, выключают вентилятор и продолжают испарение на воздухе, взвешивая бюкс каждые 2 мин. Перед взвешиванием его закрывают крышкой и вновь снимают крышку для дальнейшего испарения. Когда масса перестанет изменяться, испарение заканчивают. Разность между массой бюкса с остатком после удаления хлороформа и массой пустого бюкса определяет общее содержание экстрагируемых хлороформом веществ.

Б.10.1.3 Остаток после отгонки хлороформа растворяют в 1 … 2 $см^3$ предварительно высушенного сульфатом натрия н-гексана или петролейного эфира, полученный раствор вместе с частицами нерастворившегося остатка, если такие окажутся, переносят в колонку с оксидом алюминия, под которую подставляют чистую сухую колбу. Бюкс несколько раз обмывают маленькими порциями н-гексана, переносят каждую порцию в колонку с оксидом алюминия. Колонку также промывают несколькими порциями н-гексана (всего 40… 45 $см^3$), собирая их в ту же колбу. При этом не допускают снижения уровня н-гексана в колонке ниже верхней границы слоя оксида алюминия.

Из полученного раствора нефтепродуктов в н-гексане, свободном от полярных соединении, удаляют н-гексан, испаряя его из бюкса при комнатной температуре вентилятором так же, как удаляли раньше хлороформ. Разность между массой бюкса с остатком после удаления н-гексана и массой пустого бюкса определяет содержание нефтепродуктов в использованном объеме пробы.

Б.10.2 Определение концентрации нефтепродуктов в выше 3,0 $мг/дм^3$

Определение проводят так же, как описано в Б.10.1, но только с меньшим объемом исследуемой воды. Берут для анализа 100 … 1000 $см^3$ воды, соответственно взятому объему воды уменьшают и количество применяемого для экстракции растворителя.

Б.11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию (содержание) нефтепродуктов X, $мг/дм^3$, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)1000}{V}, \qquad (Б.1)$$

где m_1 - масса бюкса с остатком после удаления гексана, мг;

m_2 - масса пустого бюкса, мг;

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

Для двух параллельных определений получают два значения концентрации X_1 и X_2 и рассчитывают среднее арифметическое:

$$X_н = \frac{X_1 - X_2}{2}. \qquad (Б.2)$$

Допускаемое расхождение между параллельными определениями вычисляют в соответствии с таблицей Б.1.

Б.12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений представляют в следующем виде:

$$Хн \pm \Delta, мг/дм^3, P = 0,95. \qquad (Б.3)$$

Перевод значений погрешности из относительной δ (%) в абсолютную Δ ($мг/дм^3$) осуществляют по формуле

$$\Delta = 0,01*\delta*X. \qquad (Б.4)$$

За результат измерений X принимают среднее арифметическое результатов параллельных определении, для которых выполнено условие:

$$(X_1 - X_2) < d, \qquad (Б.5)$$

где X_1 , X_2 - результаты параллельных измерений;

d - допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений (норматив оперативного контроля сходимости, указанный в таблице Б.1).

При превышении норматива оперативного контроля сходимости измерения повторяют. При повторном превышении норматива d выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Перевод значений d из относительных (%) в абсолютные (мг/дм^3) осуществляют по формуле

$$d = 0{,}01 * d(\%) * X. \qquad (Б.6)$$

Б.13 КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Образцами для оперативного контроля воспроизводимости выбирают представительные пробы сточных вод. Одновременно отбирают две пробы, объем которых равен объёму, необходимому для проведения измерений, и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата измерений, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. В работе участвуют два оператора. Разность результатов измерений: не более норматива оперативного контроля воспроизводимости D, указанного в таблице Б.1.

$$|X_1 - X_2| < D, \qquad (Б.7)$$

где X_1 , X_2 - результаты измерений, полученные двумя операторами с использованием разных наборов мерной посуды и партий реактивов, в том числе в другой лаборатории, мг/дм^3;

D - допускаемое расхождение между результатами измерений.

Значение D определяют по формуле

$$X = (X_1 + X_2) / 2. \qquad (Б.8)$$

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

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

$$D = 0{,}01 * D(\%) * X. \qquad (Б.9)$$

Библиография

1 ПР 50.2.006-94 ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений

2 ГОСТ 12.0.004-90 ССБТ. Организация и обучение безопасности труда. Общие положения

3 ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие трбования

4 ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

5 ГОСТ 12.4.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

6 ГОСТ 12.4.103-83 ССБТ. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты рук и ног. Классификация

7 ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

8 ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

9 ГОСТ 4166-76 Натрий сернокислый. Технические условия

10 ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия

11 ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

12 ГОСТ 7402-84 Электровентиляторы бытовые. Общие технические условия

13 ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

14 ГОСТ 12026-93 Бумага фильтрованная лабораторная. Технические условия

15 ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

16 ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

17 ГОСТ 20251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

18 ГОСТ 20252-91 (ИСО 385-2-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без времени ожидания

19 ГОСТ 20253-91 (ИСО 385-3-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 3. Бюретки с временем ожидания 30 с

20 ГОСТ 20288-74 Углерод четыреххлористый. Технические условия

21 ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

22 ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

23 ГОСТ 27384-2002 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

24 ПНДФ 14.1:2.110-97 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений содержаний взвешенных веществ и общего содержания примесей в пробах природных и очищенных сточных вод гравиметрическим методом

25 ПНДФ 14.1:2.116-97 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных и очищенных сточных вод методом колоночной хроматографии с гравиметрическим окончанием

gost.e-ecolog.ru