ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПРИБОРЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ.

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

РД 50-387—83

Цена 3 коп.

МОСКВА
ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
1983

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАНЫ Государственным комитетом СССР по стандартам

ИСПОЛНИТЕЛИ

Иванов Т. Н. (руководитель темы), **Атанов А. Н.**

ВНЕСЕНЫ Государственным комитетом СССР по стандартам

Член Госстандарта **Исаев Л. К.**

УТВЕРЖДЕНЫ И ВВЕДЕНЫ В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 февраля 1983 г. № 950

УДК 543.38 : 541.144.8

РУКОВОДЯЩИЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ

РД 50-387—83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Приборы для контроля содержания органического углерода в природных и сточных водах. Методы и средства поверки

Введены впервые

Утверждены Постановлением Госстандарта от 28 февраля 1983 г. № 950, срок введения установлен

с 01.07.84

Настоящие методические указания распространяются на приборы для контроля содержания органического углерода в природных и очищенных сточных водах, предназначенные для определения концентрации органического углерода в диапазоне от 1 до 100 мг/дм³ с основной приведенной погрешностью от ±2 до ±6% методами химической, фотохимической и комбинированной химической и фотохимической минерализации органического вещества в пробах вод и находящиеся в эксплуатации, на хранении, выпускаемые из производства и ремонта. Методические указания устанавливают методы и средства их первичной и периодической государственной и ведомственной поверок.

При проведении операции поверки отдельных и вновь разработанных приборов для контроля содержания органического углерода в водах допускается применение частных методик поверки, утвержденных в установленном порядке.

1. ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1. При проведении поверки приборов в обязательном порядке выполняют следующие операции:

внешний осмотр (п. 5.1);

опробование (п. 5.2);

определение метрологических параметров (п. 5.3);

определение основной приведенной погрешности (п. 5.3.1);

определение приведенного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности (п. 5.3.2).

© Издательство стандартов, 1983

2. СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

2.1. При проведении поверки применяют средства поверки и материалы, приведенные в табл. 1.

Таблица 1

№ п/п.	Наименование средства поверки и материала	Нормативно-техническая характеристика
1	Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
2	Серная кислота «хч»	ГОСТ 4204—77
3	Сульфат церия (IV) «ч»	МРТУ 6—09—2436—65
4	Щавелевая кислота фиксанал	ТУ 6—09—2540—72
5	Шприц медицинский	Вместимость 1 и 20 мл ТУ 64.1.378—73
6	Колба мерная	Класс точности 2, исполнение 1, вместимость 1000 и 250 мл, ГОСТ 1770—74
7	Пипетка мерная	Класс точности 2, исполнение 2, вместимость 1 и 10 мл, ГОСТ 20292—74
8	Цилиндр мерный	Исполнение 1, вместимость 25 мл, ГОСТ 1770—74
9	Воронка типа В	Исполнение 3, Ø50 мм
10	Стакан типа ВН	Вместимость 25 мл
11	Весы лабораторные, например, типа ВЛР-200 г	Вариация показаний не более ±0,2 мг, ТУ 25.06.1131—75
12	Бюретка	Класс точности 2, исполнение 2, вместимость 100 мл, ГОСТ 20292—74
13	Термостат (например, ТС-16)	Погрешность не более 0,1°С
14	Термометр лабораторный ТЛ—4	Шкала от 0 до 55°С, цена деления 0,1°С, ГОСТ 215—73

Примечание. Применяемые при поверке средства измерений должны иметь документ о поверке или поверительное клеймо. При поверке допускается использование вновь разработанных или находящихся в применении средств измерений, прошедших метрологическую аттестацию в органах Госстандарта или в ведомственных метрологических службах и удовлетворяющих по точности требованиям настоящей методики.

3. УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С . . . 20±5;
относительная влажность воздуха, % . . . от 30 до 80;
атмосферное давление, МПа . . . . . от 0,084 до 0,106;
напряжение сети, В . . . . . 220±4,4;
частота питания, Гц . . . . . 50±1;

отсутствие вибрации и ударов, влияющих на работу поверяемых приборов;
отсутствие внешних электрических и магнитных полей, влияющих на работу поверяемых приборов.

4. ПОДГОТОВКА К ПОВЕРКЕ

4.1. Перед проведением поверки проводят подготовительные работы в соответствии с НТД на поверяемые приборы.

4.2. Поверочные растворы приготавливают из фиксанала щавелевой кислоты в соответствии с приложением 1.

4.3. Раствор сульфата церия (IV) с молярной концентрацией (0,065±0,005) моль/л готовят в соответствии с методикой, приведенной в приложении 2.

5. ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1. Внешний осмотр

5.1.1. При проведении внешнего осмотра устанавливают соответствие поверяемых приборов следующим требованиям:

не допускаются вмятины корпуса и дефекты его окраски, пятна, нечеткое изображение надписей на лицевой панели;

комплектность прибора и его маркировка должны соответствовать НТД на него.

5.2. Опробование

5.2.1. Опробование поверяемого прибора производят в соответствии с НТД на него.

5.3. Определение метрологических параметров

5.3.1. Основную приведенную погрешность прибора определяют в трех точках диапазона измеряемых концентраций органического углерода (20, 50 и 80% от верхнего предела диапазона). В зависимости от поверяемого диапазона и соответственно от концентрации поверочного раствора в соответствии с табл. 2 подбирают необходимое количество вводимого раствора окислителя—сульфата четырехвалентного церия.

Таблица 2

Диапазон определяемых концентраций, мг/дм³	Концентрация поверочного раствора Сорг, мг/дм³	Объем вводимого раствора окислителя, см³, на 20 см³ пробы
1—20	1,2	0,1
	6,0	0,2
	18,0	0,6
1—100	18,0	0,6
	50,0	1,5
	80,0	2,5

Содержание органического углерода в пробе поверочного раствора при его концентрации не менее 18 мг/дм³ определяют с учетом содержания органического углерода в исходной дистиллированной воде (фоне), использовавшейся для приготовления поверочных растворов. Для учета фонового содержания органического углерода после 30 мин прогрева поверяемого прибора промытую ячейку с помощью калиброванного в соответствии с приложением 3 медицинского шприца заполняют необходимым для анализа количеством дистиллированной воды. В соответствии с НТД на прибор производят продувку пробы дистиллированной воды очищенным от CO_2 газом носителем—воздухом—до тех пор, пока из пробы не будет полностью удален растворенный углекислый газ (10—15 мин). Критерием окончания очистки пробы от CO_2 считают небольшое линейное приращение показаний интегратора прибора во времени. Затем в пробу с помощью медицинского шприца вводят 0,1 см³ раствора сульфата церия (IV) на 20 см³ пробы, после чего проводят определение концентрации органического углерода в соответствии с НТД на поверяемый прибор. Аналогичным образом проводят не менее пяти определений, после чего рассчитывают среднее арифметическое значение фоновой концентрации органического углерода.

Для определения концентрации органического углерода в пробе поверочного раствора промытую дистиллированной водой ячейку с помощью калиброванного медицинского шприца заполняют необходимым в соответствии с НТД на прибор объемом поверочного раствора соответствующей концентрации (см. табл. 2). После проведения предварительной продувки пробы водного раствора в ячейку с помощью медицинского шприца вводят необходимый в соответствии с табл. 2 объем раствора сульфата церия (IV); после чего не менее трех раз определяют концентрацию органического углерода в пробе в соответствии с НТД на прибор.

Концентрацию органического углерода в поверочном растворе C_x, мг/дм³, рассчитывают из полученных экспериментальных данных по формуле

$$\left.\begin{array}{ll} \bar{C}_x = \bar{C}_п - \bar{C}_ф & (\text{при } C_x \leqslant 18 \text{ мг/дм}^3); \\ \bar{C}_x = \bar{C}_п & (\text{при } C_x > 18 \text{ мг/дм}^3), \end{array}\right\} \quad (1)$$

где $\bar{C}_п$ — среднее арифметическое значение концентрации органического углерода в поверочном растворе, установленное при анализе поверочного раствора, мг/дм³; $\bar{C}_ф$ — среднее арифметическое значение концентраций органического углерода в фоне, установленное на основании анализов, мг/дм³.

Основную приведенную погрешность, %, рассчитывают по формуле

$$\delta = \frac{\bar{C}_x - C_д}{A} \cdot 100, \quad (2)$$

где $\bar{C}_x$ — установленное по результатам анализов среднее значение

концентрации органического углерода в поверочном растворе, мг/дм³; $C_д$ — действительное значение концентрации органического углерода в поверочном растворе, мг/дм³; A — максимальное значение диапазона измерения концентрации органического углерода, мг/дм³.

Прибор считают выдержавшим испытание, если значение основной приведенной погрешности, получаемое экспериментально, не превышает значения, указанного в паспорте прибора.

5.3.2. Приведенное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности, %, определяют по экспериментальным данным, полученным при определении основной приведенной погрешности, и рассчитывают по формуле

$$S = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^{n} (\bar{C}_п - C_i)^2}}{n-1} \cdot \frac{100}{A}, \qquad (3)$$

где $\bar{C}_п$ — среднее квадратическое значение концентрации органического углерода, рассчитанное по результатам определений содержания органического углерода для n проб поверочного раствора, мг/дм³; C_i — значение концентрации органического углерода, установленное при единичном анализе пробы поверочного раствора, мг/дм³; A — максимальное значение диапазона измерения концентрации органического углерода, мг/дм³.

Поверяемый прибор считают выдержавшим испытание, если полученное приведенное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности не превышает значения, установленного в паспорте на прибор.

6. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1. Положительные результаты государственной первичной поверки оформляют записью в паспорте, удостоверенной подписью поверителя.

6.2. Положительные результаты государственной периодической поверки оформляют выдачей свидетельства, установленной формы.

6.3. Положительные результаты ведомственной поверки оформляют в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.

6.4. Поверяемый прибор, не удовлетворяющий требованиям настоящих методических указаний, к выпуску и применению не допускают; на него выдают извещение о непригодности.

6.5. Результаты поверки заносят в протокол, форма которого приведена в справочном приложении 4.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ПОВЕРОЧНЫХ РАСТВОРОВ

Поверочные растворы готовят на основе фиксанала щавелевой кислоты.

Исходный раствор щавелевой кислоты с концентрацией 0,05 моль/дм^3 готовят согласно прилагаемой к фиксаналу инструкции.

Для приготовления поверочных растворов необходимое в соответствии с таблицей количество исходного термостатированного раствора щавелевой кислоты отбирают мерной пипеткой (для растворов № 4 и 5 бюреткой) и количественно переносят в мерную колбу номинальной вместимости 1000 мл. Колба заполняется дистиллированной водой и термостатируется при (20±0,1)°С в течение 20—30 мин, после чего содержимое колбы доводят до метки термостатированной дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

№ п/п.	Поверочный раствор с концентрацией органического углерода, мг/дм^3	Отбираемое количество исходного термостатированного раствора щавелевой кислоты, см^3
1	1,2	1,0
2	6,0	5,0
3	18,0	15,0
4	50,0	41,7
5	80,0	66,7

Поверочные растворы щавелевой кислоты должны храниться в посуде из темного стекла. Срок хранения поверочных растворов с концентрацией органического углерода 18, 50, 80 мг/дм^3 — не более 1 месяца, а поверочных растворов с концентрацией органического углерода 1,2 и 6,0 мг/дм^3 — не более 7 дней.

При строгом соблюдении всех требований настоящей методики погрешность приготовления поверочных растворов не должна превышать ±1,0%.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАСТВОРА СУЛЬФАТА ЧЕТЫРЕХВАЛЕНТНОГО ЦЕРИЯ

Для приготовления раствора сульфата церия (IV) навеску (6,56±0,50) г $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$, взвешенную на технических весах, растворяют в дистиллированной воде и переносят в мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см^3. Колбу заполняют дистиллированной водой до 4/5 объема, после чего в нее вводят 14,8 см^3 серной кислоты (d=1,82 г/см^3), отмеренные с помощью мерного цилиндра вместимостью 25 см^3. Содержимое колбы тщательно перемешивают до исчезновения желтой мути и приобретения раствором оранжевой окраски. Затем объем раствора в колбе доводят при комнатной температуре до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Приготовленный раствор может храниться в стеклянной посуде с притертой пробкой в течение 6 месяцев.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

МЕТОДИКА КАЛИБРОВКИ МЕДИЦИНСКОГО ШПРИЦА

Калибровка медицинского шприца производится весовым методом в соответствии с основными положениями ГОСТ 8.100—73.

Температура воздуха в помещении, где производят калибровку, должна быть в диапазоне от 15 до 25°С при скорости изменения ее не более ±1,0°С/ч. Температура воды и воздуха в помещении не должна различаться более чем на 0,5°С. Измерение температуры воды и воздуха производят с погрешностью не более ±0,1°С лабораторным термометром.

Медицинский шприц хорошо очищают и перед калибровкой смачивают дистиллированной водой. Шприц считается чистым, если при выливании из него дистиллированной воды последняя не собирается на внутренних стенках в виде струек, полос или капель.

Тщательно вымытый и высушенный химический стакан с номинальной вместимостью 25 $см^3$, накрытый часовым стеклом, взвешивается на аналитических весах. Шприцем отбирают пробу дистиллированной воды строго до круговой отметки, соответствующей номинальной вместимости шприца, после чего пробу осторожно выливают в химический стакан, накрывают часовым стеклом и стакан вновь взвешивают на аналитических весах.

Исходя из массы дистиллированной воды и ее температуры, после взвешивания стакана в соответствии с приложением 2 ГОСТ 8.100—73 определяют истинную вместимость медицинского шприца. Вместимость шприца определяют не менее трех раз для независимых заполнений. Если расхождения между результатами определений превышают ±0,2%, серия измерений должна быть проведена повторно.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Справочное

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

1. Поверяемый прибор **Установка лабораторная для определения органического углерода V—III.**

№_____ находящийся в эксплуатации (отремонтированный) _____ (владелец прибора, или дата ремонта и ремонтное предприятие).

2. Основные технические характеристики:

а) диапазон измерения концентрации органического углерода **от 1 до 20 мг/$дм^3$;**

б) основная приведенная погрешность **+6% от верхнего предела;**

в) приведенное среднее квадратическое отклонение случайной составляющей погрешности **±2,5% от верхнего предела.**

3. Средства поверки _____ (наименование, тип, класс точности, пределы измерения, ГОСТ ...).

4. Результаты поверки:

Наименование параметра	Допускаемое значение параметра по паспорту прибора	Найденное значение параметра	Заключение (соответствует, не соответствует)
Внешний осмотр			
Значение основной приведенной погрешности			
Значение приведенного среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности			

На основании результатов поверки выдано свидетельство (извещение о непригодности) №_____

Поверитель _____

Дата поверки «_____» _____ 19 ___ г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Приборы для контроля содержания органического углерода в природных и сточных водах. Методы и средства поверки

РД 50—387—83

Редактор *Т. Ф. Писарева*
Технический редактор *О. Н. Никитина*
Корректор *Э. В. Митяй*

Н/К

Сдано в наб. 14.04.83 Подп. в печ. 17.06.83 Т-08824 Формат 60×90¹/₁₆ Бумага газетная
Гарнитура литературная Печать высокая 0,625 усл. печ. л. 0,56 уч.-изд. л.
Тираж 1000 Зак. 2367 Изд. № 7777/4 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2367