РД 52.24.488-95

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 СУММЫ ЛЕТУЧИХ ФЕНОЛОВ В ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ОТГОНКИ С ПАРОМ

Ростов-на-Дону
1995

gost.e-ecolog.ru

Введение

Фенолы - производные бензола с одной или несколькими гидроксильными группами. Группа гидроксипроизводных бензола, объединяемая термином "летучие фенолы," включает в себя ряд соединений, перегоняющихся с водяным паром. Обычно к ним относят фенол, крезолы, ксиленолы, этилфенолы, гваякол и некоторые другие производные фенола с небольшими алкильными радикалами.

В естественных условиях фенолы образуются в процессе метаболизма водных организмов, при биохимическом распаде и трансформации органических веществ. Содержание фенолов в незагрязнен-ных поверхностных водах, как правило, не превышает 0,3 мкг/дм^3. Для сточных вод некоторых отраслей промышленности - химической, коксо- и нефтехимической, текстильной, целлюлозно-бумажной - фенольное загрязнение достаточно характерно. Эти сточные воды и являются основными источниками антропогенного поступления фенолов в водные объекты.

Фенолы являются неустойчивыми веществами, они легко окисляются и подвергаются биохимической деградации. Вследствие этого в существенных концентрациях они могут наблюдаться лишь при дефиците кислорода, а также при низких температурах. Наименее устойчивым является сам фенол, его алкильные производные более устойчивы.

Предельно-допустимая концентрация летучих фенолов в водах в пересчете на фенол составляет 1 мкг/ дм^3.

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд хим. наук (руководитель разработки), Е.В. Анистратенко

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 21.07.94 г.

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 21.06.94 протокол N 1

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1994 г. N 143

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 488

7 ВЗАМЕН РД 52.24.34-86, РД 52.24.143-94

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ СУММЫ ЛЕТУЧИХ ФЕНОЛОВ В ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПОСЛЕ ОТГОНКИ С ПАРОМ

Дата введения 01.01.95 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает фотометрическую методику выполнения измерений массовой концентрации летучих фенолов в пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод в диапазоне 2 - 30 мкг/дм^3 в пересчете на фенол. При анализе проб воды с массовой концентрацией летучих фенолов, превышающей 30 мкг/дм^3, необходимо соответствующее разбавление пробы свежепрокипяченой дистиллированной водой.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

В соответствии с ГОСТ 27384 нормы погрешности при выполнении измерений летучих фенолов в природных водах в диапазоне массовых концентраций 1 - 5 мкг/ дм^3 составляют ±50 %, свыше 5 - 20 мкг/ дм^3 - ±25 %, свыше 20 мкг/ дм^3 - ±10 %. При выполнении измерений в сточных водах нормы погрешности составляют -65 %, +100 % в диапазоне массовых концентраций 10 мкг/ дм^3 и менее, ±50 % - свыше 10 мкг/ дм^3 до 10 мг/дм^3 и ±25 % свыше 10 мг/дм^3 .

В соответствии с ГОСТ 27384 нормы погрешности при выполнении измерений летучих фенолов в природных водах в диапазоне массовых концентраций 1 - 5 мкг/ дм^3 составляют ±50 %, свыше 5 - 20 мкг/ дм^3 - ±25 %, свыше 20 мкг/ дм^3 - ±10 %.

При выполнении измерений в сточных водах нормы погрешности составляют -65 %, +100 % в диапазоне массовых концентраций 10 мкг/ дм^3 и менее, ±50 % - свыше 10 мкг/ дм^3 до 10 мг/дм^3 и ±25 % свыше 10 мг/дм^3.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций летучих фенолов, С, мкг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм^3		Характеристика погрешности, мкг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
2,0 – 22,0	0,5+0,04 С	0,5+0,05 С	1,1+0,09·С
св. 22,0 – 30,0	1,0	0,5+0,05·С	1,8+0,03·С

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией летучих фенолов свыше 30 мкг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает Δ · n, где Δ – погрешность измерения концентрации летучих фенолов в разбавленной пробе; n - степень разбавления.

3 Метод измерений

Определение основано на отгонке фенолов из подкисленной пробы воды, взаимодействии фенолов в отгоне с 4-аминоантипирином в присутствии гексацианоферрата(III) калия и экстракции окрашенного соединения хлороформом. Оптическую плотность экстракта измеряют на спектрофотометре (λ = 460 нм) или фотоэлектроколориметре (λ = 460 - 490 нм).

Мешающие влияния на определение фенолов могут оказать интенсивно окрашенные соединения кислого характера, а также сильные восстановители (например сульфиты), способные отгоняться с паром. Мешающее влияние других веществ устраняется в процессе отгонки.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

4.1.1 Фотоэлектроколориметр типа КФК-2, КФК-2мп (КФК-3) по ТУ 3.3.1766, ТУ 3.3.1860 или спектрофотометр типа СФ-46 (СФ-26).

4.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104.

4.1.3 Весы технические лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 24104 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 pH-метр типа pH-150, pH-155 по ТУ 25-7410.003, ТУ 25-7416.0171 или иономер типа Анион-210, Анион-214.

4.1.5 Термометр по ГОСТ 29224 с диапазоном 0-100 °С.

4.1.6 Шкаф сушильный общелабораторного назначения по ГОСТ 13474.

4.1.7 Плитки электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.8 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью
50 $см^3$ - 1
100 $см^3$ - 1

4.1.9 Колбы мерные или пробирки градуированные с притертой пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью 25 $см^3$ - 12

4.1.10 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227 вместимостью:
2 $см^3$ - 1
5 $см^3$ - 5

4.1.11 Пипетка с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью 5 $см^3$ - 1

4.1.12 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью: 10 $см^3$ - 3
25 $см^3$ - 1
50 $см^3$ - 2
500 $см^3$ - 2

4.1.13 Воронки делительные по ГОСТ 25336 вместимостью:
0,7-1 $дм^3$ - 6

4.1.14 Стаканы химические по ГОСТ 25336 вместимостью:
100 $см^3$ - 2
500 $см^3$ - 1
1000 $см^3$ - 1

4.1.15 Воронки лабораторные для фильтрования по ГОСТ 25336 диаметром: 3 см - 7
6 см - 2

4.1.16 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 - 2

4.1.17 Установка для отгонки фенолов (колба плоскодонная термостойкая вместимостью 1 $дм^3$, каплеуловитель с отводом, холодильник) по ГОСТ 25336 - 6

4.1.18 Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 500 $см^3$ - 6

4.1.19 Колбы конические или плоскодонные термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 1-2 $дм^3$ - 3

4.1.20 Колба Вюрца (колба с отводом) по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$ - 1

4.1.21 Установка для перегонки растворителей с дефлегматором длиной не менее 25 см по ГОСТ 25336 - 1

4.1.22 Палочка стеклянная - 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 Стандартный образец фенола или фенол кристаллический по ГОСТ 6417, ч.д.а.

4.2.2 Хлороформ, по ГОСТ 20015, очищенный.

4.2.4 Гидроксид натрия NaOH по ГОСТ 4328, ч.д.а.

4.2.5 Хлорид натрия NaCl по ГОСТ 4233, ч.д.а. или ч.

4.2.7 Хлорид аммония NH_4Cl по ГОСТ 3773, ч.д.а.

4.2.8 Аммиак водный, концентрированный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

4.2.9 Гексацианоферрат (III) калия $K_3[Fe(CN)_6]$ по ГОСТ 4206, ч.д.а.

4.2.10 4-Аминоантипирин по ТУ 6-09-3948, ч.д.а.

4.2.11 Соляная кислота HCl по ГОСТ 3118, ч.д.а.

4.2.12 Серная кислота H_2SO_4 по ГОСТ 4204, ч.д.а.

4.2.13 Сульфат меди, пентагидрат $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, ч.д.а.

4.2.14 Спирт этиловый по ГОСТ 11547.

4.2.15 Фильтры обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678.

4.2.16 Вата хлопковая по ГОСТ 5556 или вата стеклянная.

4.2.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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 производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Пробы отбирают в стеклянные склянки вместимостью 1 $дм^3$. Анализ проб должен быть выполнен не позднее 4 ч с момента отбора пробы. Допустимо хранение проб в течение суток в холодильнике при $t < 5$ °С.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов и реактивов

6.1.1 Аммонийно-аммиачный буферный раствор с pH 10,0-10,2

50 г хлорида аммония растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 350 $см^3$ концентрированного раствора аммиака и проверяют pH раствора по pH-метру. Если значение pH раствора отличается от величины 10,0-10,2, необходимо добавить раствор аммиака (при pH < 10),либо хлорид аммония или соляную кислоту (при pH > 10,2). На следующий день необходимо опять провести контроль pH и при необходимости довести его до нужной величины. контроль следует осуществлять каждые 7 дней.

Раствор устойчив при хранении в полиэтиленовой посуде.

6.1.2 Раствор 4-аминоантипирина, 2 %

1,0 г 4-аминоантипирина растворяют в 50 $см^3$ дистиллиро-ванной воды, фильтруют и переносят в посуду из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике в течение 7 дней, при комнатной температуре в темном месте не более 3 дней. Для выполнения определений пригоден раствор, имеющий бледно-желтую окраску. При появлении темно-желтой или бурой окраски следует приготовить свежий раствор, либо взять другой 4-аминоантипирин.

6.1.3 Раствор гексацианоферрата(III) калия, 8 %

4 г $K_3[Fe(CN)_6]$ растворяют в 50 $см^3$ дистиллированной воды, фильтруют, переносят в склянку из темного стекла. Раствор хранят в холодильнике в течение 7 дней, при комнатной температуре в темном месте не более 3 дней.

6.1.4 Раствор серной кислоты, 10 %

К 450 $см^3$ дистиллированной воды, помещенной в термостойкий химический стакан, при непрерывном перемешивании приливают 28 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают. Срок хранения не ограничен.

6.1.5 Раствор сульфата меди, 10 %

50 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ растворяют в 450 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив.

6.1.6 Раствор гидроксида натрия, 0,05 моль/$дм^3$

2 г NaOH растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения не ограничен.

6.2 Приготовление градуировочного раствора

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из стандартного образца или кристаллического фенола.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обуслов-ленные процедурой приготовления, не превышают 2 % относительно приписанного значения массовой концентрации фенола.

6.2.1 Приготовление градуировочного раствора фенола с массовой концентрацией 5 мкг/$см^3$ из стандартного образца

Для приготовления градуировочного раствора из стандартного образца с массовой концентрацией фенола 0,1 мг/$см^3$ вскрывают ампулу, пипеткой отбирают 5,0 $см^3$ раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Хранят раствор в холодильнике не более 3 сут.

6.2.2 Приготовление градуировочного раствора из кристаллического фенола

Основной раствор фенола. Навеску около 0,1 г взвешивают на аналитических весах с точностью до четвертого знака после запятой, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ с помощью этилового спирта, растворяют фенол, доводят раствор до метки и перемешивают. Массовую концентрацию фенола в полученном растворе рассчитывают по формуле

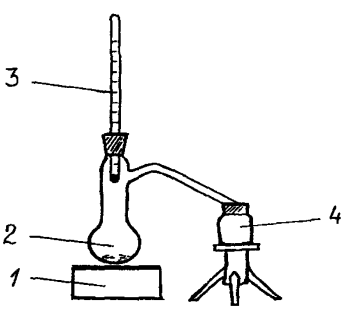
$$C = \frac{a \cdot 1000}{50} = 20 \cdot a \qquad (1)$$

где С - массовая концентрация фенола в основном растворе, мг/см^3;

а - навеска фенола, г.

Хранят раствор в склянке с плотно закрывающейся пробкой в холодильнике не более 6 месяцев.

Для приготовления раствора допускается использовать препарат бесцветный или со слаборозовой окраской, при более интенсивной окраске фенол следует перегонять. Установка для перегонки фенола изображена на рисунке.



1 - электроплитка; 2 - термостойкая колба с отводом (колба Вюрца); 3 - термометр или пробка; 4 - бюкс

Рисунок - Схема установки для перегонки фенола

Для уменьшения теплообмена колбу следует обернуть стеклотканью или асбестовым полотном. Для перегонки берут не более 1 г вещества. Первые две-три капли отгона отбрасывают, а следующую порцию собирают во взвешенный заранее на аналитических весах вместе с крышкой бюкс. После этого бюкс вновь взвешивают.

Полученную навеску полностью используют для приготовления раствора. Контроль температуры не обязателен, однако для удобства можно вместо пробки закрыть колбу термометром со шлифом с соответствующим диапазоном температур. Температура кипения фенола 182 °С.

Промежуточный раствор фенола. . Рассчитывают объем основного раствора, который необходимо взять для получения раствора с массовой концентрацией фенола 100 мкг/см^3:

$$V = \frac{100 \cdot 50}{C \cdot 1000} = \frac{5}{C}, \qquad (2)$$

где V - объем основного раствора фенола, см^3;

C - массовая концентрация фенола в основном растворе, мг/см^3.

Рассчитанный объем запасного раствора градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят спиртом до метки и перемешивают. Хранят в холодильнике не более одного месяца.

Градуировочный раствор с массовой концентрацией фенола 5 мкг/см^3 Отбирают пипеткой с одной отметкой 5,0 см^3 промежуточного раствора фенола, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения в холодильнике не более 3 сут.

6.3 Установление градуировочной зависимости

В делительные воронки вместимостью 0,8-1 дм^3 помещают 0,5 дм^3 свежепрокипяченной и быстро охлажденной дистиллированной воды. В воду добавляют 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 см^3 градуировочного раствора с массовой концентрацией фенола 5 мкг/см^3. Массовая концентрация фенола в полученных растворах составит соответственно 0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0 мкг/дм^3. Эти растворы анализируют, как описано в разделе 7 "Выполнение измерений" (без отгонки).

Градуировочную зависимость строят в координатах: массовая концентрация фенола, мкг/дм^3 - оптическая плотность пробы за вычетом оптической плотности холостого опыта или рассчитывают методом наименьших квадратов.

Проверку градуировочной зависимости осуществляют не реже одного раза в квартал. При использовании другой партии 4-аминоантипирина или $K_3[Fe(CN)_6]$ а также другого прибора, устанавливают новую градуировочную зависимость.

6.4 Регенерация хлороформа

Использованный хлороформ собирают в отдельную склянку и затем регенерируют. Для этого слив хлороформа помещают в делительную воронку вместимостью 1 дм^3, добавляют равный объем дистиллированной воды и встряхивают воронку 2 мин. После расслоения фаз хлороформ переносят в другую воронку, вновь добавляют равный объем воды и повторяют промывание. После отстаивания хлороформ фильтруют через слой ваты или 2-3 неплотных бумажных фильтра в перегонную колбу. Перегоняют хлороформ, отбирая фракцию, кипящую при t = 60,5-62,0 °С. Первую порцию отгона, кипящую ниже 60,5 °С, возвращают в слив, а остаток после отгонки отбрасывают.

7 Выполнение измерений

Мерным цилиндром отбирают 500 см^3 анализируемой воды и помещают ее в колбу для отгонки. Добавляют 5 см^3 10 % раствора сульфата меди и 10 см^3 10 % раствора серной кислоты. Колбу помещают на электроплитку, присоединяют каплеуловитель и холодильник. Для уменьшения теплообмена колбу оборачивают асбестовым полотном или стеклотканью. Выходной отросток холодильника опускают в колбу вместимостью 0,5 дм^3, в которую предварительно помещают 10 см^3 раствора гидроксида натрия 0,05 моль/дм^3. Нижний конец трубки холодильника должен быть погружен в этот раствор. При необходимости его можно удлинить, пристыковав вплотную к трубке холодильника стеклянную трубку нужной длины.

Нагрев колбы должен быть достаточно сильным так, чтобы отгонка пробы не превышала 3 ч, однако кипение пробы должно быть равномерным, спокойным; бурное кипение недопустимо. По мере увеличения объема отгона колбу опускают так, чтобы трубка холодильника не была погружена в отгон более, чем на 3 см. Когда объем отгона в колбе составит около 460 $см^3$ (на колбе заранее следует сделать соответствующую метку), отгонку прекращают.

Отгон переносят в делительную воронку вместимостью 0,8-1 $дм^3$, споласкивают колбу 30-40 $см^3$ дистиллированной воды и переносят ее в ту же воронку. Прибавляют 10 $см^3$ буферного раствора, 3 $см^3$ 2 % раствора 4-аминоантипирина и 3 $см^3$ 8 % раствора гексацианоферрата(III) калия, перемешивая пробу после добавления каждого раствора, и оставляют на 10-15 мин. Затем дважды экстрагируют пробу хлороформом, используя для первой экстракции 20 $см^3$, второй - 10 $см^3$ хлороформа. Первую экстракцию выполняют в течение 2 мин, вторую - 1 мин. После расслоения фаз хлороформные экстракты фильтруют через комочек хлопковой или стеклянной ваты в мерную
колбу или градуированную пробирку вместимостью 25 $см^3$ и доводят объем до метки чистым хлороформом.

Оптическую плотность экстракта измеряют на спектрофотометре при длине волны 460 нм или фотоэлектроколориметре при длине волны 460-490 нм в кюветах длиной 5 см.

Одновременно с пробами выполняют холостой опыт, используя 500 $см^3$ свежепрокипяченной дистиллированной воды. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

Если содержание фенолов превышает 30 $мкг/дм^3$, для отгонки берут меньшую аликвоту анализируемой воды и разбавляют ее свежепрокипяченной дистиллированной водой до объема 500 $см^3$.

8 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию летучих фенолов в анализируемой пробе воды C_x, $мкг/дм^3$, находят по градуировочноой зависимости. Если перед определением проводилось разбавление пробы, результат, найденный по градуировочной зависимости, умножают на коэффициент

n = 0,5/V, где V - аликвота пробы воды, взятая для анализа, $дм^3$.

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

$$C_x \pm \Delta, \text{ мкг/ } дм^3 \ (P = 0,95), \qquad (3)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации фенолов (таблица 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

9 Контроль погрешности измерений

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

Образцами для контроля являются аттестованные по процедуре приготовления растворы фенола в свежепрокипяченной дистиллированной воде, имеющие концентрации, близкие к концентрациям фенола в анализируемой воде. Образцы для контроля готовят на основе стандартного образца фенола или градуировочного раствора с концентрацией 5 мкг/$дм^3$, приготовленного в соответствии с 6.2.

Состав и количество образцов для контроля представлены в таблице 2.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для контроля

Номер аттестованного раствора	1	2	3
Концентрация фенола, С, мкг/$дм^3$	2,5	10,0	30,0

При контроле погрешности с применением образцов для контроля сравнивают разность между результатом определения концентрации фенола в образцах (C_x) и его истинным (аттестованным) значением (С) с нормативом контроля ($K_п$).

Результат контроля признают удовлетворительным, если:

$$| C_x - C | \leq K_п \quad (4)$$

Норматив контроля ($K_в$) рассчитывают по формуле:

$$K_в = 0{,}84 \cdot \Delta \quad (P=0{,}95) \quad (5)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения концентрации фенола в образце для контроля (таблица 1).

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

10 Требования безопасности

10.1 При выполнении измерений массовой концентрации фенолов 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 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.

10.5 Оператор, использующий кристаллический фенол для приготовления градуировочного раствора, должен быть проинструктирован о специфических мерах предосторожности.

11. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее 1 года, освоившие методику анализа.

12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов в расчете на 100 определений - 2,5 чел.-ч.

На установление градуировочной зависимости - 2,5 чел.-ч.

На определение фенолов в единичной пробе (без учета времени отгонки пробы) - 0,8 чел.-ч.

На определение фенолов в серии из 10 проб (без учета времени отгонки пробы) - 5,0 чел.-ч.

Затраты времени на подготовку посуды включены в затраты времени на проведение анализа.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА РОССИИ ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 143
об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации суммы летучих фенолов в водах фотометрическим методом после отгонки с паром.

ОСНОВАНА на отгонке фенолов из подкисленной пробы воды, взаимодействии фенолов в отгоне с 4-аминоантипирином в присутствии гексацианоферрата(III) калия и экстракции окрашенного соединения хлороформом. Оптическую плотность экстракта измеряют на спектрофотометре (λ = 460 нм) или фотоэлектроколориметре (λ = 460-490 нм).

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом.

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.488-95.

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

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1993 г., и метрологической экспертизы материалов в 1994 г.

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 летучих фенолов, С, мкг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм^3		Характеристика погрешности, мкг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
2,0 – 22,0	0,5+0,04 С	0,5+0,05 С	1,1+0,09 С
св. 22,0 – 30,0	1,0	0,5+0,05 С	1,8+0,03 С

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.488-95.

3. Дата выдачи свидетельства март 1994 г.

Главный метролог ГУ ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru