

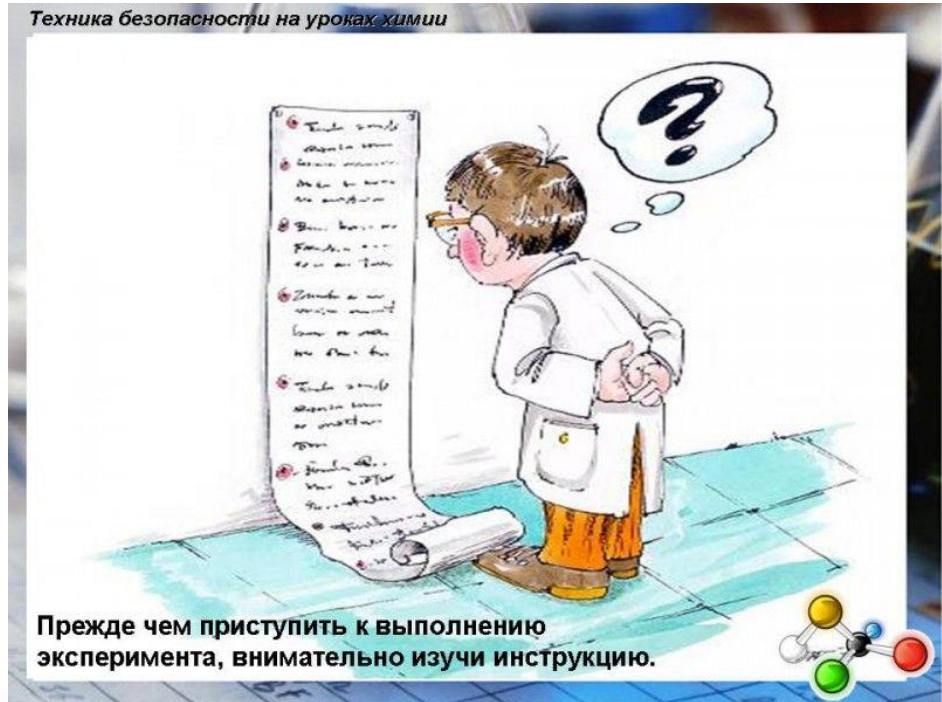


*Общие проблемы определения  
низких концентраций.  
Практические рекомендации при  
работе с анализатором жидкости  
«Флюорат®-02»*



## На результат анализа влияет:

1. Отбор проб
2. Реактивы
3. Посуда
4. Градуировка
5. Анализ





# Отбор проб

- Представительность
- Посуда
- Консервация
- Хранение и транспортировка





# Реактивы

- Чистота реактивов

*К работе допускаются реактивы с квалификацией не ниже указанной в методике*

- Входной контроль

- Сроки и условия хранения

- Вода!



## Мытье и хранение

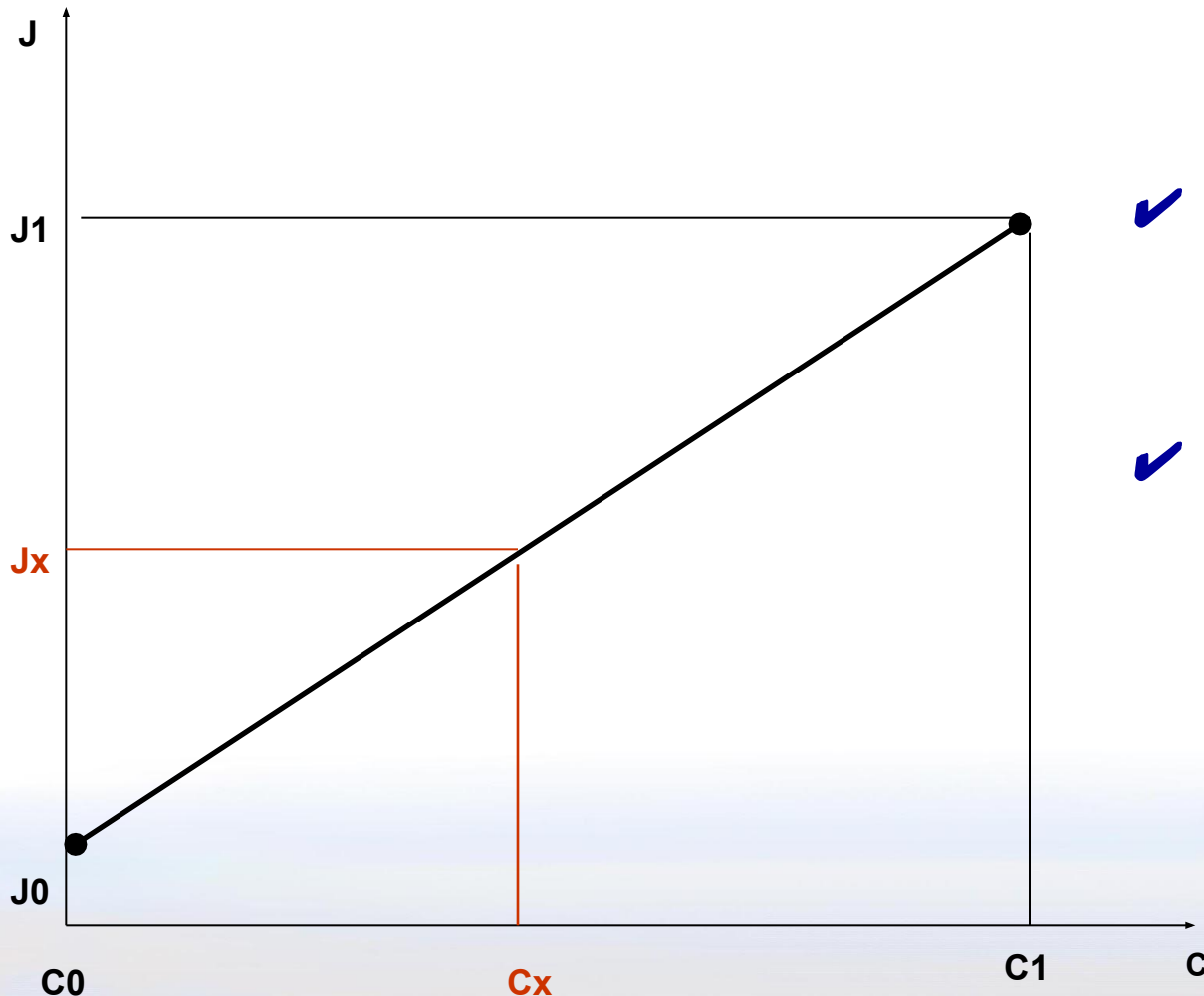
### Контроль



- ✓ Запрещено использовать для мытья посуды хромовую смесь, щелочи и моющие средства;
- ✓ Категорически запрещается смазывать шлифы и краны делительной воронки всеми видами смазок;
- ✓ Рекомендуется иметь отдельный набор посуды, который используется только для определенной методики;
- ✓ Для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку;
- ✓ Не разрешается погружать пипетки в общий объем раствора. Используйте промежуточную посуду.



# Градуировочная характеристика



*Метод кусочно-линейной интерполяции*

- ✓ Величина сигнала фонового раствора ( $J_0$ ) должна быть обязательно измерена, а не введена с клавиатуры;
- ✓ При градуировке запоминается средняя величина сигнала фонового раствора ( $J_0$ ) из нескольких измерений;

$C_0=0,000$	$J_0=0,0077$
$C_1=0,500$	$J_1=1,429$



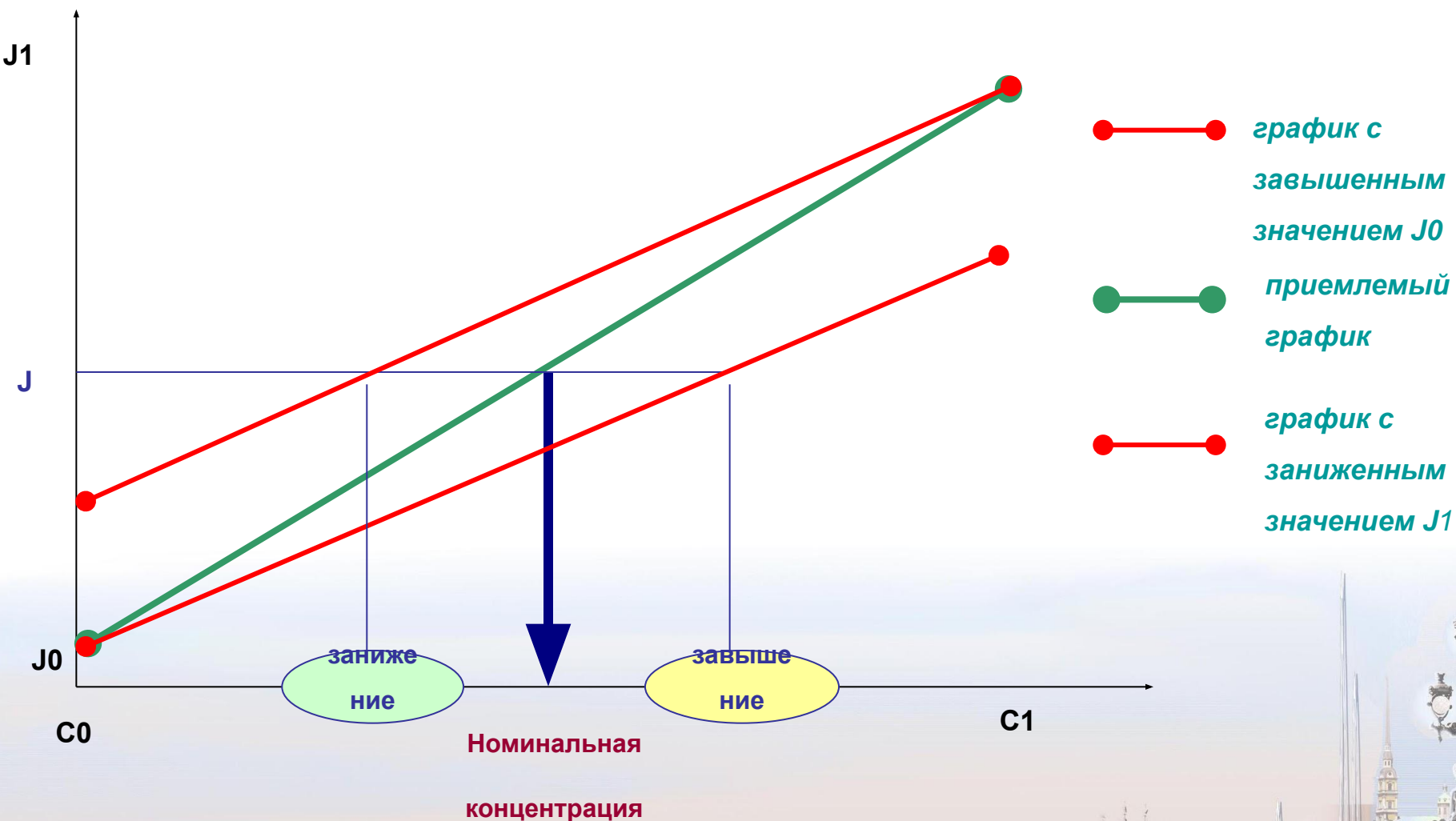


# Проверка приемлемости градуировочной характеристики

- После установления градуировочной характеристики проверяют ее приемлемость;
- Для проведения проверки готовят растворы по процедуре аналогичной приготовлению градуировочных растворов;
- Концентрацию растворов для проверки выбирают в зависимости от ожидаемой концентрации в пробе;
- Измеряют массовую концентрацию вещества в режиме «Измерение»;
- Результат признается удовлетворительным, если измеренная величина отличается от заданное не более чем на ...%
- Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят обязательно при смене партии реактивов и стандартных образцов.

# Градуировочный график

## Кусочно-линейный восходящий





# Градуировка, причины неудовлетворительных результатов

Завышение  
градуировочного сигнала  
**J0**



- Загрязнение анализируемых растворов из-за недостаточной чистоты посуды;
- загрязнение реактивов



Отрицательное значение  
**- 0,001?**

Занижение  
градуировочного сигнала  
**J1**



- Результат неполной экстракции;
- Нарушена процедура приготовления раствора: порядок добавления реактивов, время выдержки, pH и пр.

- **Мешающие влияния матрицы**

Устраняются при пробоподготовке.

- **Холостая проба**

- **Субъективный фактор**

(Точность дозирования; Взвешивание; Полнота экстракции)

- **Приборная ошибка**

- вспомогательные ошибки связанные со свойствами пробы - E03, E04 (требуется разбавление пробы);
- ошибки оператора - E05, E07, E11, E13;
- E14 – для Флюорат 02-4М/5М
- ошибки свидетельствующие о неисправности прибора E12 и группа «системная ошибка»



# Правила обращения с кюветой

- ✓ Для методик, в которых метод измерения - **«Люминесценция»** используете только **кварцевые кюветы (К-10)**;
- ✓ При работе с кюветами соблюдайте чистоту;
- ✓ Заполняйте кювету раствором, примерно на  $\frac{2}{3}$  высоты;
- ✓ Снаружи кювета должна быть сухой;
- ✓ Не касайтесь пальцами граней кювет ниже уровня раствора;
- ✓ Раствор в кювете должен быть оптически однородным (отсутствие механических примесей, пузырьков газа, примесей другой фазы);
- ✓ В методиках, где объем пробы позволяет, ополаскивайте кювету перед измерениями исследуемым раствором 2-3 раза;



# Правила обращения с кюветой

- ✓ Установка кюветы в кюветное отделение должна быть единообразной (например, рисккой к себе);
- ✓ Для мытья кювет применяют кислоты или органические растворители;
- ✓ Не сушите кюветы в сушильном шкафу;
- ✓ Храните кюветы защищенными от паров кислот, щелочей, органических растворителей;
- ✓ Оберегайте кюветы от механических повреждений;
- ✓ Виала эта тоже кювета !





# Изменения методического обеспечения в 2015-2017 году

- Проведена **проверка текстов** определения Al, Fe, B, V, As, Mo, Be, Ni, Cr, формальдегида, фенола и мутности в пробах воды – тексты без изменений.
- Al – важно – проверено - фосфаты, содержащиеся в H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, при выпаривании пробы досуха дают занижение результата
- Mn – **изменение** - проверка pH раствора (9-10) после добавления гидросиламина гидрохлорида, изм. ПИ № 12/171 от 01.12.2016
- U – ведется **разработка** определения урана в морской воде
- Нефтепродукты в воде - **актуализация текста 11-12.2017** изменение п.12.3 «Контроль точности» по образцам состава – не будет конкретики
- Нефтепродукты в почве – **ведется проверка СО** нефтепродуктов в почве (производитель ООО «Петроаналитика», Санкт-Петербург)

## Разработаны:

- ◆ **ПУ 45-2015** для реализации ГОСТ 26213-91 «Почвы. Методы определения органического вещества» в части метода Тюрина в модификации ЦИНАО с использованием анализатора «Флюорат-02» и терморектора «Термион».
- ◆ **М 05-09-2015** Методика измерений массовой концентрации роданид-ионов в пробах пластовых вод фотометрическим методом с использованием анализатора жидкости «Флюорат-02»
- ◆ **9. ПУ 57-2016** - определение содержания минеральных масел на "Флюорат-02" (реализация ОСТ 26-04-2574-80«Газы, криопродукты, вода. Методы определения содержания минеральных масел» и ГОСТ 12.2.052-81)

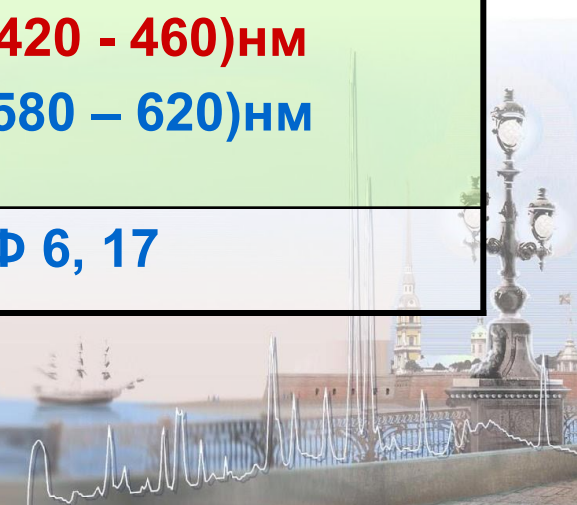


# Выведены из прайса

№ п/п	Название отраслевого решения	Статус решения	Метод/ Прибор
1	<b>КПАВ в водах</b> (отрасль – экология/ санитария)	Нет стабильности результатов даже на град. растворах. <b>Идет поиск нового решения.</b>	Флуориметрия/ <b>Флюорат-02</b>
2	<b>Олово в водах</b> (отрасль – экология/ санитария)	Нет стабильности результатов, трудоемкое решение.	Флуориметрия/ <b>Флюорат-02</b>
3	<b>Флуоресцеин и эозин в пластовых водах</b> (отрасль – нефтехимия/ газодобыча)	В скважины закачивают гораздо более 2-х красителей/трассеров, что делает проблемным их спектральное определение при совместном присутствии.	Флуориметрия/ <b>Флюорат-02</b>

**ПНД Ф 14.1:2:4.190-03**
**ГОСТ 31859-2012**
**Объекты: питьевые, природные, сточные воды**

Определение ХПК выполняют методом, основанном на обработке пробы воды серной кислотой и бихроматом калия при температуре 150 °С в присутствии катализатора окисления – сульфата серебра и при добавлении сульфата ртути, используемого для снижения влияния хлоридов

**5 - 800 мгО/дм<sup>3</sup>**
**10 -800 мгО/дм<sup>3</sup>**
**5-80 (340 - 380)нм**  
**80-800 (580 – 620)нм**
**10-160 (420 - 460)нм**  
**80-800 (580 – 620)нм**
**СФ Б1, 17**
**СФ 6, 17**


# Типы градуировочной зависимости ХПК

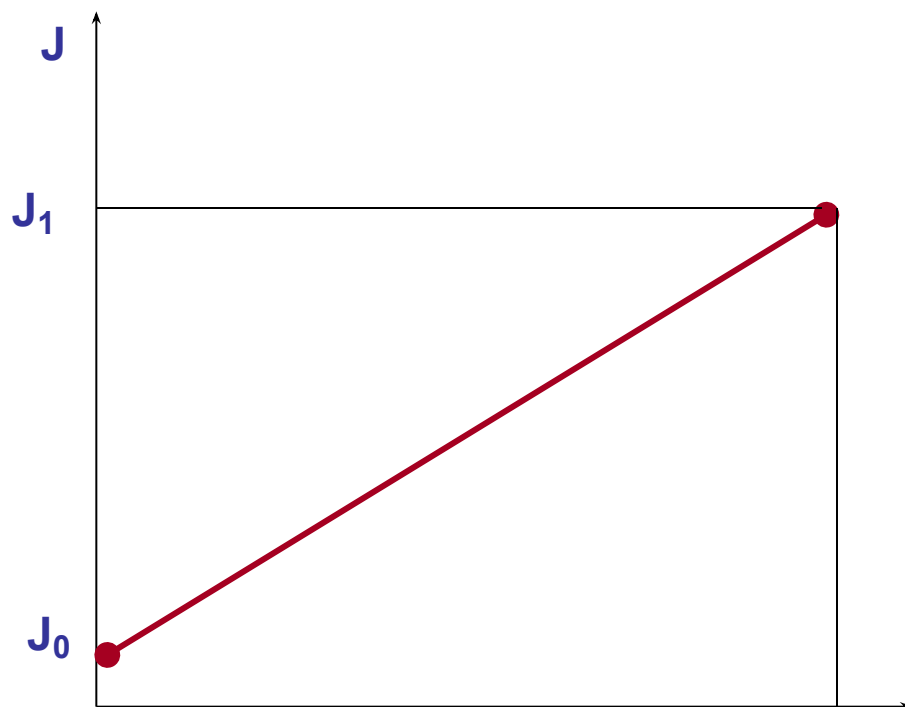


кусочно-линейная

C

нисходящая

**5-80 мгО/дм<sup>3</sup>**



кусочно-линейная

C

восходящая

**80- 800 мгО/дм<sup>3</sup>**





# Практические указания ХПК

- **ПУ 14-2007** издание 2015 для работы по ГОСТ 31859-2012 «ВОДА. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА» С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АНАЛИЗАТОРОВ ЖИДКОСТИ «ФЛЮОРАТ-02»
- **ПУ 21-2008** издание 2016 для ПНД Ф 14.1:2:4.190-03



## проверка оптических свойств

№ виалы	A, ед.	A смещ. ед.
1	1,43	1,39
2	1,44	1,38/1,39
3	1,45	1,39
4	1,46	1,39
5	1,43	1,39
6	1,44/1,45	1,38/1,39
7	1,44/1,45	1,38/1,39
8	1,43	1,39
9	1,45	1,38/1,39
10	1,46	1,38/1,39
11	1,44	1,38/1,39
12	1,46/1,47	1,39
13	1,45	1,39
14	1,42/1,45	1,38
15	1,43	1,38/1,39
16	1,45	1,38
17	1,43	1,39
18	1,45	1,38
19	1,43	1,38
20	1,46	1,39
21	1,45/1,46	1,38/1,40
22	1,45	1,39
23	1,43	1,39
24	1,45	1,38
25	1,46	1,39

**1 группа:** виалы с одинаковым численным значением оптической плотности.

Используют для измерений диапазоне до 10 мгО/дм<sup>3</sup> включительно.

**2 группа:** виалы, значения оптических плотностей, которых отличаются не более чем на 0,01 ед. от оптической плотности виал первой группы. Эти виалы используют для измерений в диапазоне свыше 10 мгО/дм<sup>3</sup>.

**3 группа:** виалы, значения оптических плотностей, которых отличаются более чем на 0,01 ед. от оптической плотности виал первой группы. Эти виалы используют для измерений в диапазоне свыше 50 мгО/дм<sup>3</sup>.





# Оценка качества серной кислоты

№ виалы	A, ед.	A смещ ед.
1	1,43	1,39
2	1,44	1,38/1,39
3	1,45	1,39
4	1,46	1,39
5	1,43	1,39
6	1,44/1,45	1,38/1,39
7	1,44/1,45	1,38/1,39
8	1,43	1,39
9	1,45	1,38/1,39
10	1,46	1,38/1,39
11	1,44	1,38/1,39
12	1,46/1,47	1,39
13	1,45	1,39
14	1,42/1,45	1,38
15	1,43	1,38/1,39
16	1,45	1,38
17	1,43	1,39
18	1,45	1,38
19	1,43	1,38
20	1,46	1,39
21	1,45/1,46	1,38/1,40
22	1,45	1,39
23	1,43	1,39
24	1,45	1,38
25	1,46	1,39

Качество серной кислоты признается удовлетворительным, если **выполня**

$$A_i \geq 0,85 \cdot A_0$$

где  $A_0$  - среднее значение оптической плотности до нагрева;

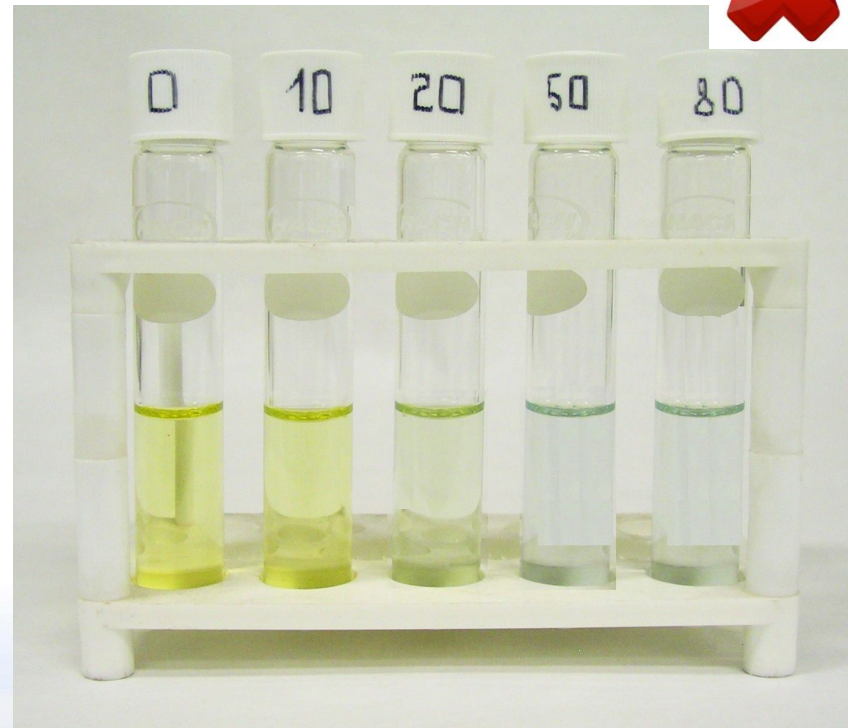
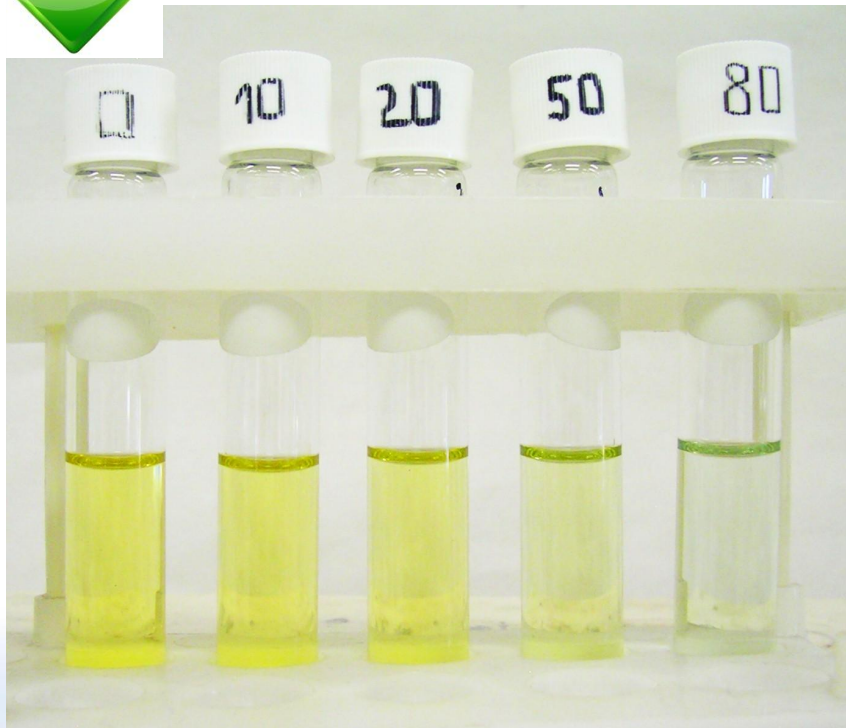
$A_i$  - значение оптической плотности после нагрева

$$1,44 * 0,85 = 1,22$$

$$A_i > 1,22$$



# визуальная оценка приемлемости серной кислоты



# Тест-Наборы реагентов "LEI-51x0" для определения ХПК в воде Производство ООО "ЭКОИНСТРУМЕНТ", Россия.



На упаковке каждого набора, а также в рекламной листовке ООО ЭкоИнструмент:

- Полностью готовые реагенты для ХПК, в реакционных кюветах Ø 16мм
- Для фотометрического определения ХПК в диапазоне от 10 до 100000 мгО/л
- Совместимы с любыми фотометрами, имеющими отсек для цилиндрических кювет Ø 16мм,
- например, Флюорат-02М, Эксперт-003, Экохим ПЭ, НАСН, UNICO, Spectroquant (MERK), WTW, LEKI,
- Shimadzu, Hanna Instruments.
- Подходят для работы по методикам ГОСТ 31859-12, ПНД Ф



в инструкции, входящей в состав тест-набора, приведена информация:

• **«определение ХПК должно проводиться согласно аттестованной методике**

**№ 01/16-МВИ-С»** (это методика, разработанная ООО ЭкоИнструмент)!

# Наборы реагентов "LEI-51x0" для определения ХПК в воде Производство ООО "ЭКОИНСТРУМЕНТ", Россия.



Общие выводы и комментарии после проведения тестирования:

наборы LEI-51x0 не могут быть рекомендованы для определения ХПК ни по ГОСТ 31859-2012, ни по методике Люмэкс (ПНД Ф 14.1:2:4.190-2003).

1. Не указан качественный и количественный состав используемых реагентов.
2. Согласно инструкции к тест-наборам - «определение ХПК должно проводиться согласно аттестованной методике № 01/16-МВИ-С», что создает проблемы аккредитованным лабораториям, работающим по ГОСТ 31859-201 и/или ПНД Ф 14.1:2:4.190-2003 (методика Люмэкс).

3. Невозможно сделать предварительную сортировку виал.

Виалы с растворами предназначены для однократного использования.

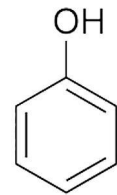
4. Диапазоны измерения ХПК и концентрации бихромата калия не позволяют использовать для работы по двум текстам один и тот же набор для анализа.

5. Выявлено, что поворот виалы внутри кюветного отделения Флюората-02 сильно влияет на показания прибора.

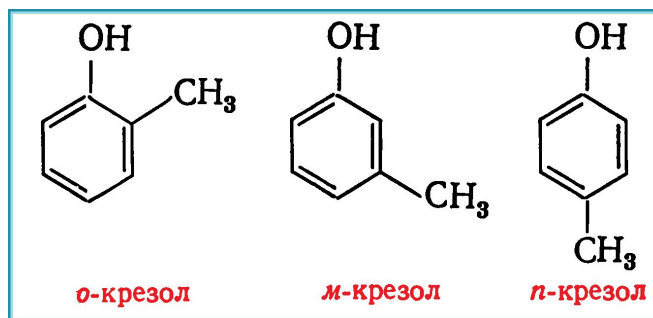




**Фенолы** – группа соединений содержащих гидроксильную группу, связанную с ароматическим кольцом.



Если к фенолу присоединить алкильную группу, то получится алкилфенолы.



Если две метильных группы, то получится ксиленолы - соединения с химической формулой  $2(\text{CH}_3)=\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$  и молекулярной массой 122.

Если алкильным радикалом является этильная группа, то получатся этилфенолы - соединения с химической формулой  $\text{C}_2\text{H}_5-\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$  и молекулярной массой 122.

Если алкильным радикалом является пропильная группа, то получатся пропилфенолы - соединения с химической формулой  $\text{C}_3\text{H}_7-\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$  и молекулярной массой 136.

#### Физические свойства фенола



Твердое кристаллическое вещество



Растворяется при нагревании



С резким характерным запахом

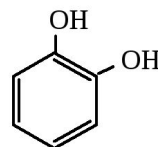


Фенол ядовит!!!

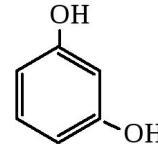




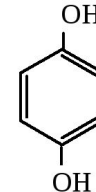
Если к фенолу присоединить вторую гидроксильную группу, то получатся пирокатехин, резорцин или гидрохинон – соединения с химической формулой  $\text{HO-C}_6\text{H}_4\text{OH}$  и молекулярной массой 110.



пирокатехин



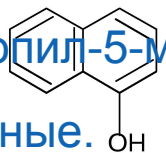
резорцин



гидрохинон

**По отношению к перегонке с водяным паром все фенолы делятся на две группы: летучие и нелетучие.**

**К летучим фенолам** относятся сам фенол, три крезолы, шесть ксиленолов, гваякол (монометилловый эфир пирокатехина, молекулярная масса 124), тимол (2-изопропил-5-метилфенол, молекулярная масса 150) и многие их замещённые.



**С увеличением молекулярной массы или количества гидроксильных групп летучесть фенолов снижается.**

## Что мы определяем при анализе на фенолы на Флюорате?

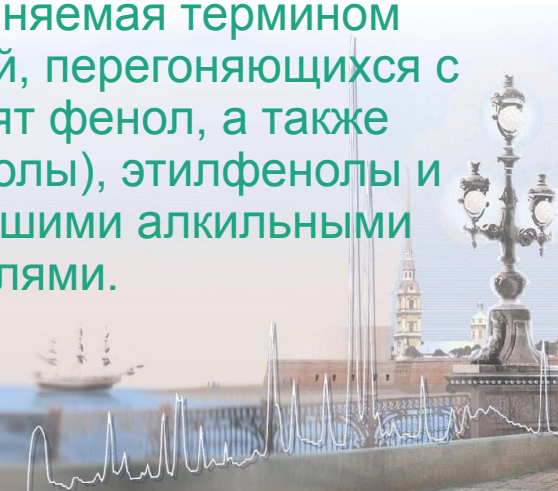
- Методика позволяет определять в пробах воды **сумму** общих или летучих фенолов, в зависимости от выбранного метода анализа (А или Б соответственно).

- Методика может быть использована для определения фенола как индивидуального химического вещества только в том случае, если фенольные загрязнения пробы создаются исключительно фенолом.

«Фенольный индекс» - понятие введено ISO 6439:1990

«Качество воды. Определение фенольного индекса. Спектрометрический метод с применением 4-аминоантипирина после перегонки.»

:Группа моногидроксипроизводных бензола, объединяемая термином "летучие фенолы", включает в себя ряд соединений, перегоняющихся с водяным паром. В первую очередь к ним относят фенол, а также метилфенолы (крезолы), диметилфенолы (ксиленолы), этилфенолы и некоторые другие производные фенола с небольшими алкильными радикалами или другими заместителями.



# Что мы определяем при анализе на фенолы на Флюорате?

## По методу А :

Фенолы общие (Постановление Правительства №644 Об утверждении правил холодного водоснабжения и водоотведения)

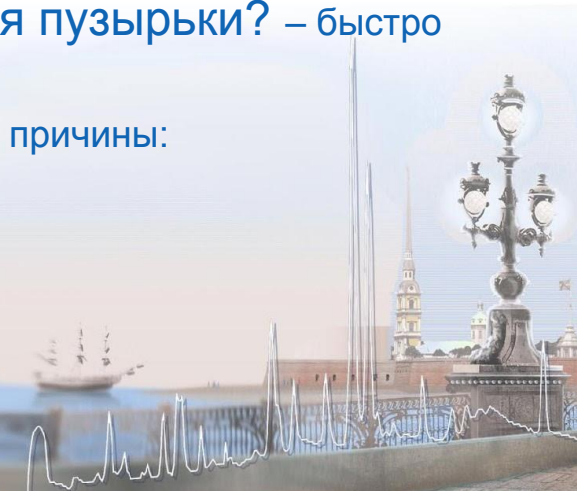
## По методу Б:

- ❖ Фенольный индекс (СанПиН 2.1.4.1074-01. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения), если содержание пара- замещённых фенолов незначительно.
- ❖ Фенолы летучие (суммарно) (СанПиН 2.1.4.1116-02. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в ёмкости);
- ❖ Фенол (СанПиН 2.1.4.1074-01. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения), если основу загрязнения составляет сам фенол.
- ❖ Гидроксibenзол (ГН 2.1.5.1315-03. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования), если основу загрязнения составляет сам фенол.



## Методика измерений массовой концентрации фенолов (общих и летучих) в пробах природных, питьевых и сточных вод

1. При контроле чистоты бутилацетата превышение, допустимого уровня 0,02 мг/л ? – делаем проверку NaOH и HCL участвующих в процессе извлечения фенолов из бутилацетата.
2. Сколько раз проводить процедуру удаления нефтепродуктов из пробы?  
—
  - Воды сильно загрязненные нефтепродуктами , более 0,25 мг/л- проводят удаление НП с контролем их концентрации в гексане.
  - Концентрации НП и Фенолов одинаковые предположительно – удаление проводят 2-3 раза
  - Концентрации НП мала относительно концентрации Фенолов (угольные шахты, предприятия шпалопропиточные) - удаление проводят 1 раз
3. Что делать, если в измеряемом растворе образуются пузырьки? – быстро измерять или удалить пузырьки перемешиванием
- 4 . Не проходит контроль стабильности градуировки? – причины:
  - неполное экстрагирование (резэкстрагирование)
  - pH – не менее 3-6





## В каком случае необходима перегонка проб?

- ❖ Если цель анализа – определение летучих фенолов,
- ❖ Если оптическое пропускание < 50%,

### Особенности установки для перегонки проб

- ❖ Если образуется стойкая эмульсия в конечном растворе.







# *Особенности выполнения контроля точности измерений*

Методика измерений массовой  
концентрации  
**нефтепродуктов** в пробах  
природных, питьевых и  
сточных вод (ПНД Ф  
14.1:2:4.128-98).



# Стандартные образцы:

твёрдая матрица, «таблетки»



спрессованное в таблетку сухое вещество,  
растворимое в воде, с введенным в него  
заданным количеством индустриального  
масла

жидкая матрица, «ампула»



раствор индустриального масла в  
водорастворимой матрице,  
являющейся полярным  
органическим растворителем.

# Опыт работы с «таблетками»

0,005 мг			0,05 мг			0,5 мг		
Изг.	$C_0$ , мг/дм <sup>3</sup>	$X_{к'}$ , мг/дм <sup>3</sup>	Изг.	$C_0$ , мг/дм <sup>3</sup>	$X_{к'}$ , мг/дм <sup>3</sup>	Изг.	$C_0$ , мг/дм <sup>3</sup>	$X_{к'}$ , мг/дм <sup>3</sup>
10.2011	<b>0,05*</b>	<b>0,042±0,015</b>	10.2011	<b>0,5*</b>	<b>0,44±0,16</b>	10.2011	<b>5*</b>	<b>6,2±1,5</b>
		<b>0,051±0,018</b>			<b>0,47±0,17</b>			<b>6,4±1,6</b>
11.2011		<b>0,065±0,023</b>	11.2011		<b>0,52±0,13</b>	11.2011		<b>6,5±1,6</b>
		<b>0,056±0,019</b>			<b>0,51±0,13</b>			<b>6,4±1,6</b>
12.2012		<b>0,15±0,05</b>	12.2012		<b>0,53±0,13</b>	12.2012		<b>6,2±1,5</b>
		<b>0,13±0,05</b>			<b>0,70±0,17</b>			<b>6,4±1,6</b>

\* Массовая концентрация НП в контрольном образце рассчитана по процедуре приготовления



Изг.	$C_0$ , мг/дм <sup>3</sup>	$X_k$ , мг/дм <sup>3</sup>
ГСО 8646-2005; содержание НП <u>0,005</u> мг/см <sup>3</sup>		
08.2011	<b>0,05*</b>	<b>0,048 ± 0,017</b>
01.2013		<b>0,042 ± 0,015</b>
ГСО 8648-2005; содержание НП <u>0,05</u> мг/см <sup>3</sup>		
12.2011	<b>0,5*</b>	<b>0,50 ± 0,13</b>
01.2013		<b>0,44 ± 0,15</b>
ГСО 8651-2005; содержание НП <u>0,5</u> мг/см <sup>3</sup>		
08.2011	<b>5*</b>	<b>4,3 ± 1,1</b>
10.2011		<b>3,2 ± 0,8</b>
02.2013		<b>2,9 ± 0,7</b>
ГСО 8652-2005; содержание НП <u>1,0</u> мг/см <sup>3</sup>		
12.2011	<b>10*</b>	<b>3,8 ± 0,9</b>
01.2013		<b>3,7 ± 0,9</b>
ГСО 8652-2005; содержание НП <u>5,0</u> мг/см <sup>3</sup>		
12.2011	<b>50*</b>	<b>4,3 ± 1,1</b>
02.2013		<b>9,2 ± 2,3</b>

\* Массовая концентрация НП в контрольном образце рассчитана по процедуре приготовления



**□ В настоящее время есть проблема с неудовлетворительным качеством стандартных образцов независимо от типа матрицы.**

### **Возможные пути решения:**

**□ «Ампулы». Предлагаем схему анализа с очисткой экстракта щелочью и кислотой (предложена в методике для анализа проб с высоким содержанием мешающих полярных веществ).**



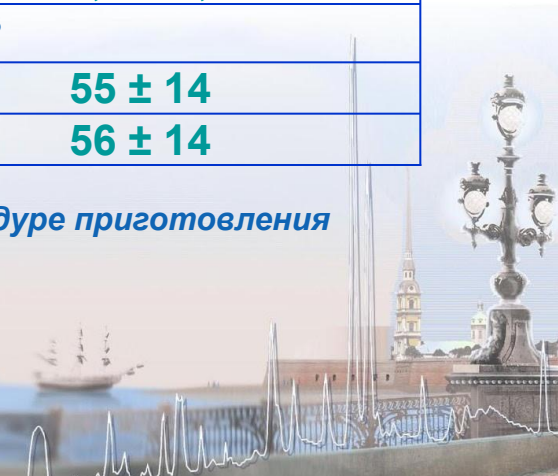




# Опыт работы с «ампулами» по альтернативной схеме

Изг.	$C_0$ , мг/дм <sup>3</sup>	$X_k$ , мг/дм <sup>3</sup>
ГСО 8646-2005; содержание НП <u>0,005</u> мг/см <sup>3</sup>		
01.2013	0,05*	0,063 ± 0,022
		0,065 ± 0,023
ГСО 8648-2005; содержание НП <u>0,05</u> мг/см <sup>3</sup>		
01.2013	0,5*	0,58 ± 0,14
		0,57 ± 0,14
ГСО 8651-2005; содержание НП <u>0,5</u> мг/см <sup>3</sup>		
02.2013	5*	5,8 ± 1,5
		5,8 ± 1,5
ГСО 8652-2005; содержание НП <u>1,0</u> мг/см <sup>3</sup>		
01.2013	10*	11,8 ± 3,0
		11,7 ± 2,9
ГСО 8652-2005; содержание НП <u>5,0</u> мг/см <sup>3</sup>		
02.2013	50*	55 ± 14
		56 ± 14

\* Массовая концентрация НП в контрольном образце рассчитана по процедуре приготовления

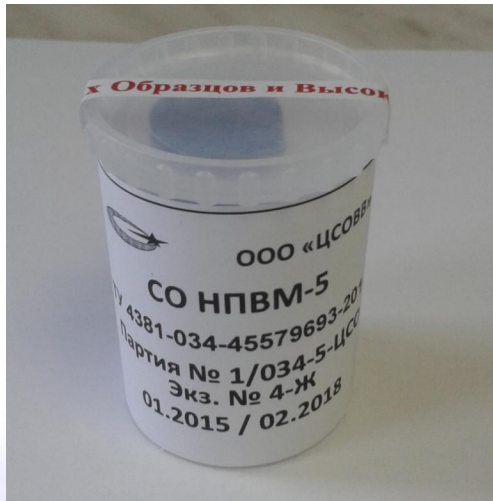


# Другие стандартные образцы

1. Стандартный образец состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице НПВМ

Производитель – ООО «ЦСОВВ», Санкт-Петербург

~0,1 мг  
0,5 мг  
1,0 мг  
5,0 мг



спрессованная таблетка натрия хлористого с нанесенной на ее поверхность заданной навеской индустриального масла И-40А

2. Стандартный образец массовой концентрации нефтепродуктов в водорастворимой матрице

## ГСО 10317-2013

Производитель – ООО «Петроаналитика», Санкт-Петербург.

0,005  
0,01  
0,05  
0,10  
0,25 г/дм<sup>3</sup>  
0,50  
1,0  
3,0  
5,0



раствор турбинного масла в водорастворимой органической матрице, разлитый в стеклянный флакон



# Опыт работы с образцами НПВМ («таблетки»)

Изг.	аттестованное значение СО – масса НП, мг	$C_0$ , мг/дм <sup>3</sup> *	$X_k$ , мг/дм <sup>3</sup>
05.2015	0,108	1,08	1,14±0,29
	0,112	1,12	1,11±0,28
04.2015	0,57	5,7	6,0±1,5
	0,58	5,8	6,1±1,5
08.2014	1,1	11	10,3±2,6
	1,1	11	10,5±2,6
12.2014	4,7	47	47±12
	4,3	43	45±11

*\* Массовая концентрация НП в контрольном образце рассчитана по процедуре приготовления*

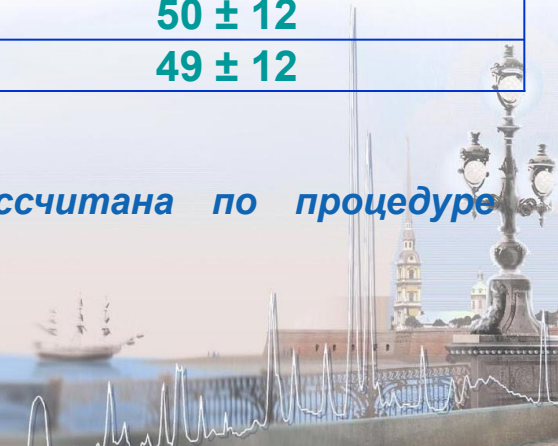




# Опыт работы с ГСО 10317-2013 («ампулы»)

Изг.	$C_0$ , мг/дм <sup>3</sup>	$X_k$ , мг/дм <sup>3</sup>
содержание НП <u>0,005</u> г/дм <sup>3</sup>		
06.2016	0,05*	0,048 ± 0,017
		0,048 ± 0,017
содержание НП <u>0,01</u> г/дм <sup>3</sup>		
06.2016	0,1*	0,092 ± 0,032
		0,089 ± 0,031
содержание НП <u>0,5</u> г/дм <sup>3</sup>		
08.2015	5*	4,9±1,2
		4,6±1,1
содержание НП <u>1,0</u> г/дм <sup>3</sup>		
06.2016	10*	8,6 ± 2,1
		8,7 ± 2,2
содержание НП <u>5,0</u> г/дм <sup>3</sup>		
08.2015	50*	50 ± 12
		49 ± 12

\* Массовая концентрация НП в контрольном образце рассчитана по процедуре приготовления





## ООО "Люмэкс-маркетинг"

Юридический адрес: 199178 г. Санкт-Петербург, Малый проспект Васильевского острова, дом 58, литер «А»

Адрес осуществления деятельности: 192029 г. Санкт-Петербург, пр. Обуховской Обороны, д.70, корп.2, лит. Е

Адрес для переписки: BOX 1234, Санкт-Петербург, 190000

Тел.: (812)718-53-90, 718-53-91, факс: (812)718-68-65

E-mail: [lumex@lumex.ru](mailto:lumex@lumex.ru) <http://www.lumex.ru>

№ 12/67 от 19.05.2016

### Информационное письмо

Уважаемые коллеги!

При проведении внутрिलाбораторного контроля точности измерений в соответствии с пунктом 12.3 методики измерений массовой концентрации нефтепродуктов в воде (ПНД Ф 14.1:2:4.128-98, издание 2012 года) рекомендуем использовать стандартные образцы состава нефтепродуктов в водорастворимой матрице производства ООО «Центр стандартных образцов и высокочистых веществ (Санкт-Петербург), например НПВМ-0,1 и НПВМ-0,5. Легитимность применения этих стандартных образцов подтверждается примечанием к указанному пункту методики, в котором допускается использование альтернативных стандартных образцов для приготовления образцов для контроля.

Указанные стандартные образцы могут быть также использованы при внешнем контроле деятельности лаборатории, при межлабораторных сравнительных испытаниях и в иных ситуациях, когда требуется оценить сопоставимость данных, получаемых в разных лабораториях.





## Особенности подготовки посуды, контроль чистоты делительной воронки.

Согласно тексту ПНДФ 14.1:2:4.158-2000 (изд. 2014 г.), **ПРИЛОЖЕНИЕ А** - контроль чистоты делительной воронки обеспечивается повторным приготовлением и измерением фонового раствора, причём результаты двух измерений не должны отличаться друг от друга более чем на 10%.

### Пример:

Результат измерения первого приготовления фонового раствора  $J_0=0,0740$ ;  
второго приготовления  $J_0=0,0652$  (падение сигнала на 12%);  
третьего приготовления  $J_0=\underline{0,0621}$  (падение сигнала на 5%).



## Признаки некачественного хлороформа и способы его очистки

- помутнение хлороформа после перемешивания с водой.
- нестабильность сигналов всех растворов во времени (по тексту в течение более 1 минуты).

**Пример:**

**первое приготовление фонового раствора**

№ нажатия ENT	J0	% падения
1	0.0491	0
2	0.0473	4
3	0.0485	1
4	0.0477	3
5	0.0472	4
6	0.0465	5
7	0.0467	5
8	0.0455	7
9	0.0447	9
10	0.0447	9
11	0.0439	11

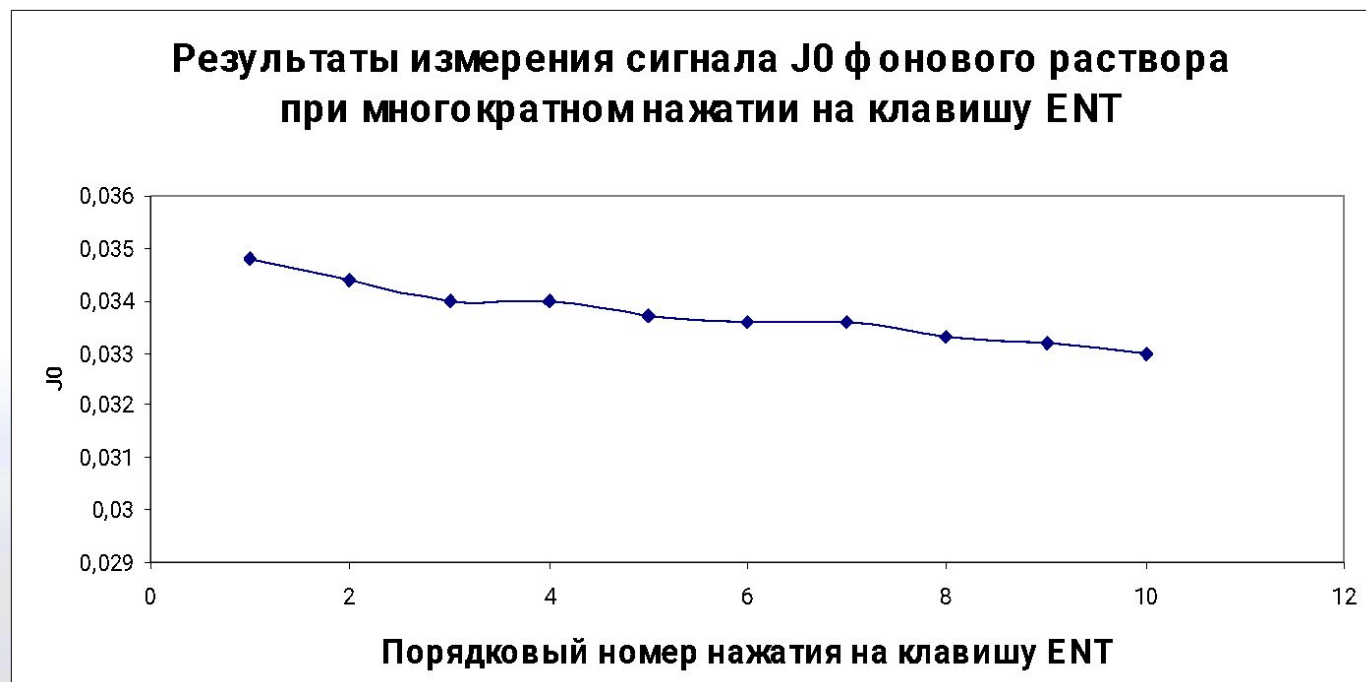


## Очистка хлороформа

Согласно Приложению В текста методики для очистки хлороформа его отмывают 2-3 раза дистиллированной водой, отделяют от воды, сушат и перегоняют.

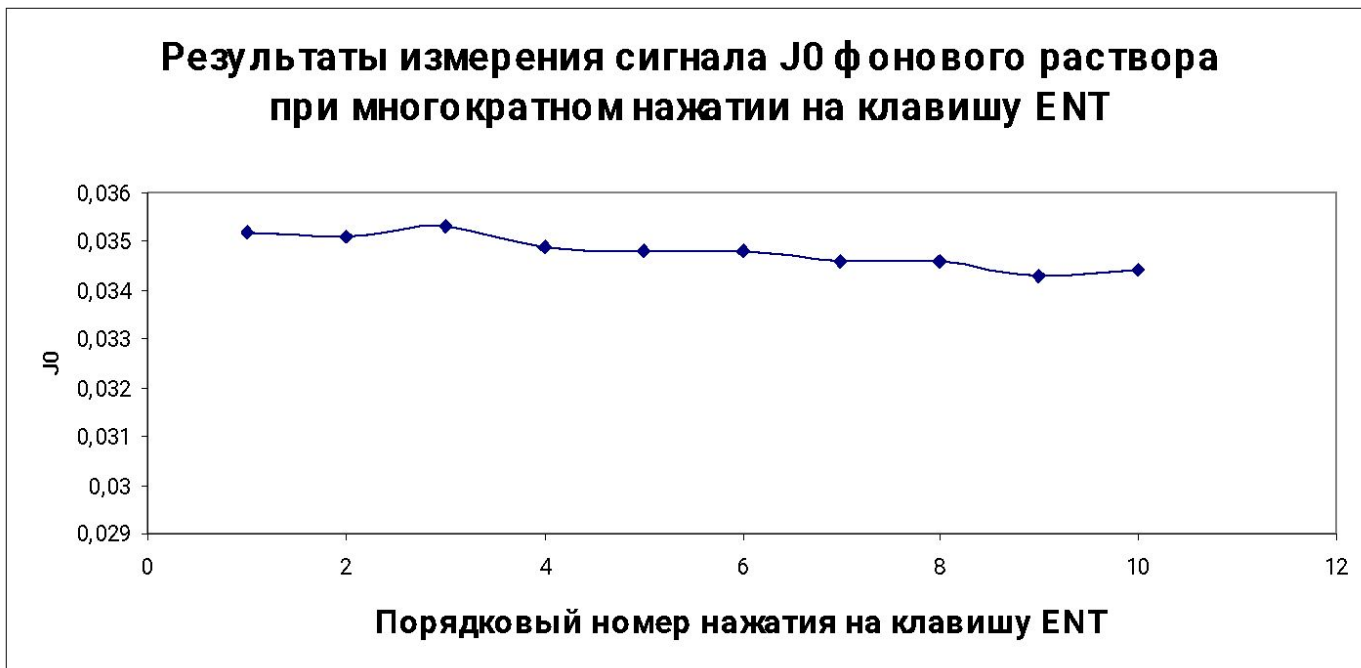
Тот же хлороформ после очистки водой:

№ нажатия ENT	J0	% падения
1	0.0348	0
2	0.0344	1
3	0.0340	2
4	0.0340	2
5	0.0337	3
6	0.0336	3
7	0.0336	3
8	0.0333	4
9	0.0332	5
10	0.0330	5



Тот же хлороформ после ещё одной очистки водой:

№ нажатия ENT	J0	% падения
1	0.0352	0
2	0.0351	0
3	0.0353	0
4	0.0349	1
5	0.0348	1
6	0.0348	1
7	0.0346	2
8	0.0346	2
9	0.0343	3
10	0.0344	2



Одновременно с повышением стабильности сигнала фонового раствора во времени выполнен норматив текста (10%) для повторного приготовления фонового раствора.

Вывод – хлороформ чистый.



## Причины неудовлетворительного результата контроля градуировочной характеристики

*Три основных причины:*

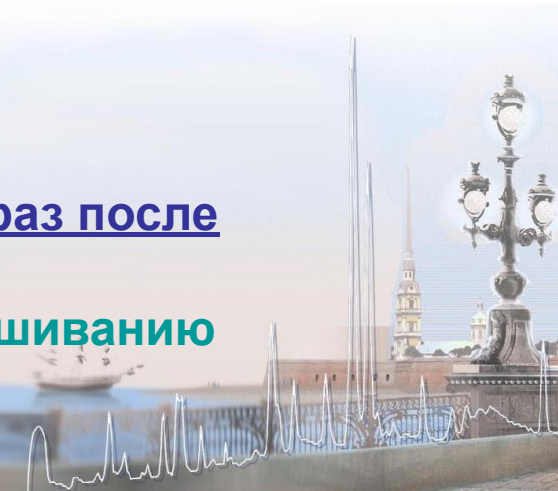
- 1. Неправильная запись сигнала фонового раствора. Требуется повторное приготовление и измерение фонового раствора.*
- 2. Недостаточное время экстракции. Проверить полноту экстракции увеличив время перемешивания раствора.*
- 3. Недостаточная чистота делительной воронки. Проверить чистоту делительной воронки путём приготовления и измерения фонового раствора.*

Чем отмыть посуду от акридинового жёлтого?

Горячим этанолом или длительным замачиванием в нём же при комнатной температуре.

Что делать при плохом расслоении фаз после перемешивания?

перейти к более аккуратному перемешиванию







# УСПЕХОВ, УВАЖАЕМЫЕ КОЛЛЕГИ!

Головацкая Любовь Владиславовна

Электронная почта: [glv@Lumex.ru](mailto:glv@Lumex.ru)

Тел. (812)718-53-90/91

Факс (812)718-68-65

[www.lumex.ru](http://www.lumex.ru)

ISO 9001:2008

