

Министерство образования и науки РФ
ФГБОУ ВПО «Удмуртский государственный университет»
Институт нефти и газа им. М. С. Гущерова
Кафедра
«Экономики и управления в нефтяной и газовой промышленности»

М.Б. Полозов

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО КУРСУ
«ЭКОЛОГИЯ»

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

Ижевск 2012 г.

УДК 504.05(07)

ББК 20.18р30

П 523

Рекомендовано к изданию учебно-методическим советом УдГУ

Рецензент:

Доцент кафедры физической и органической химии

кандидат химических наук

Маклецов В.Г.

П 523 М.Б. Полозов

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ по курсу «Экология». – Ижевск: Изд-во «Удмуртский университет», 2012 г. - 47 с.

Методические указания предназначены для выполнения лабораторных работ в курсе «Экология». Издание предназначено для студентов специальности 090600 – «Разработка и эксплуатация нефтяных и газовых месторождений», 090800 – «Бурение нефтяных и газовых скважин», 0608000 - «Экономика и управление на предприятиях нефтяной и газовой промышленности», 080500 – «Геология нефти и газа», а так же для бакалавров, обучающихся по направлению «Нефтегазовое дело».

УДК 504.05(07)

ББК 20.18р30

Содержание

Предисловие.....	4
Введение.....	5
Лабораторная работа №1	7
Лабораторная работа №2	10
Лабораторная работа №3.....	15
Лабораторная работа №4	20
Лабораторная работа №5	26
Лабораторная работа №6	31
Лабораторная работа №7	36

Введение

Изучение негативного воздействия техносферы в настоящее время является одной из актуальных проблем современности. Решение проблем парникового эффекта, истощения «озонового слоя», загрязнения среды различными токсинами, деградации природных экосистем должно производиться только компетентными специалистами.

Компетентный человек (специалист с высшим образованием) знает не только как сделать или вычислить (умение), но и то, почему необходимо так сделать, т.е. способен осуществить выбор из набора своих умений, которые лучшим образом отвечают условиям данной ситуации. То есть умения являются составной частью компетентности, его материализованной сущностью.

Одна из основных целей любого курса вуза - сформировать учебно-познавательную компетенцию в процессе обучения студентов.

Реализация этой цели положена в основу лабораторных занятий по курсу «Экология».

Задачи курса:

- познакомить студентов с основами лабораторных методов исследования техногенного воздействия;
- научить структурировать собственные знания по курсу;
- создавать в процессе изучения дисциплины условия для самосовершенствования, саморегулирования, саморазвития личностной и предметной рефлексии;
- использовать в обучении студентов технологии для

формирования компетенции в общении: устном, письменном диалоге;

□ научить постановке и решению познавательных задач; задач с нестандартными решениями, проблемных ситуаций и т.д.

- научить студентов планированию, проектированию, моделированию, прогнозированию и т.д.

Предлагаемые методические рекомендации адресованы в студентам Института Нефти и Газа им. М.С. Гучериева, изучающим экологию и использующим материалы экологической направленности для освоения лекционного курса «Экологи».

Основная цель рекомендаций – структурирование комплекса знаний по оценке состояния окружающей среды при функционировании нефтегазового комплекса. Методические рекомендации подробно описывают содержание лабораторных работ в курсе «Экология».

Актуальность данного руководства заключена в том, что в нем приводятся методики качественной и количественной оценки техногенного загрязнения на окружающую среду. Ранее были выпущены руководства в которых приводилась только количественная оценка нефтяного загрязнения окружающей среды.

Правила по технике безопасности при работе в химической лаборатории

К работе в лаборатории допускаются лица, прошедшие инструктаж по охране труда и технике безопасности на рабочем месте.

1. Пребывание студентов в лаборатории разрешается только в присутствии преподавателя.

2. Перед началом лабораторной работы необходимо привести в порядок свое рабочее место, убрав все лишнее.

3. Все работы в лаборатории должны проводиться в

хлопчатобумажном халате, а в некоторых случаях необходимо использовать резиновые перчатки и защитные очки.

4. При всех работах следует соблюдать максимальную осторожность, помня, что неаккуратность, невнимательность, недостаточное знакомство с приборами и свойствами веществ, с которыми ведется работа, может повлечь за собой несчастный случай.

5. Химические опыты проводить с таким количеством вещества и концентрациями, в такой посуде и приборах и в таких условиях, которые указаны в руководствах.

6. Не ставить ни одного опыта и не пускать в дело ни одного прибора без предварительной проверки.

7. Не производить никаких опытов с нечистой посудой.

8. Никаких веществ в лаборатории не пробовать на вкус.

10. Нюхать какие-либо вещества в лаборатории необходимо с осторожностью, не наклоняясь над сосудом и не вдыхая полной грудью, а направляя к себе пары или газ движением руки.

11. Не наклоняться над сосудом, в котором что-нибудь кипит или наливается какая-нибудь жидкость, особенно едкая.

12. Для засасывания жидкости в пипетку и вообще при работе с пипеткой необходимо пользоваться резиновой грушей.

13. Пробирку, в которой нагревается жидкость, держать отверстием в сторону от себя.

14. Остатки опасных веществ не выбрасывать в мусорные ящики или раковины, а тщательно собирать в предназначенные для этого сосуды.

16. После окончания работы привести в порядок рабочее место, убрать все химические реактивы. Оработанные растворы реактивов слить в стеклянную тару с крышкой для их последующего уничтожения.

Лабораторная работа № 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДЕ

Материалы и оборудование

Концентратомер КН-2 или другой прибор с аналогичными метрологическими характеристиками.

Весы лабораторные

Пипетки

Колбы мерные

Цилиндры мерные, вместимостью 10, 25, 1000 см³

Четыреххлористый углерод, х. ч.(ос. ч.)

Оксид алюминия, для хроматографии, ч. д. а.

Натрий серноокислый, безводный, ч. (натрия сульфат)

Кислота серная, х. ч.

Кислота азотная

Вода дистиллированная

Стеклоткань или стекловата

Выполнение измерений

Экстракция

Пробу анализируемой воды полностью переносят в делительную воронку соответствующей вместимости, приливают разбавленную (1:10) серную кислоту из расчета 1 см³ на 100 см³ пробы. Если проба воды была предварительно законсервирована, серную кислоту не добавляют. Сосуд, в котором находилась проба, тщательно ополаскивают 5 см³ четыреххлористого углерода, затем выливают растворитель в делительную воронку. Прибавляют туда еще 5 см³

четыреххлористого углерода (с учетом консервации общий объем четыреххлористого углерода в делительной воронке должен быть 10 см³). Выполняют экстракцию, встряхивая делительную воронку не менее 10 мин, затем отстаивают в течение 10 мин. После расслоения фаз нижний слой (экстракт) сливают в стаканчик и подвергают очистке или оставляют на хранение. После отделения экстракта измеряют объем пробы в воронке мерным цилиндром.

Очистка экстракта

Экстракт сушат безводным сульфатом натрия (не менее 2 г) в течение 10 мин, добавляя его в стаканчик небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой.

В подготовленную по хроматографическую колонку наливают 3 см³ четыреххлористого углерода для смачивания. Как только четыреххлористый углерод впитается в оксид алюминия, выливают экстракт. Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже слоя оксида алюминия. После прохождения экстракта в колонку вливают дополнительно 3 см³ четыреххлористого углерода, которым предварительно ополаскивают стенки стаканчика, где проводилась осушка экстракта. Элюат собирают в мерный цилиндр вместимостью 10-25 см³. Первые 3 см³ элюата отбрасывают. Суммарный объем элюата в цилиндре должен составить 10 см³ (при необходимости доводят до 10 см³ четыреххлористым углеродом).

Измерение

Концентратомер КН-2 должен быть предварительно откалиброван. Перед измерением следует провести контроль калибровки прибора.

Элюат заливают в чистую кювету и устанавливают в концентратомер КН-2. Измеряют концентрацию НП в элюате, считывая показания прибора.

В случае, если концентрация НП превышает величину 100 мг/дм^3 , разбавляют элюат четыреххлористым углеродом, затем раствор заливают в кювету, устанавливают в прибор и производят измерение.

Определение НП в холостой пробе

Определение массовой концентрации НП в холостой пробе выполняют одновременно с анализом серии проб. Результаты анализа холостой пробы учитывают при расчете концентрации НП в пробе. Анализ холостой пробы проводят также при использовании новой партии реактивов.

Обработка результатов измерения

Массовую концентрацию НП (X) в пробе анализируемой воды рассчитывают по формуле:

$$X = X_{\text{изм}} * V_{\text{эл}} * K / V \quad (1)$$

$X_{\text{изм}}$ - содержание НП в элюате, измеренное на приборе, мг/дм^3 ;

V - объем пробы анализируемой воды, см^3 ;

K - коэффициент разбавления, т.е. соотношение объемов мерной колбы и аликвоты элюата (учитывается при его разбавлении по п. 8.3);

$V_{\text{эл}}$ - объем элюата ($V_{\text{эл}} = 10 \text{ см}^3$).

Из результатов анализа вычитают данные, полученные при анализе холостой пробы по п. 9.

Форма представления результата измерения

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

$$X \pm \Delta \text{ мг/дм}^3, P - 0,95, \text{ где (2)}$$

Δ - значение характеристики погрешности, рассчитанное по формуле:

$$\Delta = 1,01 \sigma - X \text{ (3)}$$

(X - среднее арифметическое результатов 2-х параллельных определений X_1 и X_2 ; $X = (X_1 + X_2)/2$).

Лабораторная работа № 2

ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

Материалы и оборудование

Концентратомер КН-2 или аналогичный по характеристикам прибор

Государственный стандартный образец состава раствора НП

(углеводородов) в четыреххлористом углероде

Весы лабораторные ВЛР-200

Меры массы

Пипетки 2-2-10, 2-2-5, 2-2-1

Стаканы химические вместимостью 50 см³

Стаканчик для взвешивания (бюкс) высокий

Экстрактор либо воронки делительные вместимостью 0,5 - 1,0 дм³

Колонки хроматографические с внутренним диаметром 7 мм длиной 200 мм

Штатив для хроматографических колонок

Сито с диаметром отверстий 0,16 мм

Воронка лабораторная

Эксикатор

Стеклянные палочки длиной 12 - 15 см

Шпатель

Бутылки из стекла вместимостью 0,5 - 1,0 дм³ с притертыми пробками для отбора и хранения проб

Четыреххлористый углерод, х.ч.(ос.-ч).

Оксид алюминия, для хроматографии ч.д.а.

Натрий серноокислый, безводный, ч.

Кислота серная, х.ч.

Кислота азотная

Вода, дистиллированная

Стеклоткань или стекловата

Колбы мерные 2-50-2, 2-25-2

Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 1000 см³

Выполнение измерений

Экстракция

Пробу анализируемой воды полностью переносят в делительную воронку соответствующей вместимости, приливают разбавленную (1:10) серную кислоту из расчета 1 см³ на 100 см³ пробы. Если проба воды была предварительно законсервирована, серную кислоту не

добавляют. Сосуд, в котором находилась проба, тщательно ополаскивают 5 см³ четыреххлористого углерода, затем выливают растворитель в делительную воронку. Прибавляют туда еще 5 см³ четыреххлористого углерода (с учетом консервации общий объем четыреххлористого углерода в делительной воронке должен быть **10 см³**). Выполняют экстракцию, встряхивая делительную воронку не менее 10 минут, затем отстаивают в течение 10 минут. После расслоения фаз нижний слой (экстракт) сливают в стаканчик и подвергают очистке по п. 11.2 или оставляют на хранение. (Срок хранения экстрактов не должен превышать 10 месяцев.) После отделения экстракта измеряют объем пробы в воронке мерным цилиндром.

Допускается выполнять экстракцию в экстракторах, входящих в комплект прибора. В этом случае руководствуются соответствующими инструкциями по эксплуатации.

Очистка экстракта

Экстракт сушат безводным сульфатом натрия в течение 10 минут (из расчета не менее 2 г сульфата натрия на 10 см³ экстракта), добавляя его в стаканчик небольшими порциями при перемешивании содержимого стеклянной палочкой.

В подготовленную хроматографическую колонку наливают 3 см³ четыреххлористого углерода для смачивания. Как только четыреххлористый углерод впитается в оксид алюминия, выливают экстракт двумя равными порциями. Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже слоя оксида алюминия. После прохождения пробы в колонку вливают дополнительно около 3 см³ четыреххлористого углерода, которым предварительно ополаскивают

стенки стаканчика, где проводилась осушка экстракта. Элюат собирают в мерный цилиндр вместимостью 10 - 25 см³. Первые 3 см³ элюата отбрасывают. *Суммарный объем элюата в цилиндре должен составить 10 см³* (при необходимости доводят до 10 см³ четыреххлористым углеродом).

Измерение

Используемый ИК-фотометр должен быть предварительно откалиброван. Перед измерением следует провести контроль калибровки прибора по п. 10.6.

Элюат заливают в чистую кювету и устанавливают в концентратомер КН-2. Измеряют концентрацию НП в элюате, считывая показания прибора.

В случае, если концентрация НП превышает величину 100 мг/дм³, разбавляют элюат четыреххлористым углеродом (например, в мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 5 см³ элюата пипеткой вместимостью 5 см³, доводят объем раствора в колбе до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают), затем раствор заливают в кювету, устанавливают в прибор и производят измерение.

В случае использования ИК-фотометров других типов выполняют измерение концентрации НП в элюате в соответствии с руководством по эксплуатации данного прибора.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НП В ХОЛОСТОЙ ПРОБЕ

Определение массовой концентрации НП в холостой пробе выполняют одновременно с анализом серии проб. Для этого берут 0,5 - 1,0 дм³ очищенной (по п. 10.2.7) дистиллированной воды. Результаты анализа холостой пробы учитывают при расчете

концентрации НП в пробе.

Анализ холостой пробы проводят также при использовании новой партии реактивов.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Массовую концентрацию НП (X) в пробе анализируемой воды рассчитывают по формуле:

$$X = X_{\text{изм}} * V_{\text{эл}} * K / V \quad (1)$$

где $X_{\text{изм}}$ - содержание НП в элюате, измеренное на приборе, мг/дм³;

V - объем пробы анализируемой воды, см³;

K - коэффициент разбавления, т.е. соотношение объемов мерной колбы и аликвоты элюата (учитывается при его разбавлении по п. 11.3);

$V_{\text{эл}}$ - объем элюата ($V_{\text{эл}} = 10 \text{ см}^3$).

Из результатов анализа вычитают данные, полученные при анализе холостой пробы.

ФОРМА ПРЕДСТАВЛЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ИЗМЕРЕНИЯ

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

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

Δ - значение характеристики погрешности, рассчитанное по формуле:

$$\Delta = 1,01 \sigma - X \quad (3) \quad (X - \text{среднее арифметическое результатов 2-х}$$

параллельных определений X_1 и X_2 ; $X = (X_1 + X_2)/2$). Значения σ

приведены в табл.2.

Результат измерения должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результат измерения оформляют записью в журнале.

Лабораторная работа № 3

ИЗМЕРЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Материалы и оборудование

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа
СО с аттестованным содержанием ХПК с погрешностью не более 1 %
при $P = 0,95$

Колбы мерные, наливные

Пипетки градуированные

Пипетки с одной меткой

Бюретка

Цилиндры мерные или мензурки

Плитки электрические с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева

Шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130 °С

Бани песчаные

Стаканчики для взвешивания (бюксы)

Стаканы химические

Колбы конические

Капельница 2-50 ХС

Эксикатор

Капилляры стеклянные

Установки для определения ХПК в составе:

Колба К-1-250-29/32 ТС или колба Гр-250-29/32

Обратный холодильник ХПТ-2-400-29/32 ХС

Воронка В-56-80ХС

Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47

Бихромат калия (калий двухромовокислый)

Соль Мора $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Сульфат серебра

Сульфат ртути(II)

Гидроксид натрия

Серная кислота

N-фенилантралиновая кислота или Ферроин $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{FeSO}_4$ или

1,10-фенантролин моногидрат $(\text{d}_2\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ или 1,10-фенантролин

сульфат $(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

Бумага индикаторная универсальная

Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА или МФАС-ОС-2

(0,45 мкм)

или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»

Вода дистиллированная

Выполнение измерений

Выполнение измерений в водах с низкой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в пробе анализируемой воды составляет менее 300 мг/дм^3 , в колбу со шлифом установки для определения ХПК вносят с помощью пипетки 20 см^3 воды (или аликвоту, доведенную дистиллированной водой до 20 см^3), добавляют

10,0 см³ раствора бихромата калия с концентрацией 0,025 моль/дм³ эквивалента (п. 9.1.2) и 30 см³ раствора сульфата серебра в концентрированной серной кислоте. Для равномерного кипения в колбу бросают 2 - 3 капилляра, присоединяют к ней обратный холодильник и кипятят содержимое на песчаной бане в течение 2 ч.

После охлаждения установки промывают холодильник дистиллированной водой (около 50 см³), отсоединяют его, добавляют в колбу, обмывая ее стенки, еще 50 см³ дистиллированной воды, вновь охлаждают, переносят пробу в коническую колбу, дважды споласкивая колбу, где кипятилась проба, дистиллированной водой (по 20 - 30 см³). Добавляют 3 - 4 капли раствора ферроина (или 10 капель раствора фенилантраниловой кислоты) и титруют избыток непрореагировавшего бихромата калия раствором соли Мора (п. 9.1.4) до перехода окраски индикатора из синевато-зеленой в красно-коричневую при использовании в качестве индикатора ферроина и из красно-фиолетовой в синевато-зеленую при использовании N-фенилантраниловой кислоты.

Аналогичным образом проводят холостой опыт с 20 см³ дистиллированной воды.

Выполнение измерений в водах с высокой концентрацией хлоридов

Если концентрация хлоридов в воде превышает 300 мг/дм³, к отобранной для анализа пробе (20 см³ или меньшей аликвоте, доведенной до 20 см³ дистиллированной водой) добавляют сульфат ртути из расчета 100 мг на каждые 10 мг содержащихся в пробе хлоридов и тщательно перемешивают. Далее выполняют определение, как описано в п. 11.1. Наличие небольшого количества осадка,

образовавшегося после добавления сульфата ртути, не мешает определению.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Величину ХПК (бихроматной окисляемости) анализируемой пробы воды X находят по формуле:

$$V=8.0*(V_{\text{мх}} - V_{\text{м}})*C_{\text{м}}*1000/V$$

где $V_{\text{мх}}$ - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в холостом опыте, см^3 ;

$V_{\text{м}}$ - объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в пробы воды, см^3 ;

$C_{\text{м}}$ - концентрация раствора соли Мора, моль/ дм^3 эквивалента;

V - объем пробы воды, взятый для определения, см^3 ;

8,0 - масса миллиграмм-эквивалента кислорода, мг.

Если величина ХПК в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона (80 мг/дм^3), разбавляют пробу с таким расчетом, чтобы величина ХПК входила в регламентированный диапазон

В этом случае величину ХПК в анализируемой пробе воды X находят по формуле:

$$X= X_v * V_v/v$$

где X_v - величина ХПК в разбавленной пробе воды, мг/дм^3 ;

V_v - объем пробы воды после разбавления, см^3 ;

v - объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см^3 .

12.2. Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее

арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значения предела воспроизводимости при вероятности P = 0,95

Диапазон измерений величины ХПК, мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого)
от 4,0 до 10,0 вкл.	42
св. 10,0 до 80,0 вкл.	34

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3, P = 0,95,$$

где Δ - показатель точности методики. Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 - \square - X \quad \text{Значение } \square \text{ приведено в таблице 1.}$$

Если проводилось разбавление пробы воды из-за превышения величины ХПК верхней границы диапазона, значение **5** выбирают из таблицы 1 для величины ХПК в разбавленной пробе воды X_1 .

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X \pm \Delta_x, \text{ мкг/дм}^3, P = 0,95,$$

при условии $\Delta_x < \Delta$, где X - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_x$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

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

Лабораторная работа № 4

ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИД-ИОНОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД МЕРКУРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.

Материалы и оборудование

Весы лабораторные 2-го класса точности,

pH-метр

ГСО с аттестованным содержанием хлорид-иона.

Плитка электрическая, ГОСТ 14919.

Сушильный шкаф электрический, ОСТ 16.801.397.

Штатив лабораторный ШЛ, ТУ 64-1-707.

Колбы конические КН-2-250-18 ТХС

Колбы мерные 2-100(500, 1000)-2,

Пипетки мерные 4(5)-2-1(2);

Цилиндры мерные 2-100(1000),

Бюретки лабораторные 6-2-2(5);
Воронки ХС,
Пробирки П-1-10-0,1 ХС,
Стаканчики для взвешивания СВ,
Склянки из темного стекла для хранения реактивов.
Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками для отбора и хранения проб емкостью 500 - 1000 см³.

Выполнение измерений

Предварительное измерение

Для правильного выбора аликвотной части перед началом анализа проводят качественное определение массовой концентрации хлорид-ионов.

Аликвотную часть анализируемой пробы объемом 5 см³ помещают в пробирку вместимостью 10 см³, подкисляют 1 - 2 каплями раствора азотной кислоты, прибавляют 3 - 5 капель раствора азотнокислого серебра и взбалтывают. По количеству осадка устанавливают аликвотную часть пробы, необходимую для проведения анализа согласно таблице 2.

Таблица 2

Характеристика осадка	Объем
Большой хлопьевидный осадок	1 - 5
Сильная муть	10
Слабая муть	20 - 50
Опалесценция	50 - 100

Основное измерение

Отмеряют достаточный для измерения объем профильтрованной и обработанной при необходимости по п. 9 анализируемой воды, переносят в коническую колбу для титрования, доводят, если необходимо, объем до 100 см³ дистиллированной водой, добавляют 0,3 см³ смешанного индикатора. Если анализируемый раствор окрашивается в желтый цвет, то добавляют по каплям раствор гидроксида натрия до перехода желтой окраски в синюю, затем вводят по каплям раствор азотной кислоты до желтого окрашивания раствора, дополнительно приливают 1 см³ раствора азотной кислоты (анализируемый раствор должен иметь pH = 2,5 ± 0,2) и титруют раствором азотнокислой ртути до фиолетового окрашивания.

Если после добавления смешанного индикатора анализируемая проба окрашивается в синий цвет, то, исключив добавление раствора гидроксида натрия, добавляют по каплям раствор азотной кислоты и далее, как указано выше.

Холостое измерение проводят со 100 см³ дистиллированной воды, проводя ее через весь ход анализа. При анализе проб воды выполняют не менее двух параллельных определений.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Расчет точной концентрации нитрата ртути:

$$C=0.05*10/V$$

10 - аликвотная часть раствора NaCl, см³;

C - концентрация раствора азотнокислой ртути, мг/дм³;

V - объем раствора Hg(NO₃)₂, пошедший на титрование раствора хлористого натрия, см³;

0,05 - нормальность раствора хлористого натрия.

Содержание хлорид-ионов X (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$X = (V_n - V_0) * C * 35.45 * 1000 / V$$

где V_n - объем раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование анализируемой пробы, см³;

V_0 - объем раствора азотнокислой ртути, пошедший на титрование холостой пробы, см³;

C - концентрация раствора азотнокислой ртути;

35,45 - молярная масса эквивалента хлорида иона;

V - объем пробы, взятой на анализ, см³.

За результат анализа X_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{cp} = (X_1 + X_2) / 2$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| < \gamma * (X_1 + X_2) / 200, \quad (1)$$

где γ - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения предела повторяемости вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение)
от 10 до 100 вкл.	7

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4

Значения предела воспроизводимости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Предел воспроизводимости (относительное значение)
от 10 до 100 вкл.	11

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может

быть представлен в виде: $X_{cp} \pm \Delta$, $P = 0,95$,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \delta X_{cp}$.

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{cp} \pm \Delta_d$, $P = 0,95$, при условии $\Delta_d < \Delta$,

где X_{cp} - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_d$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

В том случае, если массовая концентрация хлорид-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы массовая концентрация хлорид-ионов соответствовала регламентированному диапазону.

Результат анализа X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{cp} \pm \Delta'$, $P = 0,95$,

где $\pm \Delta'$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину погрешности взятия аликвоты.

Если массовая концентрация хлорид-ионов в анализируемой пробе ниже минимально определяемой по методике концентрации, то допускается концентрирование выпариванием. В этом случае одновременно с

анализируемой пробой ведут контрольный анализ аттестованного раствора с содержанием хлорид-ионов или соответствующим содержанием их в исходной рабочей пробе.

Результат анализа исходной рабочей пробы признают удовлетворительным, если выполняется следующее условие:

$$|X - C| < K,$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации хлорид-ионов в образце для контроля (аттестованном растворе);

C - аттестованное значение массовой концентрации хлорид-ионов в образце для контроля (аттестованном растворе);

K - норматив оперативного контроля процедуры анализа.

$K = \Delta'$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, откорректированное на величину концентрирования пробы.

Лабораторная работа № 5

ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРОБАХ ПОЧВ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Материалы и оборудование

Весы лабораторные аналитические типа ВЛР-200

Гири

Термометр лабораторный шкальный

Пипетки градуированные вместимостью 5 см³

Муфельная печь любого типа, обеспечивающая температурный режим от 150 до 600 °С

Сушильный шкаф
Стаканы химические ТС вместимостью 50 см³
Колонка хроматографическая стеклянная
(внутренний диаметр 10 мм)
Фарфоровая ступка с пестиком
Сито с размером отверстий 1 мм
Емкость для отбора и хранения проб вместимостью 500 - 2000 см³
Баня водяная
Эксикатор
Холодильник Либиха
Бюксы
Колбы конические 1-150-2, 1-250-2
Гексан, х.ч.
Хлороформ, х.ч. или ч.д.а.
Вода дистиллированная
Алюминий оксид II степени активности по Брокману
Стеклянная вата или стекловолокно
Фильтры обеззоленные «красная лента»

Выполнение измерений

Из образца, подготовленного по п. 8.2, отбирают две навески почвы. Масса навески 30-100 г в зависимости от предполагаемого содержания нефтепродуктов. Навеску почвы помещают в колбу вместимостью 150 см³, смачивают хлороформом до влажного состояния. Затем несколько раз проводят экстракцию путем добавления 10-15 см³ хлороформа до получения в последней порции бесцветного экстракта. Время проведения каждой экстракции - 5-10 минут.

Экстракты фильтруют в коническую колбу через фильтр «красная лента». Остаток почвы в колбе, где проводилась экстракция, промывают 5 см^3 хлороформа.

Объединенный хлороформный экстракт выпаривают в вытяжном шкафу на водяной бане или удаляют хлороформ методом отгонки. С этой целью экстракт помещают в колбу ёмкостью 250 см^3 , которая соединяется с холодильником и ставят ее на водяную баню для выпаривания. Когда в колбе останется $10 - 15 \text{ см}^3$ жидкости, отгонку прекращают. Содержимое колбы сливают в стаканчик вместимостью 50 см^3 , колбу дважды ополаскивают хлороформом по 10 см^3 . Эти две порции хлороформа сливают в тот же стаканчик, который помещают в вытяжной шкаф для испарения.

Оставшийся в стаканчике после испарения хлороформа осадок растворяют $5 - 10 \text{ см}^3$ гексана. Полученный раствор пропускают через хроматографическую колонку, приготовленную по п. 8.4, для избавления от полярных соединений. После того, как над оксидом алюминия останется слой раствора $1 - 2 \text{ см}$, колонку промывают $2 - 3$ порциями гексана (по $2 - 3 \text{ см}^3$), предварительно ополоснув им стаканчик.

Гексан испаряют в токе воздуха при комнатной температуре. После полного удаления гексана стаканчик взвешивают на аналитических весах, выдерживают в течение получаса в лаборатории и повторно взвешивают. Взвешивание повторяют до достижения постоянной массы.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

По разности массы стаканчика с остатком и пустого стаканчика определяют массу нефтепродуктов.

Содержание нефтепродуктов (X , мг/кг почвы) вычисляют по формуле:

$$X = A/B * 1000$$

где A - найденное количество нефтепродуктов, мг;

B - навеска почвы, взятой для анализа, г.

За результат анализа X_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{cp} = (X_1 + X_2) / 2$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq r(X_1 + X_2) / 200,$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 2.

Таблица 2

Значения предела повторяемости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя
от 20 до 100 вкл.	53
св. 100 до 50000 вкл.	39

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее

арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения предела воспроизводимости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/кг	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя
от 20 до 100 вкл.	73
св. 100 до 50000 вкл.	56

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде $X_{cp} \pm \Delta$, $P = 0,95$, где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле $\Delta = 0,01 \cdot 5 \cdot X_{cp}$. Значение **5** приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{cp} \pm \Delta_n$, $P = 0,95$, при условии $\Delta_n < \Delta$, где

X_{cp} - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики,

$\pm \Delta_n$ - значение характеристики погрешности результатов анализа,

установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

Лабораторная работа № 6

ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В МИНЕРАЛЬНЫХ, ОРГАНОГЕННЫХ, ОРГАНО- МИНЕРАЛЬНЫХ ПОЧВАХ И ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОМЕТРИИ

Материалы и оборудование

Анализатор содержания нефтепродуктов в воде и четыреххлористом углероде, АН-2, диапазон измерения (2 - 100) мг/дм³, погрешность измерения \pm (2 - 3) мг/дм³ (или концентратомер нефтепродуктов в ССl₄, типа КН-1, диапазоны измерения (0 - 100) мг/дм³, (0 - 1000) мг/дм³, погрешность измерения \pm (2 - 3) % соответственно).

Весы аналитические, типа ВЛР-200,

ГСО раствора нефтепродуктов в четыреххлористом углероде № 7248-96.

Колбы мерные 2-25-2, 2-250-2,

Пипетки градуированные 4(5)-2-1(2), 6(7)-1-5(10), 2-2-25
Цилиндры мерные 2-25, 2-50,
Пробирки градуированные с притертыми пробками 2-10,
Сушильный шкаф,
Печь муфельная, позволяющая достигать и поддерживать температуру 800 - 850 °С.
Аппарат для встряхивания проб типа WU-4.
Лабораторный гомогенизатор типа MPW-309 или MPW-324.
Сито с диаметром ячеек 0,5 мм,
Стаканчики для взвешивания (бюксы),
Колбы конические плоскодонные с притертыми пробками вместимостью 100 см³,
Воронки лабораторные диаметром 30 мм,
Алюминия оксид, ч.д.а.,
Углерод четыреххлористый, ч.д.а.,
Масло турбинное, марки ТП-22,
Мешочки из плотной ткани или полиэтилена.

Примечание. Допускается применение средств измерений и вспомогательного оборудования других типов с аналогичными или лучшими метрологическими или техническими характеристиками.

Выполнение измерений

Навеску исследуемой пробы помещают в колбу емкостью 100 см³ с притертой стеклянной пробкой. Пробу почвы в колбе заливают 10 см³ четыреххлористого углерода и интенсивно встряхивают в аппарате для встряхивания проб в течение 1 часа. Полученный экстракт фильтруют через бумажный фильтр «белая лента» и сливают в бюкс с притертой

крышкой. Экстракцию с последующим фильтрованием повторяют еще 2 раза с новыми порциями четыреххлористого углерода по 10 см^3 в каждой. Все экстракты объединяют в мерный цилиндр емкостью 50 см^3 и фиксируют суммарный объем V . После этого на приборе ориентировочно оценивают содержание нефтепродуктов. Показания прибора не должны быть более 90 мг/дм^3 . В случае превышения показания пипеткой отбирают аликвоту экстракта объемом 5 см^3 , помещают ее в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доливают до метки четыреххлористым углеродом. Если показания прибора снова превышают 90 мг/дм^3 , процедуру разбавления повторяют.

В подготовленную по п. 8.7 хроматографическую колонку наливают 10 см^3 четыреххлористого углерода для смачивания сорбента. После того, как четырёххлористый углерод впитается в сорбент, пипеткой емкостью 5 см^3 отбирают аликвоту разбавленного экстракта и медленно выливают в колонку. Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже верхнего края слоя оксида алюминия. После прохождения пробы в колонку вливают дополнительно 5 см^3 четыреххлористого углерода. Элюат собирают в цилиндр вместимостью 25 см^3 , причем первые 10 см^3 элюата отбрасывают. Измеряют объем полученного элюата. Элюат заливают в кювету и устанавливают в прибор. Фиксируют показания прибора ($C_{\text{изм}}$), соответствующие содержанию нефтепродуктов в элюате (в мг/дм^3).

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат определения содержания нефтепродуктов в почве $X_{\text{изм}}$ (мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X_{\text{изм}} = \text{Сизм} * V * V_2 * V_{\text{эллоат}} / M * V_1 * V_{\text{ал}}$$

где: Сизм - показания прибора, мг/дм³;

М - масса навески образца для анализа, кг;

V - суммарный объем экстракта, дм³;

V₁ - объем экстракта, взятый для разбавления, дм³;

V₂ - объем экстракта, полученный после разбавления, дм³;

V_{ал} - объем аликвоты экстракта, введенной в хроматографическую колонку, дм³;

V_{эллоат} - объем эллоата, полученного после пропускания экстракта через колонку, дм³.

Определяют среднее арифметическое двух определений:

$$X = (X_{\text{изм1}} + X_{\text{изм2}}) / 2$$

Среднее значение вычисляется при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| < 0,01 - rX$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3.

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Находят по таблице или по уравнению значение поправки \square^1 (см.

Приложение А).

¹ Математическое ожидание систематической составляющей \square (поправка) зависит от содержания нефтепродуктов и типа почвы и учитывает, в основном, степень извлечения нефтепродуктов из

образца.

За результат измерения принимают:

$$C_k = X - \square, \text{ мг/кг}$$

При расчете значения C_x округляют до того же разряда, что и значение погрешности измерения.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости (R) приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Значения пределов сходимости и воспроизводимости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/кг	Предел сходимости (для двух результатов	Предел воспроизводимости
Минеральные, органо-минеральные почвы, иловые донные отложения		
От 50 до 100000 вкл.	22	28
Органогенные почвы		
От 50 до 150 вкл.	31	42
Св. 150 до 100000 вкл.	22	28

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат C_x в документах, предусматривающих его использование,

может быть представлен в виде:

$C_x \pm \Delta$ ($P = 0,95$), где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 * C_x$. Значение Δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $C_x \pm \Delta$, $P = 0,95$, при условии $\Delta_n < \Delta$, где

C_x - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

Δ_n - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Лабораторная работа № 7

ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИДОВ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Материалы и оборудование

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа

СО с аттестованным содержанием хлоридов с погрешностью не более 1 % при $P = 0,95$

Колбы мерные, наливные 2-500-2

Пипетка градуированная 1(3)-1-2-1
Пипетки с одной меткой
Бюретка
Цилиндры мерные или мензурки
Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева
Печь муфельная, обеспечивающая температуру нагрева до 900°C
Стаканчики для взвешивания (бюксы)
Стаканы химические
Колбы конические или плоскодонные
Чашка выпарительная № 1 (2)
Эксикатор
Колонка хроматографическая диаметром 1,5 - 2,0 см и длиной 25 - 30 см
Стекло часовое диаметром 5 - 7 см
Палочка стеклянная
Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47
Хлорид натрия Нитрат серебра Хромат калия
Азотная кислота концентрированная Соляная кислота Гидроксид натрия Пероксид водорода Аллюмокалиевые квасцы Аммиак водный, концентрированный Уголь активированный Хлорид кальция безводный (для эксикатора) Бумага индикаторная универсальная
Фильтры мембранные Владипор типа МФАС-МА или МФАС-ОС-2 (0,45 мкм) или фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» Вода дистиллированная

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с

квалификацией не ниже ч.д.а.

Выполнение измерений

Предварительная оценка содержания хлоридов в воде

Перед выполнением определения хлоридов в пробе воды неизвестного состава проводят качественную оценку их содержания. Для этого к 5 см³ анализируемой воды добавляют 3 капли 10 % раствора AgNO₃ и перемешивают. О содержании хлоридов судят по интенсивности помутнения пробы. В зависимости от предполагаемого содержания хлоридов выбирают объем пробы, отбираемый для титрования (таблица 2).

Таблица 2

Качественная оценка содержания хлоридов в воде и рекомендуемый для титрования объем пробы воды

Характер помутнения пробы	Ориентировочное содержание	Рекомендуем
Слабая муть	1 - 10	100
Сильная муть	10 - 50	100
Плавающие хлопья	50 - 100	100
Оседающие хлопья	100 - 250	100
Белый объемистый осадок	250 - 800 или более 800	

Титрование

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают пробу воды,

объем которой зависит от предполагаемого содержания хлоридов (см. табл. 2.). Если объем пробы меньше 100 см^3 , то ее разбавляют до 100 см^3 дистиллированной водой. Проба должна иметь величину рН 7 -10, в противном случае доводят рН до этих значений с помощью раствора азотной кислоты $0,1 \text{ моль/дм}^3$, или 0,4 % раствором гидроксида натрия по универсальной индикаторной бумаге. Добавляют 1 см^3 раствора хромата калия и при непрерывном перемешивании медленно титруют из бюретки рабочим раствором нитрата серебра. При содержании хлоридов 50 мг/дм^3 и менее для титрования используют раствор нитрата серебра с концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$, более 50 мг/дм^3 - $0,05 \text{ моль/дм}^3$ эквивалента.

При титровании вначале появляется белый осадок AgCl . При приближении к концу титрования возникает оранжевая окраска, скорость исчезновения которой замедляется по мере титрования. Конец титрования определяют по не исчезающей при перемешивании оранжевой окраске, появляющейся от одной капли раствора AgNO_3 . Для установления конечной точки титрования целесообразно использовать «свидетель», в качестве которого используют недотитрованную пробу приблизительно с таким же содержанием хлоридов, как и в анализируемой пробе.

Повторяют титрование и если расхождение между параллельными титрованиями не более $0,05 \text{ см}^3$ при объеме нитрата серебра до 5 см^3 и не более $0,1 \text{ см}^3$ при объеме нитрата серебра более 5 см^3 , за результат принимают среднее значение объема раствора нитрата серебра. В противном случае повторяют титрование до получения допустимого расхождения результатов.

Одновременно с титрованием анализируемых проб для учета индикаторной ошибки выполняют титрование холостой пробы - 100 см^3

дистиллированной воды

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию хлоридов в анализируемой пробе воды находят по

$$X=35.45*(V- V_{хол}) * C_{Ag} * 1000/ V_1$$

где X - массовая концентрация хлоридов в воде, мг/дм³;

V - объем раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование пробы, см³;

$V_{хол}$ - объем раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование холостой пробы, см³;

C_{Ag} - концентрация раствора нитрата серебра, моль/дм³ эквивалента;

V_1 - объем пробы воды, взятой для определения, см³;

35,45 - молярная масса эквивалента Cl⁻, г/моль.

Если массовая концентрация хлоридов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу диапазона (250 мг/дм³), разбавляют пробу с таким расчетом, чтобы массовая концентрация хлоридов входила в регламентированный диапазон, и выполняют титрование в соответствии с п. 11.2.

В этом случае массовую концентрацию хлоридов в анализируемой пробе воды X находят по формуле:

$$X= X_v * V_v / v$$

где X_v - массовая концентрация хлоридов в разбавленной пробе воды, мг/дм³;

v - объем аликвоты пробы воды, взятой для разбавления, см³;

V_v - объем пробы воды после разбавления, см³.

За результат анализа X_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2 :

$$X_{cp} = (X_1 + X_2) / 2$$

для которых выполняется следующее условие

$$|X_1 - X_2| \leq \gamma * (X_1 + X_2) / 200$$

где γ - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 3.

Таблица 3

Значения предела повторяемости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации хлоридов, мг/дм ³	Предел повторяемости (относительное значение допустимого расхождения)
от 10,0 до 25,0 вкл.	14
св. 25,0 до 50,0 вкл.	8
св. 50,0 до 250,0 вкл.	6

При невыполнении условия (1) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух

лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4 Значения предела воспроизводимости при вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений массовой	Предел воспроизводимости (относительное значение допустимого расхождения между двумя результатами)
от 10,0 до 25,0 вкл.	20
св. 25,0 до 50,0 вкл.	14
св. 50,0 до 250,0 вкл.	11

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде

$$X_{cp} + \Delta \quad P = 0,95,$$

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 - \delta - X_{cp}$$

Значение δ приведено в таблице 1.

Если проводилось разбавление пробы воды из-за превышения массовой концентрации хлоридов верхней границы диапазона, значение δ выбирают из таблицы 1 для массовой концентрации хлоридов в разбавленной пробе воды X_v .

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X_{\text{ср}} \pm \Delta_{\text{л}} \quad P=0,95$$

при условии $\Delta_{\text{л}} < \Delta$,

где $X_{\text{ср}}$ - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_{\text{л}}$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

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

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

Рекомендуемая литература

Основная литература

- 1.Алексеев П.Д., Бараз *В.И.*, *Гридни В.И.* и др. Охрана окружающей среды в нефтяной промышленности. — М.: Изд-во РГУ нефти и газа им. И. Губкина. 1994. — 474 с.
- 2.Тетельмин Б.В., Язев В.А. Защита окружающей среды в нефтегазовом комплексе. Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2009. - 352 с: ил. (Серия «Нефтегазовая инженерия»).

Периодические издания

Нефтяное хозяйство

Интернет-ресурсы

www.oil-industry.ru/

Дополнительная литература

- 1.Гагарина О.В. Оценка качества поверхностных вод гидрохимическими показателями. Ижевск: издательство «Удмуртский Университет», 2010. 116 с.
- 2.Вержичинская СВ., Дигиров Н.Г. Химия и технология нефти и газа. — М.: ФОРУМ. 2007. — 400 с.
- 3.Фелленберг Г. Загрязнение природной среды. Введение в экологическую химию. М.: Мир, 1997. – 232 с.

Учебное издание

Михаил Брониславович Полозов

**ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО КУРСУ
«ЭКОЛОГИЯ»**

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

Компьютерный набор и верстка М.Б. Полозов

Авторская редакция

Напечатано с оригинал-макета заказчика

Подписано в печать __. __. __. Формат
Печать офсетная. Усл. печ. л 4,0. Уч.-изд. л.

Тираж 30 экз. Заказ № ...

Издательство «Удмуртский университет».
426034, Ижевск, ул. Университетская, 1, корп.2.