

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А.А.Соловьянов А.А.Соловьянов



_____ 199_г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ПРОБАХ
ПРИРОДНЫХ, ПИТЬЕВЫХ, СТОЧНЫХ ВОД ФЛУОРИ-
МЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ НА АНАЛИЗАТОРЕ
ЖИДКОСТИ "ФЛЮОРАТ-02"**

ПНД Ф 14.1:2:4.128-98

(Взамен ПНД Ф 14.1:2:4.35-95)

Методика допущена для целей государственного
экологического контроля

МОСКВА
1998г.

Издание 2007 года

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее - МВИ) массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных, питьевых и сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат-02».

Диапазон измерений массовой концентрации нефтепродуктов 0,005 - 50 мг/дм³.

Определению нефтепродуктов не мешают жиры, гуминовые вещества, насыщенные углеводороды природного происхождения. Методика не обеспечивает характеристик погрешности, приведенных в п.2, при определении в водах легких нефтепродуктов (бензин), а также индивидуальных соединений, входящих в состав нефтепродуктов.

При анализе проб неочищенных сточных вод целлюлозно-бумажной, химической промышленности, а также по результатам контроля коэффициента пропуска гексанового экстракта пробы (п.9) требуется дополнительная очистка экстракта на хроматографической колонке, заполненной оксидом алюминия.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Значения показателя повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности

Диапазон измерений, мг/дм ³	σ_r , %	σ_R , %	$\pm \delta_c$, %	$\pm \delta$, %
От 0,005 до 0,01 вкл.	15	22	24	50
Свыше 0,01 до 0,5 вкл.	10	15	18	35
Свыше 0,5 до 50,0 вкл.	7	11	12	25

Примечание. В таблице использованы следующие обозначения: σ_r - показатель повторяемости (относительное значение среднего квадратиче-

ского отклонения повторяемости), $\sigma_{\text{р}}$ - показатель воспроизводимости (относительное значение среднего квадратического отклонения воспроизводимости), $\pm \delta$ - показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta$ - показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$).

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений массовой концентрации нефтепродуктов используют следующие средства измерений, вспомогательные устройства материалы и растворы.

3.1 Средства измерений

Анализатор жидкости «Флюорат-02»	ТУ 4321-001-20506233-94
Весы лабораторные специального или высокого класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г	ГОСТ 24104 – 2001
Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 10 см ³	ГОСТ 29169 – 91
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5 см ³	ГОСТ 29227 - 91
Колбы мерные 2-50-2, 2-25-2	ГОСТ 1770 – 74
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 100, 200, 1000 см ³	ГОСТ 1770 – 74
Государственный стандартный образец состава раствора нефтепродуктов в гек-	7950-2001

сане (1 мг/см^3 , погрешность аттестованного значения не более $\pm 3 \%$) - для градуировки анализатора

Государственный стандартный образец ГСО 7117-94 состава нефтепродуктов в твердой матрице - для контроля погрешности

3.2 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709 - 72
Гексан	ТУ 6-09-3375-78
Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118 - 77
Натрия гидроксид, х.ч.	ГОСТ 4328 - 77

Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных. Требования к чистоте гексана изложены в п.8.2. Рекомендуется использовать гексан ос.ч. (сорт 1) производства фирмы «Криохром».

3.3 Вспомогательное оборудование

Стаканы химические термостойкие вместимостью 100, 1000 см^3	ГОСТ 25336 - 82
Делительная воронка вместимостью 250 см^3	ГОСТ 25336 - 82

Способ подготовки посуды приведен в Приложении А. Посуда и реактивы, необходимые для дополнительной очистки экстрактов на колонке с оксидом алюминия, приведены в Приложении Б.

3.4 Приготовление растворов

3.4.1 Раствор гидроксида натрия, массовая доля 5 %

5 г гидроксида натрия растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения раствора в сосуде из полиэтилена - 2 месяца.

3.4.2 Раствор соляной кислоты, объемная доля 3 %

В коническую колбу из термостойкого стекла наливают 970 см^3 воды и медленно, тщательно перемешивая, добавляют 30 см^3 соля-