

**МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ НАВКОЛИШНЬОГО ПРИРОДНОГО
СЕРЕДОВИЩА УКРАЇНИ**

**ВОДИ ЗВОРОТНІ, ПОВЕРХНЕВІ, ПІДЗЕМНІ.
Методика виконання вимірювань масової концентрації
нафтопродуктів гравіметричним методом**

МВВ № 081/12-0645-09

Київ – 2009

ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Український науково-дослідний інститут екологічних проблем Мінприроди України

РОЗРОБНИКИ: О. Калініченко (керівник розробки), С. Нікітіна, С. Буштець, Г. Іпаті

2 АТЕСТОВАНО: Державне підприємство “Всеукраїнський державний науково-виробничий центр стандартизації, метрології, сертифікації та захисту прав споживачів (Укрметртестстандарт)” Держспоживстандарту України (свідоцтво про атестацію МВВ № 081/12-0645-09 від 19.11.2009 р.)

3 ВНЕСЕНО: Державна екологічна інспекція Мінприроди України

4 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: Наказ Міністра охорони навколишнього природного середовища України № 54 від 3 лютого 2010 р.

© Цей нормативний документ не може бути повністю чи частково відтворений, тиражований або розповсюджений без дозволу
Мінприроди України

1 ГАЛУЗЬ ВИКОРИСТАННЯ

Цей документ встановлює методику виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах поверхневих, підземних та зворотних вод гравіметричним методом (далі - МВВ).

МВВ призначена для використання в підрозділах інструментально-лабораторного контролю Державної екологічної інспекції, Республіканського комітету Автономної Республіки Крим з охорони навколишнього природного середовища, спеціальних підрозділів Мінприроди та наукових установ, що належать до сфери управління Міністерства з метою виконання вимірювань у сфері поширення державного метрологічного контролю та нагляду, а саме контролю стану навколишнього природного середовища.

Діапазон вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах поверхневих, підземних та зворотних вод становить від 1 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно.

2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОХИБКИ ВИМІРЮВАНЬ

МВВ забезпечує виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах поверхневих, підземних та зворотних вод із границями сумарної відносної похибки ($\pm \delta$), значення якої за довірчої ймовірності $P = 0,95$ для результату, середнього з двох паралельних вимірювань, $n = 2$,

у діапазоні від 1 мг/дм³ до 12,5 мг/дм³ включно не перевищують 25 %,

у діапазоні понад 12,5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно не перевищують 14 %.

3 ЗАСОБИ ВИМІРЮВАЛЬНОЇ ТЕХНІКИ, ДОПОМІЖНЕ ОБЛАДНАННЯ, РЕАКТИВИ ТА МАТЕРІАЛИ

3.1 Засоби вимірювальної техніки

3.1.1 Ваги лабораторні загального призначення 2, 3 класу з найбільшою межею зважування 200 г - згідно з ГОСТ 24104

3.1.2 Циліндри 1-10, 1-25, 1-50, 1-100, 1-1000 - згідно з ГОСТ 1770

3.1.3 Піпетки градуйовані 3-1-2-2, 3-2-2-5- згідно з ГОСТ 29227

3.1.4 Піпетки з однією позначкою 1-2-10 - згідно з ГОСТ 29169

3.2 Реактиви

3.2.1 Кислота соляна, HCl , ($\rho = 1,18$ г/см³), х.ч. - згідно з ГОСТ 3118

3.2.2 Хлороформ, для хроматографії, $CHCl_3$, х.ч. - згідно з ТУ 6-09-4263

3.2.3 Гексан, $CH_3(CH_2)_4CH_3$, х.ч. - згідно з ТУ 6-09-4521

3.2.4 Алюміній оксид, Al_2O_3 , для хроматографії, стандартизований по

Брокману

3.2.5 Натрій сірчаноокислий безводний, Na_2SO_4 , х.ч. - згідно з ГОСТ 4166

3.2.6 Вода здистильована - згідно з ГОСТ 6709

3.2.7 Спирт етиловий ректифікований - згідно з ГОСТ 18300

3.2.8 Кальцій хлористий – згідно з ГОСТ 450

3.3 Лабораторний посуд, матеріали та устаткування

3.3.1 Скловолокно

3.3.2 Колонки скляні, діаметр 1 см, висота 20 – 25 см, з витягнутим до діаметру 1 мм нижнім кінцем.

3.3.3 Стаканчики для зважування (бюкси) СН-45/13 - згідно з ГОСТ 25336

3.3.4 Стакани скляні В-1-100 ТС - згідно з ГОСТ 25336

3.3.5 Лійки ділильні ВД-2-100 ХС, ВД-2-250 ХС, ВД-2-1000 ХС - згідно з ГОСТ 25336

3.3.6 Колби К_н-1-100-24/29 ТС, К_н-1-250-24/29 ТС - згідно з ГОСТ 25336

3.3.7 Папір індикаторний універсальний – згідно з ТУ 6-09-1181

3.4 Допоміжне обладнання

3.4.1 Піч муфельна - згідно з ТУ 16-531-098

3.4.2 Шафа сушильна - згідно з ГОСТ 14919

3.4.3 Годинник пісочний на 2 хв та 5 хв - згідно з ТУ У 33.5-14307481-030

3.4.4 Вентилятор

3.4.5 Ексикатор 2-250 – згідно з ГОСТ 25336

3.4.6 Скляні ємності для відбирання, зберігання і транспортування проб води, 6 шт.

Допускається застосовувати інші засоби вимірювальної техніки з метрологічними характеристиками та допоміжні пристрої, реактиви і матеріали з показниками якості не нижчими за встановлені цією МВВ.

Усі засоби вимірювальної техніки мають бути повірені або атестовані в установленому порядку.

4 МЕТОД ВИМІРЮВАННЯ

Метод вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у поверхневих, підземних та зворотних водах ґрунтується на екстрагуванні із проби води органічних речовин хлороформом, випарюванні хлороформу, розчиненні залишку в гексані, відділенні полярних сполук, рослинних та тваринних жирів, легких вуглеводнів на колонці з алюмінію оксидом, випарюванні гексану та гравіметричному вимірюванні маси залишку.

Розрахунковим методом встановлюють масову концентрацію нафтопродуктів у вихідній пробі води.

5 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

5.1 Під час виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах поверхневих, підземних та зворотних вод дотримуються вимог, що встановлені інструкцією з охорони праці в хімічній лабораторії, яка розроблена у відповідності до чинних в Україні нормативних документів з охорони праці та техніки безпеки, затверджена в установленому порядку і містить розділи з пожежної безпеки, електробезпеки та безпеки при роботі з хімічними та токсичними речовинами, легкозаймистими речовинами, концентрованими

кислотами та лугами.

5.2 Вміст шкідливих речовин у повітрі робочої зони не повинен перевищувати гранично допустимі концентрації, встановлені ГОСТ 12.1.005.

5.3 Лабораторне приміщення повинно бути обладнане припливно-втяжною вентиляцією з відповідною кратністю обміну повітря.

6 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРІВ

До виконання вимірювань і обробки їх результатів допускаються фахівці, які пройшли інструктаж з охорони праці, мають стаж роботи за фахом не менше 1 року та допущені до роботи в установленому в організації порядку.

7 УМОВИ ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

При виконанні вимірювань дотримуються таких умов:

- температура повітря в приміщенні (20 ± 2) °С;
- атмосферний тиск від 630 мм рт.ст. до 800 мм рт.ст.;
- відносна вологість повітря (за температури 25 °С) не більше 80 %;
- напруга в електричній мережі (220 ± 20) В за частоти струму (50 ± 1) Гц.

8 ПІДГОТОВКА ДО ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

При підготовці до виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробах поверхневих, підземних та зворотних вод виконують:

- підготовку алюмінію оксиду;
- підготовку натрію сірчаноокислого;
- підготовку гексану;
- підготовку колонки;
- приготування розчинів;
- відбір та консервування проб;
- пробопідготовку.

8.1 Підготовка алюмінію оксиду

Алюмінію оксид за 3.2.4 прожарюють у печі муфельній за 3.4.1 протягом 4 год за температури (600 ± 10) °С.

Підготовлений алюмінію оксид зберігають у бюксі, вміщеному в ексикатор, заповнений кальцієм хлористим за 3.2.8.

Термін зберігання в умовах лабораторії протягом 1 місяця.

8.2 Підготовка натрію сірчаноокислого

Натрій сірчаноокислий за 3.2.5 висушують у шафі сушильній за 3.4.2 протягом 5 год за температури (105 ± 2) °С.

Підготовлений натрій сірчаноокислий зберігають у бюксі, вміщеному в ексикатор, заповнений кальцієм хлористим за 3.2.8. Термін зберігання в умовах лабораторії протягом 1 місяця.

8.3 Підготовка гексану

У колбу за 3.3.6 циліндром за 3.1.2 вміщують 100 см³ гексану і додають наважку натрію сірчаноокислого за 8.2 масою (5,0 ± 0,1) г, зважену з точністю до 0,1 г і ретельно перемішують. Гексан відокремлюють від натрію сірчаноокислого.

Підготовлений гексан придатний до застосування у разі зберігання у закритій кришкою склянці в умовах лабораторії протягом 1 місяця.

8.4 Підготовка колонки

У нижню частину колонки за 3.3.2 послідовно вміщують шар скловолокна товщиною 1 см, шар алюмінію оксиду за 8.1 товщиною від 2 до 20 см (в залежності від вмісту полярних сполук) і знову шар скловолокна товщиною 1 см. Колонку закріплюють у штативі. Вміст колонки змочують (4 ± 1) см³ гексану за 8.3.

Примітка. Для поглинання (75 ± 25) мг полярних сполук достатньо (2,5 ± 0,5) см шару алюмінію оксиду.

8.5 Приготування розчинів

8.5.1 Приготування водного розчину кислоти соляної (2:1) за об'ємом

У стакан за 3.3.4 циліндрами за 3.1.2 вміщують 25 см³ води здистильованої за 3.2.6 і 50 см³ кислоти соляної концентрованої за 3.2.1, ретельно перемішують.

Розчин придатний до застосування при зберіганні у закритій кришкою склянці в умовах лабораторії протягом 1 року.

8.6 Відбір та консервування проб

Відбір проб поверхневих вод виконують згідно з ГОСТ 17.1.5.05, ДСТУ ISO 5667-4 та ДСТУ ISO 5667-6, підземних вод – згідно з ДСТУ ISO 5667-11, зворотних вод – згідно з КНД 211.1.0.009, ДСТУ ISO 5667-10, зберігання та поводження з пробами – згідно з ДСТУ ISO 5667-3.

Якщо очікувана масова концентрація нафтопродуктів знаходиться в діапазоні від 1 мг/дм³ до 3 мг/дм³, у шість скляних емностей відбирають проби води об'ємом 1000 см³ кожна.

Якщо очікувана масова концентрація нафтопродуктів знаходиться в діапазоні понад 3 мг/дм³, у дві скляні емності відбирають проби води об'ємом 1000 см³ кожна.

Якщо вимірювання масової концентрації не виконують негайно, то в проби піпеткою за 3.1.4 додають по 10 см³ хлороформу. Консервовані у такий спосіб проби можна зберігати не більше 48 годин.

Використання поліетиленового посуду, гумових та поліетиленових пробок при відборі проб води забороняється.

8.7 Пробопідготовка

8.7.1 Сухі порожні бюкси за 3.3.3 витримують 30 хв на повітрі за кімнатної температури для доведення до постійної маси. Далі вимірюють масу бюксів за процедурою 9.1.

8.7.2 Перевірку розчинників на чистоту проводять у такий спосіб. Циліндрами за 3.1.2 відміряють по 100 см³ хлороформу чи гексану, вміщують у попередньо зважені бюкси за 8.7.1 і видаляють, випаровуючи розчинники за

кімнатної температури за допомогою вентилятора, як описано у 8.7.3. Бюкси знову зважують. Маса залишку після видування кожного з розчинників не повинна перевищувати 0,3 мг. Якщо маса залишку після видування перевищує 0,3 мг, розчинники переганяють: хлороформ переганяють за температури 61,2 °С, гексан переганяють за температури 68,7 °С.

8.7.3 Якщо очікувана масова концентрація нафтопродуктів знаходиться у діапазоні від 1 мг/дм³ до 3 мг/дм³, аналіз проводять з 3000 см³ проби, якщо очікувана масова концентрація нафтопродуктів перевищує 3 мг/дм³, аналіз проводять з 1000 см³ проби.

8.7.3.1 Якщо аналіз проводять із 1000 см³ проби, виконують наступні операції.

Пробу води переливають у циліндр за 3.1.2 ємністю 1000 см³ і записують об'єм відібраної проби. Вміщують пробу у лійку ділильну за 3.3.5 місткістю 1000 см³, додають кислоти соляної за 8.5.1 доти, поки рН проби води стане меншим 5. рН проби перевіряють за індикаторним папером. Циліндром за 3.1.2 місткістю 25 см³ відміряють 20 см³ хлороформу за 3.2.2 і споліскують стінки посуду та циліндру, у яких знаходилась проба води. Переносять хлороформний розчин у лійку ділильну з пробою. Вміст лійки ділильної струшують протягом 5 хв за годинником пісочним і залишають до розшарування на 15 хв. Після розшарування хлороформний екстракт переносять у іншу лійку ділильну за 3.3.5 місткістю 100 см³. Циліндром за 3.1.2 відміряють 20 см³ хлороформу і додають у першу лійку ділильну. Екстракцію повторюють ще раз протягом 5 хв за годинником пісочним. Після розшарування хлороформний екстракт переносять у ту ж саму лійку ділильну за 3.3.5 місткістю 100 см³.

8.7.3.2 Якщо аналіз проводять із 3000 см³ проби, виконують наступні операції.

Пробу води переливають у циліндр за 3.1.2 ємністю 1000 см³ і записують об'єм відібраної проби. Вміщують пробу у лійку ділильну за 3.3.5 місткістю 1000 см³, додають кислоти соляної за 8.5.1 доти, поки рН проби води стане меншим 5. рН проби перевіряють за індикаторним папером. Циліндром за 3.1.2 місткістю 25 см³ відміряють 20 см³ хлороформу за 3.2.2 і споліскують стінки посуду та циліндру, у яких знаходилась проба води. Переносять хлороформний розчин у лійку ділильну з пробою. Вміст лійки ділильної струшують протягом 5 хв за годинником пісочним і залишають до розшарування на 15 хв. Після розшарування хлороформний екстракт переносять у іншу лійку ділильну за 3.3.5 місткістю 250 см³. Циліндром за 3.1.2 відміряють 20 см³ хлороформу і додають у першу лійку ділильну. Екстракцію повторюють ще раз протягом 5 хв за годинником пісочним. Після розшарування хлороформний екстракт переносять у ту ж саму лійку ділильну за 3.3.5 місткістю 250 см³.

Наступну порцію проби об'ємом 1000 см³ переливають у циліндр за 3.1.2 ємністю 1000 см³ і записують об'єм відібраної проби. Далі діють так, як викладено вище. Хлороформні екстракти вміщують у ту ж саму лійку ділильну за 3.3.5 місткістю 250 см³, де вже знаходяться екстракти, одержані у процесі обробки першої порції проби.

У такий самий спосіб обробляють третю порцію проби об'ємом 1000 см³.

8.7.4 Якщо екстракти, одержані за 8.7.3.1 чи за 8.7.3.2, мають неоднорідну консистенцію, додають спирт етиловий за 3.2.7, порціями по 3 см³ до одержання прозорого екстракту.

Вміст воронки ділильної з хлороформними екстрактами струшують протягом 2 хв за годинником пісочним і залишають для розшарування на 15 хв. Після цього хлороформний екстракт переносять у колбу за 3.3.6, обмиваючи стінки усіх застосованих ємностей, до екстракту додають 3-5 г натрію сірчаноокислого за 8.2, перемішують і залишають на 30 хв. Хлороформний екстракт поступово переносять у сухий порожній бюкс, заповнюючи його на три чверті екстрактом. Бюкс вміщують у витяжну шафу на відстані від 25 см до 35 см від вентилятора, вмикають вентилятор і в міру випаровування екстракту доливають його наступні порції у бюкс доти, поки екстракт не буде перенесений повністю. У колбу, в якій знаходився екстракт, додають 10 см³ хлороформу, споліскують стінки колби і переносять хлороформ у той самий бюкс. Коли у бюксі залишиться приблизно 0,5 см³ хлороформного розчину, випарювання продовжують без вентилятора, зважуючи бюкс через кожні 2 хв. Перед зважуванням бюкс закривають кришкою.

Після випаровування хлороформу до залишку піпеткою за 3.1.3 додають 3 см³ гексану, підготовленого за 8.3, розчиняють залишок і отриманий розчин разом з частинками нерозчиненого залишку, якщо такі будуть, переносять у колонку з алюмінію оксидом, підготовлену за 8.4. Під колонку підставляють сухий порожній бюкс за 8.7.1.

Бюкс із залишком обмивають декілька разів маленькими порціями гексану, переносять кожен порцію у колонку з оксидом алюмінію. Колонку промивають ще декількома порціями гексану, збираючи їх у той самий бюкс. Загальний об'єм гексану, який використовують для промивання бюкса і колонки, повинен складати від 40 см³ до 45 см³.

Рівень розчину у колонці до додавання останньої порції гексану не повинен знижуватися нижче верхньої границі шару оксиду алюмінію. За такої обробки нафтопродукти проходять через колонку, а домішки полярних сполук утримуються шаром оксиду алюмінію.

З отриманого розчину нафтопродуктів у гексані, звільненому від домішок полярних сполук, видаляють гексан, випаровуючи його у бюксі за кімнатної температури за допомогою вентилятора (так, як випаровували хлороформ).

У такий самий спосіб обробляють і паралельну пробу води.

Вимірюють масу бюксів за процедурою 9.2.

9 ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

9.1 Вимірюють масу бюксів, підготовлених за 8.7.1. Проводять повторні зважування через кожні 2 хв. Перед кожним зважуванням бюкси закривають кришками. Якщо різниця результатів двох послідовних зважувань не перевищує 0,0008 г, зважування припиняють.

9.2 Вимірюють масу бюксів із залишком нафтопродуктів. Бюкси з залишком за 8.7.4 після випарювання гексану зважують кожні 2 хвилини до

доведення до постійної маси Перед кожним зважуванням бюкси закривають кришками. Якщо різниця результатів двох послідовних зважувань не перевищує 0,0008 г, зважування припиняють.

9.3 Вимірювання мас за 9.1, 9.2, виконують за допомогою ваг за 3.1.1 відповідно до керівництва з експлуатації з похибкою $\pm 0,0008$ г.

9.4 Результати вимірювань маси записують до четвертої значущої цифри.

10 ОБРОБКА РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ

10.1 За різницею маси бюксів із залишком, підготовлених за 8.7.4 та маси порожніх бюксів, підготовлених за 8.7.1, визначають масу залишку:

$$m_{2i} = m_{1i} - m_{0i}, \quad (1)$$

де m_{2i} – маса залишку у і-ому бюксі, г;
 m_{1i} – маса і-ого бюксу із залишком за 9.2, г;
 m_{0i} – маса порожнього і-ого бюксу за 9.1, г;
 i – номер бюкса, $i = 1, 2$.

10.2 Результат одиничного вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у вихідній пробі, ρ_i , мг/дм³, знаходять за формулою (2):

$$\rho_{\text{нп } i} = \frac{m_{2i} - m_x}{V} \cdot 1000 \quad (2)$$

де m_{2i} – маса залишку у і-ому бюксі, розрахована за формулою (1), г;
 m_x – маса залишку у і-ому бюксі за 8.7.2, г;
 V – об'єм проби, взятої для аналізу, дм³;
 1000 – коефіцієнт перерахунку грамів у міліграми.

Результати обчислень за формулою (2) є проміжними, їх заокруглюють і записують з кількістю знаків на один чи два більшою ніж при обчисленні результату вимірювань за формулою (3).

10.3 Результат вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у пробі розраховують за формулою (3) як середнє арифметичне результатів двох паралельних одиничних вимірювань ρ_1, ρ_2 :

$$\rho_{\text{нп}} = \frac{\rho_1 + \rho_2}{2}, \quad (3)$$

відносна розбіжність між якими за довірчої імовірності 0,95 не перевищує значення нормативу оперативного контролю збіжності $d_{3\sigma}$, %:

$$\frac{2|\rho_1 - \rho_2|}{\rho_1 + \rho_2} \leq 0,01 \cdot d_{3\sigma}. \quad (4)$$

Для поверхневих, підземних і зворотних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів від 1 мг/дм³ до 12,5 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю збіжності за довірчої імовірності $P = 0,95$ становить 20 %.

Для поверхневих, підземних і зворотних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів понад 12,5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю збіжності за довірчої імовірності $P = 0,95$ становить 19 %.

Результат обчислень за формулою (3) заокруглюють до десяткового

розряду, яким закінчується заокруглене за 12.2 значення абсолютної похибки вимірювань.

11 КОНТРОЛЬ ПОХИБКИ

11.1 Контроль збіжності вимірювань проводять за розходженням результатів двох паралельних одиничних вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у робочій пробі, ρ_1 і ρ_2 , виконаних за умов збіжності. Рішення про задовільність збіжності приймають, якщо виконується вимога (4) 10.3.

При незадовільних результатах контролю збіжності вимірювань вимірювання припиняють, з'ясовують та усувають причини, що призвели до цього.

11.2 Контроль відтворюваності вимірювань проводять за розходженням результатів двох повторних одиничних вимірювань масової концентрації нафтопродуктів у робочій пробі ρ_1 і ρ_2 , виконаних різними виконавцями.

Рішення про задовільність відтворюваності приймають, якщо виконується вимога:

$$\frac{2|\rho_1 - \rho_2|}{\rho_1 + \rho_2} \leq 0,01 \cdot d_b, \quad (5)$$

де d_b - норматив оперативного контролю відтворюваності, %.

Для поверхневих, підземних і зворотних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів від 1 мг/дм³ до 12,5 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю відтворюваності за довірчої ймовірності $P = 0,95$ становить 22 %.

Для поверхневих, підземних і зворотних вод у діапазоні масових концентрацій нафтопродуктів понад 12,5 мг/дм³ до 1000 мг/дм³ включно значення нормативу оперативного контролю відтворюваності за довірчої ймовірності $P = 0,95$ становить 20 %.

При незадовільних результатах контролю відтворюваності вимірювань вимірювання припиняють, з'ясовують та усувають причини, що призвели до цього.

12 ОФОРМЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ

12.1 Результат вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у поверхневих, підземних та зворотних водах подають у вигляді 12.1.1 або 12.1.2

12.1.1 ($\rho_{\text{нп}} \pm \Delta$), мг/дм³; $P = 0,95$; $n = 2$

де $\pm \Delta$ - границі абсолютної похибки результату вимірювання масової концентрації нафтопродуктів за довірчої ймовірності $P = 0,95$, мг/дм³;

n – кількість паралельних вимірювань, за якими було отримано результат.

12.1.2 Результат вимірювання масової концентрації нафтопродуктів у поверхневих, підземних та зворотних водах $\rho_{\text{нп}}$, мг/дм³, границі сумарної відносної похибки $\pm \delta$, %; $P = 0,95$; $n = 2$.

12.2 Границі абсолютної похибки результату вимірювання масової

концентрації нафтопродуктів у поверхневих, підземних та зворотних водах обчислюють за формулою:

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \rho_{\text{нп}}}{100} . \quad (10)$$

Результат обчислень заокруглюють і записують до десятих.

Результат вимірювання повинен закінчуватись тим же десятковим розрядом, що й абсолютна похибка вимірювання.

12.3 Результати вимірювань заносять у робочий журнал та/чи до протоколу вимірювань.

13 НОРМИ ВИТРАТ ЧАСУ НА ВИКОНАННЯ ВИМІРЮВАНЬ

На виконання вимірювань масової концентрації нафтопродуктів витрачається:

на підготовку посуду (без урахування часу на сушіння) – 0,5 людино-години на 1 пробу чи 3,5 людино-години на серію з 10 проб;

на підготовку реактивів, розчинів, колонок – 1,0 людино-година на 1 пробу чи 6,5 людино-години на серію з 10 проб;

на пробопідготовку (без урахування часу на видування розчинника) та вимірювання – 5,0 людино-години на 1 пробу чи 35 людино-години на серію з 10 проб;

на розрахунки та записи результатів вимірювань – 0,2 людино-години на 1 пробу чи 1,5 людино-години на серію з 10 проб.

ДОДАТОК А
(довідковий)

НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У даному документі використані посилання на такі стандарти та нормативні документи (далі - НД):

| Позначення НД | Найменування НД | Пункт МВВ |
|-----------------------|--|-----------|
| ДСТУ ISO 5667-3:2001 | Якість води. Відбирання проб. Частина 3. Настанови щодо зберігання та поводження з пробами | 8.6 |
| ДСТУ ISO 5667-4:2003 | Якість води. Відбирання проб. Частина 4. Настанови щодо відбирання проб із природних та штучних озер | 8.6 |
| ДСТУ ISO 5667-6:2001 | Якість води. Відбирання проб. Частина 6. Настанови щодо відбирання проб води з річок та інших водотоків | 8.6 |
| ДСТУ ISO 5667-10:2005 | Якість води. Відбирання проб. Частина 10. Настанови щодо відбирання проб стічних вод | 8.6 |
| ДСТУ ISO 5667-11:2005 | Якість води. Відбирання проб. Частина 11. Настанови щодо відбирання проб підземних вод | 8.6 |
| ДСТУ ГОСТ 27384:2005 | Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств | 2 |
| ГОСТ 12.1.005-88 | ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны | 5.2 |
| ГОСТ 17.1.5.05-85 | Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков | 8.6 |
| ГОСТ 450-77 | Кальций хлористый технический. Технические условия | 3.2.8 |
| ГОСТ 1770-74 | Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки | 3.1.2 |
| ГОСТ 3118-77 | Реактивы. Кислота соляная. Технические условия. | 3.2.1 |
| ГОСТ 6709-72 | Вода дистиллированная. Технические условия | 3.2.6 |
| ГОСТ 4166-66 | Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия | 3.2.5 |
| ГОСТ 14919-83 | Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия | 3.4.2 |
| ГОСТ 18300-87 | Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия | 3.2.7 |

| Позначення НД | Найменування НД | Пункт МВВ |
|---------------------------------|--|-----------------------------------|
| ГОСТ 24104-88 | Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия | 3.1.1 |
| ГОСТ 25336-82 | Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры | 3.3.3, 3.3.4, 3.3.5, 3.3.6, 3.4.5 |
| ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77) | Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой | 3.1.4 |
| ГОСТ 29227-91 (ИСО 835/1-81) | Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования | 3.1.3 |
| КНД 211.1.0.009-94 | Гідросфера. Відбір проб для визначення складу і властивостей зворотних та технологічних вод. Основні положення | 8.6 |
| ТУ 6-09-1181-76 | Бумага индикаторная универсальная | 3.3.7 |
| ТУ 6-09-4263-76 | Хлороформ. Технические условия | 3.2.2 |
| ТУ 6-09-4521-76 | Гексан. Технические условия | 3.2.3 |
| ТУ 16-531-098-67 | Печь муфельная. Технические условия | 3.4.1 |
| ТУ У 33.5-14307481-030-2004 | Годинник пісочний. Технічні умови | 3.4.3 |