
**Качество воды. Определение
липофильных нелетучих веществ.
Гравиметрический метод**

*Water quality — Determination of low-volatility lipophilic substances —
Gravimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11349:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава



Ссылочный номер
ISO 11349:2010(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или вывести на экран, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на загрузку интегрированных шрифтов в компьютер, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe – торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11349:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЁН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2010

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу, указанному ниже, или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 11349 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 2, *Физические, химические и биохимические методы*.

[ISO 11349:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a-d832ed80c7cc/iso-11349-2010>

Качество воды. Определение липофильных нелетучих веществ. Гравиметрический метод

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Лица, использующие данный документ, должны быть знакомы с обычной практикой работы в лаборатории. Данный документ не предназначается для рассмотрения всех проблем безопасности, если они существуют, связанных с его использованием. Пользователь несёт ответственность за определение необходимых мер безопасности и охраны здоровья, и обеспечение выполнения условий соответствующих национальных нормативов.

ВАЖНО — Абсолютно необходимо, чтобы выполняемые в соответствии с настоящим международным стандартом испытания проводились специально обученным персоналом.

1 Область применения

Данный международный стандарт устанавливает метод определения имеющих низкую летучесть липофильных веществ в воде с использованием гравиметрического метода.

Данный метод применим ко всем типам воды и позволяет выполнять определение имеющих низкую летучесть липофильных веществ, находящихся в воде в виде суспензии, эмульсии, или раствора, при концентрациях от приблизительно 10 мг/л до 500 мг/л. При превышении последней величины испытательную порцию разбавляют в необходимой степени.

Метод не применим к воде, содержащей отдельный слой масла.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные документы обязательны для применения в настоящем документе. В случае датированных ссылок применяются только цитированные издания. При недатированных ссылках используется последнее издание ссылочного документа (включая все изменения).

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания*

3 Термины и определения

Для целей данного документа приняты следующие термины и определения.

3.1

низколетучие липофильные вещества

low-volatility lipophilic substances

совокупность веществ, экстрагируемых неполярными углеводородами, определяемых гравиметрическим методом после просушивания при 80 °C

ПРИМЕЧАНИЕ Вещества, соответствующие данному определению, являются неполярными или слабо полярными, с точкой кипения выше 250 °C, и включают в основном животные жиры, растительные масла, жиры, смазочные материалы, минеральные масла, различные типы воска, и неионогенные поверхностно-активные вещества.

4 Основные принципы

Испытательная порция воды экстрагируется с помощью экстракционного реагента. Экстракционный реагент выпаривается. Масса низколетучих липофильных веществ определяется гравиметрическим методом.

5 Факторы помех

Образование стабильных эмульсий, вызванное поверхностно активными веществами, может привести к включению экстракционных реагентов в эмульсию, создавая потери.

6 Реактивы

Все реактивы должны быть подходящими для целей данного метода и не должны оказывать значительное влияние на результаты контрольного определения (см. 9.1).

6.1 Вода, соответствующая требованиям ISO 3696, степень чистоты 3, дистиллированная вода или деионизированная вода.

6.2 Экстракционный реагент. Углеводород или техническая смесь углеводородов, температурный интервал кипения от 36 °C до 69 °C (например петролейный эфир 40 °C - 60 °C, *n*-гексан).

6.3 Сернистый натрий, Na₂SO₄, безводный, крупнозернистый.

6.4 Гептагидрат сульфата магния, MgSO₄·7H₂O, крупнозернистый.

6.5 Минеральная кислота, например серная кислота, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$ моль/л ($\rho = 1,12$ г/мл).

6.6 Растительное масло, в качестве испытательного вещества для определения восстановления.

ПРИМЕЧАНИЕ Было найдено, что оливковое масло является наиболее подходящим. Подсолнечное масло может быть также приемлемым.

6.7 Ацетон, C₃H₆O.

7 Аппаратура

Очищают всю стеклянную аппаратуру в соответствии с обычной процедурой очистки и проверяют её чистоту с помощью контрольного определения. Если необходимо, промывают аппаратуру экстракционным реагентом (6.2).

Используют обычное лабораторное оборудование, в частности следующее.

7.1 Сосуд для отбора проб, стеклянный, со стеклянной пробкой или покрытой политетрафторэтиленом стеклянной винтовой крышкой, объёмом например 1 000 мл.

7.2 Устройство для перемешивания, например Ultraturrax¹⁾.

7.3 Сосуд для экстрагирования, 1 000 мл.

1) Ultraturrax[®] является примером подходящего коммерчески доступного изделия. Эта информация приводится для удобства пользователей данного международного стандарта и не является утверждением данного изделия со стороны ISO.

7.4 Встряхивающее устройство или магнитная мешалка.

7.5 Делительная воронка, например на 500 мл.

ПРИМЕЧАНИЕ Для разделения фаз может быть также использовано другое подходящее устройство, например микросепаратор.

7.6 Лабораторная коническая или круглодонная колба, 250 мл.

7.7 Стеклоанальная фильтровальная воронка с гидрофобным фильтром.

7.8 Мерительные цилиндры, стеклянные, ёмкостью 100 мл, 250 мл, и 500 мл, ISO 4788^[1].

7.9 Подходящее концентрирующее устройство, например Rotavapor²⁾.

7.10 Сушильная печь.

7.11 Дессикатор, имеющий, например, диаметр 100 мм, 200 мм или 300 мм.

7.12 Весы, имеющие точность не менее 0,1 мг.

8 Отбор проб и сохранение образцов

Заполняют сосуд для отбора проб (7.1) примерно на 80 % объёмом пробы и плотно закрывают. Если анализ не проводится в тот же день, добавляют минеральной кислоты (6.5) для доведения pH до ≤ 2 . Сохраняют при приблизительно 4 °C и проводят анализ в течение 7 дней.

9 Методика

9.1 Контрольное определение

Регулярно выполняют контрольные определения, включающие все реактивы и аппаратуру, таким же способом, как описанный для образцов, но заменяя испытательную порцию на 500 мл воды (6.1). Результат контрольного определения не должен превышать 3 мг/л.

9.2 Контрольная проба восстановления

Перед определением низколетучих липофильных веществ проверяют метод путём экстрагирования испытательного вещества согласно описанию ниже.

Переносят 500 мл воды (6.1) в сосуд для экстрагирования (7.3) и добавляют приблизительно 100 мг растительного масла (6.6), предварительно взвешенного и разбавленного приблизительно 1 мл ацетона (6.7), и далее продолжают процедуру определения в соответствии с данным методом.

Восстановление должно быть от 90 % до 105 %.

9.3 Экстракция

Подкисляют образец воды до pH ≤ 2 минеральной кислотой (6.5), если этот этап не был уже выполнен согласно Разделу 8.

2) Rotavapor является примером подходящего коммерчески доступного изделия. Эта информация приводится для удобства пользователей данного международного стандарта и не является утверждением данного изделия со стороны ISO..

После интенсивного перемешивания (7.2), испытательный образец, имеющий объём V от 100 мл до 500 мл, переносят в сосуд для экстрагирования (7.3). Если необходимо, разбавляют эту испытательную порцию водой (6.1) до окончательного объёма приблизительно 500 мл.

Добавляют 50 мл экстракционного реагента (6.2). Несколько раз встряхивают рукой, выполняют выравнивание давления, осторожно открывая сосуд для экстрагирования под вытяжным колпаком. Закрывают сосуд пробкой и интенсивно встряхивают в течение 15 мин, или интенсивно перемешивают магнитной мешалкой (7.4). Удостоверяются, в том, что конус перемешивания достигает дна сосуда.

Для разделения фаз оставляют образец отстояться в течение 20 мин в разделительной воронке (7.5), затем удаляют водную фазу.

Образованная эмульсия может быть разрушена путём добавления порции до 20 г гептагидрата сульфата магния (6.4) и/или сернокислого натрия (6.3). Встряхивают после каждого добавления соли и выжидают понижения избыточного давления. Выжидают до разделения фаз и добавляют оставшуюся эмульсию в водную фазу.

Повторяют этап экстрагирования используя дополнительные порции по 50 мл экстракционного реагента (6.2) и объединяют органические фазы.

Объём восстановленных органических фаз должен быть не менее 75 % объёма добавленных экстракционных реагентов. Если это не выполняется, повторяют определение с испытательной порцией уменьшенного объёма или с увеличенным объёмом экстракционного реагента.

Просушивают органическую фазу используя 10 г сернокислого натрия (6.3).

Фильтруют экстракт используя гидрофобный фильтр (7.7) в колбу (7.6) масса которой, m_1 , была предварительно зарегистрирована. Ополаскивают сосуд, фильтр, и сернокислый натрий два или три раза используя приблизительно 10 мл экстракционного реагента (6.2) и добавляют смывы в экстракт.

9.4 Этап концентрирования

ISO 11349:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f8e85d5-8866-4c71-b82a->

Концентрируют экстракт до объёма приблизительно 2 мл, используя концентрирующее устройство (7.9).

Тщательно зачищают оставшийся экстракционный реагент либо с помощью продувки азотом поверх него в вытяжном колпаке, либо путём дальнейшей обработки в концентрирующем устройстве.

Продолжают этап просушивания в печи (7.10) в течение 15 мин при $(80 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

Оставляют колбу и её содержимое в эксикаторе (7.11) для охлаждения и взвешивают. Полученную величину массы m_2 регистрируют.

Обеспечивают отсутствие видимого кристаллического сернокислого натрия в колбе.

Если взвешенная масса больше 250 мг, повторяют процедуру анализа от пункта 9.3 используя уменьшенную испытательную порцию, растворённую необходимым способом.

10 Расчёт

Рассчитывают массовую концентрацию низколетучих липофильных веществ по уравнению (1):

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad (1)$$

где

ρ — массовая концентрация, в миллиграммах на литр, низколетучих липофильных веществ;

m_2 масса, в миллиграммах, колбы с содержимым (9.4);

m_1 масса, в миллиграммах, пустой колбы (9.3);

V объём, в литрах, испытательной порции (9.3).

11 Выражение результатов

Включают в протокол массовую концентрацию, в миллиграммах на литр, низколетучих липофильных веществ с точностью до двух значащих цифр.

ПРИМЕР Низколетучие липофильные вещества: 15 мг/л.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать как минимум следующую информацию:

- a) использованный метод испытания, совместно со ссылкой на данный международный стандарт (ISO 11349:2010);
- b) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- c) подробные сведения относительно отбора образцов, транспортировки образцов, и подготовки образцов;
- d) подробные сведения о любой предварительной обработке образцов;
- e) результаты испытания, в соответствии Разделом 11;
- f) все подробные сведения относительно операций, не включённые в данный международный стандарт, или рассматриваемые как необязательные, совместно с подробными сведениями о всех инцидентах, которые могли бы повлиять на результат(ы).

Приложение А (информативное)

Данные по точности

Результаты межлабораторных испытаний, выполненных в Германии весной 2007, приведены в Таблице А.1.

Таблица А.1 — Данные по точности, рассчитанные согласно ISO 5725-2^[2]

Параметр	Образец	
	1	2
	Матрица	
	Промышленные сточные воды I	Промышленные сточные воды II
Число лабораторий после исключения выбросов, p	16	13
Число результатов после исключения выбросов, n	34	28
Процент выбросов, n_{OP} , %	5,6	12,5
Общая средняя величина всех результатов анализов (после исключения выбросов), $\bar{\rho}$, мг/л	14,3	200,4
Стандартное отклонение воспроизводимости, s_R , мг/л	4,88	19,93
Коэффициент вариации воспроизводимости, $C_{V,R}$, %	34,2	9,9
Стандартное отклонение повторяемости, s_r , мг/л	2,03	10,62
Коэффициент вариации повторяемости, $C_{V,r}$, %	14,2	5,3