



Читайте и узнаете:

- какие способы пробоподготовки преимущественно используются при определении металлов в сточной воде;
- как способ пробоподготовки влияет на результаты определения некоторых металлов в сточной воде

Ключевые слова:

пробоподготовка сточной воды, минерализация с использованием термического нагревания, микроволновая минерализация

Способы подготовки проб сточной воды для определения в них металлов

С.В. Пирогова

начальник сектора спектрофотометрии Аналитического центра ЗАО «РОСА»

Г.В. Пиллер

ведущий инженер АЦ ЗАО «РОСА»

Е.В. Рассказова

инженер I категории сектора спектрофотометрии АЦ ЗАО «РОСА»

Н.К. Куцева

начальник отдела физико-химических методов анализа АЦ ЗАО «РОСА», канд. хим. наук

Представлены результаты исследований разных способов минерализации в процессе пробоподготовки реальных образцов сточной воды, проведенных в соответствии с методиками анализа, предложенными в ПНД Ф 14.1:2:4.143-98, НДП 20.1:2:3.132-2015 и ГОСТ Р ИСО 15587-2-2014, с целью выяснить, какой из них дает более полное извлечение определяемых компонентов пробы и наиболее удобен для реализации

Одними из приоритетных загрязнителей хозяйственно-бытовых и производственных сточных вод являются тяжелые металлы. Они присутствуют в сточной воде в растворенных формах и в осадке в виде малорастворимых оксидов, гидроксидов и солей. Состав сточных вод, поступающих в централизованную систему водоотведения и далее на очистные сооружения, контролируют на соответствие требованиям, приведенным в Постановлении Правительства РФ № 644¹. В Приложении № 5 к

¹ «Правила холодного водоснабжения и водоотведения и о внесении изменений в некоторые акты Правительства Российской Федерации» утверждены Постановлением Правительства РФ № 644 от 29.06.2013 г.

этому документу установлены максимально допустимые концентрации валового содержания 11 металлов (алюминия, железа, кадмия, марганца, меди, мышьяка, никеля, свинца, ртути, хрома общего, цинка) «в натуральной пробе сточной воды». В связи с этим перед аналитической лабораторией при определении валового содержания металлов прежде всего стоит вопрос выбора способа пробоподготовки.

Бытовые и производственные неочищенные сточные воды заметно различаются по количеству и природе примесей. Минеральный состав стоков сильно варьируется, определяемые элементы присутствуют в широком диапазоне концентраций (от нескольких микрограммов до десятков миллиграммов в литре), в сточной воде часто содержатся в высоких концентрациях органи-

ческие соединения разнообразной природы, вследствие чего сточные воды нельзя назвать простым объектом анализа.

В зависимости от цели и используемого метода анализа применяют различные варианты подготовки пробы. Комплексный подход к анализу и подготовке проб сточной воды освещен в монографиях и обзорах [1, 2]. При определении валового содержания элементов необходимо перевести все компоненты пробы в растворенное состояние, поэтому пробы воды подвергают минерализации. Для растворения осадка обычно применяют «мокрое» озоление с минеральными кислотами, поскольку в этом случае легче предотвратить потери летучих соединений. Наиболее часто используют азотную кислоту, иногда с добавлением перекиси водорода. Обыч-

но кислотную минерализацию проводят совместно с нагреванием (электрическим током или микроволновым излучением).

Главной характеристикой, на которой основывается выбор способа минерализации пробы, является полнота извлечения определяемых компонентов из осадка в раствор. Однако на сегодняшний день главным критерием выбора метода минерализации стала доступность для лаборатории специального оборудования для пробоподготовки. Дело в том, что в методиках анализа для стадии подготовки проб рекомендованы самые разные приборы и аппаратура, при том что информация о конкретных условиях процедуры разложения, как правило, в свободном доступе отсутствует. Поэтому часто оптимальные параметры процесса озоления устанавливают опытным путем. **Целью исследования** стало сопоставление результатов анализов реальных образцов хозяйственно-бытовой и производственной сточной воды, сбрасываемой в централизованную систему городской канализации, полученных при использовании различных способов и процедур минерализации, и выявление наиболее удобного для реализации способа подготовки проб. Чтобы сравнить эффективность четырех процедур пробоподготовки, серию из 20 проб сточной воды с содержанием взвешенных веществ от 140 до 2540 мг/л подвергли кислотному озолению в условиях, приведенных в различных методических документах. Все пробы содержали различный по консистенции осадок, были мутными, некоторые имели темно-коричневую или серую окраску.

Ход исследований (по методикам лаборатории)

В методиках элементного анализа ПНД Ф 14.1:2:4.143–98² и НДП 20.1:2:3.132–2015³, разработанных ЗАО «РОСА» и применяемых в повседневной работе, используются одни и те же универсальные процедуры пробоподготовки сточной воды.

1. Первый способ — это минерализация в микроволновой печи, которая практикуется более 20 лет на разных моделях микроволновых систем [3] (в настоящее время лаборатория оснащена микроволновыми печами *Mars 5* и *Mars 6* (*CEM Corporation*) в комплекте с лайнерами типа *HP 500*). Процедура пробоподготовки включает добавление к 50 мл нефилтрованной, хорошо перемешанной пробы сточной воды 2,5 мл концентрированной азотной кислоты. Процесс минерализации осуществляют в закрытых сосудах при контроле температуры и давления. В турель печи устанавливается до 14 сосудов, один из которых является контрольным. На первой стадии температура за 10 мин повышается до 120 °С, на второй стадии достигает 160 °С, время выдержки на каждой стадии составляет 10 мин. Общее время минерализации —

около 40 минут. Эффективность данного способа минерализации подтверждается проведением процедур внутрилабораторного контроля качества на контрольных образцах путем оценки точности и стабильности результатов измерений содержания металлов.

Разложение азотной кислотой относится к числу наиболее распространенных способов пробоподготовки, так как для азотной кислоты, в отличие от соляной и серной кислот, достижима высокая степень очистки, и при определении металлов методами элементного анализа практически отсутствует мешающее влияние различных элементов.

2. При другом способе минерализации, предложенном в методиках ПНД Ф 14.1:2:4.143–98 и НДП 20.1:2:3.132–2015, используется нагревание. К 50 мл нефилтрованной пробы сточной воды добавляют 2,5 мл концентрированной азотной кислоты и упаривают до образования влажных солей, например на песчаной бане МИМП-БП. Если проба содержит значительное количество органических веществ, для лучшего растворения взвеси в процессе нагрева добавляют 3–5 мл (30–40) % раствора перекиси водорода. Объем раствора доводят дистиллированной водой до 50 мл, затем фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 5 мкм. Такая процедура подготовки пробы длится более трех часов.

Стандартизованные методики

В настоящее время помимо методик, разработанных отдельными лабораториями, на определение элементов в сточной воде

² ПНД Ф 14.1:2:4.143–98 «Количественный химический анализ вод. Методика измерений массовых концентраций алюминия, бария, бора, железа, калия, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, натрия, никеля, стронция, титана, хрома и цинка в питьевых, природных и сточных водах методом ИСП-спектрометрии» (изд. 2011 г., регистрационный код МВИ по Федеральному реестру ФР.1.31.2001.00336).

³ НДП 20.1:2:3.132–2015 «Методика определения элементного состава питьевых, природных и сточных вод методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой» (регистрационный код МВИ по Федеральному реестру ФР.1.31.2015.21528).

Главная тема: Профессионалы — о качестве контроля

методами атомно-эмиссионной спектроскопии и масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой есть государственные стандарты — ГОСТ Р 57165–2016⁴ и ГОСТ Р 56219–2014 (ИСО 17294–2:2003)⁵ соответственно. Оба рекомендуют проводить разложение азотной кислотой согласно ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014 «Вода. Минерализация проб азотной кислотой для определения некоторых элементов»⁶. Данный стандарт основывается на международном опыте проведения минерализации проб воды. Общий подход заключается в обработке аликвоты пробы концентрированной азотной кислотой при заданной температуре в интервале 103–175 °С. При этом длительность минерализации зависит от выбранной температуры (ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014). Стандарт допускает несколько технических приемов выполнения минерализации:

- в открытой системе с использованием электрического нагревания;
- в открытой и закрытой системах с нагреванием микроволновым излучением;
- в закрытой системе с использованием автоклава.

Процедуры предназначены для проб воды, содержащих до 20 г/л взвешенных веществ и до 5 г/л общего органического углерода.

⁴ ГОСТ Р 57165–2016 «Вода. Определение содержания элементов методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой» введен в действие Приказом Росстандарта № 1413-ст от 17 октября 2016 г.

⁵ ГОСТ Р 56219–2014 (ИСО 17294–2:2003) «Вода. Определение содержания 62 элементов методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой» введен в действие Приказом Росстандарта № 1536-ст от 11 ноября 2014 г.

⁶ ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014 «Вода. Минерализация проб азотной кислотой для определения некоторых элементов» введен в действие Приказом Росстандарта № 1625-ст от 17.11.2014 г.

Ход исследований (по ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014)

Дополнительно к двум уже упомянутым способам подготовки проб (приведенным в методиках лаборатории) на выбранной (см. выше) серии проб испытали еще два способа из предложенных в стандарте ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014:

Процесс пробоподготовки — наиболее сложная и трудоемкая стадия анализа, которая часто является определяющей для получения достоверных результатов

1. Один, доступный для большинства лабораторий, — способ разложения проб минерализацией в открытой системе с использованием нагревания. В соответствии с этим подходом проводились следующие операции: аликвоту пробы 40 мл обрабатывали 10 мл концентрированной азотной кислоты и кипятили на песчаной бане с использованием обратного проточного холодильника длиной 25 см не менее 2 часов, постоянно контролируя равномерность кипения. После остывания раствор пропускали через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 мл.

2. Наиболее распространенный в мире способ — это микроволновая пробоподготовка. В качестве четвертого испытуемого

способа разложения была выбрана минерализация в закрытой системе с использованием нагревания микроволновым излучением (приведена в ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014).

Микроволновую минерализацию можно осуществлять как в открытых, так и в закрытых системах. Во избежание неконтролируемых потерь летучих элементов предпочтительнее проводить разложение в закрытой системе. Аликвоту пробы 20 мл отбирали в реакционный сосуд и добавляли 5 мл концентрированной азотной кислоты. Минерализацию проводили в микроволновой печи по программе, в соответствии с требуемыми условиями по температуре и времени процесса. Стадия разложения с максимальной температурой 160 °С длилась 10 минут.

В подготовленных описанными способами (см. табл. 1) пробах сточной воды определяли содержание железа, алюминия и цинка методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой на спектрометре *Optima 8300 (Perkin Elmer)*. Содержание меди и никеля определяли методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой на приборе *Agilent 7900*. Из списка контролируемых элементов в сточной воде наиболее часто встречаются именно эти металлы. Результаты приведены в табл. 2–6.

Обсуждение результатов

1. Наибольшей схожимостью характеризуются результаты определения железа, алюминия, цинка, меди и никеля после микроволновой минерализации сточной воды по процедурам ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014 и ме-

Способы подготовки проб сточной воды для определения в них металлов

тодикам ПНД Ф 14.1:2:4.143–98 и НДП 20.1:2:3.132–2015. Расхождение результатов по железу в некоторых пробах (№№ 13, 16, 17 табл. 3) можно объяснить неравномерным распределением частиц осадка в объеме исходной пробы, которое не устраняется интенсивным перемешиванием. Отметим, что применение микроволновой системы позволяет подбирать более или менее жесткие условия разложения в зависимости от состава проб, при

этом использование высокой температуры обеспечивает хорошую эффективность разложения. В целом данный способ минерализации экологичен и отличается высокой производительностью.

2. В некоторых пробах применение традиционных методов термического разложения по ГОСТ Р ИСО 15587–2–2014 и методикам ПНД Ф 14.1:2:4.143–98 и НДП 20.1:2:3.132–2015 дало расхождение результатов по алюми-

нию (№№ 8, 11 табл. 2), железу (№№ 1, 8 табл. 3), меди (№№ 17, 18, 20 табл. 5) и никелю (№№ 3, 8, 13 табл. 6). Было отмечено, что в процессе подготовки в большинстве проб оставался осадок даже после длительного кипячения с использованием обратного холодильника и добавления 10 мл азотной кислоты. По-видимому, степень извлечения элементов, образующих труднорастворимые соединения, различается в зависимости от природы твер-

Условия минерализации проб сточной воды

[табл. 1]

Способ 1	Способ 2	Способ 3	Способ 4
ПНД Ф 14.1:2:4.143–98 и НДП 20.1:2:3.132–2015		ГОСТ 15587–2–2014	
С нагреванием микроволновым излучением	С электронагреванием или на песчаной бане	С нагреванием микроволновым излучением	С использованием «нагревательного устройства, способного поддерживать заданную температуру в течение заданного периода времени»
Добавление к 50 мл пробы 2,5 мл концентрированной азотной кислоты. Минерализация в микроволновой печи Mars 5 при максимальной температуре 160 °С в сосудах НР 500. Фильтрование через мембранный фильтр 5 мкм	Добавление к 50 мл пробы 2 мл концентрированной азотной кислоты и 3 мл перекиси водорода. Упаривание на песчаной бане до влажных солей. Добавление дистиллированной воды до 50 мл, фильтрование через мембранный фильтр 5 мкм	Добавление к 20 мл пробы 5 мл концентрированной азотной кислоты. Минерализация в микроволновой печи Mars 5 при максимальной температуре 160 °С в сосудах НР 500. Фильтрование через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 50 мл	Добавление к 40 мл пробы 10 мл концентрированной азотной кислоты. Кипячение с обратным прямоточным холодильником на песчаной бане не менее 2 часов. Фильтрование через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 100 мл

Результаты определения алюминия в пробах сточной воды с разными способами пробоподготовки

[табл. 2]

Номер пробы	Содержание алюминия в пробе, X±Δ, мг/л			
	С нагреванием микроволновым излучением		С электронагреванием или на песчаной бане	
	ПНД Ф 14.1:2:4.143–98	ГОСТ 15587–2–2014	ПНД Ф 14.1:2:4.143–98	ГОСТ 15587–2–2014
1	1,1± 0,3	0,91±0,14	0,91±0,25	0,92±0,14
2	1,6± 0,4	1,4±0,2	1,9±0,5	1,6±0,2
3	0,48± 0,13	0,51±0,08	0,60±0,17	0,48±0,12
4	0,78± 0,22	1,0±0,2	0,67±0,19	0,64±0,10
5	0,32± 0,09	0,28±0,07	0,32±0,09	0,30±0,08
6	0,38± 0,11	0,42±0,11	0,40±0,11	0,35±0,09
7	0,29± 0,08	0,30±0,08	0,26±0,07	0,28±0,07
8	5,5±1,2	5,4±0,8	3,9±0,8	3,5±0,5
9	1,4±0,4	1,4±0,2	1,4±0,4	1,1±0,2
10	1,2±0,4	1,2±0,2	0,96±0,27	0,78±0,12
11	0,94±0,26	0,99±0,15	0,66±0,19	0,93±0,14
12	0,78±0,22	0,82±0,12	0,59±0,16	0,84±0,13
13	46±10	49±7	41±9	42±6
14	0,78±0,22	1,0±0,2	0,62±0,17	0,86±0,13
15	0,44±0,12	0,47±0,12	0,35±0,10	0,62±0,09
16	1,2±0,3	1,9±0,3	1,5±0,4	1,8±0,3
17	1,4±0,4	1,9±0,3	1,8±0,5	2,0±0,3
18	2,2±0,6	2,8±0,4	2,3±0,6	2,5±0,4
19	0,89±0,25	1,1±0,2	0,84±0,24	1,1±0,2
20	0,72±0,20	1,0±0,2	0,68±0,19	0,72±0,11

Главная тема: Профессионалы — о качестве контроля

дых компонентов сточной воды. Следует также отметить трудозатратность приема разложения проб с использованием термического нагревания, исполнение которого требует постоянного присутствия оператора. Отсутствует объективный способ оценки полноты минерализации,

многое зависит от субъективного фактора — мнения оператора. Кроме того, много времени занимает подготовка аппаратуры.

3. Результаты определения содержания цинка оказались сопоставимы независимо от способа подготовки пробы (табл. 4). Вероятно, соединения цинка при

различных условиях минерализации легко переходят в растворенное состояние.

4. В целом ни один из опробованных способов минерализации не показал систематического завышения или занижения результатов измерений. Проведенные исследования подтвердили,

Результаты определения железа в пробах сточной воды с разными способами пробоподготовки

[табл. 3]

Номер пробы	Содержание железа в пробе, X±Δ, мг/л			
	С нагреванием микроволновым излучением		С электронагреванием или на песчаной бане	
	ПНД Ф 14.1:2:4.143-98	ГОСТ 15587-2-2014	ПНД Ф 14.1:2:4.143-98	ГОСТ 15587-2-2014
1	1,4±0,2	0,93±0,19	0,57±0,11	0,88±0,18
2	2,2±0,3	2,9±0,4	2,5±0,4	2,8±0,4
3	6,1±0,3	6,8±0,3	6,3±0,3	6,4±0,3
4	3,5±0,5	2,8±0,4	3,9±0,6	2,6±0,4
5	0,38±0,08	0,39±0,08	0,33±0,07	0,30±0,06
6	1,5±0,2	1,4±0,2	1,1±0,2	1,4±0,2
7	0,75±0,15	0,79±0,16	0,83±0,17	0,63±0,13
8	4,9±0,7	5,6±0,3	5,4±0,3	3,1±0,5
9	26±1	24±1	25±1	26±1
10	6,1±0,3	5,7±0,3	5,9±0,3	5,6±0,3
11	1,6±0,2	2,2±0,3	1,7±0,3	2,0±0,3
12	0,76±0,15	1,1±0,2	1,2±0,2	1,0±0,2
13	8,4±0,4	14±1	9,0±0,5	11±1
14	1,4±0,2	2,1±0,3	1,4±0,2	2,1±0,3
15	1,2±0,2	1,9±0,3	1,2±0,2	1,6±0,2
16	1,6±0,2	4,2±0,6	3,3±0,5	3,4±0,5
17	2,3±0,4	4,4±0,7	2,1±0,3	3,5±0,5
18	5,6±0,3	6,1±0,3	5,4±0,3	5,1±0,3
19	1,2±0,2	1,4±0,2	1,8±0,3	1,5±0,2
20	1,0±0,2	1,2±0,2	1,2±0,2	1,3±0,2

Результаты определения цинка в пробах сточной воды с разными способами пробоподготовки

[табл. 4]

Номер пробы	Содержание цинка в пробе, X± Δ, мг/л			
	С нагреванием микроволновым излучением		С электронагреванием или на песчаной бане	
	ПНД Ф 14.1:2:4.143-98	ГОСТ 15587-2-2014	ПНД Ф 14.1:2:4.143-98	ГОСТ 15587-2-2014
1	0,21±0,03	0,20±0,05	0,17±0,02	0,16±0,04
2	0,18±0,03	0,21±0,05	0,20±0,03	0,21±0,05
3	0,38±0,05	0,45±0,11	0,50±0,07	0,42±0,11
4	0,31±0,04	0,26±0,07	0,28±0,04	0,33±0,08
5	0,41±0,06	0,46±0,12	0,47±0,07	0,49±0,12
6	0,16±0,02	0,14±0,04	0,16±0,02	0,22±0,06
7	0,42±0,06	0,36±0,09	0,46±0,06	0,27±0,07
8	2,6±0,4	2,3±0,3	1,8±0,3	2,3±0,3
9	0,18±0,03	0,16±0,04	0,17±0,02	0,19±0,05
10	0,21±0,03	0,19±0,05	0,25±0,04	0,22±0,06
11	0,16±0,02	0,19±0,05	0,20±0,03	0,21±0,05
12	0,34±0,05	0,41±0,10	0,40±0,06	0,38±0,10
13	0,49±0,07	0,52±0,07	0,51±0,07	0,48±0,12
14	0,21±0,03	0,25±0,06	0,25±0,04	0,25±0,06
15	0,23±0,03	0,30±0,08	0,26±0,04	0,24±0,06
16	0,71±0,10	0,77±0,11	0,71±0,10	0,81±0,11
17	0,34±0,05	0,42±0,11	0,38±0,05	0,41±0,10
18	0,40±0,06	0,41±0,10	0,44±0,06	0,41±0,10
19	0,59±0,08	0,61±0,09	0,63±0,09	0,53±0,07
20	0,31±0,04	0,32±0,08	0,36±0,05	0,36±0,09

Способы подготовки проб сточной воды для определения в них металлов

Результаты определения меди в пробах сточной воды с разными способами пробоподготовки

[табл. 5]

Номер пробы	Содержание меди в пробе, X± Δ, мг/л			
	С нагреванием микроволновым излучением		С электронагреванием или на песчаной бане	
	НДП 20.1:2:3.132-2015	ГОСТ 15587-2-2014	НДП 20.1:2:3.132-2015	ГОСТ 15587-2-2014
1	0,048±0,007	0,049±0,007	0,046±0,006	0,057±0,008
2	0,054±0,008	0,056±0,008	0,054±0,008	0,062±0,009
3	0,034±0,005	0,036±0,005	0,037±0,005	0,040±0,006
4	0,067±0,009	0,064±0,009	0,062±0,009	0,075±0,011
5	0,044±0,006	0,047±0,007	0,049±0,007	0,045±0,006
6	0,24±0,03	0,22±0,03	0,21±0,03	0,21±0,03
7	0,017±0,002	0,020±0,003	0,019±0,003	0,018±0,003
8	0,12±0,02	0,13±0,02	0,11±0,02	0,12±0,02
9	0,038±0,005	0,036±0,005	0,032±0,004	0,037±0,005
10	0,017±0,002	0,019±0,003	0,017±0,002	0,018±0,003
11	0,047±0,007	0,060±0,008	0,048±0,007	0,064±0,009
12	0,039±0,005	0,044±0,006	0,035±0,005	0,054±0,008
13	0,096±0,013	0,088±0,012	0,071±0,010	0,074±0,010
14	0,051±0,007	0,051±0,007	0,039±0,005	0,044±0,006
15	0,049±0,007	0,048±0,007	0,046±0,006	0,058±0,008
16	0,075±0,011	0,074±0,010	0,056±0,008	0,084±0,012
17	0,026±0,004	0,029±0,004	0,023±0,003	0,064±0,009
18	0,18±0,03	0,15±0,02	0,091±0,013	0,16±0,02
19	0,028±0,004	0,036±0,005	0,029±0,004	0,042±0,006
20	0,024±0,003	0,036±0,005	0,024±0,003	0,054±0,008

Результаты определения никеля в пробах сточной воды с разными способами пробоподготовки

[табл. 6]

Номер пробы	Содержание никеля в пробе, X± Δ, мг/л			
	С нагреванием микроволновым излучением		С электронагреванием или на песчаной бане	
	НДП 20.1:2:3.132-2015	ГОСТ 15587-2-2014	НДП 20.1:2:3.132-2015	ГОСТ 15587-2-2014
1	0,0052±0,0007	0,0057±0,0008	0,0069±0,0010	0,0086±0,0012
2	0,0060±0,0008	0,0064±0,0009	0,0077±0,0011	0,0084±0,0012
3	0,0054±0,0008	0,0046±0,0006	0,0062±0,0009	0,011±0,001
4	0,0077±0,0011	0,0055±0,0008	0,0078±0,0011	0,0068±0,0010
5	0,0041±0,0006	0,0050±0,0007	0,0050±0,0007	0,0068±0,0010
6	0,012±0,001	0,012±0,0011	0,013±0,001	0,014±0,001
7	0,0033±0,0005	0,0038±0,0005	0,0054±0,0008	0,0048±0,0007
8	0,31±0,03	0,29±0,03	0,28±0,03	0,22±0,02
9	0,014±0,001	0,011±0,001	0,013±0,001	0,012±0,001
10	0,0053±0,0007	0,0043±0,0006	0,0060±0,0008	0,0066±0,0009
11	0,0044±0,0006	0,0055±0,0008	0,0056±0,0008	0,0062±0,0009
12	0,0035±0,0005	0,0044±0,0006	0,0044±0,0006	0,0078±0,0011
13	0,021±0,002	0,026±0,002	0,020±0,002	0,011±0,001
14	0,0039±0,0005	0,0048±0,0007	0,0047±0,0007	0,0036±0,0005
15	0,0033±0,0005	0,0039±0,0005	0,0053±0,0007	0,0071±0,0010
16	0,0072±0,0010	0,0086±0,0012	0,0072±0,0010	0,0065±0,0009
17	0,0084±0,0010	0,011±0,001	0,0067±0,0009	0,0083±0,0012
18	0,022±0,002	0,020±0,002	0,019±0,002	0,016±0,001
19	0,0062±0,0009	0,0082±0,0012	0,0071±0,0010	0,0076±0,0011
20	0,011±0,001	0,013±0,001	0,012±0,001	0,014±0,001

Главная тема: Профессионалы — о качестве контроля

что процесс пробоподготовки — это наиболее сложная и трудоемкая стадия анализа неочищенной сточной воды, которая часто является определяющей для получения достоверных результатов.

Использованная литература:

1. Другов Ю.С., Родин А.А. Пробоподготовка в экологическом анализе. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. — 855 с.
2. Карпов Ю.А. Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. — 243 с.
3. Куцева Н.К., Крючкова С.Л., Пирогова С.В., Наумова С.В., Крючков В.А., Чамаев А.В. Микроволновая пробоподготовка при определении металлов в сточных водах // Журнал аналитической химии. — 2000. — Т. 55. — № 12. — С. 1271–1276.



Резюме

Аналитические лаборатории в повседневной работе применяют, как правило, лишь один из способов пробоподготовки. При этом использование для минерализации сточной воды микроволновых систем имеет ряд принципиальных преимуществ — эффективность, высокую производительность процесса, рациональную организацию работы, возможность контролировать ход процесса. Эти преимущества позволяют рекомендовать данный способ для широкого внедрения в практику проведения анализа.

Использование различных процедур подготовки проб может являться причиной расхождения результатов анализов при параллельном отборе проб. Возможно, применение стандарта ГОСТ Р ИСО 15587-2-2014 позволило бы унифицировать процедуру выполнения пробоподготовки. Анализ процедур минерализации сточной воды, проведенной в соответствии с методиками, предложенными в ПНД Ф 14.1:2:4.143-98, НДП 20.1:2:3.132-2015 и ГОСТ Р ИСО 15587-2-2014, дает основание утверждать, что проведение пробоподготовки универсальным способом позволит улучшить сопоставимость результатов анализа по ряду элементов.



АНАЛИТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЗАО «РОСА»

ШКОЛЫ-СЕМИНАРЫ ДЛЯ РАБОТНИКОВ ИСПЫТАТЕЛЬНЫХ ЛАБОРАТОРИЙ

ТЕМА	ДАТА ПРОВЕДЕНИЯ
Внутренний аудит в аналитической лаборатории. Практика проведения.	11.09–14.09.2018
Органолептические методы анализа воды: определение запаха воды в соответствии с ГОСТ Р 57164-2016.	18.09–20.09.2018
Определение интегральных (обобщенных) показателей качества воды.	25.09–28.09.2018
Микробиологические методы анализа воды. Обеспечение качества.	09.10–12.10.2018
Контроль качества в аналитической лаборатории.	16.10–19.10.2018
Гидробиологические методы анализа: фитопланктон и зоопланктон.	23.10–26.10.2018
Организация работы лаборатории по контролю качества воды.	13.11–16.11.2018
Компетентный лаборант в современной лаборатории.	27.11–30.11.2018
Готовимся к проверке. Аккредитация и подтверждение компетентности лаборатории.	04.12–07.12.2018
Санитарно – паразитологические исследования воды, почвы, осадков различных типов вод.	11.12–14.12.2018

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИСПЫТАНИЯ

АТТЕСТОВАННЫЕ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

119297, Москва,
ул. Родниковая, д.7, стр. 35

Тел: (495) 502 4422
Факс: (495) 439 5213

E-mail: quality@rossalab.ru
www.rossalab.ru