ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ
И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ
(РОСГИДРОМЕТ)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД
52.24.368-
2006

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АНИОННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Ростов-на-Дону
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН ГУ «Гидрохимический институт» Росгидромета.

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук, Е.Л. Селютина.

3 СОГЛАСОВАН с Начальником УМЗА и ГУ «ЦКБ ГМП» Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 24 апреля 2006 г.

5 АТТЕСТОВАН ГУ «Гидрохимический институт», свидетельство об аттестации № 17.24-2006 от 12.01.2006.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП за номером РД 52.24.368-2006 от 28.06.2006 г.

7 ВЗАМЕН РД 52.24.368-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации суммы анионных синтетических поверхностно-активных веществ в водах экстракционно-фотометрическим методом»

Введение

Анионные синтетические поверхностно-активные вещества (СПАВ) представляют собой главным образом вещества двух классов - соли органических сульфокислот (I) и соли сернокислых эфиров спиртов (II) с общими формулами

$$R\text{-}SO_3\,Me \quad (I)$$
$$R\text{-}OSO_3\,Me \quad (II)$$

Радикал может быть алкильным, алкиларильным, содержать двойные связи и функциональные группировки. Обычно алкильная цепь содержит 12-18 атомов углерода. В водном растворе анионные СПАВ диссоциируют с образованием отрицательно заряженных органических анионов.

Анионные СПАВ в настоящее время широко используются в промышленности и в быту в качестве основных компонентов синтетических моющих и чистящих средств и других препаратов.

Причиной появления СПАВ в природных водах являются, главным образом, сбросы неочищенных сточных вод, некоторое количество СПАВ может поступать с грунтовыми водами, куда они попадают в процессе очистки на полях фильтрации, а также с атмосферными осадками.

Попадая в воду, СПАВ оказывают неблагоприятное влияние на её органолептические показатели. Наиболее неприятным свойством СПАВ является их способность к пенообразованию. В пене на поверхности водоёма концентрируются как сами СПАВ, так и другие загрязняющие вещества и микроорганизмы, в том числе патогенные. При наличии пены в водоёмах ухудшается аэрация воды, следствием чего является замедление процессов самоочищения, угнетение деятельности гидробионтов. Предельно допустимые концентрации (ПДК) конкретных веществ, относящихся к группе анионных СПАВ, отличаются в несколько раз. При определении суммарного их содержания за ПДК принята величина 0,1 мг/дм^3.

Понижение концентрации растворённых в воде СПАВ связано, в основном, с двумя процессами - сорбцией на взвешенных частицах и донных отложениях и биохимическим разложением. В слабозагрязнённых природных водах СПАВ, как правило, отсутствуют. Значительное превышение ПДК СПАВ может наблюдаться при поступлении их со сточными водами в маловодные реки или водоёмы.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АНИОННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения 2006-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации анионных синтетических поверхностно-активных веществ (СПАВ) в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,010 до 0,400 мг/дм^3 экстракционно-фотометрическим методом в пересчете на додецилсульфат натрия. Допускается выполнение измерений в пробах воды с массовой концентрацией анионных СПАВ, превышающей 0,400 мг/дм^3 после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.

Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделах 4, Б.3 и Б.4.

3 Приписанные характеристики погрешности измерения

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих при измерении массовой концентрации анионных СПАВ

Диапазон измерений массовой концентрации анионых СПАВ, X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,010 до 0,050 включ.	0,002	0,004	0,002	0,007
Св. 0,050 до 0,400 включ.	0,04 X	0,07 X	0,02 X	0,14 X

При выполнении измерений анионных СПАВ в пробах с массовой концентрацией свыше 0,400 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot \eta$, где Δ – погрешность измерения концентрации анионных СПАВ в разбавленной пробе; η- степень разбавления.

Предел обнаружения анионных СПАВ составляет 0,006 мг/дм^3.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-2, КФК-3, СФ-46, СФ-56 и др.).

4.1.2 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.3 Весы лабораторные обычного (IV) класса точности по ГОСТ 29329-92 с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

4.1.4 pH-метр или иономер любого типа со стеклянным измерительным и вспомогательным хлорсеребряным электродами.

4.1.5 Государственный стандартный образец (ГСО) состава раствора додецилсульфата натрия ГСО 7348-96.

4.1.6 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224-91 с диапазоном измерения температур от 0 ^{0}С до 100 ^{0}С.

4.1.7 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 50 см^3 - 1 шт.

100 $см^3$ - 3 шт.
1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.8 Пробирки градуированные исполнения 2 или колбы мерные 2 класса точности исполнения 2 с притертыми стеклянными пробками по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25 $см^3$ - 7 шт.

4.1.9 Пипетки градуированные 2 класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227-91 вместимостью: 2 $см^3$ - 2 шт.
5 $см^3$ - 2 шт.
10 $см^3$ - 2 шт.

4.1.10 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 5 $см^3$ - 1 шт.
10 $см^3$ - 1 шт.
20 $см^3$ - 1 шт.
25 $см^3$ - 1 шт.

4.1.11 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 10 $см^3$ - 1 шт.
25 $см^3$ - 3 шт.
50 $см^3$ - 3 шт.
100 $см^3$ - 4 шт.
250 $см^3$ - 4 шт.
1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.12 Воронки делительные ВД исполнения 1, 3 по ГОСТ 25336-82 вместимостью: 100 $см^3$ - 4 шт.
250 $см^3$ - 4 шт.
500 $см^3$ - 4 шт.

4.3.13 Колбы конические Кн исполнения 2 по ГОСТ 25336-82 вместимостью 50 $см^3$ - 2 шт.

4.1.14 Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-19/9, СВ 34/12 по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

4.1.15 Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82 диаметром:
25-36 мм - 7 шт.
56 мм - 4 шт.
100 мм - 1 шт.

4.1.16 Стаканы В-1, ТХС, по ГОСТ 25336-82 вместимостью:
50 $см^3$ - 3 шт.
100 $см^3$ - 1 шт.

1000 $см^3$ - 1 шт.

4.1.17 Пробирка исполнения 1 (коническая) по ГОСТ 1770-74 вместимостью 10 $см^3$.

4.1.18 Колонка ионообменная стеклянная с краном и пористой пластиной высотой 350-400 мм, диаметром 18-20 мм.

4.1.19 Установка из стекла для перегонки растворителей (круглодонная колба типа К-1 со взаимозаменяемым конусом 29/32, ТС, вместимостью 1 $дм^3$, елочный дефлегматор длиной не менее 350 мм со взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32 , насадка Н1 с взаимозаменяемыми конусами 19/26-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ - 1, аллонж АИ -14/23) по ГОСТ 25336-82

4.1.20 Посуда стеклянная из темного и светлого стекла для хранения проб, градуировочных и вспомогательных растворов с завинчивающимися или притертыми пробками вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$, 250 $см^3$, 500 $см^3$ и 1000 $см^3$.

4.1.21 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения растворов вместимостью 1000 $см^3$.

4.1.22 Холодильник бытовой.

4.1.23 Шпатель.

4.1.24 Электроплитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919-83.

4.1.25 Баня водяная.

4.1.26 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие реактивы и материалы:

4.2.1 Додецилсерной кислоты натриевая соль (додецилсульфат натрия) по ТУ 6-09-07-1816-93, ч. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Азур I по ТУ 6-09-4937-80, ч.д.а.

4.2.3 Этилендиамин по ТУ 6-09-10-645-77, ч. (допустима замена на этилендиамина дигидрохлорид по ТУ 6-09-11-1305-79, ч. или этилендиамина дигидробромид по ТУ 6-09-30-41-76, ч. или этилендиамина сульфат по ТУ 6-09-25-75, ч.).

4.2.4 Калий-натрий виннокислый 4-водный (тартрат калия-натрия) по ГОСТ 5845-79, ч., или аммоний виннокислый (тартрат аммония) по ТУ 6-09-08-271-80, ч. или натрий виннокислый 2-водный (тартрат натрия) по ГОСТ 3656-78, ч.

4.2.5 Медь сернокислая 5-водная (сульфат меди), по ГОСТ 4165-78, ч.д.а.

4.2.6 Аммоний сернокислый (сульфат аммония) по ГОСТ 3769-78, ч.д.а.

4.2.7 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233-77, х.ч.

4.2.8 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, ч.д.а.

4.2.9 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а.

4.2.10 Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015-88, очищенный.

4.2.11 Изобутиловый спирт по ГОСТ 6016-72, ч.

4.2.12 Этиловый спирт ректификованный по ГОСТ 18300-87.

4.2.13 Натрий гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328-77, ч.д.а. (допустимо ч.).

4.2.14 Аммиак водный, концентрированный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.

4.2.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.16 Фильтры обеззоленные "белая лента" или "красная лента" по ТУ 6-09-1678-86.

4.2.17 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 12233-77 (или стекловата).

4.2.18 Катионит сильнокислотный КУ-2-8 или КРС-5п-Т40 по ТУ 6-09-10-829-79 или другой, равноценный по характеристикам.

4.2.19 Универсальная индикаторная бумага (pH 1-10) по ТУ 6-09-1181-76.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации анионных СПАВ экстракционно-фотометрическим методом основано на взаимодействии их с катионом бис(этилендиамин)меди (II) с образованием ионного ассоциата, экстрагируемого хлороформом из щелочной среды. Экстракт затем отделяют и встряхивают с кислым раствором азура I, в результате чего катион бис(этилендиамин)меди (II) замещается на интенсивно окрашенный катион азура I. Максимум оптической плотности полученного ассоциата наблюдается при 630 нм.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации СПАВ в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Вредно действующие вещества подлежат сбору и регенерации или утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5. Выполнение измерений следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее 1 года, освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

8.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±5) °С ;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока в сети питания (50±1) Гц.

8.2 В помещении, где проводится определение анионных СПАВ, а также подготовительные работы, включая мытье посуды, не допускается использование порошкообразных синтетических моющих средств. Запрещается использовать любые синтетические моющие средства для подготовки посуды, предназначенной для отбора проб и выполнения измерений массовой концентрации анионных СПАВ. Для мытья посуды следует использовать кальцинированную соду, хромовую смесь. Синий налет на посуде, обусловленный сорбцией азура 1, можно удалить промыванием раствором азотной кислоты 1:1.

9 Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробы помещают в стеклянную посуду. Объем отбираемой пробы не менее 0,5 $дм^3$.

Из-за биохимической нестойкости анионных СПАВ анализ проб следует выполнить в тот же день. Если это невозможно, пробу консервируют, добавляя 2-3 $см^3$ хлороформа на 1 $дм^3$ воды, и хранят в холодильнике при температуре, не превышающей 6 °С, не более недели. Хранение законсервированной пробы при комнатной температуре допускается не более суток.

Если пробу хранили в холодильнике, перед отбором аликвоты для анализа ее подогревают до комнатной температуры и тщательно перемешивают в течение 2-3 мин.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор этилендиамина 50 %-ный

100 $см^3$ этилендиамина смешивают со 100 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в герметично закрытой темной склянке в прохладном месте. Срок хранения не ограничен.

10.1.2 Раствор бис(этилендиамин)меди (II)

62 г сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$), 50 г сульфата аммония $(NH_4)_2SO_4$ и 90 $см^3$ 50 %-ного раствора этилендиамина растворяют последовательно в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 $дм^3$. Раствор фильтруют и хранят в темной склянке в прохладном месте. Срок хранения не ограничен.

При отсутствии свободного этилендиамина, раствор бис(этилендиамин)меди(II) можно приготовить из его соли. Для этого растворяют в дистиллированной воде последовательно 62 г сульфата меди, 50 г сульфата аммония и 99 г дигидрохлорида этилендиамина или 118 г сульфата этилендиамина или 168 г дигидробромида этилендиамина и 64 г гидроксида натрия, объем раствора доводят до 1 $дм^3$. Раствор должен иметь pH 9,0-9,5, в противном случае следует добавить дополнительное количество гидроксида натрия или серной кислоты до получения нужного значения pH.

Вместо гидроксида натрия можно использовать для приготовления раствора 140 $см^3$ концентрированного раствора аммиака. Сульфат аммония в этом случае не добавляют.

10.1.3 Раствор азура I

0,4 г азура I растворяют в 1 $дм^3$ дистиллированной воды и фильтруют. Хранят в темной склянке. Раствор пригоден к использованию до появления розового окрашивания холостой пробы. Перед использованием раствор азура 1 смешивают с равным объемом раствора серной кислоты 0,1 моль/$дм^3$.

10.1.4 Раствор серной кислоты, 1 моль/$дм^3$

28 $см^3$ концентрированной серной кислоты растворяют в 470 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор устойчив.

10.1.5 Раствор серной кислоты, 0,1 моль/дм^3

100 см^3 раствора серной кислоты с концентрацией 1 моль/дм^3 разбавляют 900 см^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив.

10.1.6 Раствор тартрата калия-натрия или тартрата натрия (тартрата аммония)

25 г тартрата калия-натрия или 20 г тартрата натрия или аммония растворяют в 0,5 дм^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив в течение месяца.

10.1.7 Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм^3

85 см^3 концентрированной соляной кислоты растворяют в 915 см^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив.

10.1.8 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм^3

40 г гидроксида натрия растворяют в дистиллированной воде, охлаждают и доводят объём раствора до 1 дм^3. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде.

10.1.9 Раствор этилового спирта, 70 %-ный

90 см^3 этилового спирта смешивают с 30 см^3 дистиллированной воды.

10.1.10 Подготовка колонки с катионитом в H^+-форме

Подготовка и регенерация колонки с катионитом приведены в приложении А.

10.2 Приготовление градуировочных растворов

10.2.1 Градуировочный раствор с массовой концентрацией анионных СПАВ 1,00 мг/см^3 готовят из ГСО с концентрацией анионных СПАВ (додецилсульфата натрия) 10,0 мг/см^3. Вскрывают ампулу ГСО додецилсульфата натрия и переносят ее содержимое в сухую чистую коническую пробирку. Отбирают 5,0 см^3 образца с помощью чистой сухой пипетки вместимостью 5 см^3 с одной отметкой и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 15 см^3 дистиллированной воды и 25 см^3 этилового спирта. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде при комнатной температуре до помутнения.

10.2.2 С помощью пипетки вместимостью 10 $см^3$ с одной отметкой помещают 10,0 $см^3$ раствора додецилсульфата натрия с концентрацией 1,00 $мг/см^3$ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию анионных СПАВ 0,10 $мг/см^3$.

Раствор хранят в плотно закрытой посуде при комнатной температуре не более недели.

10.2.3 С помощью пипетки вместимостью 5 $см^3$ с одной отметкой помещают 5,0 $см^3$ раствора додецилсульфата натрия с массовой концентрацией 0,10 $мг/см^3$ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают Полученному раствору приписывают массовую концентрацию анионных СПАВ 0,0050 $мг/см^3$.

Раствор используют в течение рабочего дня.

10.2.4 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованные растворы анионных СПАВ, приготовленные из додецилсульфата натрия. Методика приготовления аттестованных растворов приведена в приложении Б.

10.3 Установление градуировочной зависимости

Для приготовления образцов для градуировки в делительные воронки вместимостью 250 $см^3$, содержащие 100 $см^3$ дистиллированной воды, с помощью градуированных пипеток вместимостью 2 $см^3$ и 10 $см^3$ помещают 0; 0,50; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 $см^3$ градуировочного раствора с концентрацией 0,0050 $мг/см^3$. Содержание додецилсульфата натрия в образцах составит соответственно 0; 0,0025; 0,0050; 0,0100; 0,0200; 0,0300; 0,0400 мг. Полученные образцы анализируют как описано в разделе 11.

Поскольку раствор тартрата калия-натрия применяют для устранения влияния ионов металлов, при установлении градуировочной зависимости добавление его не является обязательным.

Градуировочную зависимость оптической плотности от содержания анионных СПАВ в образце рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочную зависимость устанавливают при замене прибора или использовании новых партий реактивов азура I и этилендиамина.

10.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.4.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при приготовлении нового раствора азура I или раствора бис(этилендиамин)меди (II), но не реже одного раза в квартал.

Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.3 (не менее 3).

Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении условий:

$$|X-C| \leq d, \qquad (1)$$

где X - результат контрольного измерения содержания анионных СПАВ в образце, мг;

C - приписанное значение содержания анионных СПАВ в образце, мг.

d – допустимое расхождение между измеренным и приписанным значениями содержания анионных СПАВ в образце, мг (таблица 2).

Таблица 2 - Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания анионных СПАВ в образце при контроле стабильности градуировочной характеристики

Приписанное значение содержания анионных СПАВ в образце, мг	0,0025	0,0050	0,0100	0,0200	0,0300	0,0400
Допустимое расхождение d, мг	0,0010	0,0010	0,0010	0,0014	0,0021	0,0028

Если условие (1) не выполняется для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повтор-

ном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

10.4.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями содержания анионных СПАВ в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

11 Выполнение измерений

11.1 Выполнение измерений при отсутствии мешающего влияния катионных СПАВ

Пробу тщательно перемешивают, отбирают цилиндром необходимую аликвоту пробы воды (250 $см^3$ при содержании анионных СПАВ менее 0,1 $мг/дм^3$ и 100 $см^3$ при содержании анионных СПАВ от 0,1 $мг/дм^3$ до 0,4 $мг/дм^3$) и помещают в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$ или 250 $см^3$, соответственно.

В присутствии заметного (визуально) количества взвешенных веществ отмеренную для анализа пробу предварительно фильтруют через небольшой (диаметром 8-9 см) складчатый бумажный фильтр. Фильтр промывают 10 $см^3$ дистиллированной воды, присоединяя промывную воду к пробе. Затем дважды промывают осадок на фильтре 5 -7 $см^3$ 70 %-ного этилового спирта, нагретого до кипения. Спиртовый фильтрат также присоединяют к пробе. Добавляют 5 $см^3$ раствора тартрата калия-натрия (или другого раствора по 10.1.6), 15 $см^3$ или 6 $см^3$ (при объёме пробы 250 $см^3$ или 100 $см^3$, соответственно) раствора бис(этилендиамин)меди (II), 20 $см^3$ хлороформа, встряхивают воронку и сразу приоткрывают пробку воронки для сброса избыточного давления. Повторяют встряхивание воронки и сброс избыточного давления до тех пор, пока давление не сравняется с атмосферным, после чего проводят экстракцию в течение 1 мин.

После расслоения фаз нижний хлороформный слой сливают в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$, в которую предварительно вносят 25 $см^3$ кислого раствора азура 1. Проводят повторную экстракцию в течение 1 мин. После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, смоченной хлороформом, в мерную колбу (или градуированную пробирку) вместимостью 25 $см^3$. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же колбу (или пробирку), доводят объём экстракта до 25 $см^3$ и перемешивают. Окраска хлороформного экстракта устойчива при хранении в темном месте.

Одновременно с серией проб выполняют холостой опыт с 250 $см^3$ или 100 $см^3$ дистиллированной воды.

Оптическую плотность экстрактов измеряют на спектрофотометре или фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 630 нм, на фотометре, снабженном светофильтрами, при длине волны от 590 нм до 630 нм, в кюветах с толщиной поглощающего слоя 5 см относительно хлороформа. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности пробы.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, следует повторить определение, используя меньшую аликвоту исходной пробы воды, разбавленную до 100 $см^3$. Аликвоту выбирают таким образом, чтобы содержание анионных СПАВ в ней находилось в пределах от 0,010 до 0,040 мг. Если объем аликвоты менее 50 $см^3$, ее следует отбирать пипеткой.

Если при экстракции пробы воды образуется эмульсия, не расслаивающаяся длительное время, в пробу перед первой экстракцией следует добавить 10 $см^3$ (при объеме пробы 250 $см^3$) или 5 $см^3$ (при объеме пробы 100 $см^3$) изобутилового спирта. Установление градуировочной зависимости и выполнение холостого опыта в этом случае осуществляют также с добавлением изобутилового спирта.

Сливы хлороформа после выполнения измерений собирают в отдельную темную склянку с надписью "Слив хлороформа", содержащую небольшое количество дистиллированной воды, и затем регенерируют в соответствии с приложением В или утилизируют согласно установленным правилам.

11.2 Выполнение измерений при наличии мешающего влияния катионных СПАВ

Выполнению измерений массовой концентрации анионных СПАВ мешают катионные СПАВ типа четвертичных аммониевых и пиридиниевых солей при содержании их более 0,02 мг/дм^3 . В связи с тем, что объём производства и потребления катионных СПАВ невелик, в природных водах в таком количестве они, как правило, не встречаются.

Другие вещества в концентрациях, встречающихся в природных и очищенных сточных водах, влияния не оказывают.

Если в пробе предполагается присутствие более 0,02 мг/дм^3 катионных СПАВ, их отделяют пропусканием пробы через колонку с катионитом.

В том случае, когда проба воды прозрачная, её пропускают через колонку с катионитом со скоростью 1-2 капли в секунду. Первые 50 см^3 воды, прошедшей через колонку отбрасывают, затем отбирают необходимую аликвоту и анализируют, как описано в 11.1.

Если проба мутная, отбирают аликвоту пробы 100 или 200 см^3 в зависимости от предполагаемого содержания анионных СПАВ. Отмеренную пробу фильтруют. Фильтрат пропускают через колонку с катионитом.

Промывают фильтр и колбу, в которую производилось фильтрование, 50 см^3 дистиллированной воды. Осадок на фильтре промывают дважды по 5-7 см^3 70 %-ного спирта, нагретого до кипения. Спиртовый фильтрат присоединяют к 50 см^3 промывной воды, которую также пропускают через колонку. Если объем взятой для анализа пробы составил 100 см^3, колонку еще дважды промывают 50 см^3 дистиллированной воды. Промывные воды присоединяют к основной пробе. Далее проводят выполнение измерений, как описано в 11.1 при объёме пробы 250 см^3.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 По градуировочной зависимости находят содержание анионных СПАВ q, мг, в анализируемой аликвоте пробы.

Массовую концентрацию анионных СПАВ в анализируемой пробе воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{q \cdot 1000}{V}, \qquad (2)$$

где q - содержание анионных СПАВ в аликвоте, найденное по градуировочной зависимости, мг;

V - объем аликвоты анализируемой воды, см^3.

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

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

где $\pm \Delta$ - границы характеристик погрешности результатов измерения для данной массовой концентрации анионных СПАВ, мг/дм^3 (таблица 1).

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

12.3 Допустимо представлять результат в виде:

$$X \pm \Delta_л \quad (P=0{,}95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (4)$$

где $\pm \Delta_л$ – границы характеристик погрешности результатов измерения, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3 .

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.4 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале, по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1.2 Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.2.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $К_к$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = \left| X' - X - C \right|, \qquad (5)$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации анионных СПАВ в пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

X – результат измерения массовой концентрации анионных СПАВ в рабочей пробе мг/дм^3;

C – величина добавки, мг/дм^3.

13.2.3 Норматив контроля погрешности К, мг/дм^3 рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{,x})^2 + (\Delta_{лx})^2}, \qquad (6)$$

где $\Delta_{,x'}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации анионных СПАВ в пробе с добавкой, мг/дм^3;

$\Delta_{лX}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации анионных СПАВ в рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{,x'} = 0{,}84 \cdot \Delta_{x'}$ и $\Delta_{лx} = 0{,}84 \cdot \Delta_{x}$

13.2.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$| K_к | \leq K, \qquad (7)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (7), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2{,}77\sigma_R \ . \qquad (8)$$

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6 или МИ 2881.

Примечание – Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка и регенерация колонки с катионитом

Замачивают 50-60 г сухого катионита на 1-2 сут в насыщенном растворе хлорида натрия в дистиллированной воде (70 г хлорида натрия растворяют в 200 $см^3$ воды). Через 1-2 сут сливают раствор хлорида, промывают катионит 2-3 раза дистиллированной водой и переносят его в ионообменную колонку вместе с водой так, чтобы не образовалось воздушных пузырьков. Предварительно в колонку приливают немного дистиллированной воды. Избыток воды при заполнении колонки периодически сливают через кран. Заполняют колонку примерно на 2/3 высоты. После заполнения пропускают через колонку с катионитом последовательно по 50 $см^3$ раствора соляной кислоты 1 моль/$дм^3$, дистиллированной воды и раствора гидроксида натрия 1 моль/$дм^3$ со скоростью 1-2 капли в секунду, повторяя процедуру 8-10 раз. Заканчивают обработку смолы пропусканием 100 $см^3$ раствора соляной кислоты. Промывают колонку дистиллированной водой до pH 6 по универсальной индикаторной бумаге, пропуская воду с максимально возможной скоростью. В перерыве между использованием колонку хранят герметично закрытой. Катионит должен постоянно находиться под слоем воды.

После пропускания через колонку 8-10 проб природной воды катионит регенерируют, пропуская 100 $см^3$ раствора соляной кислоты и промывая затем дистиллированной водой.

Катионит (как сухой, так и влажный) со временем стареет и теряет ионообменные свойства. Для проверки пригодности катионита готовят раствор хлорида натрия с молярной концентрацией 0,010 моль/$дм^3$, для чего взвешивают 0,0585 г хлорида натрия и растворяют его в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. Через колонку после первоначальной подготовки или после регенерации пропускают 100 $см^3$ дистиллированной воды со скоростью 1-2 капли в секунду. Первые 50-60 $см^3$ воды, прошедшей через колонку отбрасывают, следующую порцию объемом 30 - 40 $см^3$ собирают в стакан вместимостью

50 $см^3$ и измеряют pH катионированной воды. После этого пропускают с той же скоростью приготовленный раствор хлорида натрия Первые 50-60 $см^3$ раствора, прошедшие через колонку отбрасывают, а следующую порцию собирают в стакан и также измеряют pH. За счет замещения ионов натрия в растворе при пропускании через катионит на ионы водорода, pH раствора понижается по сравнению с катионированной дистиллированной водой Если качество катионита удовлетворительное, разница в величине pH должна составлять 2,5 - 3 единицы.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов анионных СПАВ АР1-АСПАВ, АР2-АСПАВ, АР3- АСПАВ для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности измерений массовой концентрации анионных СПАВ экстракционно-фотометрическим методом

Б.1 Назначение и область применения

Методика предназначена для руководства при приготовлении аттестованных растворов, используемых для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности измерений массовой концентрации анионных СПАВ экстракционно-фотометрическим методом в природных и очищенных сточных водах.

Б.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов анионных СПАВ

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора		
	АР1- АС-ПАВ	АР2- АС-ПАВ	АР3- АС-ПАВ
Аттестованное значение массовой концентрации анионных СПАВ, мг/см^3	1,000	0,1000	0,00500
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации анионных СПАВ (Р=0,95), мг/см^3	0,015	0,0016	0,00008

Б.3 Средства измерений, вспомогательные устроиства

Б.3.1 Весы лабораторные высокого (IV) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

Б.3.2 Колбы мерные 2 класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74 вместимостью: 100 $см^3$ - 3 шт.

Б.3.3 Цилиндр мерный исполнения 1,3 по ГОСТ 1770-74 вместимостью 50 $см^3$.

Б.3.4 Пипетки с одной отметкой 2 класса точности исполнения 2 по ГОСТ 29169-91 вместимостью: 5 $см^3$ - 1 шт.
10 $см^3$ - 1 шт.

Б.3.5 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ 19/9 по ГОСТ 25336-82.

Б.3.6 Шпатель

Б.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

Б.4.1 Додецилсульфокислоты натриевая соль (додецилсульфат натрия) по ТУ 6-09-07-1816-93, ч. с массовой долей основного вещества не менее 98,5 %.

Б.4.2 Этиловый спирт ректификованный по ГОСТ 18300-87.

Б.4.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Б.5 Процедура приготовления аттестованных растворов

Б.5.1 Приготовление аттестованного раствора АР1-АСПАВ

0,100 г додецилсульфата натрия взвешивают с точностью до четвертого знака после запятой, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ с помощью 40-45 $см^3$ дистиллированной воды, растворяют, затем добавляют 50 $см^3$ этилового спирта, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию анионных СПАВ 1,00 мг/$см^3$.

Б.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-АСПАВ

С помощью пипетки с одной отметкой помещают 10 $см^3$ раствора АР1-АСПАВ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки

дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию анионных СПАВ 0,100 мг/см^3.

Б.5.3 Приготовление аттестованного раствора АР3-АСПАВ

С помощью пипетки с одной отметкой помещают 5,0 см^3 раствора АР2-АСПАВ в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученному раствору приписывают массовую концентрацию анионных СПАВ 0,00500 мг/см^3.

Б.6 Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов

Б.6.1 Аттестованное значение массовой концентрации анионных СПАВ C_1, мг/см^3, в растворе АР1-АСПАВ рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{1000\,m}{V}, \qquad (Б\ 1)$$

где m – масса навески додецилсульфата натрия, г;

V - вместимость мерной колбы, см^3.

Б.6.2 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-АСПАВ Δ_1, мг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \qquad (Б\ 2)$$

где C_1 - приписанное раствору значение массовой концентрации анионных СПАВ, мг/см^3;

Δ_μ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ, %;

μ – массовая доля основного вещества (додецилсульфата натрия), приписанная реактиву квалификации "ч.", %;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески, г;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения объема V от номинального значения, $см^3$;

V - номинальная вместимость мерной колбы, $см^3$.

Б.6.3 Аттестованное значение массовой концентрации анионных СПАВ в растворе АР2-АСПАВ C_2, $мг/см^3$, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V}, \qquad (Б.3)$$

где C_1 – приписанное раствору АР1-АСПАВ значение массовой концентрации анионных СПАВ, $мг/см^3$;

V_1 - объем раствора АР1-АСПАВ, отбираемый пипеткой, $см^3$;

V - номинальная вместимость мерной колбы, $см^3$.

Б.6.4 Расчет погрешности приготовления раствора АР2-АСПАВ Δ_2, $мг/см^3$, производится по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{C_1})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2}, \qquad (Б.4)$$

где C_2 – приписанное раствору АР2-АСПАВ значение массовой концентрации анионных СПАВ, $мг/см^3$;

Δ_1, C_1, Δ_V и V – то же, что и в формуле (Б.2);

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, $см^3$;

V_1 - объем раствора АР1-АСПАВ, отбираемый пипеткой, $см^3$.

Б.6.5 Аттестованное значение массовой концентрации анионных СПАВ C_3, $мг/см^3$, в растворе АР3-АСПАВ рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_2 \cdot V_2}{V}, \qquad (Б.5)$$

где V_2 - объем раствора АР2-АСПАВ, отбираемый пипеткой, $см^3$;
V - номинальная вместимость мерной колбы, $см^3$.

Б 6.6 Расчет погрешности приготовления раствора АР3-АСПАВ Δ_3, $мг/см^3$, производится по формуле

$$\Delta_3 = C_3 \sqrt{(\frac{\Delta_2}{C_2})^2 + (\frac{\Delta_V}{V})^2 + (\frac{\Delta_{V_2}}{V_2})^2} \quad , \qquad (Б\ 6)$$

где C_3 – приписанное раствору АР3-АСПАВ значение массовой концентрации анионных СПАВ, $мг/см^3$,
Δ_2, C_2, Δ_V и V – то же, что и в формуле (Б.4);
Δ_{V_2} - предельное значение возможного отклонения объема V_2 от номинального значения, $см^3$;
V_2 - объем раствора АР2-АСПАВ, отбираемый пипеткой, $см^3$.

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР1-АСПАВ равна.

$$\Delta_1 = 1{,}0 \sqrt{(\frac{1{,}5}{100})^2 + (\frac{0{,}0002}{0{,}10})^2 + (\frac{0{,}20}{100})^2} = 0{,}015 \text{ мг/см}^3.$$

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР2-АСПАВ равна.

$$\Delta_2 = 0{,}100 \sqrt{(\frac{0\,015}{1{,}0})^2 + (\frac{0{,}2}{100})^2 + (\frac{0{,}04}{10})^2} = 0{,}0016 \text{ мг/см}^3.$$

Погрешность приготовления аттестованного раствора АР3-АСПАВ равна:

$$\Delta_3 = 0{,}0050 \sqrt{(\frac{0{,}0016}{0{,}100})^2 + (\frac{0{,}2}{100})^2 + (\frac{0{,}02}{5})^2} = 0{,}000083 \text{ мг/см}^3.$$

Б.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

Б.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованные растворы может готовить инженер или лаборант со средним специальным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее года.

Б.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетки с указанием условного обозначения аттестованного раствора, массовой концентрации анионных СПАВ в растворе, погрешности ее установления и даты приготовления.

Б.10 Условия хранения

Б.10.1 Аттестованный раствор АР1-АСПАВ хранят в склянке с плотно пришлифованной пробкой при комнатной температуре в темном месте до появления мути.

Б.10.2 Аттестованный раствор АР2-АСПАВ хранят в плотно закрытой склянке при комнатной температуре не более недели.

Б.10.3 Аттестованный раствор АР3-АСПАВ используют в течение рабочего дня.

Приложение В
(рекомендуемое)

Регенерация хлороформа

Хлороформные экстракты после окончания анализа собирают в отдельную темную склянку с небольшим количеством дистиллированной воды и затем регенерируют. Для этого слив хлороформа помещают в делительную воронку вместимостью не менее 1 $дм^3$, добавляют равный объем дистиллированной воды и встряхивают воронку 2 мин. Если анализ проводили с использованием бутилового или изобутилового спирта, хлороформ переносят в другую воронку, вновь добавляют равный объем воды и повторяют промывание. После отстаивания хлороформ фильтруют через слой ваты или 2-3 неплотных бумажных фильтра в перегонную колбу.

Соединяют компоненты установки для перегонки, нагревают колбу на водяной бане и перегоняют хлороформ в стеклянную посуду, отбирая фракцию, кипящую при температуре 60,5 – 62 °С. Первую порцию отгона, кипящую при температуре ниже 60,5 °С, возвращают в слив, а остаток после отгонки утилизируют в соответствии с установленными правилами. При необходимости повторяют перегонку еще раз, при этом первую порцию отгона и остаток после отгонки возвращают в слив.

Для выполнения измерений массовой концентрации анионных СПАВ в воде можно использовать также сливы хлороформа, образующиеся при определении других показателей. Регенерация этих сливов проводится согласно приведенной выше методике.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ «ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ»

344090, г Ростов-на-Дону
пр Стачки, 198

Факс (863)222-44-70
Телефон (863)222-66-68
E-mail ghi@aaanet ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 17.24-2005

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации анионных синтетических поверхностно активных веществ (СПАВ) в водах экстракционно-фотометрическим методом*,
разработанная ГУ *«Гидрохимический институт» (ГУ ГХИ)*
и регламентированная *РД 52 24 368-2006*
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8 563-96 с изменениями 2002 г

Аттестация осуществлена по результатам *экспериментальных исследований*

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками

1 Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации анионных СПАВ, X, мг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta_c$, мг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности при вероятности P=0,95) $\pm\Delta$, мг/дм^3
От 0,010 до 0,050 включ	0,002	0,004	0,002	0,007
Св 0,050 до 0,400 включ	0,04 X	0,07 X	0,02 X	0,14 X

2. Диапазон измеряемых концентраций, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации анионых СПАВ, Х, мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мг/дм^3	Предел воспроизводимости (значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при вероятности Р=0,95), R, мг/дм^3
От 0,010 до 0,050 включ	0,006	0,011
Св. 0,050 до 0,400 включ.	0,11 Х	0,19· Х

3 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.368-2006.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории

Дата выдачи свидетельства 12 января 2006 г.

Главный метролог ГУ ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru