

---

**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды  
(Росгидромет)**

---

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**

**РД  
52.24.368–  
2021**

---

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АНИОННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ  
ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОДАХ**

**Методика измерений экстракционно-  
фотометрическим методом**

Ростов-на-Дону  
2021

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Ю.А. Андреев, канд. хим. наук (руководитель разработки), Е.С. Килейнова (ответственный исполнитель), Т.С. Евдокимова, Е.Л. Селютина

### 3 СОГЛАСОВАН:

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») письмом от 22.12.2020 № 01-46/3145;

- с Управлением мониторинга состояния и загрязнения окружающей среды (УМСЗ) Росгидромета 15.02.2021

4 УТВЕРЖДЁН Руководителем Росгидромета 15.02.2021.

ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 08.04.2021 № 88

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «ГХИ».

Свидетельство об аттестации методики измерений № 368.RA.RU.311345–2021 от 12.04.2021

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации ФГБУ «НПО «Тайфун» 12.03.2021.

### ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА

РД 52.24.368–2021

7 ВЗАМЕН РД 52.24.368–2006 «Массовая концентрация анионных синтетических поверхностно-активных веществ в водах. Методика выполнения измерений экстракционно-фотометрическим методом»

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2032 год.

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 10 лет

## Содержание

1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Требования к показателям точности измерений .....	3
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам .....	4
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства .....	4
4.2 Реактивы и материалы .....	5
4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для подготовки и регенерации колонки с катионитом .....	6
4.4 Дополнительное оборудование для регенерации хлороформа .....	6
5 Метод измерений .....	6
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды .....	7
7 Требования к квалификации операторов .....	7
8 Требования к условиям измерений .....	7
9 Подготовка к выполнению измерений .....	8
9.1 Отбор и хранение проб .....	8
9.2 Подготовка посуды .....	8
9.3 Приготовление растворов .....	9
9.4 Приготовление градуировочных растворов .....	11
9.5 Установление градуировочной зависимости .....	12
9.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики .....	13
10 Порядок выполнения измерений .....	14
10.1 Выполнение измерений при отсутствии мешающего влияния катионных синтетических поверхностно-активных веществ .....	14
10.2 Выполнение измерений при наличии мешающего влияния катионных синтетических поверхностно-активных веществ .....	15
11 Обработка результатов измерений .....	16
12 Оформление результатов измерений .....	17
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории .....	17
13.1 Общие положения .....	17
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости.....	18
13.2 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок.....	18
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости .....	19
Приложение А (обязательное) Подготовка и регенерация колонки с катионитом .....	20
Приложение Б (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованных растворов додецилсульфата натрия АР1-АСПАВ, АР2-АСПАВ, АР3-АСПАВ, АР4-АСПАВ и АР5-АСПАВ для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации АСПАВ экстракционно-фотометрическим методом .....	23
Приложение В (рекомендуемое) Регенерация хлороформа .....	30
Библиография .....	31

## Введение

Синтетические поверхностно-активные вещества (далее – СПАВ) в настоящее время широко используются как в промышленности, так и в быту. Обычно СПАВ делят на четыре группы в зависимости от способности образовывать или не образовывать в водном растворе анионы или катионы: анионные (далее – АСПАВ), катионные (далее – КСПАВ), неионогенные и амфотерные.

АСПАВ представляют собой, главным образом, вещества двух классов – соли органических сульфокислот и соли сернокислых эфиров спиртов с общими формулами  $R-O-SO_3Me$  и  $R-(CH_2CH_2O)_n-O-SO_3Me$ , соответственно. Радикал может быть алкильным, алкиларильным, содержать двойные связи и функциональные группировки. Обычно алкильная цепь содержит от 12 до 18 атомов углерода.

Среди множества АСПАВ наибольшее распространение, в том числе в составе моющих средств и бытовой химии, получили лаурилсульфат натрия (додецилсульфат натрия, sodium lauryl sulphate, SLS,  $C_{12}H_{25}-O-SO_3Na$ ) и лауретсульфат натрия (sodium laureth sulphate, sodium dodecylpoly(oxyethylene) sulphate,  $C_{12}H_{25}-(CH_2CH_2O)_n-O-SO_3Na$ ).

В водном растворе АСПАВ в результате электролитической диссоциации образуются поверхностно-активные органические анионы.

Причиной появления АСПАВ в природных водах являются, главным образом, сбросы неочищенных сточных и хозяйственно-бытовых вод. Попадая в воду, АСПАВ оказывают неблагоприятное влияние на её органолептические показатели. Наиболее неприятным свойством АСПАВ является их способность к пенообразованию. В пене на поверхности водоёма концентрируются как сами АСПАВ, так и другие загрязняющие вещества и микроорганизмы, в том числе патогенные. При наличии пены в водоёмах может ухудшаться аэрация воды, следствием чего является замедление процессов самоочищения, угнетение деятельности гидробионтов. Предельно допустимые концентрации конкретных веществ, относящихся к группе АСПАВ, отличаются в несколько раз (от 0,01 до 1,0 мг/дм<sup>3</sup>). В качестве норматива качества воды принято следующее: суммарная массовая концентрация АСПАВ в воде водных объектов рыбохозяйственного значения не должна превышать 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.

Уменьшение концентрации растворённых в воде АСПАВ связано с несколькими процессами – сорбцией на взвешенных частицах, седиментацией и аккумулярованием в донных отложениях или биохимическим окислением. В незагрязнённых природных водах АСПАВ отсутствуют. Повышенные концентрации АСПАВ могут наблюдаться при поступлении их со сточными водами в маловодные реки или водоёмы.

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ****МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АНИОННЫХ СИНТЕТИЧЕСКИХ  
ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОДАХ****Методика измерений экстракционно-  
фотометрическим методом**

Дата введения – 2022–01–01

**1 Область применения**

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) суммарной массовой концентрации анионных синтетических поверхностно-активных веществ в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,050 до 1,50 мг/дм<sup>3</sup> в пересчёте на додецилсульфат натрия экстракционно-фотометрическим методом.

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

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем руководящем документе использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. 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 83–79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3769–78 Реактивы. Аммоний серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4165–78 Реактивы. Медь (II) серноокислая 5-водная. Технические условия

## РД 52.24.368–2021

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220–75 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5556–81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 5845–79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 6016–77 Реактивы. Спирт изобутиловый. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20298–74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27065–86 Качество вод. Термины и определения

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251–91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878–2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59024-2020 Вода. Общие требования к отбору проб

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

МИ 2881–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных документов:

- стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;

- нормативных документов по метрологии (МИ) – по ежегодно издаваемому «Перечню нормативных документов в области метрологии», опубликованному по состоянию на 1 января текущего года.

Если ссылочный нормативный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 Требования к показателям точности измерений

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

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности при принятой вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации АСПАВ	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости)	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости)	Показатель правильности (границы систематической погрешности)	Показатель точности (границы абсолютной погрешности)
$X$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\sigma_r$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\sigma_R$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\pm\Delta_c$ , мг/дм <sup>3</sup>	$\pm\Delta$ , мг/дм <sup>3</sup>
От 0,050 до 0,400 включ.	$0,02 \cdot X + 0,002$	$0,05 \cdot X + 0,003$	$0,06 \cdot X + 0,01$	$0,09 \cdot X + 0,02$
Св. 0,400 до 1,50 включ.	$0,03 \cdot X$	$0,05 \cdot X$	$0,09 \cdot X$	$0,14 \cdot X$

Предел обнаружения АСПАВ составляет 0,006 мг/дм<sup>3</sup>.

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 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам

### 4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, ПЭ-5300, ПЭ-5400, Unico 1201 и др.).

4.1.2 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

4.1.3 Весы неавтоматического действия (лабораторные) высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,001 г или 0,01 г.

4.1.4 рН-метр или иономер любого типа (рН-150, рН-155, Экотест-2000, Анион-410 и др.) с электродами для измерения рН.

4.1.5 Государственный стандартный образец состава раствора додецилсульфата натрия ГСО 7348–96 или ГСО 8748–2006 (далее – ГСО) с относительной погрешностью аттестованного значения 1,0 % или государственный стандартный образец состава додецилсульфата натрия ГСО 8935–2008 с относительной погрешностью аттестованного значения 1,6 %.

4.1.6 Колбы мерные 2-го класса точности, исполнения 2 или 2а по ГОСТ 1770, вместимостью: 100 см<sup>3</sup> – 3 шт., 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт.

4.1.7 Пробирки градуированные исполнения 2 или колбы мерные 2-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 1770, вместимостью 25 см<sup>3</sup> – 8 шт.

4.1.8 Пипетки градуированные 2-го класса точности, типа 1 и 3, исполнения 1 и 2 по ГОСТ 29227, вместимостью: 2 см<sup>3</sup> – 2 шт., 5 см<sup>3</sup> – 3 шт., 10 см<sup>3</sup> – 3 шт.

4.1.9 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 29169, вместимостью: 5 см<sup>3</sup> – 1 шт., 10 см<sup>3</sup> – 2 шт., 20 см<sup>3</sup> – 2 шт.

4.1.10 Цилиндры мерные 2-го класса точности, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770, вместимостью: 10 см<sup>3</sup> – 2 шт., 25 см<sup>3</sup> – 4 шт., 50 см<sup>3</sup> – 3 шт., 100 см<sup>3</sup> – 6 шт., 250 см<sup>3</sup> – 4 шт., 500 см<sup>3</sup> – 1 шт., 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт.

4.1.11 Воронки делительные типа ВД, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 25336, вместимостью: 100 см<sup>3</sup> – 4 шт., 250 см<sup>3</sup> – 4 шт., 500 см<sup>3</sup> – 4 шт.

4.1.12 Колбы конические Кн, исполнения 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см<sup>3</sup> – 2 шт.

4.1.13 стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью: 50 см<sup>3</sup> – 3 шт., 100 см<sup>3</sup> – 2 шт., 250 см<sup>3</sup> – 2 шт., 600 см<sup>3</sup> – 1 шт., 1000 см<sup>3</sup> – 1 шт.

4.1.14 стаканчики для взвешивания СВ-19/9 и СВ-34/12 по ГОСТ 25336 – 2 шт.

4.1.15 Воронки лабораторные типа В по ГОСТ 25336 диаметром: 36 мм – 7 шт., 56 мм – 4 шт., 100 мм – 1 шт.

4.1.16 Пробирка исполнения 1 или 2 по ГОСТ 1770, вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

4.1.17 Фарфоровый стакан № 7 по ГОСТ 9147.

4.1.18 Палочка стеклянная.

4.1.19 Посуда стеклянная (в том числе из тёмного стекла) и пластиковая для хранения проб и растворов реактивов вместимостью 0,1; 0,25; 0,5 и 1,0 дм<sup>3</sup>.

4.1.20 Шпатель.

4.1.21 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.22 Электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

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

## 4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Додецилсерной кислоты натриевая соль (додецилсульфат натрия) по [1], ч. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Азур I по [2], ч., или метиленовый голубой по [3], ч.д.а. или имп.

4.2.3 Этилендиамин по [4], ч. (допустима замена на этилендиамина дигидрохлорид по [5], ч. или этилендиамина дигидробромид по [6], ч. или этилендиамина сульфат, имп.)

4.2.4 Калий-натрий виннокислый 4-водный (тарtrat калия-натрия) по ГОСТ 5845, ч., или аммоний виннокислый (тарtrat аммония) по [7], х.ч. или натрий виннокислый 2-водный (тарtrat натрия) по [8], ч.д.а.

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

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

4.2.7 Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

4.2.8 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

4.2.9 Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

4.2.10 Спирт изобутиловый по ГОСТ 6016, ч.

4.2.11 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный по ГОСТ Р 55878, любого сорта.

4.2.12 Натрия гидроокись (гидроксид натрия) по ГОСТ 4328, ч.д.а.

4.2.13 Аммиак водный, концентрированный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

4.2.14 Натрий углекислый (карбонат натрия) по ГОСТ 83, ч.д.а.

4.2.15 Калий двуххромовокислый (дихромат калия) по ГОСТ 4220, ч.

4.2.16 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.17 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» и «красная лента» по [9].

4.2.18 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

4.2.19 Универсальная индикаторная бумага (рН от 0 до 12) по [10].

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

### **4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для подготовки и регенерации колонки с катионитом**

4.3.1 Колонка стеклянная длиной от 500 до 600 мм, диаметром от 20 до 40 мм с краном и пористой стеклянной пластиной или бюретка типа I, исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251 с прямым краном и прокладкой из стеклоткани.

4.3.2 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233, х.ч.

4.3.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

4.3.4 Штатив лабораторный любого типа.

4.3.5 Катионит сильнокислотный КУ-2-8чС по ГОСТ 20298 или другой, равноценный по характеристикам.

### **4.4 Дополнительное оборудование для регенерации хлороформа**

4.4.1 Установка для перегонки растворителей из стекла группы ТС (круглодонная колба типа К исполнения 1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, дефлегматор длиной 350 мм с взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32, насадка типа Н1 с взаимозаменяемыми конусами 19/26-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ исполнения 1, длиной не менее 400 мм, алонж типа АИ с взаимозаменяемым конусом муфты 14/23) по ГОСТ 25336, термометр лабораторный ТЛ-50 с взаимозаменяемым конусом КШ 14/23 длиной нижней части термометра 60 мм и диапазоном измерения температур от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы – 0,5 °С по [11].

4.4.2 Воронка делительная типа ВД исполнения 3 по ГОСТ 25336, вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

## **5 Метод измерений**

Определение массовой концентрации АСПАВ 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 красителя катионного типа (азур I или метиленовый голубой), в результате чего катион бис(этилендиамин)меди (II) замещается на интенсивно окрашенный катион азур I или метиленового голубого. Максимум оптической плотности экстракта полученного ассоциата наблюдается при 630 нм.

## 6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации АСПАВ 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-му и 3-му 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 допускают лиц с высшим или средним профессиональным образованием, имеющих стаж работы в лаборатории не менее 1 года и освоивших методику.

## 8 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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

В помещении, где проводят выполнение измерений массовой концентрации АСПАВ, а также подготовительные работы, включая подготовку посуды и приготовление растворов, не допускается использование синтетических моющих средств в порошкообразных и жидких формах.

## **9 Подготовка к выполнению измерений**

### **9.1 Отбор и хранение проб**

9.1.1 Отбор проб для определения АСПАВ производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ 31861. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ 31861. Пробы отбирают только в стеклянную посуду. Объём отбираемой пробы не менее 0,5 дм<sup>3</sup>.

9.1.2 Вследствие возможности биохимического окисления АСПАВ рекомендуется выполнять измерения в день отбора проб. Если это невозможно, пробу консервируют, добавляя хлороформ из расчёта 3 см<sup>3</sup> на 1 дм<sup>3</sup> воды, и хранят при температуре, не превышающей 6 °С, не более 7 сут. Хранение законсервированной пробы при комнатной температуре допускается не более 24 ч. Если пробу хранили в холодильнике, перед анализом её выдерживают при комнатной температуре не менее 3 ч и перед отбором аликвоты для анализа тщательно перемешивают в течение 3 мин.

### **9.2 Подготовка посуды**

Для мытья посуды используют кальцинированную соду и хромовую смесь. Синий налёт на посуде, обусловленный сорбцией красителей, удаляют промыванием раствором азотной кислоты, 1:1.

#### **9.2.1 Приготовление хромовой смеси**

Для приготовления хромовой смеси в фарфоровый стакан вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 60 г дихромата калия, 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Смесь в стакане нагревают на электроплитке, не доводя до кипения, затем снимают с электроплитки и осторожно приливают небольшими порциями, перемешивая, 1 дм<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Хромовую смесь хранят в плотно закрытой стеклянной посуде. Срок хранения не ограничен.

#### **9.2.2 Обработка посуды**

Промытую водопроводной водой посуду омывают небольшим количеством хромовой смеси, стараясь покрыть внутреннюю поверхность делительных воронок, стаканов, колб, пробирок и пипеток. Краны и шлифы делительных воронок должны быть особо тщательно обработаны хромовой смесью. Если после обработки цвет хромовой смеси изменился на зелёный, посуду промывают водопроводной водой и обработку хромовой смесью повторяют до прекращения изменения её цвета. После выдерживания обработанной посуды не менее 30 мин, её

многократно (не менее 5 раз) промывают водопроводной водой и не менее трёх раз ополаскивают дистиллированной водой.

Перед использованием посуда для измерений должна выдерживаться в сушильном шкафу при температуре не менее 200 °С в течение 2 ч. Перед непосредственным использованием делительные воронки тщательно ополаскивают дистиллированной водой. Для холостого опыта целесообразно использовать индивидуальный набор посуды, который не применяют при анализе проб. Чистую посуду хранят в закрытом виде.

### 9.3 Приготовление растворов

#### 9.3.1 Раствор этилендиамина, 50 %-ный

В стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> смешивают 100 см<sup>3</sup> этилендиамина и 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в холодильнике в герметично закрытой склянке из тёмного стекла не ограничен.

#### 9.3.2 Раствор бис(этилендиамин)меди (II)

В стаканах вместимостью 100 см<sup>3</sup> взвешивают 62 г сульфата меди (II) и 50 г сульфата аммония и растворяют последовательно в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> в дистиллированной воде. Отмеряют 90 см<sup>3</sup> 50 %-ного раствора этилендиамина и добавляют к раствору в мерной колбе. Объём раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Раствор фильтруют через фильтр «белая» лента. Срок хранения раствора в холодильнике в герметично закрытой склянке из тёмного стекла не ограничен.

При отсутствии свободного этилендиамина раствор бис(этилендиамин)меди (II) допускается готовить из его соли. Для этого в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> 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, объём раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Измеряют рН приготовленного раствора с помощью рН-метра. Раствор бис(этилендиамин)меди (II) должен иметь рН 9,0-9,5, в противном случае требуемое значение рН устанавливают добавлением гидроксида натрия или концентрированной серной кислоты.

Вместо гидроксида натрия можно использовать для приготовления раствора 140 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака. Сульфат аммония в этом случае не добавляют.

### 9.3.3 Раствор красителя

В стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 0,4 г красителя (азура I или метиленового голубого) в 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и фильтруют через фильтр «белая лента». Раствор хранят в склянке из тёмного стекла до появления розового окрашивания холостой пробы. Перед использованием смешивают равные объёмы раствора красителя и раствора серной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup>. Используют раствор в течение 1 рабочего дня.

### 9.3.4 Раствор серной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>

В термостойком стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> смешивают 470 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 28 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Срок хранения раствора в плотно закрытой склянке не ограничен.

### 9.3.5 Раствор серной кислоты, 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

В стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> смешивают 900 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 100 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты с концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>. Срок хранения раствора в плотно закрытой склянке не ограничен.

### 9.3.6 Раствор тартрата

В стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> растворяют 25 г тартрата калия-натрия или 20 г тартрата натрия или тартрата аммония в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой склянке 1 мес.

### 9.3.7 Раствор этилового спирта, 70 %-ный

В стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> смешивают 90 см<sup>3</sup> этилового спирта и 30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора в плотно закрытой склянке не ограничен.

### 9.3.8 Раствор азотной кислоты, 1:1

В термостойком стакане вместимостью 600 см<sup>3</sup> смешивают 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 250 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты. Срок хранения раствора в плотно закрытой склянке не ограничен.

### 9.3.9 Подготовка колонки с катионитом

Подготовка и регенерация колонки с катионитом приведены в А.3.

## 9.4 Приготовление градуировочных растворов

### 9.4.1 Приготовление градуировочных растворов из ГСО

9.4.1.1 Для приготовления градуировочного раствора № 1 вскрывают ампулу ГСО с концентрацией додецилсульфата натрия  $10,0 \text{ мг/см}^3$ , её содержимое переносят в сухую коническую пробирку. С помощью сухой пипетки с одной отметкой отбирают  $5,0 \text{ см}^3$  образца и переносят в мерную колбу вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , добавляют  $15 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и  $25 \text{ см}^3$  этилового спирта. Раствор охлаждают до комнатной температуры, объём раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация АСПАВ в полученном растворе составляет  $1,000 \text{ мг/см}^3$ .

Градуировочный раствор хранят в плотно закрытой посуде из тёмного стекла при комнатной температуре до помутнения.

9.4.1.2 Для приготовления градуировочного раствора № 2 пипеткой с одной отметкой отбирают  $20,0 \text{ см}^3$  градуировочного раствора № 1, помещают его в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация АСПАВ в полученном растворе составляет  $0,2000 \text{ мг/см}^3$ .

Градуировочный раствор хранят в плотно закрытой посуде из тёмного стекла при комнатной температуре не более 1 нед.

9.4.1.3 Для приготовления градуировочного раствора № 3 пипеткой с одной отметкой отбирают  $10,0 \text{ см}^3$  градуировочного раствора № 1, помещают его в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация АСПАВ в полученном растворе составляет  $0,1000 \text{ мг/см}^3$ .

Градуировочный раствор хранят в плотно закрытой посуде из тёмного стекла при комнатной температуре не более 1 нед.

9.4.1.4 Для приготовления градуировочного раствора № 4 пипеткой с одной отметкой отбирают  $10,0 \text{ см}^3$  градуировочного раствора № 2, помещают его в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация АСПАВ в полученном растворе составляет  $0,02000 \text{ мг/см}^3$ .

Градуировочный раствор используют в течение 1 рабочего дня.

9.4.1.5 Для приготовления градуировочного раствора № 5 пипеткой с одной отметкой отбирают  $5,0 \text{ см}^3$  градуировочного раствора № 3, помещают его в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация АСПАВ в полученном растворе составляет  $0,00500 \text{ мг/см}^3$ .

Градуировочный раствор используют в течение 1 рабочего дня.

#### **9.4.2 Приготовление градуировочных растворов из аттестованных растворов**

При отсутствии ГСО допускается в качестве градуировочных растворов использовать аттестованные растворы АСПАВ, приготовленные из додецилсульфата натрия, методика приготовления которых приведена в приложении Б.

Примечание – При использовании государственного стандартного образца состава додецилсульфата натрия ГСО 8935-2008 градуировочные растворы, готовят аналогично аттестованным растворам, приготовленным из додецилсульфата натрия.

#### **9.5 Установление градуировочной зависимости**

9.5.1 Для приготовления градуировочных образцов первого рабочего диапазона в делительные воронки вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром вместимостью 100 см<sup>3</sup>, градуированными пипетками вместимостью 1 см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup> и 10 см<sup>3</sup> приливают 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см<sup>3</sup> градуировочного раствора № 5. Содержание АСПАВ в образцах составит соответственно 0,0050; 0,0100; 0,0200; 0,0300; 0,0400 мг. Полученные образцы анализируют как описано в разделе 10. Оптическую плотность градуировочных образцов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см относительно хлороформа.

9.5.2 Для приготовления градуировочных образцов второго рабочего диапазона в делительные воронки вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром вместимостью 100 см<sup>3</sup>, градуированными пипетками вместимостью 2 см<sup>3</sup> и 10 см<sup>3</sup> приливают 2,0; 3,0; 5,0; 6,0; 7,0; 7,5 см<sup>3</sup> градуировочного раствора № 4. Содержание АСПАВ в образцах составит соответственно 0,0400; 0,0600; 0,1000; 0,1200; 0,1400; 0,1500 мг. Полученные образцы анализируют как описано в разделе 10. Оптическую плотность градуировочных образцов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см относительно хлороформа.

Примечание – Добавление раствора тартрата калия-натрия при установлении градуировочной зависимости не является обязательным, так как его применяют для устранения влияния ионов металлов.

Одновременно с градуировочными образцами выполняют два параллельных определения АСПАВ в холостой пробе, используя для этого две аликвоты дистиллированной воды объёмом 100 см<sup>3</sup>.

Измеряют оптические плотности холостой пробы, рассчитывают среднее арифметическое значение и вычитают его из оптической плотности градуировочных образцов.

Градуировочную зависимость оптической плотности от содержания АСПАВ рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочную зависимость устанавливают при замене прибора или использовании новых партий реактивов красителей и этилендиамина, но не реже 1 раза в год.

## 9.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

9.6.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при приготовлении нового раствора красителя или раствора бис(этилендиамин)меди (II), но не реже одного раза в квартал. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 9.5 (не менее трёх образцов).

Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующего условия для всех используемых для контроля градуировочных образцов

$$|X_r - C_r| \leq d, \quad (1)$$

где  $X_r$  – результат контрольного измерения содержания АСПАВ в градуировочном образце, мг;

$C_r$  – приписанное значение содержания АСПАВ в градуировочном образце, мг;

$d$  – допустимое расхождение между измеренным и приписанным значением содержания АСПАВ в градуировочном образце, мг, в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания АСПАВ в градуировочных образцах при контроле стабильности градуировочных характеристик

Приписанное значение содержания АСПАВ в градуировочном образце, мг	0,0050	0,0100	0,0200	0,0300	0,0400	-
Допустимое расхождение $d$ , мг	0,0011	0,0016	0,0026	0,0036	0,0046	-
Приписанное значение содержания АСПАВ в градуировочном образце, мг	0,0400	0,0600	0,1000	0,1200	0,1400	0,1500
Допустимое расхождение $d$ , мг	0,0040	0,0060	0,0100	0,0120	0,0140	0,0150

Если условие стабильности (1) не выполняется для одного градуировочного образца, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если

градуировочный образец вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

9.6.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями содержания АСПАВ 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.

## **10 Порядок выполнения измерений**

### **10.1 Выполнение измерений при отсутствии мешающего влияния катионных синтетических поверхностно-активных веществ**

10.1.1 Пробу воды тщательно перемешивают. Мерным цилиндром отбирают аликвоту пробы воды объёмом 250 см<sup>3</sup> при массовой концентрации АСПАВ менее 0,100 мг/дм<sup>3</sup> или объёмом 100 см<sup>3</sup> при массовой концентрации АСПАВ свыше 0,100 мг/дм<sup>3</sup> и помещают в делительную воронку вместимостью 500 см<sup>3</sup> или 250 см<sup>3</sup>, соответственно.

10.1.2 Если проба содержит грубую взвесь, то отмеренную для анализа пробу воды предварительно фильтруют через складчатый бумажный фильтр «белая лента» диаметром 9 см в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Фильтр промывают 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, присоединяя промывную воду к пробе. Затем дважды промывают осадок на фильтре 6 см<sup>3</sup> 70 %-ного этилового спирта, нагретого до кипения. Спиртовой фильтрат также присоединяют к пробе.

10.1.3 Далее отбирают градуированной пипеткой 5 см<sup>3</sup> раствора тартрата калия-натрия (или другого раствора по 9.3.6), мерными цилиндрами 15 см<sup>3</sup> или 6 см<sup>3</sup> (при объёме пробы 250 см<sup>3</sup> или 100 см<sup>3</sup>, соответственно) раствора бис(этилендиамин)меди (II) по 9.3.2 и 20 см<sup>3</sup> хлороформа и добавляют к анализируемой пробе воды в делительной воронке. Встряхивают воронку и сразу приоткрывают пробку воронки для сброса избыточного давления. Повторяют встряхивание воронки и сброс избыточного давления до тех пор, пока давление в воронке не сравняется с атмосферным, после чего проводят экстракцию в течение 1 мин. По окончании экстракции раствор перемешивают лёгким круговым движением, чтобы удалить остатки эмульсии хлороформа со стенок воронки.

10.1.4 После расслоения фаз нижний хлороформный слой сливают в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, в которую предварительно с помощью цилиндра вносят 25 см<sup>3</sup> кислого раствора красителя. Проводят повторную экстракцию в течение 1 мин. После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты,

смоченной хлороформом, в градуированную пробирку (или мерную колбу) вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Промывают вату 2 см<sup>3</sup> хлороформа, сливая его в ту же пробирку (или колбу), доводят объём экстракта до 25 см<sup>3</sup> и перемешивают. Окраска хлороформного экстракта устойчива при хранении в тёмном месте.

10.1.5 Одновременно с пробами выполняют два параллельных определения АСПАВ в холостой пробе, используя две аликвоты дистиллированной воды объёмом 250 см<sup>3</sup> или 100 см<sup>3</sup>. Значения оптических плотностей холостой пробы в кюветах с толщиной поглощающего слоя 5 см не должна превышать 0,120, а для кювет 1 см – не более 0,025. Превышение указанных значений оптических плотностей холостого опыта указывает на загрязнение посуды или растворов реактивов, что должно быть устранено.

10.1.6 Оптическую плотность экстрактов измеряют на спектрофотометрах или фотометрах с непрерывной развёрткой спектра при длине волны 630 нм (на фотометрах, снабжённых светофильтрами - при длине волны от 590 нм до 630 нм) в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 или 1 см, в зависимости от массовой концентрации АСПАВ, относительно хлороформа. Оптическую плотность холостой пробы вычитают из оптической плотности анализируемой пробы воды.

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

Примечание – Сливы хлороформа после выполнения измерений собирают в отдельную тёмную склянку с надписью «Слив хлороформа», содержащую небольшое количество дистиллированной воды, и затем регенерируют в соответствии с методикой, приведенной в приложении В или утилизируют согласно установленным правилам.

## **10.2 Выполнение измерений при наличии мешающего влияния катионных синтетических поверхностно-активных веществ**

10.2.1 Выполнению измерений массовой концентрации АСПАВ мешают КСПАВ типа четвертичных аммониевых и пиридиновых солей при массовой концентрации их более 0,02 мг/дм<sup>3</sup>. В связи с тем, что объём производства и потребления КСПАВ 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.

10.2.2 Если в пробе предполагается присутствие более 0,02 мг/дм<sup>3</sup> КСПАВ, их отделяют пропусканием пробы через колонку с катионитом (см. приложение А).

Если проба воды прозрачная, то её пропускают через колонку с катионитом со скоростью от 1 до 2 капель в секунду. Первые 50 см<sup>3</sup> воды, прошедшей через колонку, отбрасывают, затем отбирают необходимую аликвоту и анализируют, как описано в 10.1.

10.2.3 Если проба воды мутная, отбирают аликвоту пробы 100 или 200 см<sup>3</sup> в зависимости от предполагаемого содержания АСПАВ. Отмеренную пробу фильтруют через фильтр «белая лента» в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Фильтрат пропускают через колонку с катионитом. Промывают фильтр и колбу, в которую производилось фильтрование, 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Осадок на фильтре промывают дважды 6 см<sup>3</sup> 70 %-ного этилового спирта, нагретого до кипения. Спиртовой фильтрат присоединяют к 50 см<sup>3</sup> промывной воды, которую также пропускают через колонку. Если объём взятой для анализа пробы составил 100 см<sup>3</sup>, колонку ещё дважды промывают 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Промывные воды присоединяют к основной пробе. Далее проводят выполнение измерений, как описано в 10.1 при объёме пробы 250 см<sup>3</sup>.

## 11 Обработка результатов измерений

11.1 Рассчитывают оптическую плотность  $A_x$ , соответствующую содержанию АСПАВ в анализируемой аликвоте пробы воды

$$A_x = A - \bar{A}_1, \quad (2)$$

где  $A$  – значение оптической плотности анализируемой пробы воды;  
 $\bar{A}_1$  – среднее арифметическое значение оптической плотности холостой пробы.

11.2 Содержание АСПАВ в анализируемой аликвоте пробы  $q$ , мг, вычисляют по градуировочной зависимости согласно рассчитанному значению  $A_x$ .

11.3 Массовую концентрацию АСПАВ в анализируемой пробе воды  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{q \cdot 1000}{V}, \quad (3)$$

где  $V$  – объём аликвоты анализируемой пробы воды, см<sup>3</sup>.

Примечание – Если рассчитанная массовая концентрация АСПАВ превышает 1 мг/дм<sup>3</sup>, то полученный результат умножают на поправочный коэффициент 1,06, учитывающий полноту экстракции.

## 12 Оформление результатов измерений

12.1 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 (P=0,95), \quad (4)$$

где  $\pm \Delta$  – границы абсолютной погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации АСПАВ, мг/дм<sup>3</sup>, в соответствии с таблицей 1.

Абсолютные погрешности результатов измерений представляют числом, содержащим не более двух значащих цифр. Наименьшие разряды числовых значений результатов измерений принимают такими же, как и наименьшие разряды числовых значений абсолютных погрешностей результатов измерений.

12.2 Допустимо представлять результат в виде

$$X \pm \Delta_{\text{л}} (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_{\text{л}} < \Delta, \quad (5)$$

где  $\pm \Delta_{\text{л}}$  – границы абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – Допустимо абсолютную погрешность результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения  $\Delta_{\text{л}} = 0,84 \cdot \Delta$  с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.3 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале по формам, приведённым 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 повторяемости и внутрилабораторной прецизионности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности).

13.1.2 Периодичность оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории.

## 13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части и выполняют измерение в соответствии с 10.1.

13.2.2 Результат контрольной процедуры  $r_k$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$r_k = |X_1 - X_2|, \quad (6)$$

где  $X_1$ ,  $X_2$  – результаты измерений массовой концентрации АСПАВ в пробе, мг/дм<sup>3</sup>.

13.2.3 Предел повторяемости  $r_n$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$r_n = 2,77 \cdot \sigma_r, \quad (7)$$

где  $\sigma_r$  – показатель повторяемости для массовой концентрации АСПАВ, равной  $(X_1 + X_2)/2$ , мг/дм<sup>3</sup> (см. таблицу 1).

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_k \leq r_n. \quad (8)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (8) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля. В случае превышения предела повторяемости поступают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (раздел 5).

## 13.3 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.3.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путём сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

13.3.2 Результат контрольной процедуры  $K_k$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$K_k = X' - X - C_d, \quad (9)$$

где  $X'$  – результат контрольного измерения массовой концентрации АСПАВ в пробе с известной добавкой, мг/дм<sup>3</sup>;

$X$  – результат измерения массовой концентрации АСПАВ в рабочей пробе, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_d$  – концентрация добавки, мг/дм<sup>3</sup>.

13.3.3 Норматив контроля погрешности  $K$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{\text{лх}'})^2 + (\Delta_{\text{лх}})^2}, \quad (10)$$

где  $\Delta_{\text{лх}'}$ ,  $\Delta_{\text{лх}}$  – значения абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации АСПАВ в пробе с добавкой и в рабочей пробе, мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – Допустимо для расчёта норматива контроля использовать значения абсолютной погрешности, полученные расчетным путем по формулам  $\Delta_{\text{лх}'} = 0,84 \cdot \Delta_{\text{х}'}$  и  $\Delta_{\text{лх}} = 0,84 \cdot \Delta_{\text{х}}$ , где  $\Delta_{\text{х}'}$ ,  $\Delta_{\text{х}}$  – приписанные методике значения абсолютной погрешности, соответствующие концентрации АСПАВ в пробе с добавкой и рабочей пробе, соответственно, мг/дм<sup>3</sup>.

13.3.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (11)$$

процедуру признают удовлетворительной.

13.3.5 При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

## 14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 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  $R$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R, \quad (12)$$

где  $\sigma_R$  – показатель воспроизводимости, мг/дм<sup>3</sup>, в соответствии с таблицей 1.

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (раздел 5) или МИ 2881.

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

## Приложение А (обязательное)

### Подготовка и регенерация колонки с катионитом

#### А.1 Дополнительное оборудование и реактивы

А.1.1 Колонка стеклянная длиной от 500 до 600 мм, диаметром от 20 до 40 мм с краном и пористой стеклянной пластиной (см. рисунок А.1) или бюретка типа I, исполнения 1, 2-го класса точности, вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251 с прямым краном и прокладкой из стеклоткани.

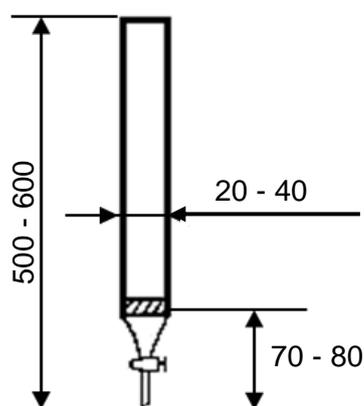


Рисунок А.1 – Колонка

А.1.2 Натрий хлористый (хлорид натрия) по ГОСТ 4233, х.ч.

А.1.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

А.1.4 Штатив лабораторный любого типа.

А.1.5 Катионит сильнокислотный КУ-2-8ЧС по ГОСТ 20298 или другой, равноценный по характеристикам.

#### А.2 Приготовление растворов

##### А.2.1 Насыщенный раствор хлорида натрия

В стакане вместимостью 250 см<sup>3</sup> растворяют 70 г хлорида натрия в 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранению не подлежит.

##### А.2.2 Раствор хлорида натрия, 0,010 моль/дм<sup>3</sup>

Взвешивают 0,0585 г хлорида натрия на весах специального класса точности и растворяют его в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор хранению не подлежит.

### **А.2.3 Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>**

В термостойком стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> смешивают 915 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 85 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Срок хранения раствора не ограничен.

### **А.2.4 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм<sup>3</sup>**

В термостойком стакане вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворяют 40 г гидроксида натрия в 960 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят не более 6 мес в плотно закрытой пластиковой посуде.

## **А.3 Подготовка и регенерация колонки с катионитом**

А.3.1 Влажный катионит перед использованием промывают не менее трёх раз дистиллированной водой. Если катионит высох при хранении, его обрабатывают насыщенным раствором хлорида натрия, приготовленного по А.2.1. Для этого 60 г сухого катионита помещают в стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup> и заливают насыщенным раствором хлорида натрия. Через 1 сут сливают раствор и промывают катионит не менее трёх раз дистиллированной водой.

А.3.2 Заполнение колонки катионитом проводят так, чтобы не образовалось воздушных пузырьков. Предварительно колонку с открытым краном помещают в стакан с дистиллированной водой и с помощью груши заполняют колонку снизу вверх на одну треть водой, далее колонку быстро поднимают и закрывают кран. В воде между пористой пластиной и краном не должно оставаться воздушного пузыря. Колонку закрепляют на штативе и заполняют катионитом, при этом избыток воды периодически сливают через кран.

А.3.3 После заполнения пропускают через колонку с катионитом последовательно по 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>, дистиллированной воды и раствора гидроксида натрия, 1 моль/дм<sup>3</sup>, со скоростью 1-2 капли в секунду, повторяя процедуру от 8 до 10 раз. Заканчивают обработку катионита пропусканьем 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>. Промывают колонку дистиллированной водой до рН дистиллированной воды, пропуская воду с максимально возможной скоростью.

А.3.4 Колонка с катионитом пригодна к работе длительное время. В перерыве между использованием колонку хранят закрытой. Катионит должен постоянно находиться под слоем воды.

А.3.5 После пропускания через колонку с катионитом 10 проб природной воды катионит регенерируют, пропуская через колонку 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>, и промывают дистиллированной водой.

А.3.6 Катионит (как сухой, так и влажный) со временем стареет и теряет ионообменные свойства. Для проверки пригодности катионита используют раствор хлорида натрия с молярной концентрацией 0,010 моль/дм<sup>3</sup>, приготовленный по А.2.2.

А.3.7 После первоначальной подготовки или после регенерации через колонку пропускают 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды со скоростью 1-2 капли в секунду. Отбрасывают первую порцию жидкости объёмом 60 см<sup>3</sup>, прошедшей

## РД 52.24.368–2021

через колонку, отбирают следующую порцию объёмом  $40 \text{ см}^3$  в стакан вместимостью  $50 \text{ см}^3$  и измеряют рН катионированной воды.

А.3.8 Далее пропускают с той же скоростью  $100 \text{ см}^3$  раствора хлорида натрия,  $0,010 \text{ моль/дм}^3$ , отбрасывают первую порцию раствора объёмом  $60 \text{ см}^3$ , прошедшего через колонку, отбирают следующую порцию раствора объёмом  $40 \text{ см}^3$  в стакан вместимостью  $50 \text{ см}^3$  и также измеряют рН полученного раствора.

А.3.9 За счёт замещения ионов натрия в растворе на ионы водорода при пропускании раствора хлорида натрия через катионит, рН раствора понижается по сравнению с катионированной дистиллированной водой. Если качество катионита удовлетворительное, разница в значении рН должна составлять от 2,5 до 3,0 единиц.

**Приложение Б**  
(рекомендуемое)

**Методика**

**приготовления аттестованных растворов додецилсульфата натрия АР1-АСПАВ, АР2-АСПАВ, АР3-АСПАВ, АР4-АСПАВ и АР5-АСПАВ для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации АСПАВ экстракционно-фотометрическим методом**

**Б.1 Назначение и область применения**

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов додецилсульфата натрия, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации АСПАВ в природных и очищенных сточных водах экстракционно-фотометрическим методом.

**Б.2 Метрологические характеристики**

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1 – Метрологические характеристики аттестованных растворов

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора				
	АР1-АСПАВ	АР2-АСПАВ	АР3-АСПАВ	АР4-АСПАВ	АР5-АСПАВ
Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ, мг/см <sup>3</sup>	1,000	0,200	0,1000	0,0200	0,0050
Границы погрешности аттестованного значения массовой концентрации АСПАВ ( $P=0,95$ ), мг/см <sup>3</sup>	±0,018	±0,004	±0,0018	±0,0004	±0,0001

**Б.3 Средства измерений, вспомогательные устройства**

Б.3.1 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

Б.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности, исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см<sup>3</sup> – 5 шт.

Б.3.3 Цилиндры мерные 2-го класса точности, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770, вместимостью 50 см<sup>3</sup> – 2 шт.

Б.3.4 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 29169, вместимостью: 5 см<sup>3</sup> – 1 шт., 10 см<sup>3</sup> – 2 шт., 20 см<sup>3</sup> – 1 шт.

Б.3.5 Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Б.3.6 Шпатель.

Б.3.7 Воронка лабораторная типа В по ГОСТ 25336 диаметром 56 мм – 1 шт.

Б.3.8 Слянки для хранения аттестованных растворов.

#### **Б.4 Исходные компоненты аттестованных растворов**

Б.4.1 Додецилсерной кислоты натриевая соль (додецилсульфат натрия) по [1], ч. с массовой долей основного вещества не менее 98,5 % или государственный стандартный образец состава додецилсульфата натрия ГСО 8935–2008 с относительной погрешностью аттестованного значения 1,6 %.

Б.4.2 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный по ГОСТ Р 55878, любого сорта.

Б.4.3 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

#### **Б.5 Процедура приготовления аттестованных растворов**

##### **Б.5.1 Приготовление аттестованного раствора АР1-АСПАВ**

Для приготовления аттестованного раствора АР1-АСПАВ взвешивают на весах специального класса точности 0,1000 г додецилсульфата натрия с точностью до четвёртого знака после запятой. Количественно переносят навеску в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 40 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Далее в колбу добавляют 50 см<sup>3</sup> этилового спирта, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию АСПАВ 1,000 мг/см<sup>3</sup>.

При отборе навески додецилсульфата натрия, отличной от значения 0,1000 г, концентрации и погрешности аттестованных растворов рассчитывают по Б.6.

##### **Б.5.2 Приготовление аттестованного раствора АР2-АСПАВ**

Отбирают пипеткой с одной отметкой 20,0 см<sup>3</sup> раствора АР1-АСПАВ и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию АСПАВ 0,2000 мг/см<sup>3</sup>.

##### **Б.5.3 Приготовление аттестованного раствора АР3-АСПАВ**

Отбирают пипеткой с одной отметкой 10,0 см<sup>3</sup> раствора АР1-АСПАВ и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию АСПАВ 0,1000 мг/см<sup>3</sup>.

##### **Б.5.4 Приготовление аттестованного раствора АР4-АСПАВ**

Отбирают пипеткой с одной отметкой 10,0 см<sup>3</sup> раствора АР2-АСПАВ и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объём раствора

до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию АСПАВ  $0,02000 \text{ мг/см}^3$ .

### Б.5.5 Приготовление аттестованного раствора АР5-АСПАВ

Отбирают пипеткой с одной отметкой  $5,0 \text{ см}^3$  раствора АР3-АСПАВ и переносят его в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят объём раствора до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают. Полученному раствору приписывают массовую концентрацию АСПАВ  $0,00500 \text{ мг/см}^3$ .

## Б.6 Расчёт метрологических характеристик аттестованных растворов

### Б.6.1 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора АР1-АСПАВ

Б.6.1.1 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР1-АСПАВ  $C_1$ ,  $\text{мг/см}^3$ , рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{1000 \cdot m}{V_k}, \quad (\text{Б.1})$$

где  $1000$  – коэффициент перевода граммов в миллиграммы,  $\text{мг/г}$ ;  
 $m$  – масса навески додецилсульфата натрия,  $\text{г}$ ;  
 $V_k$  – вместимость мерной колбы,  $\text{см}^3$ .

Б.6.1.2 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР1-АСПАВ равно

$$C_1 = \frac{1000 \cdot 0,1000}{100} = 1,000 \text{ мг/см}^3.$$

Б.6.1.3 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР1-АСПАВ  $\Delta_1$ ,  $\text{мг/см}^3$ , выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_k}}{V_k}\right)^2}, \quad (\text{Б.2})$$

где  $\Delta_\mu$  – предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения  $\mu$ , %;

$\mu$  – массовая доля основного вещества (додецилсульфата натрия), приписанная реактиву квалификации «ч.», %;

$\Delta m$  – предельная возможная погрешность взвешивания,  $\text{г}$ ;

$\Delta_{V_k}$  – предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения,  $\text{см}^3$ .

Б.6.1.4 Погрешность установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР1-АСПАВ равна

$$\Delta_1 = 1,000 \cdot \sqrt{\left(\frac{1,5}{98,5}\right)^2 + \left(\frac{0,001}{0,1000}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 0,018 \text{ мг/см}^3.$$

### Б.6.2 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора АР2-АСПАВ

Б.6.2.1 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР2-АСПАВ  $C_2$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_2 = \frac{C_1 \cdot V_1}{V_k}, \quad (\text{Б.3})$$

где  $V_1$  – объём раствора АР1-АСПАВ, отбираемый пипеткой, см<sup>3</sup>.

Б.6.2.2 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР2-АСПАВ равно

$$C_2 = \frac{1,000 \cdot 20,0}{100} = 0,2000 \text{ мг/см}^3.$$

Б.6.2.3 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР2-АСПАВ  $\Delta_2$ , мг/см<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_k}}{V_k}\right)^2}, \quad (\text{Б.4})$$

где  $\Delta_{V_1}$  – предельное значение возможного отклонения объёма  $V_1$  от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Б.6.2.4 Погрешность установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР2-АСПАВ равна

$$\Delta_2 = 0,2000 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{1,000}\right)^2 + \left(\frac{0,06}{20,0}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 0,004 \text{ мг/см}^3.$$

### Б.6.3 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора АР3-АСПАВ

Б.6.3.1 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР3-АСПАВ  $C_3$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_3 = \frac{C_1 \cdot V_2}{V_k}, \quad (\text{Б.5})$$

где  $V_2$  – объём раствора АР1-АСПАВ, отбираемый пипеткой, см<sup>3</sup>.

Б.6.3.2 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР3-АСПАВ равно

$$C_3 = \frac{1,000 \cdot 10,0}{100} = 0,1000 \text{ мг/см}^3.$$

Б.6.3.3 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР3-АСПАВ  $\Delta_3$ , мг/см<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_3 = C_3 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_1}{C_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_2}}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_K}}{V_K}\right)^2}, \quad (\text{Б.6})$$

где  $\Delta_{V_2}$  – предельное значение возможного отклонения объёма  $V_2$  от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Б.6.3.4 Погрешность установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР3-АСПАВ равна

$$\Delta_3 = 0,1000 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,018}{1,000}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{10,0}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 0,0018 \text{ мг/см}^3.$$

#### Б.6.4 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора АР4-АСПАВ

Б.6.4.1 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР4-АСПАВ  $C_4$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_4 = \frac{C_2 \cdot V_3}{V_K}, \quad (\text{Б.7})$$

где  $V_3$  – объём раствора АР2-АСПАВ, отбираемый пипеткой, см<sup>3</sup>.

Б.6.4.2 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР4-АСПАВ равно

$$C_4 = \frac{0,2000 \cdot 10,0}{100} = 0,0200 \text{ мг/см}^3.$$

Б.6.4.3 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР4-АСПАВ  $\Delta_4$ , мг/см<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_4 = C_4 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_2}{C_2}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_3}}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_K}}{V_K}\right)^2}, \quad (\text{Б.8})$$

где  $\Delta_{V_3}$  – предельное значение возможного отклонения объёма  $V_3$  от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Б.6.4.4 Погрешность установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР4-АСПАВ равна

$$\Delta_4 = 0,02000 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,004}{0,2000}\right)^2 + \left(\frac{0,04}{10,0}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 0,0004 \text{ мг/см}^3.$$

### Б.6.5 Расчёт метрологических характеристик аттестованного раствора АР5-АСПАВ

Б.6.5.1 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР5-АСПАВ  $C_5$ , мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_5 = \frac{C_3 \cdot V_4}{V_K}, \quad (\text{Б.9})$$

где  $V_4$  – объём раствора АР3-АСПАВ, отбираемый пипеткой, см<sup>3</sup>.

Б.6.5.2 Аттестованное значение массовой концентрации АСПАВ в растворе АР5-АСПАВ равно

$$C_5 = \frac{0,1000 \cdot 5,0}{100} = 0,00500 \text{ мг/см}^3.$$

Б.6.5.3 Расчёт предела возможных значений погрешности установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР5-АСПАВ  $\Delta_5$ , мг/см<sup>3</sup>, выполняют по формуле

$$\Delta_5 = C_5 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_3}{C_3}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_4}}{V_4}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{V_K}}{V_K}\right)^2}, \quad (\text{Б.10})$$

где  $\Delta_{V_4}$  – предельное значение возможного отклонения объёма  $V_4$  от номинального значения, см<sup>3</sup>.

Б.6.5.4 Погрешность установления массовой концентрации АСПАВ в аттестованном растворе АР5-АСПАВ равна

$$\Delta_5 = 0,00500 \cdot \sqrt{\left(\frac{0,0018}{0,1000}\right)^2 + \left(\frac{0,03}{5,0}\right)^2 + \left(\frac{0,20}{100}\right)^2} = 0,0001 \text{ мг/см}^3.$$

## Б.7 Требования безопасности

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

## Б.8 Требования к квалификации исполнителей

Аттестованные растворы может готовить специалист с высшим или средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее 1 года.

### **Б.9 Требования к маркировке**

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

### **Б.10 Условия хранения**

Б.10.1 Аттестованный раствор АР1-АСПАВ хранят при комнатной температуре в плотно закрытой склянке из темного стекла до помутнения.

Б.10.2 Аттестованные растворы АР2-АСПАВ и АР3-АСПАВ хранят при комнатной температуре в плотно закрытой склянке из темного стекла не более 1 нед.

Б.10.3 Аттестованные растворы АР4-АСПАВ и АР5-АСПАВ используют в течение 1 рабочего дня.

**Приложение В**  
(рекомендуемое)

**Регенерация хлороформа**

**В.1 Дополнительное оборудование**

В.1.1 Установка для перегонки растворителей из стекла группы ТС (круглодонная колба типа К исполнения 1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, дефлегматор длиной 350 мм с взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32, насадка типа Н1 с взаимозаменяемыми конусами 19/26-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ исполнения 1, длиной не менее 400 мм, алонж типа АИ с взаимозаменяемым конусом муфты 14/23) по ГОСТ 25336, термометр лабораторный ТЛ-50 с взаимозаменяемым конусом КШ 14/23 длиной нижней части термометра 60 мм и диапазоном измерения температур от 0 °С до 100 °С, цена деления шкалы – 0,5 °С по [11].

В.1.2 Воронка делительная типа ВД исполнения 3 по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

**В.2 Регенерация хлороформа**

В.2.1 Хлороформные экстракты после окончания анализа собирают в отдельную тёмную склянку с небольшим количеством дистиллированной воды и затем регенерируют. Для этого слив хлороформа объёмом от 250 до 300 см<sup>3</sup> помещают в делительную воронку, добавляют равный объём дистиллированной воды и встряхивают воронку 2 мин. Если анализ проводили с использованием изобутилового спирта, хлороформ переносят в другую воронку, вновь добавляют равный объём воды и повторяют промывание. После отстаивания хлороформ фильтруют через слой ваты или через три неплотных бумажных фильтра «белая лента» в круглодонную колбу для перегонки.

В.2.2 Соединяют компоненты установки для перегонки, нагревают колбу на электроплитке с закрытой спиралью и перегоняют хлороформ в стеклянную посуду, отбирая фракцию, кипящую при температуре от 60,5 °С до 62 °С. Первую порцию отгона, кипящую 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.

В.2.3 Для выполнения измерений массовой концентрации АСПАВ в воде можно использовать также сливы хлороформа, образующиеся при определении других показателей. Регенерация этих сливов проводится согласно В.2.1 и В.2.2.

## Библиография

- |      |  |   |
|------|--|---|
| [1]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-07-1816–93        | Натрий додецилсульфат   |
| [2]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-4937–80           | Азур I  |
| [3]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-29–76             | Метиленовый голубой индикатор   |
| [4]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-10-645–77         | Этилендиамин безводный  |
| [5]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-11-1305–79        | Этилендиамин дигидрохлорид  |
| [6]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-30-41–76          | Этилендиамин дигидробромид  |
| [7]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-08-2007–89        | Аммоний виннокислый   |
| [8]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-5400–88           | Натрий виннокислый, 2-водный  |
| [9]  | Технические условия<br>ТУ 6-09-1678–95           | Фильтры обеззоленные (белая,<br>красная, синяя ленты)                 |
| [10] | Технические условия<br>ТУ 2642-054-23050963–2008 | Бумага универсальная<br>индикаторная                                  |
| [11] | Технические условия<br>ТУ 25-2021.007–88         | Термометры лабораторные<br>стеклянные с взаимозаменяемыми<br>конусами |

---

Ключевые слова: массовая концентрация, анионные синтетические поверхностно-активные вещества, природная вода, экстракционно-фотометрический метод, метиленовый голубой, азор I

---

## Лист регистрации изменений

Поряд- ковый номер изме- нения	Номер страницы				Номер ре- гистрации изменения в ГОС, дата	Подпись	Дата	
	изме- нённой	заме- нённой	новой	аннули- рованной			внесения изм.	введения изм.