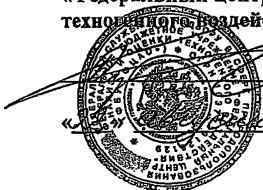


**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

**УТВЕРЖДАЮ**  
Директор ФБУ  
«Федеральный центр анализа и оценки  
технологического воздействия»



**В.И. Цуканов**

**2012 г.**

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД**  
**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ**  
**МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ**  
**НЕИОНОГЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ**  
**(НПАВ) В ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ**  
**МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ**  
**С ПРИМЕНЕНИЕМ КОНЦЕНТРАТОМЕРОВ СЕРИИ КН**

**ПНД Ф 14.1:2:4.256-09**  
**(ФР.1.31.2010.07434)**  
**(Издание 2012 г.)**

**Методика допущена для целей**  
**государственного экологического контроля**

**МОСКВА 2012 г.**

Право тиражирования и реализации методики измерений принадлежит ООО «Производственно-экологическое предприятие «СИБЭКОПРИБОР».

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»).

Настоящее издание методики действует до выхода нового издания.

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н.



В.С. Талисманов

**Разработчики:**

ООО «Производственно-экологическое предприятие «СИБЭКОПРИБОР»

Адрес: 630058, г. Новосибирск, ул. Русская, д. 41

Телефон: (383) 306-58-67, 306-62-14, 306-62-31

Факс: (383) 306-58-67, 306-62-14

E-mail: sep@sibecopribor.ru

Сайт: www.sibecopribor.ru (сибэкоприбор.рф)

Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН  
(ИНХ СО РАН)

Адрес: 630090, г. Новосибирск, проспект академика Лаврентьева, д. 3

Телефон: (383) 330-94-90

Факс: (383) 316-55-35

Директор

ООО «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР»



Ю.Г. Василенко

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

## 1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (далее НПАВ) в питьевых, природных и сточных водах методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН.

Диапазон измерений массовых концентраций НПАВ от 0,05 до 100 мг/дм<sup>3</sup>.

В зависимости от содержания НПАВ в анализируемой пробе воды применяют два способа извлечения НПАВ.

Способ № 1 используется для диапазона измерений массовых концентраций НПАВ свыше 1,0 до 100 мг/дм<sup>3</sup>.

Способ № 2 используется для диапазона измерений массовых концентраций НПАВ от 0,05 до 1,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Присутствие в воде массовой концентрации жиров (далее Ж) и нефтепродуктов (далее НП) от 0,1 до 10 мг/дм<sup>3</sup> не мешает определению, так как устраняется при пробоподготовке.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие документы по стандартизации:

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 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 12.4.009-83 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия

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

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

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

ГОСТ 9147-74 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 19908-90 Тигли, чашки, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20288-74 Реактивы. Углерод четырёххлористый. Технические условия

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий серноокислый. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ Р 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

ТУ 2631-027-4449317-98 Углерод четырёххлористый химически чистый для экстракции из водных сред

ТУ 6-09-4521-77 Гексан для хроматографии химически чистый

ТУ 6-09-4326-76 Ацетонитрил для хроматографии химически чистый

ТУ 79-337-72 Печь муфельная ПМ-8

ИШВЖ.004 ТУ Концентратомер КН-2. Технические условия

ТУ 4215-010-39120772-2009 Концентратомер КН-2м. Технические условия

ТУ 4215-011-39120772-2009 Концентратомер КН-3. Технические условия

**Примечание** – При использовании настоящего документа целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории Российской Федерации по соответствующему указателю стандартов, составленному на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменён (изменён), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться заменяющим (изменённым) стандартом. Если ссылочный стандарт отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

3.1 Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведённым в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатели прецизионности, % (относительные значения)		Показатель точности <sup>1)</sup> (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ± δ, %
	стандартное отклонение повторяемости, $\sigma_r$	стандартное отклонение воспроизводимости, $\sigma_R$	
питьевые воды			
от 0,05 до 0,1 включ.	9	13	26
св. 0,1 до 1 включ.	6	10	20
природные и сточные воды			
от 0,05 до 0,1 включ.	13	17	34
св. 0,1 до 1 включ.	8	15	30
св. 1 до 10 включ.	6	10	20
св. 10 до 100 включ.	5	9	18

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

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

<sup>1)</sup> Соответствует расширенной относительной неопределённости с коэффициентом охвата  $k = 2$

## 4 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений массовой концентрации НПВБ используют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы.

### 4.1 Средства измерений

Концентратомер серии КН: концентратомер КН-3 ТУ 4215-011-39120772 (№ 44670-10 по госреестру) или концентратомер КН-2м ТУ 4215-010-39120772 (№ 44669-10 по госреестру) или концентратомер КН-2 ИШВЖ.004 ТУ (№ 17664-98 по госреестру)

Весы аналитические электронные ЛВ-210-А класса точности 1 (специальный), с наибольшим пределом взвешивания 210 г ГОСТ Р 53228

Гири для калибровки с номинальным значением массы 200 г  $E_2$  по ГОСТ 7328

Пипетки вместимостью 1, 5, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227

Колбы мерные вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770

Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770

### 4.2 Стандартные образцы

Государственный стандартный образец ГСО 10067-2012 состава раствора неона АФ 9-12 в тетрахлоорметане (аттестованная характеристика: массовая концентрация неона АФ 9-12 – 50 мг/см<sup>3</sup>; относительная погрешность аттестованного значения (при  $P = 0,95$ ) – 1,0 %)

Государственный стандартный образец ГСО 7421-97 состава раствора неона АФ 9-12 в воде (аттестованная характеристика: массовая концентрация неона АФ 9-12 – 49,6 мг/см<sup>3</sup>; относительная погрешность аттестованного значения (при  $P = 0,95$ ) – 1,0 %)

### 4.3 Вспомогательные устройства

Шкаф сушильный общелaborаторный, обеспечивающий поддержание температуры от 105 до 110 °С

Установка из стекла для перегонки растворителей:

- перегонная колба вместимостью 1 дм<sup>3</sup> по ГОСТ 25336;

- дефлегматор ёлочный (длиной не менее 25 см) по ГОСТ 25336;

- холодильник ХПГ (длиной не менее 30 см) по ГОСТ 25336;

- термометр лабораторный (от 0 °С до 100 °С, цена деления 0,1 °С) по ГОСТ 28498

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919  
Печь муфельная ПМ-8 по ТУ 79-337  
Стаканы химические вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336  
Стаканчик для взвешивания (бюкс) высокий по ГОСТ 25336  
Воронки делительные вместимостью 0,5; 1,0 дм<sup>3</sup> по ГОСТ 25336  
Экстрактор ЭЛ-1 ИШВЖ.002 ПС  
Воронка лабораторная по ГОСТ 25336  
Эксикатор по ГОСТ 25336  
Стеклянные палочки длиной (12 – 15) см  
Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147  
Шпатель  
Бутыли из стекла вместимостью 1,0 дм<sup>3</sup> для отбора и хранения проб

#### 4.4 Реактивы и материалы

Четырёххлористый углерод, х.ч. по ГОСТ 20288  
или для экстракции из водных сред, х.ч. по ТУ 2631-027-44493179  
Гексан, сорт 1, ос.ч. (НПК «Криохром») по ТУ 6-09-4521  
Ацетонитрил, сорт 1, ос.ч. (НПК «Криохром») по ТУ 6-09-4326  
Натрий хлористый, ч.д.а. по ГОСТ 4233  
Натрий серноокислый безводный, ч. по ГОСТ 4166  
Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118  
Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204  
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Примечание – Допускается использование другого оборудования, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

## 5 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерения массовой концентрации НПав в воде основан на зависимости интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра от массовой концентрации НПав. Метод заключается в извлечении НПав из исходной пробы воды с использованием трёхфазной системы гексан-ацетонитрил-водный раствор хлористого натрия, при этом НПав переходят в ацетонитрильную фракцию, которую выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют в четырёххлористом углероде и измеряют массовую концентрацию НПав в растворе по интенсивности поглощения С-Н связей в инфракрасной области спектра ( $2930 \pm 70$ ) см<sup>-1</sup>.

В зависимости от содержания НПав в анализируемой пробе воды применяют два способа извлечения НПав.

Способ № 1 позволяет определять НПАВ при содержании более  $1 \text{ мг/дм}^3$  в пробе и именно с него начинают определение, если в растворе неизвестно содержание НПАВ.

Если по результатам определения содержания НПАВ при их извлечении по способу № 1 или по предварительным данным было установлено, что содержание НПАВ в пробе менее  $1 \text{ мг/дм}^3$ , то извлечение НПАВ из исходной пробы осуществляют по способу № 2.

#### *Способ № 1 (содержание НПАВ более $1,0 \text{ мг/дм}^3$ )*

НПАВ извлекается из пробы и одновременно отделяется от сопутствующих Ж и НП с использованием трёхфазной системы гексан-ацетонитрил-водный раствор пробы с добавкой хлористого натрия. При этом Ж и НП остаются в гексане, а НПАВ переходят в ацетонитрил. Гексановую фракцию, содержащую Ж и НП, сливают и в дальнейшем не используют, а ацетонитрильную фракцию выпаривают досуха и сухой остаток растворяют в четырёххлористом углероде.

#### *Способ № 2 (содержание НПАВ менее $1,0 \text{ мг/дм}^3$ )*

Извлечение НПАВ из исходной пробы воды проводят экстракцией в гексан. Затем НПАВ, перешедшие в гексановую фракцию совместно с Ж и НП, разделяют с использованием трёхфазной системы гексан-ацетонитрил-водный раствор хлористого натрия. При этом, как отмечено выше, Ж и НП остаются в гексане, а НПАВ переходят в ацетонитрил. Гексановую фракцию сливают и в дальнейшем не используют, а ацетонитрильную фракцию выпаривают досуха и сухой остаток растворяют в четырёххлористом углероде.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019.

6.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ не должно превышать допустимых концентраций по ГОСТ 12.1.005.

6.4 Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.



## 7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки, получившего удовлетворительные результаты контрольных измерений.

## 8 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С (20 ± 5);
- атмосферное давление, кПа (мм рт.ст.) (84,0 – 106,7) (630 – 800);
- относительная влажность воздуха при t = 25 °С, %, не более 80;
- частота переменного тока, Гц (50 ± 1);
- напряжение питания электросети, В (220 ± 22);
- окружающая среда невзрывоопасная.

## 9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 9.1 Отбор проб

9.1.1 Отбор проб воды производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ Р 51593-2000 «Вода питьевая. Отбор проб».

Пробы воды отбирают в стеклянные бутылки, предварительно ополоснутые отбираемой водой. При отборе проб ёмкость должна быть заполнена полностью. Объём отобранной пробы в зависимости от предполагаемого содержания НП АВ в воде должен соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2 – Объём проб воды в зависимости от предполагаемого содержания НП АВ

Предполагаемое содержание НП АВ, мг/дм <sup>3</sup>	Объём пробы
от 0,1 до 1 включ.	(1,0 ± 0,1) дм <sup>3</sup>
св. 1 до 100 включ.	(50,00 ± 0,25) см <sup>3</sup>

9.1.2 НПАВ – неустойчивый компонент, поэтому экстракцию следует проводить вскоре после отбора пробы. Сорбированные на стенках бутылки НПАВ должны быть смыты растворителем, который затем используют для экстракции. При невозможности проведения экстракции в течение 3 часов, пробу консервируют добавлением гексана из расчёта  $10 \text{ см}^3$  гексана на  $1 \text{ дм}^3$  пробы. При экстракции эти объёмы следует учитывать. Допускается добавление консервантов в пустую ёмкость до отбора пробы. Законсервированные пробы можно хранить при температуре  $(3 - 5) ^\circ\text{C}$  не более 2 суток.

9.1.3 При отборе проб составляют сопроводительный документ, в котором указывают:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители,
- место, время отбора,
- номер пробы,
- должность, фамилию отбирающего пробу, дату.

## 9.2 Подготовка посуды, реактивов и материалов

### 9.2.1 Подготовка посуды и измерительной кюветы

При выполнении измерений массовой концентрации НПАВ необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды.

Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированные серную и азотную кислоты или хромовую смесь.

Кювету промыть не менее трёх раз четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2.

Посуду, предназначенную для приготовления растворов, сбора экстракта и элюата, тщательно вымыть, ополоснуть не менее двух раз дистиллированной водой, высушить и затем ополоснуть четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2, объёмом, достаточным для заполнения измерительной кюветы. Для контроля чистоты указанной посуды четырёххлористый углерод, собранный после ополаскивания, заливают в кювету и измеряют массовую концентрацию НПАВ в соответствии с 10.3. Если измеренное значение массовой концентрации НПАВ не превышает  $0,6 \text{ мг/дм}^3$ , то посуда и кювета пригодны для работы. При превышении указанного значения подготовку посуды и кюветы необходимо повторить.

***Категорически запрещается смазывать шлифы и краны делительных воронок всеми видами смазок!***

### 9.2.2 Подготовка четырёххлористого углерода

Проверяют чистоту каждой партии четырёххлористого углерода в соответствии с руководством по эксплуатации используемого концентратомера.

Если показание не превышает  $20,0 \text{ мг/дм}^3$ , то четырёххлористый углерод пригоден для работы. В противном случае выполняют очистку четырёххлористого углерода следующим образом.

В делительную воронку экстрактора ЭЛ-1 вместимостью  $1 \text{ дм}^3$  помещают  $0,4 \text{ дм}^3$  четырёххлористого углерода, добавляют  $0,5 \text{ дм}^3$  дистиллированной воды и перемешивают в течение 1 минуты. Слой четырёххлористого углерода сливают в колбу. Процедуру повторяют с новой порцией дистиллированной воды.

К промытому четырёххлористому углероду добавляют около 10 г безводного сульфата натрия и, периодически перемешивая, выдерживают (10 – 15) минут. Обезвоженный четырёххлористый углерод декантируют в перегонную колбу и перегоняют при температурном интервале от  $76$  до  $78$  °С, собирая отдельно первые  $(50 - 60) \text{ см}^3$  (затем отбрасывают), основную фракцию (собственно очищенный четырёххлористый углерод) и оставляя в перегонной колбе около  $50 \text{ см}^3$  четырёххлористого углерода.

При проведении очистки четырёххлористого углерода в экстракторе ЭЛ-1 руководствуются паспортом на ЭЛ-1.

В случае отсутствия экстрактора ЭЛ-1 допускается проводить очистку в делительной воронке путём встряхивания.

### 9.2.3 Подготовка натрия хлористого

Натрий хлористый прокаливают в фарфоровой или кварцевой чашке в муфельной печи при температуре  $(550 - 600)$  °С, затем охлаждают. Прокалённый натрий хлористый хранят в эксикаторе или в колбе с притертой пробкой, пригоден к использованию в течение 1 месяца.

### 9.2.4 Подготовка безводного сульфата натрия

Перед употреблением безводный сульфат натрия высушивают при температуре  $(105 - 110)$  °С в течение 8 часов в сушильном шкафу, охлаждают и хранят в эксикаторе. Срок хранения составляет 1 месяц.

### 9.2.5 Подготовка фильтровальной бумаги

Из фильтра «красная» или «белая» лента вырезают круг подходящего диаметра под фторопластовую воронку для заполнения кюветы к концентратомеру серии КН. Вырезанный фрагмент фильтра сворачивают под воронку, промывают четырёххлористым углеродом сначала в стаканчике, затем на воронке.

### 9.2.6 Регенерация четырёххлористого углерода

Сливы четырёххлористого углерода, образующиеся в процессе подготовки прибора к работе, ополаскивания посуды при подготовке и в ходе определения, а также после анализа проб, собирают в склянку для слива. При накоплении достаточного количества сливов выполняют очистку растворителя одним из следующих методов:

- в соответствии с МИ «ПЭП «СИБЭКОПРИБОР» № 06-02 «Руководство по проведению адсорбционной очистки отходов четырёххлористого углерода»;
- после осушки сульфатом натрия перегоняют, собирая среднюю фракцию<sup>2)</sup>.

Проверяют чистоту получаемого четырёххлористого углерода по 9.2.2 и, в случае необходимости, повторяют очистку.

Если таким образом не удастся достичь нужной степени очистки четырёххлористого углерода, он не пригоден для дальнейшего использования.

## 9.3 Приготовление растворов

### 9.3.1 Приготовление основного раствора НПАВ массовой концентрации 1000 мг/дм<sup>3</sup>

Основной раствор НПАВ в четырёххлористом углероде готовят из ГСО 10067-2012 состава раствора неонала АФ-9-12<sup>3)</sup> в тетрахлорметане. Для этого количественно переносят содержимое ампулы в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, затем ампулу тщательно промывают 5 раз четырёххлористым углеродом порциями по 3 см<sup>3</sup>, сливая в мерную колбу, и затем доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым

<sup>2)</sup> Сливы четырёххлористого углерода, содержащие ГСО состава НПАВ, перегонке не подлежат!

<sup>3)</sup> Допускается использование ГСО состава НПАВ другого типа с аналогичными метрологическими характеристиками. В этом случае основной раствор готовят в соответствии с инструкцией по применению используемого ГСО.

углеродом. Раствор перемешивают и хранят в холодильнике при температуре (0 – 5) °С не более 1 месяца. Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут. Массовая концентрация НП АВ в полученном растворе составляет 1000 мг/дм<sup>3</sup>.

Основной раствор готовят заново в случае смены партии четырёххлористого углерода.

### 9.3.2 Приготовление рабочего раствора НП АВ массовой концентрации 100 мг/дм<sup>3</sup>

Рабочий раствор НП АВ в четырёххлористом углероде готовят разбавлением основного раствора НП АВ. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипеткой 5,0 см<sup>3</sup> основного раствора НП АВ и доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом. Раствор перемешивают. Рабочий раствор НП АВ длительному хранению не подлежит и готовится в день употребления.

Перед использованием раствор выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

Массовая концентрация НП АВ в полученном растворе составляет 100 мг/дм<sup>3</sup>.

Рабочий раствор используют для установки исходных значений (калибровки) в соответствии с 9.4.

### 9.3.3 Приготовление градуировочных растворов НП АВ

Градуировочные растворы НП АВ в четырёххлористом углероде готовят непосредственно перед использованием путём разбавления рабочего раствора НП АВ. Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> вносят пипеткой последовательно 2,5; 5,0; 25,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора НП АВ и доводят объёмы растворов в колбах до метки четырёххлористым углеродом. Растворы тщательно перемешивают.

Массовая концентрация НП АВ в полученных растворах составляет 5, 10, 50 мг/дм<sup>3</sup> соответственно.

Градуировочные растворы используют для контроля работоспособности концентратомера в области измеряемых значений массовых концентраций НП АВ.

### 9.3.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в квартал или при смене партий реактивов.

Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 2 образцов из приведенных в 9.3.3). Для каждого образца проводят не менее двух измерений массовой концентрации НПAB в градуировочных растворах. Первый результат измерений не учитывают.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X_i - C | \leq \Delta_{СИ}, \quad (1)$$

где  $X_i$  – результат контрольного измерения массовой концентрации НПAB в образце для градуировки, мг/дм<sup>3</sup>;

$C$  – аттестованное значение массовой концентрации НПAB в образце для градуировки, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta_{СИ}$  – предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения в соответствии с руководством по эксплуатации прибора, мг/дм<sup>3</sup>, рассчитанный по формуле

$$\Delta_{СИ} = 1,0 + 0,05 \cdot C. \quad (2)$$

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов, предусмотренных методикой.

## 9.4 Подготовка и использование концентратомера

Подготовку к работе, установку исходных значений и контроль работоспособности концентратомера серии КН осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Для установки исходных значений (калибровки) используют чистый четырёххлористый углерод и рабочий раствор НПAB массовой концентрации 100 мг/дм<sup>3</sup>, приготовленный из четырёххлористого углерода, применяемого при проведении анализа.

## 10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 10.1 Определение НП АВ с массовой концентрацией более 1 мг/дм<sup>3</sup> в пробах воды (способ № 1)

Определение массовой концентрации НП АВ по способу № 1 может применяться, если заранее неизвестно содержание НП АВ в пробе.

#### 10.1.1 Экстракция НП АВ с одновременным отделением от сопутствующих Ж и НП в трёхфазной системе гексан-ацетонитрил-водный раствор хлористого натрия (NaCl)

Анализируемую пробу (без добавок консервирующих компонентов) взбалтывают и отбирают цилиндром 50 см<sup>3</sup> и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup> или 500 см<sup>3</sup>. Затем в делительную воронку добавляют 8,75 г хлористого натрия, подготовленного по 9.2.3, и растворяют его встряхиванием. Далее в делительную воронку добавляют 50 см<sup>3</sup> гексана и 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила и в течение (5 – 7) мин встряхивают приготовленную трёхфазную систему. Удаление в атмосферу образующихся в процессе встряхивания паров органических растворителей проводят каждые (1 – 2) минуты либо через пробку делительной воронки, либо через кран. Отстаивают трёхфазную систему в течение (7 – 10) мин. После расслоения фаз нижний слой водного раствора сливают и отбрасывают. Средний слой (фракция ацетонитрил), содержащий НП АВ, переносят в бюкс.

#### 10.1.2 Обработка ацетонитрильной фракции

Бюкс с ацетонитрильной фракцией помещают на песчаную баню и упаривают ацетонитрил досуха при температуре не более (100 – 120) °С (бюкс на песчаной бане должен стоять без крышки.). После охлаждения бюкса добавляют пипеткой 10 см<sup>3</sup> четырёххлористого углерода и стеклянной палочкой соскребают со стенок и дна бюкса осадок хлористого натрия, перешедшего при экстракции из водной фазы в ацетонитрильную фракцию. Раствор с осадком тщательно перемешивают в течении (3 – 5) минут. Затем сливают раствор по стеклянной палочке на фильтр «белая» или «красная» лента, предварительно промытый четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2, и фильтруют в кювету для фотометрирования. В промежутках между измерениями бюкс закрывают крышкой для предотвращения испарения четырёххлористого углерода.

10.2 Определение НПАВ с массовой концентрацией менее 1 мг/дм<sup>3</sup> в пробах воды (*способ № 2*).

10.2.1 Экстракция НПАВ с последовательным отделением от сопутствующих Ж и НП в трёхфазной системе гексан-ацетонитрил-водный раствор хлористого натрия (NaCl)

Пробу анализируемой воды полностью переносят в делительную воронку экстрактора ЭЛ-1 соответствующей вместимости. Ёмкость, в котором находилась проба, тщательно ополаскивают 5 см<sup>3</sup> дистиллированной водой и выливают в делительную воронку. Добавляют 20 см<sup>3</sup> гексана (с учётом консервации общий объём гексана должен быть 20 см<sup>3</sup>). При проведении экстракции необходимо следить, чтобы экстрагент равномерно распределялся во всей толще пробы воды. Выполняют экстракцию не менее 5 минут при скорости вращения мешалки ~ 2500 об./мин, затем пробу воды отстаивают в течение 10 минут. После расслоения фаз воду сливают в заранее подготовленную колбу объёмом 1000 см<sup>3</sup>. Гексановую фракцию сливают в стакан объёмом 100 см<sup>3</sup>, после чего обмывают 2 раза стенки делительной воронки дистиллированной водой порциями около 5 см<sup>3</sup>, которую также сливают в стакан с гексаном. Затем пробу воды заливают обратно в делительную воронку (при этом стенки колбы также обмывают дистиллированной водой, добавляя её в делительную воронку) и ещё дважды повторяют экстракцию с новыми порциями гексана по 20 см<sup>3</sup>. Общий объём экстрагента, с учётом объёма гексана, внесённого при консервации пробы должен составлять 60 см<sup>3</sup>. Воду, оставшуюся после экстракции, сливают и в дальнейшем не используют. Последнюю порцию гексана оставляют в делительной воронке и добавляют туда же первые порции гексана из стакана. Стенки стакана 2 раза обмывают дистиллированной водой, выливают её в делительную воронку.

При проведении экстракции в экстракторе ЭЛ-1, входящем в комплект прибора, руководствуются паспортом на ЭЛ-1. При отсутствии экстрактора ЭЛ-1 допускается проводить экстракцию в делительной воронке путём встряхивания пробы воды в течение 10 минут.

10.2.2 Разделение в трёхфазной системе гексан-ацетонитрил-водный раствор хлористого натрия (NaCl)

В делительную воронку с гексановой фракцией добавляют прокалённый хлористый натрий из расчёта около 1,75 г на каждые 10 см<sup>3</sup> воды. Путём встряхивания растворяют хлористый натрий. Далее добавляют 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила, встряхивают смесь в течение 5 минут и отстаивают в течение 10 минут. Нижний слой (водную фазу) в дальнейшем не используют, средний слой (ацетонитрил, содержащий НПАВ) сливают в



бюкс вместимостью  $50 \text{ см}^3$ , а верхний (гексан, содержащий НП и Ж) сливают в мерный цилиндр объёмом  $50 \text{ см}^3$  и гексановую фракцию отбрасывают. Бюкс с ацетонитрильной фракцией далее обрабатывают в соответствии с 10.1.2.

### 10.3 Проведение измерений

Проведение измерений осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации концентратомера серии КН.

Измерительную кювету, подготовленную по 9.2.1, предварительно ополаскивают небольшим количеством анализируемого раствора, полученного по 10.1 или 10.2, а затем заполняют им кювету. Устанавливают кювету в концентратомер и измеряют массовую концентрацию НП АВ в растворе, считывая показания прибора.

В случае, если массовая концентрация НП АВ превышает верхнюю границу диапазона измерений прибора, разбавляют анализируемый раствор четырёххлористым углеродом, подготовленным по 9.2.2 (например, в мерную колбу вместимостью  $25 \text{ см}^3$  помещают  $5 \text{ см}^3$  анализируемого раствора пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$ , доводят объём раствора в колбе до метки четырёххлористым углеродом и перемешивают). Затем раствор заливают в кювету, которую предварительно ополаскивают этим раствором, устанавливают в прибор и производят измерение.

Примечание – Анализируемый раствор разбавляют не более чем в 20 раз. Разбавление раствора проводят четырёххлористым углеродом, который использовался при анализе.

### 10.4 Определение НП АВ в холостой пробе

Анализ холостой пробы выполняют одновременно с анализом серии проб.

При определении НП АВ по *способу № 1* берут  $50 \text{ см}^3$  дистиллированной воды добавляют  $50 \text{ см}^3$  гексана и  $50 \text{ см}^3$  ацетонитрила и далее обрабатывают в соответствии с 10.1.

При определении НП АВ по *способу № 2* берут  $1,0 \text{ дм}^3$  дистиллированной воды добавляют гексан и обрабатывают в соответствии с 10.2.1, затем добавляют  $50 \text{ см}^3$  ацетонитрила и далее обрабатывают в соответствии с 10.2.2.

Если значение массовой концентрации НП АВ в холостой пробе превышает  $0,02 \text{ мг/дм}^3$ , то выполняют определение повторно и, в случае необходимости, выявляют и устраняют причину загрязнения холостой пробы.

Результаты анализа холостой пробы ( $X_{\text{хол}}$ ) учитывают при расчёте массовой концентрации НП АВ в пробе. Анализ холостой пробы проводят также при использовании новой партии реактивов.

## 11 ВЫЧИСЛЕНИЕ (ОБРАБОТКА) РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 При использовании *способа № 1* массовую концентрацию НП АВ в анализируемой пробе воды  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{X_{\text{ИЗМ}} \cdot V_{\text{ЭК}} \cdot K_{\text{РАЗБ}}}{V_{\text{ПР}}} - X_{\text{ХОЛ}}, \quad (3)$$

где  $X_{\text{ИЗМ}}$  – результат измерения массовой концентрации НП АВ в анализируемом растворе на концентратомере, мг/дм<sup>3</sup>;

$X_{\text{ХОЛ}}$  – результат измерения массовой концентрации НП АВ в холостой пробе, мг/дм<sup>3</sup>;

$V_{\text{ЭК}}$  – объём четырёххлористого углерода, необходимого для растворения сухого остатка, см<sup>3</sup> ( $V_{\text{ЭК}} = 10$  см<sup>3</sup>);

$V_{\text{ПР}}$  – объём анализируемой пробы воды, см<sup>3</sup>.

$K_{\text{РАЗБ}}$  – коэффициент разбавления, т. е. соотношение объёмов мерной колбы и аликвоты раствора НП АВ, полученного путём растворения сухого остатка в четырёххлористом углероде (учитывается при его разбавлении по 10.3).

11.2 При использовании *способа № 2* массовую концентрацию НП АВ в анализируемой пробе воды,  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$X = \left( \frac{X_{\text{ИЗМ}} \cdot V_{\text{ЭК}} \cdot K_{\text{РАЗБ}}}{V_{\text{ПР}}} - X_{\text{ХОЛ}} \right) \cdot K_{\text{ИЗВЛ}}, \quad (4)$$

где  $K_{\text{ИЗВЛ}}$  – коэффициент извлечения, равный  $1,97 \pm 0,05$  (приложение А).

11.3 За результат анализа массовой концентрации НП АВ в пробе воды принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений.

## 12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Результат измерений  $X$  в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде

$$\bar{X} \pm \Delta, \quad P = 0,95, \quad (5)$$

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов параллельных определений, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta$  – показатель точности методики, мг/дм<sup>3</sup>.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:  $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X$ . Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

12.2 Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде

$$\bar{X} \pm \Delta_{\text{Л}}, P = 0,95 \text{ при условии } \Delta_{\text{Л}} < \Delta, \quad (6)$$

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов параллельных определений, полученное в соответствии с прописью методики, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta_{\text{Л}}$  – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/дм<sup>3</sup>.

Примечание – Допустимо характеристику погрешности 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.

### 13 ПРОЦЕДУРЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 Обеспечение достоверности измерений организуют и проводят путём проведения проверки приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, воспроизводимости, оперативного контроля процедуры измерений и контроля стабильности результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.2 Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости

13.2.1 Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях повторяемости, проводят по результатам измерений массовой концентрации НПAB в рабочих пробах.

13.2.2 Результаты измерений признают приемлемыми при выполнении условия

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq r, \quad (7)$$

где  $X_1$  и  $X_2$  – результаты измерений массовой концентрации НПAB, полученные в условиях повторяемости, мг/дм<sup>3</sup>.

$r$  – предел повторяемости, %. Значения предела повторяемости приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости при доверительной вероятности  $P = 0,95$ 

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях повторяемости), $r$ , %
<b>питьевые воды</b>	
от 0,05 до 0,1 включ.	25
св. 0,1 до 1 включ.	17
<b>природные и сточные воды</b>	
от 0,05 до 0,1 включ.	36
св. 0,1 до 1 включ.	22
св. 1 до 10 включ.	17
св. 10 до 100 включ.	14

13.2.3 Если условие (7) не выполнено, эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (7) необходимо выяснить и исключить причины появления неприемлемых результатов измерений массовой концентрации НПАВ в условиях повторяемости.

13.3 Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности

13.3.1 Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях внутрилабораторной прецизионности, проводят по результатам измерений массовой концентрации НПАВ в рабочих пробах.

13.3.2 Расхождение между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в одной лаборатории в разных условиях, не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq R_{л}, \quad (8)$$

где  $X_1$  и  $X_2$  – среднее арифметическое результатов измерений массовой концентрации НПАВ, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, мг/дм<sup>3</sup>;

$R_{л}$  – предел внутрилабораторной прецизионности, %. Значения предела внутрилабораторной прецизионности приведены в таблице 4.

При выполнении условия (8) приемлемы оба результата измерений.

13.3.3 При невыполнении условия (8) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (8) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условия (8).

Таблица 4 – Диапазон измерений, значения предела внутрилабораторной прецизионности при доверительной вероятности  $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел внутрилабораторной прецизионности (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в одной лаборатории), $R_L$ , %
<b>питьевые воды</b>	
от 0,05 до 0,1 включ.	30
св. 0,1 до 1 включ.	23
<b>природные и сточные воды</b>	
от 0,05 до 0,1 включ.	40
св. 0,1 до 1 включ.	35
св. 1 до 10 включ.	23
св. 10 до 100 включ.	21

13.4 Проверка приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости

13.4.1 Проверку приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях воспроизводимости, проводят по результатам измерений массовой концентрации НПAB в рабочих пробах.

13.4.2 Расхождение между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости

$$\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)/2} \cdot 100\% \leq R, \quad (9)$$

где  $X_1$  и  $X_2$  – среднее арифметическое результатов измерений массовой концентрации НПAB, полученные в условиях воспроизводимости, для которых выполняется условие (7), мг/дм<sup>3</sup>;

$R$  – предел воспроизводимости, %. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 5.

При выполнении условия (9) приемлемы оба результата измерений.

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

Таблица 5 – Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности  $P = 0,95$ 

Диапазон измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
	питьевые воды
от 0,05 до 0,1 включ.	36
св. 0,1 до 1 включ.	28
природные и сточные воды	
от 0,05 до 0,1 включ.	48
св. 0,1 до 1 включ.	42
св. 1 до 10 включ.	28
св. 10 до 100 включ.	25

13.5 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием образцов для контроля

13.5.1 Оперативный контроль процедуры измерений проводят путём сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_K$  с нормативом контроля точности  $K$ .

13.5.2 Результат контрольной процедуры  $K_K$  рассчитывают по формуле

$$K_K = |\bar{X} - C|, \quad (10)$$

где  $\bar{X}$  – результат контрольного измерения содержания НПВВ в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, для которых выполняется условие (7), мг/дм<sup>3</sup>. Значения  $r$  приведены в таблице 3;

$C$  – аттестованное значение образца для контроля, мг/дм<sup>3</sup>.

13.5.3 Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_L, \quad (11)$$

где  $\Delta_L$  – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля, мг/дм<sup>3</sup>.

Значение характеристики погрешности рассчитывают по формуле

$$\Delta_L = 0,01 \cdot \delta_L \cdot C, \quad (12)$$

где  $\delta_L$  – относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, %.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия

$$K_K \leq K. \quad (13)$$

При невыполнении условия (13) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

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

13.6.1 Оперативный контроль процедуры измерений проводят путём сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_K$  с нормативом контроля точности  $K$ .

13.6.2 Результат контрольной процедуры  $K_K$  рассчитывают по формуле

$$|K_K| = |\bar{X}' - \bar{X} - C_d|, \quad (14)$$

где  $\bar{X}'$  – результат контрольного измерения содержания НП АВ в пробе с добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, для которых выполняется условие (7), мг/дм<sup>3</sup>;

$\bar{X}$  – результат контрольного измерения содержания НП АВ в рабочей пробе – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, для которых выполняется условие (7), мг/дм<sup>3</sup>;

$C_d$  – величина добавки НП АВ.

13.6.3 Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{L, \bar{X}'})^2 + (\Delta_{L, \bar{X}})^2}, \quad (15)$$

где  $\Delta_{L, \bar{X}'}$  ( $\Delta_{L, \bar{X}}$ ) – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее содержанию компонента в пробе с добавкой (рабочей пробе), мг/дм<sup>3</sup>.

Значение характеристики погрешности рассчитывают по формуле

$$\Delta_{L, \bar{X}'} (\Delta_{L, \bar{X}}) = 0,01 \cdot \delta_L \cdot \bar{X}' (\bar{X}), \quad (16)$$

где  $\delta_L$  – относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, %.

13.6.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия

$$K_K \leq K. \quad (17)$$

При невыполнении условия (17) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (17) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

13.6.5 Периодичность оперативного контроля процедуры измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в документах лаборатории.

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
**Расчёт поправочного коэффициента**  
**(коэффициента извлечения)**

Для получения поправочного коэффициента ( $K_{\text{извл}}$ ) готовят не менее 3 аттестованных растворов в воде, содержащих  $0,05 \text{ мг/дм}^3$ ;  $0,10 \text{ мг/дм}^3$ ;  $0,50 \text{ мг/дм}^3$  НП АВ (Приложение Б). Каждый аттестованный раствор анализируют в соответствии с методикой измерений по 10.2 не менее 3 раз. Полученные результаты анализа за вычетом содержания НП АВ в холостой пробе используют для построения графика зависимости  $S(\text{задано}) - S(\text{найдено})$ . Пример графика представлен на рисунке А.1. Для обработки результатов и построения графика рекомендуется применять программу Microsoft Excel (метод наименьших квадратов).

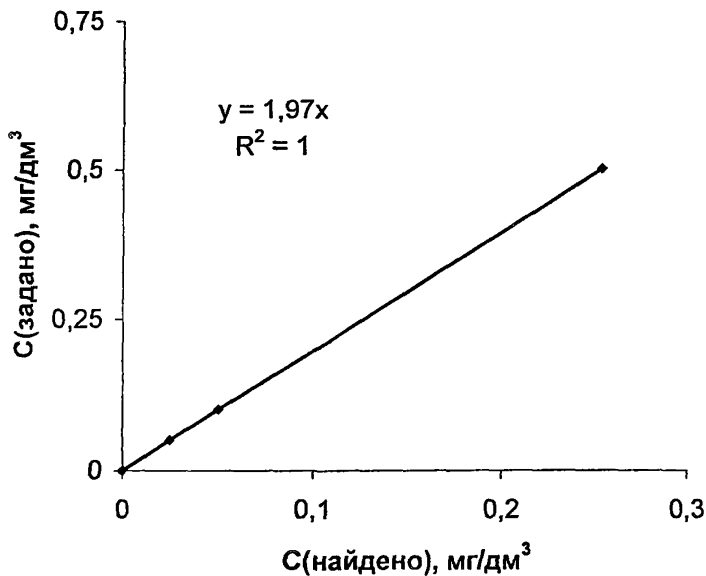


Рисунок А.1 – Пример графика зависимости  $S(\text{задано}) - S(\text{найдено})$  для определения поправочного коэффициента.



## ПРИЛОЖЕНИЕ Б (обязательное)

### Приготовление основного раствора и аттестованных растворов НПАВ в воде

#### Б.1 Приготовление основного раствора НПАВ с массовой концентрацией 100 мг/дм<sup>3</sup>

Основной раствор НПАВ готовят из ГСО 7421-97 состава раствора неонола АФ 9-12 в соответствии с инструкцией.

Процедура приготовления заключается в следующем: ампулу снаружи обмывают дистиллированной водой. В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> устанавливают фиксальную или обычную химическую воронку диаметром (9–10) см со вставленным в неё стеклянным бойком с утолщением. Вскрывают ампулу со стандартным образцом (срезают верхнюю часть ампулы) и переливают содержимое в колбу при помощи стеклянного бойка. Затем ампулу тщательно промывают изнутри дистиллированной водой в количестве, равном шестикратному объёму ампулы, после чего ампулу удаляют, споласкивают боёк, воронку, последовательно вынимая их из колбы. Раствор в колбе разбавляют водой до метки. Содержимое в колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация полученного раствора в воде 100 мг/дм<sup>3</sup>.

Для контроля точности готовят аттестованные растворы в соответствии с диапазоном определяемых массовых концентраций НПАВ в воде.

#### Б.2 Приготовление аттестованных растворов НПАВ для расчёта поправочного коэффициента ( $K_{извл}$ )

##### Б.2.1 Приготовление аттестованного раствора НПАВ с массовой концентрацией 0,05 мг/дм<sup>3</sup> в воде

Пипеткой вместимостью 1 см<sup>3</sup> отбирают 0,5 см<sup>3</sup> раствора массовой концентрации 100 мг/дм<sup>3</sup> и помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Содержимое в колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация полученного раствора в воде 0,05 мг/дм<sup>3</sup>. Относительная погрешность по процедуре приготовления составляет 1,7 %.

Б.2.2 Приготовление аттестованного раствора НПАВ с массовой концентрацией  $0,1 \text{ мг/дм}^3$  в воде

Пипеткой вместимостью  $1 \text{ см}^3$  отбирают  $1 \text{ см}^3$  раствора массовой концентрации  $100 \text{ мг/дм}^3$  и помещают в мерную колбу вместимостью  $1 \text{ дм}^3$ . Содержимое в колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация полученного раствора в воде  $0,1 \text{ мг/дм}^3$ .

Б.2.3 Приготовление аттестованного раствора НПАВ с массовой концентрацией  $0,5 \text{ мг/дм}^3$  в воде

Пипеткой вместимостью  $5 \text{ см}^3$  отбирают  $5 \text{ см}^3$  раствора массовой концентрации  $100 \text{ мг/дм}^3$  и помещают в мерную колбу вместимостью  $1 \text{ дм}^3$ . Содержимое в колбе доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация полученного раствора в воде  $0,5 \text{ мг/дм}^3$ .

Относительная погрешность приготовления растворов не превышает 2 %.

Для построения графика каждый аттестованный раствор анализируют в соответствии с методикой измерений по 10.2.

Ключевые слова: питьевая вода, природная вода, очищенная сточная вода, нефтепродукты, углеводороды, массовая концентрация, ИК-спектрофотометрия.

Руководитель разработки: Директор ООО «ГЭП «СИБЭКОПРИБОР»  
Должность наименование предприятия-разработчика

  
личная подпись

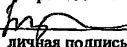
Ю.Г. Василенко  
инициалы, фамилия

Исполнители: Главный метролог Г.Н. Орнацкая  
должность личная подпись инициалы, фамилия

Соисполнители:

Руководитель разработки: Заведующий лабораторией комплексных  
должность

соединений Института неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН  
наименование предприятия-разработчика

  
личная подпись

И.В. Миронов  
инициалы, фамилия

Исполнители: с.н.с В.В. Коковкин  
должность личная подпись инициалы, фамилия

Утверждена Методика измерений массовой концентрации неионогенных  
наименование документа об утверждении методики измерений  
поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых, природных и  
сточных водах методом ИК-спектрофотометрии с применением  
концентраметров серии КН

ПНД Ф 14.1:2:4.256-09 (ФР.1.31.2010.07434)

27.12.2011г.

номер документа

дата принятия документа

Количество листов: 27



000718

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ  
(Росстандарт)

Федеральное государственное унитарное предприятие  
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»  
(ФГУП «УНИИМ»)

Государственный научный метрологический институт

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0573/01.00258/2012

Методика измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых, природных и сточных водах методом ИК-спектrophотометрии с применением концентратометров серии КН,  
наименование методики, включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости, объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

предназначенная для измерения состава питьевых, природных и сточных вод,  
область использования

разработанная ООО "ТЭП "СИБЭКОПРИБОР", 630058, г. Новосибирск, ул. Русская, д. 41,  
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику  
ИНХ им. А.В. Николаева СО РАН, 630090, г. Новосибирск, проспект акад. Лаврентьева,

д.3.

и содержащаяся в ПНД Ф 14.1:2.4.256-09 (издание 2012 г.) "Методика измерений  
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц  
массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в

питьевых, природных и сточных водах методом ИК-спектrophотометрии с применением  
концентратометров серии КН", 2012 г., на 27 листах.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по  
теоретических и (или) экспериментальных исследований  
разработке методики измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений  
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563  
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе

С.В.Медведевских

Зав. лабораторией

Иванович И.И. Иванова

Дата выдачи



Рекомендуемый срок пересмотра  
методики измерений:

## ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству №222.0573/01.00258/2012 об аттестации  
регистрационный номер

методики измерений массовой концентрации неионогенных поверхностно-активных веществ (НПАВ) в питьевых,  
природных и сточных водах методом ИК-спектрофотометрии с применением концентратометров серии КН  
на 1 листе

Показатели точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазоны измерений, показатели точности измерений

Диапазоны измерений, мг/дм <sup>3</sup>	Показатели прецизионности (относительные значения), %				Показатель точности (границы относительной погрешности при P=0,95), ±δ, %
	стандартное отклонение повторяемости, $\sigma_r$	стандартное отклонение воспроизводимости <sup>1</sup> , $\sigma_R$	предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при P=0,95), $r$	предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях, при P=0,95), $R$	
<b>Питьевые воды</b>					
от 0,05 до 0,1 включ.	9	13	25	36	26
св. 0,1 до 1 включ.	6	10	17	28	20
<b>Природные и сточные воды</b>					
от 0,05 до 0,1 включ.	13	17	36	48	34
св. 0,1 до 1 включ.	8	15	22	42	30
св. 1 до 10 включ.	6	30	17	28	20
св. 10 до 100 включ.	5	9	14	25	18

С.н.с. ФГУП «УНИИМ», эксперт метролог



О.Б. Пономарева

Дата выдачи: 29.03.2012г.

Результаты измерений на идентичных образцах исследуемого объекта, полученные двумя лабораториями, будут различаться с превышением предела воспроизводимости ( $R$ ) в среднем не чаще одного раза на 20 случаев при нормальном и правильном использовании методики измерений. Это проверено по экспериментальным данным, полученным в десяти лабораториях, при разработке данной методики.