

Научно-производственное объединение ЗАО «Крисмас+»

РУКОВОДСТВО

ПО АНАЛИЗУ
ВОДЫ



Крисмас®

christmas-plus.ru
крисмас.рф



Система менеджмента качества предприятия
сертифицирована на соответствие требованиям
международного стандарта ISO 9001

**ПИТЬЕВАЯ И ПРИРОДНАЯ ВОДА,
ПОЧВЕННЫЕ ВЫТЯЖКИ**

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗУ ВОДЫ

**Питьевая и природная вода,
почвенные вытяжки**

*Под ред. канд. хим. наук
А. Г. Муравьёва*

**Санкт-Петербург
Крисмас+
2025**

УДК 542+543.3(035)
ББК 26.222с+28.081.72+74.264.5
Р85

Авторы:

Александр Григорьевич Муравьев, Нина Алексеевна Осадчая,
Елена Борисовна Кравцова, Ирина Васильевна Субботина,
Галия Рифовна Ахматянова, Ирина Александровна Филаткина,
Светлана Михайловна Басюк, Ирина Михайловна Купрейчик,
Борис Владимирович Смолев.

Рецензенты:

Андрей Васильевич Булатов — д-р хим. наук, профессор РАН, профессор
кафедры аналитической химии СПбГУ;
Ольга Геннадьевна Роговая — д-р пед. наук, профессор кафедры
химического и экологического образования РГПУ им. А. И. Герцена.

Руководство по анализу воды. Питьевая и природная вода,
Р85 **почвенные вытяжки** / А. Г. Муравьев, Н. А. Осадчая, Е. Б. Кравцова [и
др.] ; под ред. канд. хим. наук А. Г. Муравьева. — 6-е изд., перераб., доп. и
испр. — Санкт-Петербург : Крисмас+, 2025. — 362 с., ил.
ISBN 978-5-89495-302-1.

В книге описаны правила отбора и подготовки проб, процедуры выполнения анализов, приведена разнообразная полезная информация, даны библиографические ссылки на руководства и действующие нормативно-методические документы по анализу воды. Текст руководства содержит много иллюстраций, создающих наглядность и облегчающих выполнение анализа.

Издание представляет собой расширенное профессиональное руководство по химическому анализу питьевой и природной воды унифицированными методами с применением комплектного оборудования производства ЗАО «Крисмас+» — портативных лабораторий, тест-комплектов и упаковок на их основе. Порядку показателей используемые методы применимы также для анализа очищенных сточных вод, котловой воды, морской воды, почвенных вытяжек.

Руководство предназначено для оператора, выполняющего анализ с применением портативного оборудования ЗАО «Крисмас+». Книга также рекомендуется специалистам-гидрохимикам, химикам-аналитикам, преподавателям, учителям школ, педагогам дополнительного образования, студентам вузов, учащимся профильных классов, а также всем интересующимся вопросами контроля качества воды.

УДК 542+543.3(035)
ББК 26.222с+28.081.72+74.264.5

ISBN 978-5-89495-302-1

© ЗАО «Крисмас+», 2025

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие к шестому изданию.....	6
1. Введение. О портативных изделиях и унифицированных методиках химического анализа	8
2. Характеристика применяемых методов и оборудования	12
2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа.....	12
2.2. Тест-комплекты для анализа воды	26
2.3. Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ	30
2.4. Другие портативные лаборатории и модульные изделия	38
3. На что следует обратить внимание при работе с комплектами для химического анализа воды (полезная информация)	44
3.1. Общие сведения о применении тест-комплектов и портативных лабораторий.....	44
3.2. Рабочие условия при анализе	47
3.3. О способах выражения концентраций веществ в растворах	48
3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций	53
3.4.1. Типичные операции, выполняемые при анализе	53
3.4.2. Органолептические оценки и методы	57
3.4.3. Титриметрические методы	57
3.4.4. Особенности выполнения анализа колориметрическими методами	62
3.4.5. О выполнении анализа с фотометрированием проб	64
3.4.6. Об анализе почвенных вытяжек	68
3.5. Неопределённости и погрешности измерений	69
3.6. Точность анализа и факторы, её определяющие.....	72
3.7. Система контроля и документирования результатов	74
3.8. О мерах по обеспечению качества результатов анализа и выявлению грубых ошибок.....	76
4. Меры безопасности	79
4.1. Факторы опасности	79
4.2. Общие правила безопасной работы	80
4.3. Правила работы с едкими веществами и растворами	81
4.4. Правила работы с растворителями и некоторыми опасными химическими веществами.....	82
4.5. Правила утилизации	85
5. Отбор проб, их консервация и пробоподготовка	87
5.1. Общие правила отбора и подготовки проб воды	87
5.2. Отбор проб из водоемных источников	90

5.3. Консервация и хранение проб воды.....	93
5.4. Отбор и подготовка проб почвы, приготовление почвенной вытяжки.....	103
6. Показатели и процедуры анализа	110
6.1. Алюминий	110
6.2. Аммоний.....	115
6.3. Биохимическое потребление кислорода (БПК)	118
6.4. Вкус и привкус.....	122
6.5. Водородный показатель (рН).....	123
6.6. Двуокись углерода свободная	126
6.7. Двуокись углерода свободная (низкие концентрации)	136
6.8. Двуокись углерода агрессивная	143
6.9. Железо общее	148
6.10. Жёсткость общая, кальций и магний	153
6.11. Запах.....	161
6.12. Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жёсткость и щёлочность	165
6.13. Кислород растворённый	174
6.14. Кислотность	186
6.15. Кремний (кремниевая кислота)	192
6.16. Марганец	199
6.17. Медь	205
6.18. Металлы, сумма	210
6.19. Мутность и прозрачность	216
6.20. Нефтепродукты	221
6.21. Никель	229
6.22. Нитраты	233
6.23. Нитриты.....	237
6.24. Окисляемость перманганатная по Кубелю.....	240
6.25. Пенистость	249
6.26. Поверхностно-активные вещества, анионоактивные	250
6.27. Свинец	254
6.28. Сероводород и сульфиды	260
6.29. Солеосодержание общее, натрий и калий, сухой остаток (расчётные методы)	272
6.30. Сульфаты	275
6.31. Фенолы	279
6.32. Формальдегид	287
6.33. Фосфаты и общий фосфор.....	292
6.34. Фториды	304
6.35. Хлор активный остаточный.....	309
6.36. Хлориды	323
6.37. Цветность и цвет.....	327
6.38. Цинк	335

Список литературы	341
Список нормативных документов	343
А. Российские государственные и международные стандарты	343
Б. Методики выполнения измерений (МВИ, МИ) ЗАО «Крисмас+» на основе портативных лабораторий типа НКВ и тест-комплектов	345
В. Методики количественного химического анализа вод (ПНД Ф, РД)	346
Г. Санитарные и строительные нормы, гигиенические нормативы	348
Приложения	
1. Протокол исследования качества воды	349
2. Набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»	350
3. Состав информационных материалов для скачивания от производителя (на сайте ЗАО «Крисмас+»)	354
4. Набор посуды для химического анализа многофункциональный	355
Алфавитный указатель	356

Предисловие к шестому изданию

Настоящее, *шестое*, издание представляет собой расширенное профессиональное руководство по химическому анализу питьевой и природной воды унифицированными методами с применением комплектного оборудования производства ЗАО «Крисмас+» — портативных лабораторий, тест-комплектов и упаковок на их основе.

В руководстве описаны правила отбора и подготовки проб, процедуры выполнения анализов, приведена разнообразная полезная информация, даны библиографические ссылки на руководства и действующие нормативно-методические документы по анализу воды. Текст руководства насыщен иллюстрациями, создающими наглядность и облегчающими выполнение анализа. Для удобства пользователя издания показатели и методики их определения приведены в алфавитном порядке. Издание снабжено алфавитным указателем, а также актуализированным списком литературы и нормативных документов.

В настоящем издании для ряда показателей внесены уточнения сведений о действующих аттестованных методиках измерений (в том числе и оригинальных методиках измерений ЗАО «Крисмас+»); учтены технологические усовершенствования, связанные с подготовкой применяемых реагентов и улучшением комплектуемых; внесены сведения об анализируемых компонентах в аспекте их значимости в различных областях аналитической практики и др.

Внесённые сведения позволяют использовать настоящее руководство как при анализе питьевой и природной воды, так и по ряду показателей — при анализе очищенных сточных вод, грунтовых вод, морской воды, почвенных вытяжек и т. п. Соответственно, расширяются области применения портативного комплектного оборудования ЗАО «Крисмас+», позволяющие выполнять химический анализ воды при санитарно-гигиеническом и экологическом контроле, обеспечении различных технологий водоподготовки и водоочистки, водно-химическом контроле котлотурбинного оборудования, водоснабжении и водоотведении, оценке агрессивности грунтовых вод в строительстве, расфасовке (бутилировании) воды и др.

Настоящее издание руководства предназначено для максимального облегчения работы оператора при химическом анализе воды и является хорошим обеспечением его профессиональной подготовки. С учётом сложившейся унификации методик анализа руководство представляет собой методическое

пособие для широкого круга потребителей соответствующей продукции ЗАО «Крисмас+», а также рекомендуется специалистам по химическому анализу, преподавателям системы профессионального образования, учителям школ, педагогам дополнительного образования, студентам вузов, учащимся профильных классов и всем интересующимся вопросами контроля качества воды.

Александр Григорьевич Муравьев

Реквизиты для отзывов и пожеланий:

Научно-производственное объединение ЗАО «Крисмас+».
191180, Россия, г. Санкт-Петербург, наб. реки Фонтанки, 102.

Тел. 8 (800) 302-95-25 — звонок по России бесплатный

Тел./факс: (812) 325-34-79, 575-54-05, 575-88-14

E-mail: info@christmas-plus.ru

Сайты: крисмас.пф, christmas-plus.ru, shop.christmas-plus.ru, ecologlab.ru,
u-center.info

1. ВВЕДЕНИЕ. О ПОРТАТИВНЫХ ИЗДЕЛИЯХ И УНИФИЦИРОВАННЫХ МЕТОДИКАХ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Аналитические задачи, решаемые при исследовании воды, оценке состояния водных объектов и почвы в профессиональных и учебных лабораториях, часто требуют применения методов, которые, давая количественную информацию, тем не менее являются портативными. Свойство портативности применительно к методикам химического анализа предполагает использование минимального количества пробы, растворов, химикатов и обеспеченность соответствующими средствами измерений и принадлежностями (портативными пипетками, дозаторами, калиброванными склянками и т. п.), отсутствие потребности в типично лабораторном оборудовании и соответствующей лабораторной базе. В составе комплектных портативных изделий для химического анализа имеется, как правило, всё необходимое и достаточное для выполнения анализа. Такое оборудование производится научно-производственным объединением ЗАО «Крисмас+» — это портативные настольные и ранцевые лаборатории различных моделей типа НКВ, а также тест-комплекты и различные укладки на их основе, учебные мини-экспресс-лаборатории «Пчелка-У/хим», набор химических средств «НХС-вода» и др.

Общая характеристика методов и технологий. Методы и технологии гидрохимического анализа, реализованные в тест-комплектах, портативных лабораториях типа НКВ и других изделиях, являются унифицированными на основе распространённых в анализе методов и методик, закреплённых действующими нормативными документами, российскими и международными стандартами и профессиональными руководствами по анализу воды. Используемые технологии анализа позволяют выполнять количественное и полуколичественное определение концентраций анализируемых компонентов разными методами (титриметрическим, визуально-колориметрическим, фотометрическим и др.). Результаты экспериментальных определений ряда показателей используются при определении значений связанных показателей, выполняемых расчётным способом по алгоритмам, приведённым в настоящем руководстве.

Особенности используемых методов химического анализа. Методы химического анализа, реализованные в тест-комплектах, портативных лабора-

1. ВВЕДЕНИЕ

ториях и других изделиях, унифицированы на основе стандартизованных методов контроля показателей качества воды. Методы и технологии анализа обеспечивают удобство применения и портативность соответствующих изделий:

- посредством применения визуально-колориметрического определения на завершающем этапе определения наряду с фотометрическим (либо вместо него);

- изменения состава аналитических растворов в направлении упрощённой и ускоренной их дозировки (например, вместо разбавленных растворов реагентов используются растворы с повышенной концентрацией, вместо жидких реагентов — сухие сыпучие и др.). Так, замена некоторых аналитических готовых растворов на сухие реагентные составы позволяет значительно увеличить сроки годности соответствующих аналитических рецептур и повысить удобство их применения;

- применения портативных средств дозировки растворов и проб (например, вместо стеклянных градуированных пипеток или мерных цилиндров используются градуированные шприцы с наконечниками, полимерные пипетки, капельные флаконы, мерные склянки с метками);

- соблюдения при производстве единого технологического цикла приготовления и контроля реагентов и готовых аналитических растворов, а также использования удобных в применении посуды, принадлежностей, средств дозировки и т. п. надлежащего качества.

Технологическая стабильность при производстве изделий для химического анализа ЗАО «Крисмас+» обеспечивается системой менеджмента качества компании согласно ИСО 9001, проходящей периодическое освидетельствование.

Портативность для методов мокрой химии многими специалистами связывается с возможностью их применения в полевых (внелабораторных) условиях, и для такого сопоставления есть нормативная основа. Из большого числа методов анализа воды специалистами выделена относительно небольшая группа методов, называемых *полевыми*. ГОСТ 24902 определяет полевой метод как пригодный к применению непосредственно в полевых условиях, при отсутствии водопровода, централизованных источников электроэнергии, стационарных и специально оборудованных лабораторных помещений.

Используемые унифицированные методики анализа, так же как их более сложные лабораторные аналоги, в необходимых случаях предусматривают различные добавки в аналитические растворы. Применение добавок определённого назначения (буферных, стабилизирующих, связывающих, фиксирующих и т. п.) позволяет обеспечить избирательность анализа и использовать предлагаемые методы для контроля основных показателей качества питьевой воды, вод природных (поверхностных и подземных), показателей водно-химического

1. ВВЕДЕНИЕ

режима энергетических и силовых установок, а по некоторым показателям — очищенных сточных вод, грунтовых и морских вод и др.

Применение портативных лабораторий НКВ различных моделей, тест-комплектов и т. п. предполагает проведение химического анализа унифицированными методиками, имеющими *единую базу специальных комплектующих (портативных средств дозирования, посуды, принадлежностей, укладки), а также единый технологический цикл приготовления и контроля качества готовых аналитических растворов*. При этом применяемые методики анализа отвечают принципам единства и точности измерений и соответствуют действующим нормативным документам и общепринятым профессиональным руководствам по анализу воды.

Использование тест-комплектов и портативных лабораторий для количественного химического анализа проб воды аккредитованными испытательными лабораторными центрами (аккредитованными лабораториями) в нашей стране долгое время сдерживалось из-за отсутствия соответствующих аттестованных методик измерений (МИ), узаконивающих использование этого оборудования для измерений¹. В действующей в России документации практически нет аттестованных методик количественного химического анализа воды, разработанных для использования вне лабораторий. Речь может идти лишь о применимости тех или иных ранее аттестованных МИ к полевым условиям. Многих заинтересованных в выполнении измерений вне лабораторий такая практика удовлетворить не могла, так как даже если и удаётся подобрать МИ, пригодную для полевых анализов какого-либо компонента, то её описания содержат лишь перечень средств оснащения (оборудования, средств измерений) и алгоритм анализа. Подборка же необходимых средств оснащения и расходных материалов для анализа ложилась на плечи оператора и оказывалась подчас сложной и трудновыполнимой (если вообще выполнимой) задачей.

При анализах с применением ряда комплектных изделий производства ЗАО «Крисмас+» используются аттестованные МИ класса ПНД Ф с незначительной модификацией, что не препятствует их применению в области госконтроля (например, в тест-комплекте «РК-БПК» измерения проводятся в соответствии с ПНД Ф 14.1:2:3.101). Многие тест-комплекты («Железо общее», «Хлориды», «Аммоний», «Фосфаты» и др.), а также портативные лаборатории применяются с использованием МИ, **специально разработанных ЗАО «Крисмас+» и аттестованных для внелабораторных условий** (приведены в «Списке нормативных документов», Б).

Следует отметить важную для практиков особенность новых МИ, разработанных и аттестованных ЗАО «Крисмас+»: в название методики введён

¹ За рубежом широко используется аналогичная продукция, в частности, портативные лаборатории с колориметром типа DREL-2400 (HACH Co, США) и т. п.

1. ВВЕДЕНИЕ

главный признак их практической применимости и обеспеченности оборудованием — то, что анализ выполняется на основе соответствующего изделия компании (экспресс-лаборатории, тест-комплекта). Важно, что в составе изделия имеется документация с подробным описанием его состава и операций, выполняемых при подготовке к анализу и выполнению определения. Соответствующие сведения предусмотрены также в методике применения экспресс-лабораторий. Следует отметить, что нормы погрешности измерений аттестованных МИ компании соответствуют в основном требованиям ГОСТ 27384, что весьма удобно для измерений в полевых условиях, учитывая использование малых объемов проб и растворов.

Выполнение комплекса работ по созданию и метрологической аттестации МИ на основе изделий компании крайне благоприятно сказалось на качестве и потребительских свойствах тест-комплектов и портативных лабораторий, так как привело к расширению областей их применения и совершенствованию унифицированных методик анализа как инструментов для химического анализа вне лабораторий.

Таким образом, унифицированные методы и комплексные изделия для гидрохимического анализа на их основе сегодня представляют собой инструментарий, позволяющий выполнять разнообразные химические анализы, и пригодный для эффективной работы в полевых и лабораторных условиях разным категориям специалистов — службам санитарно-химического, гидрологического, экологического и технологического контроля, в структурах МЧС и ГО, геологоразведки и охраны окружающей среды, в образовательных учреждениях и др. При использовании портативного оборудования в комплексе с аттестованными унифицированными МИ ЗАО «Крисмас+» или другими действующими нормативными документами анализ воды осуществляется в соответствии с требованиями государственной системы единства и правильности измерений в полном объеме задач количественного химического анализа.

Важным этапом в развитии технологий химического анализа воды с применением портативного оборудования ЗАО «Крисмас+» явилась методическая проработка и типографское издание специализированного руководства по водному аналитическому химическому контролю². Появление упомянутого издания позволило усовершенствовать ряд уже производимых образцов оборудования ЗАО «Крисмас+» и разработать новые, потребность в которых обусловлена актуальной для множества предприятий разных отраслей промышленности задачей аналитического контроля производственных вод.

² Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котельного оборудования / А. Г. Муравьев и др. СПб.: Крисмас+, 2024.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МЕТОДОВ И ОБОРУДОВАНИЯ

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МЕТОДОВ И ОБОРУДОВАНИЯ

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

Определяемые показатели и характеристики унифицированных методов анализа воды представлены в табл. 1. Используемые в ней наименования показателей, методов и другие сведения соответствуют используемым в нормативной технической документации, специальной и учебной литературе.

В графе табл. 1 «Показатель, ПДК (норматив)» приведены наименования показателей качества воды, определяемых рассматриваемыми в настоящем руководстве методиками и средствами. Здесь же приведены значения предельно допустимых концентраций, нормируемых по данному показателю и имеющих наибольшее практическое значение.

В графе «Определяемые компоненты» приведены наименования и химические обозначения компонентов, определяемых при анализе соответствующих показателей. Наименования показателей и определяемых компонентов не всегда совпадают.

В графе «Метод анализа (номер, характеристика)» указаны номер (обозначение) метода анализа по единому реестру методов ЗАО «Крисмас+», а также основной и дополнительный признаки, характеризующие тип операций и общепринятое название химико-аналитического метода (например, используемый реагент). Номер метода является также номером заказа (артикулом) соответствующих изделий; кроме того, указанный номер использован при обозначении технической документации на соответствующие изделия. При описании методов использованы сокращения (приведены перед табл. 1). При анализе колориметрическими методами, как правило, предусмотрено визуальное колориметрирование окрашенной пробы, а также фотометрирование.

В графе «Диапазон определяемых концентраций» приведены значения концентраций, соответствующих диапазонам измерений при титриметрическом и фотометрическом определении либо при визуально-колориметрическом определении — цветным образцам контрольной шкалы.

В графе «Объем пробы» указан объем подготовленной пробы, расходуемой для выполнения одного определения.

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

В графе «НТД» приведены ссылки на соответствующие или аналогичные нормативно-технические документы (НТД), по которым осуществляется определение, либо на профессиональные руководства по анализу. Сведения об актуализации (действии) указанных НТД приведены в списке нормативных документов.

В графе «Объект анализа» приведены сведения о применимости данного метода для различных типов воды с сохранением сведений о применимости метода, указанных в соответствующем НТД. Здесь же для некоторых методоуказана их применимость для анализа сточных вод и почвенных водных вытяжек, а также морской воды.

Многие приведённые в табл. 1 методы анализа являются разноразмерными, т. е. позволяют выполнить как полуколичественный (сигнальный) анализ, так и количественный анализ (химические измерения). Так, при колориметрическом анализе окрашенные пробы, образующиеся в ходе анализа, колориметрируются визуально с применением плёночных и тому подобных шкал либо фотометрируются с применением портативного фотоколориметра; при титриметрическом анализе для титрования могут использоваться полимерные пипетки либо стеклянные градуированные пипетки (бюретки). При колориметрировании с помощью визуально-колориметрической плёночной шкалы, а также при упрощённом капельном титровании полимерной пипеткой определение носит полуколичественный характер. Выполнение определений с применением упрощённых технологий облегчает выполнение анализа неспециалистами (например, в образовательных учреждениях, общественными объединениями) и способствует обучению операторов.

Учитывая, что приведённые в табл. 1 методы анализа в технологиях ЗАО «Крисмас+» нашли применение в изделиях различных типов (тест-комплектах, портативных лабораториях, модульных изделиях и комплектах оборудования — см. п. 2.4), важными условиями для обеспечения качества и эксплуатационной стабильности является соблюдение единого цикла приготовления и контроля реагентов и готовых аналитических растворов, а также использование удобной в применении посуды, принадлежностей, средств дозировки и т. п. надлежащего качества. Указанное также является важным для характеристики унифицированных методов анализа, составляющих основу предлагаемых ЗАО «Крисмас+» технологий анализа воды.

Характеристики унифицированных методов анализа воды (питьевая и природная вода, почвенные вытяжки)³

Сокращения в таблице: ВК — визуально-колориметрический; Колориметрич. — колориметрический; ОСВ — очищенная сточная вода; почв. — почвенные; рыбохоз. — водоёмы рыбохозяйственного назначения; ТМ — титриметрический; ФМ — фотометрический; ХБН — водоёмы хозяйственно-бытового назначения; Экстракц. — экстракционный.

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Алюминий 0,2 (0,5) мг/л (ПВ, ХПН)	Al^{3+} в растворённых формах	6.151 Колориметрич., с алюминоном	0–0,5–2,0–6,0 мг/л (ВК) 0,15–1,0 мг/л (ФМ, 525 нм)	10	МВИ-06-151, ГОСТ 18165	Вода питьевая, природная, ОСВ
Аммоний 2,6 мг/л (ХПН) (азот аммонийный 2,0 мг/л)	NH_4^+	6.148 Колориметрич., с реактивом Несслера	0–1,0–2,6–5,0–7,0 мг/л (ВК) 0,2–4,0 мг/л (ФМ, 430 нм)	5	МВИ-04-148, ГОСТ 33045, ПНД Ф 14.1:2.4.262	Вода питьевая, поверхностные, ОСВ
Биохимическое потребление кислорода (БПК ₅) 2–4 мгО/л (БПК ₅) 3–6 мгО/л (БПК _{полн.})	Органические вещества	6.081 ТМ, по Винклеру, с азированием и инкубацией проб	1–11 мгО/л	500	РД 52.24.420, ПНД Ф 14.1:2.3:4.123, ИСО 5815-2	Питьевая, природная, ОСВ
Гидрокарбонаты (общая щёлочность) 1000 мг/л (ХПН)	HCO_3^- , CO_3^{2-}	6.170 ТМ, с соляной кислотой по смешанному индикатору	30–1200 мг/л	10	ГОСТ 31957, РД 52.24.493	Вода питьевая, природная, морская, ОСВ, почв. вытяжки

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Двуокись углерода агрессивная	Свободная CO_2 , растворяющаяся карбонаты	6.196 ТМ, со стандартной добавкой карбоната кальция и без неё	2,0–50 мг/л	50	РД 153-34.2-21.544	Вода природная, контактирующая с гидротехническими сооружениями (бетоном, железобетоном)
Двуокись углерода в минеральной воде (высокие концентрации)	Свободная CO_2 в воде	6.171 ТМ, с соляной кислотой, со щелочной зарядкой (метод Гейера)	100–6000 мг/л	10	ГОСТ 23268.2	Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые (в т.ч. бутилированные)
Двуокись углерода свободная (низкие концентрации)	Свободная CO_2 в воде	6.195 ТМ, титрование аликвот раствором карбоната натрия со свидетелем	2,0–100 мг/л	100	РД 52.24.515, РД 153-34.2-21.544	Поверхностные воды суши
Железо общее 0,3 мг/л (ХПН) 0,05 мг/л (рыбохоз.)	Сумма Fe^{2+} и Fe^{3+} в растворённых формах	6.190 Колориметрич., с о-фенантролином	0–0,1–0,3–0,7–1,0–1,5 мг/л (ВК) 0,05–2,0 мг/л (ФМ, 502 нм)	10	МВИ-01-190, ГОСТ 4011	Вода питьевая, природная, ОСВ

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МЕТОДОВ И ОБОРУДОВАНИЯ

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Жёсткость общая 7 (10) °Ж (ммоль/л экв.), по условиям местности	Сумма Ca^{2+} и Mg^{2+}	6.180 ТМ, капельное титрование, с трилоном Б	0,5–20 °Ж (ммоль/л экв.)	2,5–10	—	Вода питьевая, природная, загрязнённая, ОСВ, почв. вытяжка
Кальций	Ca^{2+}	6.183 ТМ, объёмное титрование, с трилоном Б	0,5–10 °Ж (ммоль/л экв.)	10–250	ГОСТ 31954, РД 52.24.395	Вода питьевая, природная, ОСВ, почв. вытяжка
Карбонаты (свободная щёлочность) 100 мг/л	CO_3^{2-} , OH^-	6.147 ТМ, с трилоном Б	2–500 мг/л (0,1–25 ммоль/л экв.)	10	РД 52.24.403, ИСО 6059	Вода питьевая, природная, ОСВ
Кислород растворённый 4–6 мгО/л	O_2	6.170 ТМ, с соляной кислотой по фенолфталеину	30–1200 мг/л	10	ГОСТ 31957, РД 52.24.493	Вода питьевая, природная, морская, ОСВ, почв. вытяжки
Кислотность (общая и свободная)	Вещества, взаимодействующие с сильными щелочами	6.081 (6.081.3) ТМ, по Винклеру	1,0–15,0 мгО/л	100–200	ПНД Ф 14.1.2:3.101, РД 52.24.419	Вода природная, морская, ОСВ
		6.176 ТМ, с гидроксидом натрия по фенолфталеину и метилоранжу	2–100 ммоль/л	50	Ю.Ю. Лурье ⁴ , Ю.В. Новиков и др. ⁵	Воды природные загрязнённые поверхностные, технологические, ОСВ

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Кремниевая кислота (кремниевая кислота), в пересчёте на кремний 10 мг/л (ПВ)	Кремне-кислота, в пересчёте на Si, в раство-рённых формах	6.179 Колориметрич., с молибдатом аммония (по жел-тому комплексу)	0–3,0–10–30 (ВК) 0,5–15 мг/л (ФМ, 410 нм)	10	ПНД Ф 14.1:2.215, РД 52.24.433	Вода питьевая, природная, ОСВ
Марганец 0,1 мг/л (ПВ, ХПН) 0,01 мг/л (рыбохоз.)	Mn ²⁺ , в раство-рённых фор-мах	6.179 То же, с восстано-вителем (по сине-му комплексу)	0–0,2–0,5–1,0–2,0 (ВК) 0,1–2,0 (ФМ, 815 нм)	10	РД 52.24.432	Вода природная, ОСВ, воды в про-цессах водопод-готовки
Медь 1,0 мг/л (ПВ, ХПН) 0,001 мг/л (рыбохоз.)	Cu ²⁺ , в раство-рённых фор-мах	6.192 Колориметрич., с формальдок-симом	0–0,5–1,0–3,0–5,0–10 мг/л (ВК) 0,08–1,0 мг/л (ФМ, 470 нм)	10	МИ-18-192, ПНД Ф 14.1:2.103	Воды питьевая, природные, ОСВ
Мутность 1,5 мг/л по каолину, или 2,6 ЕМ/л (ЕМФ)	Взве-шенные мелкоди-сперсные примеси (суспензии, коллоиды)	6.191 Колориметрич., с диэтилдитио-карбаматом	0–1,0–2,0–5,0–10 мг/л (ВК) 0,2–4,0 мг/л (ФМ, 470 нм)	10	ГОСТ 4388 (раздел 2)	Воды питьевая, природные, ОСВ
		6.153 Визуально, по шрифту, с определением мутности по номограмме	60–1 см 0,6–30,2 мг/л по каолину 1–52 ЕМФ	300–350	МИ-19-191, ГОСТ Р 57164, ОСТ 34-70-953.27, ПНД Ф 12.16.1	Воды питьевая, природные, загрязнённые поверхностные, производствен-ные, ОСВ

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МЕТОДОВ И ОБОРУДОВАНИЯ

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Нефтепродукты 0,3 мг/л (ХПН) 0,05 мг/л (рыбохоз.)	Нефть и продукты её переработки (масла, топлива)	6.150 Экстракц., бумажно-хроматографич.	0,5–28 мг/л	250–500	См. п.6.20 настоящего руководства	Пресная и морская, загрязнённая поверхностная, ОСВ технологические воды
Никель 0,1 мг/л (ХПН) 0,01 мг/л (рыбохоз.)	Ni^{2+} в растворённых формах	6.194 Колориметрич., с диметилглиоксимом	0–0,2–0,5–1,0–2,0 мг/л (ВК) 0,15–1,0 мг/л (ФМ, 525 нм)	5	Ю.Ю. Лурье ⁶	Вода природная, ОСВ
Нитраты 45 мг/л (ХПН) 40 мг/л (рыбохоз.)	NO_3^-	6.145 ВК, с реактивом Грисса и восстановителем	0–5,0–15–45–90 мг/л	3	РД 52.24.380	Вода питьевая, природная, ОСВ
Нитриты 3,0 мг/л (ПВ) 3,3 мг/л (ХПН) 0,08 мг/л (рыбохоз.)	NO_2^-	6.149 Колориметрич., с реактивом Грисса	0–0,02–0,1–0,5–2,0 мг/л (ВК) 0,04–0,6 мг/л (ФМ, 525 нм)	5	МВИ-07-149, ГОСТ 33045	Вода питьевая, природная, ОСВ
Окисляемость перманганатная (ХПК) 5 мгО/л (ПВ) 15 мгО/л (ХБН)	Органические соединения, легкоокисляемые	6.146 ТМ, по методу Кубеля	0,5–10 мгО/л (без разбавления пробы) 10–100 мгО/л (с разбавлением пробы)	50	ПНД Ф 14.1:2.4.154	Вода питьевая, природная (в том числе подземная), расфасованная, слабозагрязнённая, поверхностная, ОСВ, вода бассейнов, вода горячего водоснабжения

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
pH (водородный показатель) 6–9 ед. pH (ПВ) 6,5–8,5 ед. pH (ХПН)	$-\lg [H^+]$	6.160 ВК, по универсальной индикаторной катоду	4,5–5,0–5,5–6,0–6,5–7,0–7,5–8,0–8,5–9,0–10,0–11,0 ед. pH	5	РД 24.031.120, РД 24.032.01	Вода питьевая, природная, морская, ОСВ, почв. вытяжка
Поверхностно-активные вещества (ПАВ), анионоактивные 0,1 мг/л (ХПН)	Анионоакт. ПАВ (сульфаты, сульфаты и др.)	6.152 Экстракционный, колориметрический, с метиленовым голубым	0–0,5–1,0–2,0–5,0 мг/л (ВК) 0,1–1,0 мг/л (ФМ, 620 нм)	10	Ю.В. Новиков и др. ⁷	Вода природная, ОСВ
Прозрачность 20 см	Взвешенные, мелкодисперсные и окрашенные примеси	6.153 Визуально, по различности шрифта (метки)	60–1 см	300–350	ГОСТ Р 57164, ОСТ 34-70-953.27, ПНД Ф 12.16.1, ИСО 7027	Воды питьевая, природные, загрязнённые поверхностные, производственные, ОСВ
Сероводород и сульфиды 0,03 мг/л (HS^- 3 мг/л) (ПВ, расфасов.) 0,05 мг/л (ХПН)	H_2S , HS^- , S^{2-}	6.168 ТМ, с ацетатом кадмия	2–20 мг/л	250	Ю.Ю. Лурье ⁸	Подземные и поверхностные природные воды, ОСВ
Свинец ХПН 0,03 мг/л (ПВ, ХПН) 0,1 мг/л (ОСВ)	Pb^{2+} , в растворимых формах	6.159 ВК, с реактивной бумагой (ZnS)	0–0,1–0,5–1,0–5,0 мг/л	20	Ю.А. Золотов и др. ⁹	Вода природная, ОСВ

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МЕТОДОВ И ОБОРУДОВАНИЯ

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Сульфаты 500 мг/л (ПВ)	SO_4^{2-}	6.142 ТМ, с хлоридом бария по индикатору ортанилловому К	30–300 мг/л и более	2,5	МВИ-15-142а, ПНД Ф 14.1:2.107, ГОСТ 31940	Вода питьевая, природная, ОСВ, почв. вытяжка
Фенолы (фенольный индекс) 0,1 мг/л (при отс. хлорирования) 0,001 мг/л (в усл. хлорирования)	Летучие фенолы ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ и др.)	6.163 Экстракционный, колориметрический, с 4-аминоантипирином	0–0,02–0,1–0,2–0,5 мг/л (ВК) 0,002–0,05 мг/л (ФМ, 470 нм)	250	МВИ-12-163, РД 52.24.480, ПНД Ф 14.1:2.104	Вода питьевая, природная, ОСВ
Формальдегид 0,05 мг/л (ХПН) 0,1 мг/л (рыбохоз.)	CH_2O	6.164 Колориметрич., с фенилгидразином и гексацианоферратом (III) калия	0–0,05–0,2–0,5–2,0 мг/л (ВК) 0,03–0,4 мг/л (ФМ, 525 нм)	10	МВИ-09-164, Ю.Ю. Лурье ¹⁰	Вода питьевая, природная, ОСВ
Фосфаты (ортофосфаты, по PO_4^{3-}) 3,5 мг/л (ХПН) 0,2 мг/л (рыбохоз.)	Сумма PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- , H_3PO_4	6.240А Колориметрич., с молибдатом аммония и аскорбиновой кислотой	0–0,5–1,0–3,5–7,0 мг/л (ВК) 0,1–3,5 мг/л (ФМ, 660 нм)	10	МВИ-05-240, ПНД Ф 14.1:2.4.112, ИСО 6878	Вода питьевая, природная, ОСВ
Фосфаты (полифосфаты и эфиры фосфорной кислоты, гидролизующиеся, по PO_4^{3-}) 3,5 мг/л (ХПН) 0,2 мг/л (рыбохоз.)	Гидролизующиеся полифосфаты и эфиры фосфорной кислоты	6.240Б Колориметрич., с молибдатом аммония и аскорбиновой кислотой, после кислотного гидролиза	0–0,5–1,0–3,5–7,0 мг/л (ВК) 0,1–3,5 мг/л (ФМ, 660 нм)	50	ГОСТ 18309	Вода питьевая, природная, ОСВ

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяе- мые компоненты	Метод анализа (номер, характери- стика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Фосфор общий (валовый и растворённый, в пересчёте на Р)	Фосфаты	3.141 Колориметрич., с молибдатом аммония и аскорбиновой кислотой, после минерализации	0–0,5–1,0–3,5–7,0 мг/л (ВК) (по PO_4^{3-}) 0,1–3,5 мг/л (ФМ, 660 нм) (по PO_4^{3-})	50	Ю.Ю. Лурье ¹¹	Вода природная, ОСВ
Фториды 0,7–1,5 мг/л (по условиям местности)	F^-	6.155 Колориметрич. с лантан (III) ализарринком-плексоном	0–0,2–0,7–2,0 мг/л (ВК) 0,04–3,0 мг/л (ФМ, 620 нм)	2,5	МВИ-14-155, ГОСТ 4386	Вода питьевая, природная, морская, ОСВ
Хлор активный суммарный Отсутствие — в природной воде, 0,3–0,5 мг/л (по хлору) — в питьевой воде	Активный хлор во всех формах	3.143 А, 6.143 ТМ, йодометрический с йодидом калия	0,3–0,5 мг/л 0,5–5,0 мг/л	250 50	ГОСТ 18190, ПНД Ф 14.1.2.4.113	Вода питьевая, природная, морская, ОСВ
Хлор остаточный свободный Отсутствие — в природной воде, 0,3–0,5 мг/л (по хлору) — в питьевой воде	Cl_2 , HOCl , OCl^-	3.143Б ТМ, с метиловым оранжевым	0,02 мг/л и более	100	ГОСТ 18190	Вода питьевая, природная, морская, ОСВ

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МЕТОДОВ И ОБОРУДОВАНИЯ

Продолжение табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяе- мые компоненты	Метод анализа (номер, характери- стика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Хлор остаточный свя- занный Отсутствие — в при- родной воде, 0,8–1,2 мг/л (по хлору) — в питьевой воде	Cl ₂ , моно- и дихлора- мины	3.143В ТМ, методом Пей- лина, раздельное определение в одной пробе	0,1 мг/л и более	100	ГОСТ 18190	Вода питьевая, природная, мор- ская, ОСВ
Хлориды 350 мг/л (ПВ, ХПН) 300 мг/л (рыбохоз.)	Cl ⁻	6.144 ТМ, с нитратом серебра, в при- сутствии хромата калия	10–1200 мг/л	1–50	МВИ-02-144, ПНД Ф 14.1.2:3.96	Вода питьевая, природная, мор- ская, ОСВ, почв. вытяжка
Цветность 20 (35) град. цветности	Цветность (содержа- ние окра- шенных соедине- ний)	6.157.1 ВК, по плёночной хром-кобальтовой шкале	0–30–100–300–1000 град. цветности	12	ГОСТ 31868, ПНД Ф 14.1.2:4.207	Вода питьевая, расфасованная, природная (по- верхн. и подзем- ная), морская, ОСВ
		ВК, по имитационным растворам хром- кобальтовой шкалы цветности	0–10–20–30–40–60–100– 300–500 град. цветности	12	РД 52.24.497	То же
		ФМ, 400 нм	10–200 град. цветности	50	ГОСТ 31868, МВИ-10-157, ПНД Ф 14.1.2:4.207	То же

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

Окончание табл. 1

Показатель, ПДК (норматив)	Определяемые компоненты	Метод анализа (номер, характеристика)	Диапазон опред. концентрации	Объём пробы, мл	НТД	Объект анализа
Цинк 0,01 мг/л (рыбохоз.) 1 мг/л (ХПН) 5 мг/л (ПВ)	Zn ²⁺ , в растворённых формах	6.193 Колориметрич. с сульффарсезом	0–0,5–1,0–2,5–5,0 мг/л (ВК) 0,05–0,5 мг/л (ФМ, 525 нм)	5	МИ-20-193, ПНД Ф 14.1:2.195	Воды питьевая, природные, ОСВ

Примечания. 1. Очищенные сточные воды анализируют при условии предварительной обработки пробы (если предусмотрено в процедурах анализа, см. раздел 6).
2. При анализе почвенных вытяжек результат анализа выражают в соответствующих единицах измерений (приводятся в работах¹², см. также п. 3.3 настоящего руководства).
3. В табл. 1 не указаны данные о показателях, определяемых расчётными методами, которые приведены в табл. 2.

³ Характеристики методов и показатели при анализе производственных вод см. в книге «Руководство по аналитическому химическому контролю при водоподготовке и эксплуатации котельного оборудования / под ред. А. Г. Муравьева. СПб.: Крисмас+, 2024.
⁴ Лурье Ю.Ю. Указ. соч.
⁵ Новиков Ю.В., Ласточкина К.О., Болдина З.Н. Указ. соч.
⁶ Лурье Ю.Ю. Указ. соч.
⁷ Золотов Ю.А., Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. 2-е. изд. М.: Едиториал УРСС, 2006. 304 с.
⁸ Лурье Ю.Ю. Указ. соч.
⁹ Лурье Ю.Ю. Указ. соч.
¹⁰ Лурье Ю.Ю. Указ. соч.
¹¹ Лурье Ю.Ю. Указ. соч.
¹² Муравьев А.Г., Карыев Б.Б., Лянзберг А.Р. Оценка экологического состояния почвы: практическое руководство / под ред. канд. хим. наук А.Г. Муравьева. 5-е изд. СПб.: Крисмас+, 2019. 208 с.; Химический анализ почвы. Руководство по применению почвенных лабораторий и тест-комплектов / под ред. канд. хим. наук А.Г. Муравьева. 4-е изд. СПб.: Крисмас+, 2020. 136 с.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМЫХ МЕТОДОВ И ОБОРУДОВАНИЯ

При количественном определении (титровании, фотометрировании) предусмотрено выполнение анализов с показателями точности, регламентированными аттестованными методиками измерений ЗАО «Крисмас+» и другими нормативными документами по анализу. При этом результат определения получают по алгоритму, приведённому в настоящем руководстве, пооперационных картах-инструкциях (где предусмотрены) и нормативных документах (в зависимости от модификации) либо согласно методике, описанной в паспорте на изделие. При соблюдении всех изложенных требований и правил выполнения операций анализ выполняется с уровнем точности, принятом при количественном химическом анализе.

Расчётными методами оцениваются значения отдельных показателей на основе результатов определений, выполненных экспериментально. К таким показателям (в табл. 1 не указаны) относятся: карбонатная жёсткость (сумма CO_3^{2-} и HCO_3^-), магний (Mg^{2+}), натрий и калий (сумма Na^+ + K^+), солесодержание общее, сухой остаток. Алгоритмы получения расчётных значений показателей изложены при экспериментальном определении соответствующих связанных показателей. Перечень расчётных и связанных показателей, обозначения и расположение методики расчёта приведены в табл. 2.

Таблица 2

Показатели, оцениваемые расчётным методом

№ п/п	Оцениваемый показатель	Обозначение	Связанный показатель	№ пункта метода оценки
1	Карбонатная жёсткость, ммоль/л экв	$\Sigma(\text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^-)$	Карбонаты, щёлочность	6.12
2	Магний, мг/л	Mg^{2+}	Жёсткость общая, кальций	6.10
3	Солесодержание общее, ммоль/л экв.	ΣA	Главные анионы (гидрокарбонат, кабронат, нитрат, нитрит, сульфат, хлорид)	6.29
4	Натрий и калий, мг/л	$\Sigma(\text{Na}^+ + \text{K}^+)$	Главные анионы, общая жёсткость	6.29
5	Сухой остаток	ΣA	Главные анионы, кальций, магний, натрий и калий	6.29
6	Фосфор органический	$P_{\text{орг}}$	Фосфор общий ($P_{\text{общ}}$), фосфор минеральный ($P_{\text{мин}}$)	6.33

2.1. Определяемые показатели, методы и технологии анализа

Продолжительность анализа указанными в табл. 1 методами составляет в большинстве случаев от 1 до 30 мин и не включает продолжительность подготовки анализируемых проб.

Для реализации технологий анализа на основе унифицированных методов в составе производимых ЗАО «Крисмас+» изделий предусмотрены (в зависимости от типа и наименования изделия) следующие средства комплектации.

- Готовые к применению аналитические реагенты и растворы, индикаторы, буферные смеси, соли, капсулированные стандартные навески химикатов для приготовления растворов потребителем.

- Калиброванные средства дозирования реагентов и растворов: колбы мерные; пипетки градуированные стеклянные, а также полимерные пипетки; склянки с метками; цилиндры мерные, флаконы с капельными дозаторами.

- Контрольные шкалы образцов окраски для визуального колориметрирования, водозащищённые.

- Материалы: бумага индикаторная, реагентная, фильтровальная.

- Посуда: воронки фильтровальные и делительные, колбы конические, палочки стеклянные, пробирки колориметрические и простые, стаканчики (чаши) для выпаривания, флаконы простые и капельные.

- Приборы (в зависимости от наименования): весы технические, набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К», кондуктометр DIST 2 (0–10 г/л), рН-метр «рН-410» и др.

- Принадлежности: линейка, ножницы, термометр, трубка гибкая, шпатель.

- Средства защиты: защитные перчатки и очки.

- Укладки: портативные лаборатории обеспечены удобными для переноски и хранения жёсткими корпусами-укладками (НКВ-1, НКВ-2, НКВ-12), либо ранцевыми укладками (НКВ-Р, НКВ-Р/м, УКВ); тест-комплекты уложены в пластиковые контейнеры либо водостойкие коробки с ложементами.

- Установки для титрования на основе стойки-штатива (закрепляется на корпусе укладочных контейнеров), дозирующего шприца и т. п.

- Документация (в зависимости от типа и наименования): руководство, карты-инструкции по определяемым показателям, паспорт, сертификаты, документация на прилагаемые приборы от производителя, а также документация по согласованному перечню.

Примечание. В изделиях, поставляемых совместно с набором-укладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К», потребитель получает сборник аттестованных методик измерений разработки ЗАО «Крисмас+».

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Состав средств оснащения при анализе конкретных показателей приведён в разделе 6 при описании соответствующих определений, а также в сопроводительной документации на изделия.



Имеющиеся в составе комплектных изделий химические реагенты и материалы находятся в количествах, не создающих угрозу безопасности и жизни людей, а также окружающей среде при условиях соблюдения установленных правил безопасной работы и утилизации.

2.2. Тест-комплекты для анализа воды

Тест-комплект — функционально целостная укладка всего необходимого для выполнения количественного или полуколичественного химического экспресс-анализа (воды, почвенной вытяжки) на содержание одного или нескольких однородных показателей в полевых, лабораторных или производственных условиях. Представляет собой компактную подборку готовых расходуемых реагентов и материалов, оборудования, принадлежностей и документации. Отличается портативностью, удобством и простотой в применении.



Тест-комплекты для контроля воды являются оригинальными комплектными изделиями, производимыми ЗАО «Крисмас+» по ТУ 26.51.53-600-82182574-18. Данные изделия производятся под зарегистрированным товарным знаком «КРИСМАС».

Тест-комплекты (рис. 1) позволяют выполнять химический анализ, как правило, с использованием унифицированных типовых или модифицированных методик на основе стандартных методов (приведены в табл. 1), а также тест-методов. Тест-комплектами могут укомплектовываться различные укладки (см. п. 2.4). Подробные описания методов анализа приведены в подразделах, посвящённых определению соответствующих показателей (раздел 6).

Тест-комплекты используются при экоаналитическом, санитарном и водно-химическом контроле, водоподготовке, гидрологических, изыскательских и других работах. Их применение позволяет в максимальной степени снизить расходы на проведение оперативного санитарно-химического, экологического и технологического контроля, осуществлять его без привлечения высококвалифицированных сотрудников и дорогостоящего оборудования непосредственно как в лаборатории, так и вне её (на месте отбора проб). Применение тест-комплектов позволяет оптимизировать режимы эксплуатируемого инженерного оборудования, увеличить сроки его безремонтной работы, повысить качество производимой продукции и оказываемых услуг.

2.2. Тест-комплекты для анализа воды



Рис. 1. Внешний вид некоторых тест-комплектов для анализа воды:

а — тест-комплекты различного типа;

б — тест-комплекты в составе ранцевой полевой лаборатории модели НКВ-Р

Благодаря эффективности и простоте применения, обеспеченности иллюстрированной инструкцией, руководствами и пособиями многие тест-комплекты широко применяются также в сфере образования при выполнении разнообразных практик, лабораторных, учебно-научных исследовательских и проектных работ. Тест-комплекты автономны, не требуют источников водо- и электроснабжения.

Наименования поставляемых тест-комплектов для контроля питьевой и природной воды приведены в табл. 3.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Таблица 3

Наименования тест-комплектов для анализа питьевой и природной воды
(основная номенклатура)

№ п/п	Наименование	Номер заказа (артикул)
1	Активный хлор	6.143
2	Алюминий	6.151
3	Аммоний	6.148
4	Гидразин	6.158
5	Двуокись углерода агрессивная	6.196
6	Двуокись углерода свободная	6.195
7	Двуокись углерода в воде	6.171
8	Железо общее	6.190
9	Кальций	6.147
10	Карбонаты, щёлочность	6.170
11	Кислотность	6.176
12	Кремний	6.179
13	Марганец	6.192
14	Медь	6.191
15	Никель	6.194
16	Нитраты	6.145
17	Нитриты	6.149
18	Общая жёсткость ОЖ-1 (капельное титрование)	6.180
19	Общая жёсткость (объёмное титрование)	6.183
20	Окисляемость перманганатная	6.146
21	Определение масла и нефтепродуктов в воде	6.150
22	рН (водородный показатель)	6.160
23	рН, Аммоний	6.148.4
24	рН, ОЖ, Аммоний	6.148.3
25	ПАВ-А	6.152
26	Прозрачность и мутность	6.153
27	РК-БПК (Растворённый кислород-БПК)	6.081
28	Свинец	6.159
29	Сероводород и сульфиды	6.168
30	Сульфаты	6.142
31	Фенолы	6.163

2.2. Тест-комплекты для анализа воды

Окончание табл. 3

№ п/п	Наименование	Номер заказа (артикул)
32	Формальдегид	6.164
33	Фосфаты	6.240
34	Фториды	6.155
35	Хлориды	6.144
36	Цветность	6.157.1
37	Цинк	6.193

Примечание. В табл. 3 не указаны специальные тест-комплекты для анализа котловой воды. Полный перечень тест-комплектов приведён в информационном материале (приложение 3).

Методика применения тест-комплекта (методика анализа) приведена в паспорте на тест-комплект, настоящем руководстве, картах-инструкциях и другой сопроводительной документации (если предусмотрена).

Основные технические характеристики тест-комплектов

- Характеристики методов анализа см. в табл. 1 для соответствующего метода (номер метода соответствует артикулу изделия).
- Продолжительность анализа — от 1 до 30 мин.
- Сроки годности — не менее 1 года.
- Тест-комплекты для анализа воды по расходуемым материалам рассчитаны обычно на 100 анализов.
- Габаритные размеры укладки — от 180 × 90 × 90 мм до 530 × 280 × 290 мм.
- Масса — от 0,2 до 4,0 кг.

Примечание. Технические характеристики приведены ориентировочно.

Технические данные и состав поставляемых тест-комплектов приведены в прилагаемой к изделиям сопроводительной документации.

Все тест-комплекты обеспечены комплектами пополнения (заказываются отдельно).

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.3. Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ

Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ различных моделей (далее также лаборатории) предназначены для контроля питьевой и природной воды по важнейшим показателям качества. Лаборатории позволяют выполнять анализ воды, общая минерализация которой не превышает 3 г/л (питьевой и минеральной воды, воды водоёмов хозяйственно-бытового и культурно-бытового назначения). Лаборатории НКВ также могут использоваться при анализе очищенных сточных вод, морской и грунтовой воды и почвенных вытяжек по отдельным показателям.



Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ являются оригинальными изделиями, разработанными и производимыми исключительно ЗАО «Крисмас+». Данные изделия производятся под зарегистрированной товарной маркой «КРИСМАС» (свидетельство № 404860, № 570418) и защищены патентом РФ № 96342.

Лаборатории НКВ в зависимости от модели и модификации имеют широкое применение во многих областях, требующих получение данных о составе воды. К таким областям можно отнести анализы при *экологическом и производственном контроле, водоподготовке, водоочистке и кондиционировании воды, экологических работах, водоснабжении и водоотведении, гидрогеологических изысканиях, аквариумистике, эксплуатации резервуаров и бассейнов с водой, производстве бутилированной воды, в образовательных практиках и профессиональной подготовке и др.*

Лаборатории НКВ удовлетворяют потребности широкого круга аналитиков в различных условиях:

- в полевых (внелабораторных) условиях — непосредственно у вод источника или в базовом лагере, на рабочем месте в производственных условиях;
- в лабораторных условиях — в дополнение к материальному оснащению лаборатории или при его отсутствии.

В зависимости от модели и модификации изделий, а также пожеланий потребителя состав лабораторий может дополняться тест-комплектами для контроля питьевой, природной и сточной воды, а также приборами контроля воды, также поставляемых ЗАО «Крисмас+».

Благодаря простоте и удобству, а также полноте и наглядности изложения процедур анализа в прилагаемой документации лаборатории НКВ успешно применяются в различных областях деятельности. В числе потребителей лабораторий НКВ — специалисты производственных отраслей, научных организаций и контролирующих служб; сотрудники служб МЧС и Роспотребнадзора и т. п. Лаборатории широко применяются в ходе учебных практик в организациях общего среднего и дополнительного, а также среднего специального и

2.3. Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ

высшего профессионального образования, детскими и молодёжными социальными организациями и т. п. Освоение работы с портативными лабораториями неспециалистами требует минимальной базовой подготовки и краткого курса обучения с практическими тренингами и контролем усвоения. Обучение и тренинги должны проводиться опытным специалистом или преподавателем. Краткосрочное обучение специалистов приёмам работы с лабораториями НКВ можно пройти в учебном центре ЗАО «Крисмас+» в ходе очной стажировки или дистанционного обучения по типовой программе (слушатели получают сертификат о прохождении обучения).

Портативные лаборатории анализа воды НКВ представлены тремя моделями — НКВ-1, НКВ-12 и НКВ-Р, каждая из которых поставляется в различных модификациях (табл. 4).

Таблица 4

Основные сведения по лабораториям анализа воды

№ заказа (артикул)	Краткая характеристика (модель, модификация, наименование, данные)
Полевые комплектные лаборатории модели НКВ-1	
3.100	НКВ-1, полевая лаборатория анализа воды (2 модуля), 14 показателей
3.100.1	НКВ-1Фк, полевая лаборатория анализа воды (3 модуля), 14 показателей (3.100 с набором-укладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»)
3.110	НКВ-1М, полевая лаборатория анализа воды (4 модуля), 19 показателей (3.100 с дополнительными модулями: ПЛ «Фосфор», ТК «РК-БПК»)
3.110.1	НКВ-1МФк, полевая лаборатория анализа воды (5 модулей), 19 показателей (3.110 с набором-укладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020К»)
Портативные комплектные лаборатории модели НКВ-12	
3.120	НКВ-12 (вода питьевая и природная), настольная лаборатория анализа воды, 20 показателей
3.120.1	НКВ-12ПФк (вода питьевая и природная), настольная лаборатория анализа воды (5 модулей), 21 показатель (3.120 с приборами: рН-метр, кондуктометр, набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»)
3.121	НКВ-12.1 (вода природная и водоподготовка) настольная лаборатория анализа воды, 22 показателя
3.121.1	НКВ-12.1ПФк (вода природная и водоподготовка) настольная лаборатория анализа воды (5 модулей), 25 показателей (3.121 с приборами: рН-метр, кондуктометр, набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»)

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Окончание табл. 4

№ заказа (артикул)	Краткая характеристика (модель, модификация, наименование, данные)
3.121.1.1	НКВ-12.1П2Фк (вода природная и водоподготовка) настольная лаборатория анализа воды (6 модулей), 26 показателей (3.121 с приборами: рН-метр, кондуктометр, кислородомер, иономер, набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»)
3.121.2	НКВ-12.1ПМФк (вода природная и водоподготовка) настольная лаборатория анализа воды (3.121.1 с дополнительными модулями: ПЛ «Остаточный активный хлор», ТК «Двуокись углерода свободная», ТК «Цинк», ТК «Медь», ТК «Кальций»)
3.122	НКВ-12.2 (специальная, водоснабжение и водоотведение) настольная лаборатория анализа воды, 23 показателя
3.122.1	НКВ-12.2ПФк (водоснабжение и водоотведение) настольная лаборатория анализа воды, 24 показателя (3.122 с приборами: рН-метр, кондуктометр, набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»)
3.123	НКВ-12.3 (специальная, воды агрессивные грунтовые) настольная лаборатория анализа воды, 14 показателей
3.123.1	НКВ-12.3ПФк (воды агрессивные грунтовые) настольная лаборатория анализа воды, 24 показателя (3.122 с приборами: рН-метр, кондуктометр, набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»)
3.124	НКВ-12.4 (специальная, вода расфасованная) настольная лаборатория анализа воды, 26 показателей
3.124.1	НКВ-12.4ПФк (вода расфасованная) настольная лаборатория анализа воды, 27 показателей (3.124 с приборами: рН-метр, кондуктометр, набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»)
Ранцевые лаборатории исследования водоёмов модели НКВ-Р, полевые	
3.130	НКВ-Р, ранцевая полевая лаборатория исследования водоёмов, с сачком гидробиологическим СГС, 23 показателя
3.130.1	НКВ-РФк, ранцевая полевая лаборатория исследования водоёмов с сачком гидробиологическим и набором-укладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К», 23 показателя
3.130.2	НКВ-Рм, ранцевая полевая лаборатория исследования водоёмов малая, 18 показателей
3.130.2.1	НКВ-РмГ, ранцевая полевая лаборатория исследования водоёмов малая, с набором для гидробиологических исследований и сачком СГС

Примечания. 1. Данные по лабораториям НКВ отдельных моделей и модификаций могут уточняться при заказе.
2. В число определяемых гидрохимических показателей не включены показатели, определяемые расчётными методами на основании результатов выполненных определений.

2.3. Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ

Сведения о характеристиках методов анализа показателей, анализируемых с применением экспресс-лабораторий типа НКВ, приведены в табл. 1 и 2.

Полевые лаборатории анализа воды модели НКВ-1 представляют собой наиболее компактную модель лаборатории химического анализа воды, позволяющую определить 14 и более показателей. Данные полевые лаборатории максимально портативны, легко переносимы и перевозимы, пригодны для полевых и стационарных условий, относительно недороги. Применяются при экологических и гидрологических работах, водоподготовке (водоочистке и кондиционировании), производственном контроле, аквариумистике, эксплуатации резервуаров и бассейнов с водой, в образовательных практиках и профессиональной подготовке и т. п. Их применение наиболее рационально в сфере образования, общественного экологического контроля, анализа с ограниченными ресурсами. Модель НКВ-1 предусматривает модификацию с дополнением тест-комплектами для расширения перечня показателей, а также набором-укладкой для фотоколориметрирования проб. Общий вид полевой лаборатории модели НКВ-1 приведён на рис. 2.

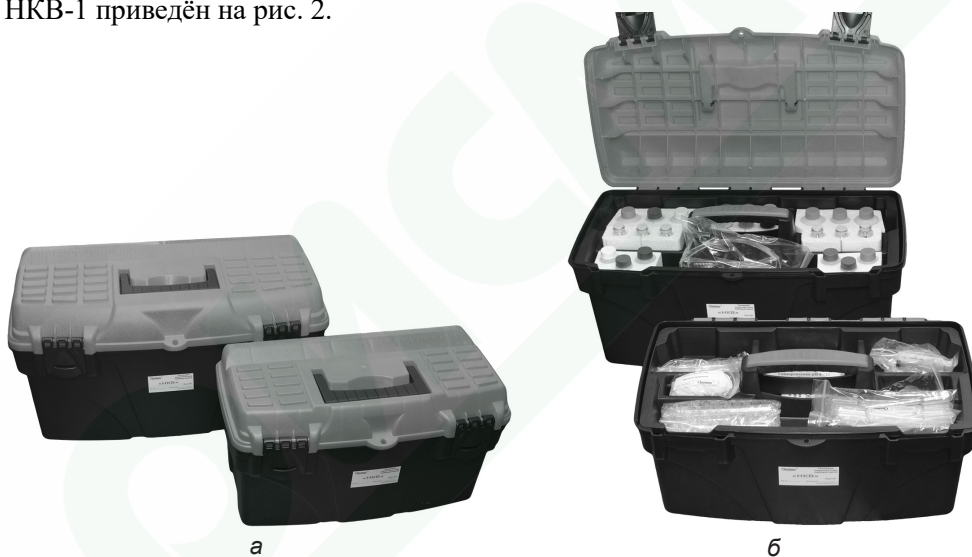


Рис. 2. Полевые лаборатории анализа воды модели НКВ-1 (номер заказа 3.100), в закрытом (а) и открытом (б) виде

Настольные лаборатории анализа воды модели НКВ-12 представляют собой профессиональные лаборатории анализа питьевой, природной и технологических вод для широкого спектра аналитических задач. Лаборатории НКВ-12 имеют широкое применение во многих областях, нуждающихся в получении

данных о составе воды. К таким областям можно отнести анализы при экологическом и гидрологическом мониторинге; эксплуатации систем водоподготовки, водоочистки, водоснабжения, водоотведения и кондиционирования воды; производственном контроле сточных вод; гидрогеологических изысканиях, оценке агрессивности грунтовых вод и разведке водоисточников; аквариумистике, эксплуатации резервуаров и бассейнов с водой; производстве бутилированной воды, а также в образовательных практиках и профессиональной подготовке и т. п. НКВ-12 также позволяют выполнять анализ почвенных вытяжек, очищенных сточных вод и морской воды по отдельным показателям.

Укладка является стойкой к транспортированию любым способом и устойчивой при размещении на рабочем месте оператора, позволяет определять в зависимости от модификации от 14 до 30 и более показателей при анализе воды. Данная модель имеет модификации с дополнением приборами контроля воды (кондуктометром, рН-метром), а также тест-комплектами и набором-укладкой для фотокolorиметрирования проб «Экотест-2020-К» (см. табл. 4).

а

б

Простота и удобство работы, обеспеченность готовыми к применению реагентами, соответствие используемых методов анализа действующим НТД, полнота и наглядность изложения процедур анализа в эксплуатационной документации позволили лаборатории НКВ-12 найти широкое применение в различных областях профессиональной и учебной работы.

2.3. Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ

Ранцевые полевые лаборатории исследования водоёмов модели НКВ-Р представляют собой универсальные полевые лаборатории. Они являются уникальными изделиями, которые с полным основанием можно считать многофункциональными исследовательскими комплексами. НКВ-Р в разных модификациях позволяют выполнять разнообразные исследования при комплексной экологической, биолого-экологической гидрологической и визуальной оценке состояния водоёмов посредством определения гидрохимических, почвенно-химических и гидробиологических показателей. Удобны при профессиональном и учебном применении в полевых исследованиях и в базовом лагере. Модульный характер наполнения большого ранца НКВ-Р (объём не менее 100 л) позволяет пользоваться входящими в состав лаборатории НКВ-Р тест-комплектами и оборудованием для гидробиологической оценки, для анализа до 24 и более



Рис. 4. Ранцевые полевые лаборатории модели НКВ-Р (НКВ-Рм),
с открытым столиком:
а — НКВ-Р, № заказа 3.130; б — НКВ-Рм, № заказа 3.130.2

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

показателей, а также выполнять исследования по другим направлениям (что немаловажно) разными операторами. Содержат специальные руководства по применению изделия при исследованиях по всем направлениям¹³, а также настоящее руководство. Предусмотрены модификации с дополнительным оборудованием — тест-комплектами, гидробиологической сетью, набором-укладкой для фотоколориметрирования проб, а также в сокращённом виде с укладкой в маломранце (табл. 4).

Выпускаемые модификации на основе малого ранца НКВ-Рм (объём 60 л) с уменьшенным количеством тест-комплектов для оснащения преимущественно химического анализа проб воды. Благодаря компактности и меньшему весу НКВ-Рм применяется для учебных исследований в детских коллективах.

Общий вид ранцевых полевых лабораторий модели НКВ-Р (НКВ-Рм) приведён на рис. 4.

Методы, используемые в лабораториях типа НКВ, соответствуют разработанным ЗАО «Крисмас+» аттестованным методикам измерений, согласуются с действующими нормативными документами и профессиональными руководствами по анализу воды.

Используемые методы (см. табл. 1 и 4): титриметрический, визуально-колориметрический, фотометрический, кондуктометрический, потенциометрический, органолептический, расчётный. Характеристики почвенных вытяжек определяются путём их анализа с помощью методов, используемых для анализа соответствующих компонентов в воде.

Расчётными методами с использованием результатов анализов, полученных экспериментально (см. табл. 2), определяются: карбонатная жёсткость (сумма ионов CO_3^{2-} и HCO_3^-), магний (Mg^{2+}), натрий и калий ($\text{Na}^+ + \text{K}^+$), сухой остаток, общая минерализация и др.

Точность анализа, выполняемого с применением входящих в состав лабораторий НКВ методик, сопоставима с точностью аналогичных лабораторных методик выполнения измерений.

Титриметрические методы анализа, реализованные с использованием полимерных пипеток либо стеклянных градуированных пипеток, обеспечивают достаточную чувствительность анализа. При колориметрическом анализе окрашенные пробы, образующиеся в ходе анализа, колориметрируются визуально с применением плёночных шкал либо фотометрируются с применением портативного фотоколориметра (входит в состав некоторых модификаций, см. табл. 4).

Точностные характеристики при анализе колориметрическими методами могут быть значительно улучшены при использовании, наряду с указанными

¹³ Исследование экологического состояния водных объектов: руководство по применению ранцевой полевой лаборатории НКВ-Р / под ред. канд. хим. наук А.Г. Муравьёва. 4-е изд. СПб.: Крисмас+, 2024. 288 с.

2.3. Портативные лаборатории анализа воды типа НКВ

контрольными цветовыми шкалами, также портативного универсального фотокolorиметра «Экотест-2020» (входит в состав ряда модификации в наборе-укладке для фотокolorиметрирования, см. табл. 4).

При израсходовании реагентов и материалов либо по истечении сроков их годности ресурс восполняется комплектом пополнения (в состав лабораторий не входит, заказывается отдельно).

Состав лабораторий может уточняться при заказе.

Краткие технические данные портативных лабораторий НКВ:

- объем пробы для анализа — от 1 до 300 мл;
- продолжительность анализа по каждому показателю — не более 20 мин;
- ресурс лабораторий НКВ всех моделей составляет не менее 100 определений по каждому показателю, за исключением определения мутности и прозрачности (без ограничений);
- срок службы лабораторий составляет 2 года при соблюдении сроков годности используемых готовых аналитических реагентов и растворов, условий приготовления и хранения восполняемых потребителем растворов из готовых компонентов, а также использования комплектов пополнения;
- габаритные размеры ящика универсальной укладки — не более $75 \times 60 \times 26$ см, масса (брутто) — не более 25 кг;
- для замены израсходованных химических реагентов и растворов из состава лаборатории поставляется комплект пополнения в расчёте на 100 анализов по каждому определяемому компоненту. Комплект пополнения уложен отдельно от лаборатории и в её состав не входит (поставляется при заказе). Масса комплекта пополнения — не более 5 кг.

Подробнее информация о лабораториях НКВ всех моделей приведена в сопроводительной документации, прилагаемой к поставляемым изделиям, а также в соответствующих информационных материалах (приложение 3), которые доступны в сети Интернет и могут предоставляться по запросу.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.4. Другие портативные лаборатории и модульные изделия

Ниже приведена общая информация о производимых ЗАО «Крисмас+» модульных изделиях и некоторых других портативных лабораториях, применение которых предполагает выполнение анализа питьевой, природной и другой воды унифицированными методами (табл. 1). Благодаря наличию в составе изделий иллюстрированных руководств и методических пособий с описанием порядка работы, а также актуальности вопросов быстрого химического анализа воды при минимальной подготовке данная продукция успешно используется как в профессиональной деятельности, так и в системе образования, при разнообразных практиках, учебно-исследовательских и проектных работах школьниками и студентами.

Подробнее о модульных изделиях и портативных лабораториях производства ЗАО «Крисмас+» см. информацию на ресурсах <http://www.christmas-plus.ru/> и <https://shop.christmas-plus.ru/> и в приложении 3. Некоторые модульные изделия и портативные лаборатории приведены на рис. 5.

Многофункциональная лаборатория «Я эколог»

Многофункциональная лаборатория «Я эколог» (рис. 5, а) предназначена для учебных экологических исследований по оценке показателей состояния окружающей среды (химических, физико-химических, биотических, радиационных), доброкачественности и безопасности продуктов питания. Работы с применением данного комплектного оборудования могут выполняться как в лабораторных (стационарных), так и в полевых условиях.

Поставляемое изделие представляет собой многофункциональный модульный комплекс, позволяющий реализовать стандартные, авторские и экспериментальные программы по разнообразной учебно-научной и проектной тематике, направленной на изучение окружающей среды, безопасности жизнедеятельности, безопасности продуктов питания, охраны и защиты окружающей среды, природопользования и т. п.

Гидрохимическая оценка показателей качества воды проводится с применением тест-комплектов и тест-систем (24 показателя). Укладка сформирована по модульному принципу. Входящие в состав лаборатории «Я эколог» средства химического, физико-химического и радиационного контроля, дополняя друг друга, обеспечивают качественное расширение функциональных и исследовательских возможностей, а учебно-методические пособия эффективно содействуют повышению качества подготовки обучающихся.

2.4. Другие портативные лаборатории и модульные изделия



Рис. 5. Некоторые модульные изделия и портативные лаборатории на основе унифицированных методов анализа:
а — многофункциональная лаборатория «Я эколог»; б — укладка-лаборатория полевого химического контроля качества воды войсковая УКВ; в — портативная лаборатория «Остаточный активный хлор»; г — портативная лаборатория для определения фосфора в воде в разных формах «Фосфор»; д — мини-экспресс-лаборатория «Пчёлка-У/хим»

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Укладка-лаборатория полевого химического контроля качества воды (УКВ)

Укладка-лаборатория полевого химического контроля качества воды (УКВ) (рис. 5, б) является многофункциональным переносным аналитическим комплексом, сформированным под задачи полевого химического контроля воды. Позволяет решать задачи разведки водоисточников, контроля качества исходной и очищенной воды при эксплуатации войсковых средств очистки и опреснения воды, контроля качества воды при водоснабжении и т. п.

Предусматривает использование в качестве средств контроля тест-комплектов и тест-систем (27 показателей).

Лаборатория уложена в ранцевую укладку и два баула. В составе УКВ — 21 тест-комплект, набор тест-систем. По согласованному перечню в состав изделия могут включаться средства обнаружения специальных продуктов.

Портативная лаборатория «Остаточный активный хлор»

Портативная лаборатория «Остаточный активный хлор» (рис. 5, в) предназначена для экспресс-определения содержания остаточного активного хлора в питьевой и природной водах без разбавления пробы в соответствии с ГОСТ 18190.

Лаборатория позволяет эффективно осуществлять экспресс-контроль содержания свободного, связанного и суммарного остаточного (активного) хлора в питьевых, природных и очищенных водах тремя титриметрическими методами, предусмотренными ГОСТ 18190.

Портативная лаборатория для определения фосфора в воде в разных формах «Фосфор»

Портативная лаборатория «Фосфор» (рис. 5, г) предназначена для определения в воде фосфора в разных формах: ортофосфатов (суммарной концентрации анионов PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- , а также свободной H_3PO_4), гидролизующихся полифосфатов и эфиров фосфорной кислоты, органических фосфатов (сложных эфиров фосфорной кислоты), а также общего фосфора. Применяется для анализа питьевой воды, а также природных и очищенных сточных вод в полевых, лабораторных и производственных условиях.

Мини-экспресс-лаборатория «Пчёлка-У/хим»

Мини-экспресс-лаборатория «Пчёлка-У/хим» (рис. 5, д) представляет собой учебно-методический комплект и предназначена для проведения экологического практикума и учебно-исследовательских работ, связанных с первичным исследованием объектов окружающей среды (воздуха, воды, почвы, про-

2.4. Другие портативные лаборатории и модульные изделия

дуктов питания). Позволяет проводить занятия химико-экологической направленности среднего и повышенного уровня сложности. Имеющиеся в составе изделия реагенты и растворы позволяют выполнить анализ воды по основным компонентам минерального состава, биогенным элементам.

Комплект контрольного оборудования «Безопасность жизнедеятельности и экология» (БЖЭ)

Комплект контрольного оборудования «Безопасность жизнедеятельности и экология» (БЖЭ) предназначен для оценки и практического изучения экологических факторов опасности техногенного и естественного происхождения при проведении лабораторных работ в учреждениях среднего и высшего профессионального образования в рамках экологической общинженерной, политехнической и специальной подготовки. Позволяет выполнять экспресс-контроль аварийно химически опасных веществ (АХОВ) и оценку физических воздействующих факторов как при непосредственном применении, так и в составе специальных лабораторных установок и стендов.

Предусматривает в числе других направлений оценки показателей экологической ситуации анализ питьевой и природной воды унифицированными методами с определением 17 показателей с применением тест-комплектов и тест-систем.

Сформирован по модульному принципу и выпускается в четырёх модификациях (БЖЭ-1 — БЖЭ-4) в зависимости от согласованного объёма поставки. Данный комплект оборудования применяется при подготовке дипломированных специалистов среднего и высшего профессионального образования: инженерно-технического, технологического персонала, научных специалистов, бакалавров, магистров естественнонаучных и педагогических специальностей в рамках программ по БЖ, охране труда, инженерной защите окружающей среды и т. п. Имеет в составе методические пособия, практикум, практические руководства.

Типовой комплект оборудования для лаборатории «Экологический практикум»

Данный типовой комплект оборудования предназначен для проведения учебно-исследовательских работ и практикумов экологической направленности по тематике экологической оценки состояния окружающей среды в общем среднем образовании (химия, экология, биология, факультативы, профильные курсы), в среднем профессиональном и дополнительном образовании. Благодаря разносторонней направленности исследовательских работ и насыщенности разнообразным оборудованием создает максимальные возможности

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

для вовлечения обучаемых в разнообразные виды деятельности, реализации методик обучения по актуальной экологической тематике.

Предусматривает проведение демонстрационных опытов и лабораторных фронтальных работ (ученических экспериментов) по исследованию воды, воздуха, почвы, продуктов питания, показателей здоровья в условиях класса, учебной лаборатории, в полевых условиях.

Предусматривает анализ питьевой и природной воды унифицированными методами с определением 19 показателей с применением тест-комплектов и тест-систем.

Сформирован по модульному принципу. В составе оборудования: класс-комплект для лабораторных работ «Экология, химия, биология» (ЭХБ); комплект-практикум экологический КПЭ (включает 11 тест-комплектов и набор тест-систем); малая ранцевая укладка для полевых выездов (под заполнение тест-комплектами) и мини-библиотека учебно-методических пособий и руководств по оценке экологического состояния воды, воздуха, почвы, продуктов питания.

Типовой комплект оборудования для лаборатории «Экология и охрана окружающей среды»

Типовой комплект оборудования для лаборатории «Экология и охрана окружающей среды» предназначен для проведения практических работ в рамках программ профессионального обучения с отражением вопросов промышленной экологии, экологического мониторинга, природопользования, техники и технологии защиты окружающей среды, безопасности жизнедеятельности в системе среднего и высшего профессионального образования. Позволяет практически изучать экологические природные и техногенные факторы, параметры работы водоочистного оборудования, систем водоснабжения и др.

Позволяет учащимся и студентам приобретать умения и навыки самостоятельной работы, проведения экологических экспертиз, обеспечения экологической безопасности в бытовых и производственных условиях.

Сформирован по модульному принципу. Включает до 6 лабораторных установок (в зависимости от модификации) со средствами экспресс-контроля — тест-комплектами и тест-системами (6 показателей при анализе воды).

Комплект-практикум экологический КПЭ

Комплект-практикум экологический КПЭ предназначен для проведения учебно-исследовательских работ по тематике экологической оценки состояния окружающей среды в общем среднем образовании (профильные курсы, факультативы, химия, экология, биология) а также профессиональном и до-

2.4. Другие портативные лаборатории и модульные изделия

полнительном образовании. В числе других измерительных средств содержит 11 тест-комплектов и набор тест-систем. Позволяет провести оценку экологического состояния водных объектов и показателей качества воды унифицированными методами по 20 показателям. Сформирован по модульному принципу.

Набор химических средств для оценки качества воды «НХС-вода»

Набор химических средств для оценки качества воды «НХС-вода» предназначен для экспресс-анализа основных показателей качества воды при изучении методов и оборудования по её очистке. Разработан специально для оснащения лабораторных работ в учреждениях профессионального образования — вузах, колледжах, в курсах безопасности жизнедеятельности, инженерной защиты окружающей среды и т. п. Применяется при проведении лабораторных работ на реальной и модельной воде в составе лабораторных установок («Методы очистки воздуха от газообразных примесей» БЖ7/1, «Методы очистки воды» БЖ 8м и БЖ 8м2 и т. п.). В составе тест-комплекты и тест-системы, позволяющие определить анализировать воду по 5 и более показателям.

Школьная химико-экологическая лаборатория ШХЭЛ (учебно-методический комплект, класс-комплект)

Лаборатория ШХЭЛ представляет собой совокупность изделий и модулей, каждый из которых включает специально подобранные готовые к применению реагенты, тест-системы, портативные средства дозирования проб, мерную пластмассовую и стеклянную посуду и др., размещённые в упаковке для учителя и в наборах для учащихся (класс-комплект). Помимо этого, изделие содержит комплект пособий и документации — общее методическое руководство, химико-экологический практикум, руководства по сопряжённой тематике исследований, пособия для учащихся, паспорта на изделие в целом и его обособленные составные части, сертификаты и др.

Применение изделия при работе с учащимися 8–11 классов предусматривается в условиях их урочной и внеурочной деятельности. Может быть использовано для лабораторно-демонстрационной, экспериментальной и проектно-исследовательской деятельности учащихся, при проведении практических работ и решении экспериментальных исследовательских задач. Применяется в условиях учебной школьной химической лаборатории, класса химии, а также в полевых (внешкольных, внелабораторных) условиях.

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ С КОМПЛЕКТАМИ ДЛЯ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВОДЫ (ПОЛЕЗНАЯ ИНФОРМАЦИЯ)

3.1. Общие сведения о применении тест-комплектов и портативных лабораторий

Большинство анализов с применением тест-комплектов и портативных лабораторий ЗАО «Крисмас+» может выполнять оператор со средним специальным образованием (например, лаборант), ознакомленный с правилами техники безопасности, освоивший приведённые методики, имеющий навыки выполнения основных операций и прошедший проверку знаний и навыков (правил безопасной работы, отбора и подготовки проб, приготовления растворов из готовых реагентов, проведения титрования и фотометрирования, использования шкал для визуального колориметрирования и др.).

Несколько сложнее анализы фотометрическими методами, требующие более глубоких знаний и навыков в освоении методов.

Повышенную сложность также могут представлять работы по определению некоторых показателей, проводимые обычно в лабораторных условиях и требующие знаний и навыков работы в химической лаборатории (правил техники безопасности при работе с растворами кислот, использования различной мерной посуды, аналитического взвешивания, знаний при пересчётах концентраций и т. п.). Для используемых при анализе методов характерна относительная простота и экспрессность, что выражается в наличии полностью готовых к применению реагентов и растворов и удобных и компактных средств их дозирования, использовании малых объёмов проб и некоторых упрощённых процедур анализа, а также подробном описании операций анализа и подготовки к нему в сопроводительной документации. Вышеуказанное позволяет свести к минимуму риски наработки данных, содержащих грубые случайные либо систематические ошибки, а также неполный учёт факторов, важных для правильных измерений (подробнее приведены в п. 3.5–3.6 настоящего руководства).

Перед тем как приступить к анализу воды, необходимо познакомиться с информацией о выполнении анализов и практически освоить основные аналитические операции. Для этого обычно в лабораторных условиях проводится обучение приёмам работы и правилам техники безопасности

3.1. Общие сведения о применении тест-комплектов и портативных лабораторий

(см. главу 4 «Меры безопасности»). При обучении используются растворы реагентов-стандартов, имеющих в своём составе определяемый компонент (катион, анион, функциональные группы) с точно известным значением концентрации целевого компонента. Хорошим объектом для анализа при обучении является продающаяся в магазинах минеральная вода с известным химическим составом, данные о котором приводятся, как правило, на этикетке бутылки. Обучение по выполнению отдельных определений проводится под руководством специалиста-аналитика или преподавателя.

Используемые при выполнении анализа растворы, реагенты, посуда и другие элементы состава комплекта должны быть предварительно осмотрены. При осмотре проверяют:

- целостность и герметичность упаковки реагентов и растворов;
- соответствие выбранного для использования реагента (раствора) или посуды требованиям методики анализа, наличие хорошо и однозначно читаемой этикетки, меток на мерной посуде, контрольных шкал;
- мерную посуду, пробирки, контрольные шкалы и др. — на отсутствие повреждений.

При транспортировке оборудования для анализа, склянки с реагентами и растворами и принадлежности следует располагать в укладочных ящиках на предусмотренных для них местах. Это позволит обеспечить надёжную доставку изделий для анализа к месту работы, исключить бой посуды и попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.

Ниже приведено несколько общих правил, которые следует учитывать при выполнении определений и подготовке к ним.

Отбор проб воды и подготовку их к химическому анализу следует проводить строго в соответствии с методикой, приведённой в настоящем руководстве, картах-инструкциях (при их наличии) и (или) в паспортах, прилагаемых к тест-комплексам.



При наличии разночтений в текстах руководства, карт-инструкций и паспорта следует выполнять операции согласно описанию в паспорте или дополнительному сопроводительному материалу, прилагаемому к соответствующему изделию.

Производитель не несёт ответственности за использование химикатов, не входящих в состав изделий ЗАО «Крисмас+», химических реагентов и растворов не по назначению либо в случаях нарушения предписанной настоящим руководством или иной сопроводительной документацией методики анализа.

Для выполнения анализа следует учитывать правила отбора, консервации, подготовки и хранения проб (приведены в главе 5).

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

При выполнении операций бывает необходимо перенести реагенты или растворы из одной ёмкости в другую. При этом перенести реагент (раствор) *полностью* — значит перенести его без видимых остатков в исходной ёмкости. Такой способ обычно используется при добавлении реагента из капсулы. *Перенести реагент куда-либо количественно* — значит перенести полностью видимую часть реагента и, обмыв подходящим растворителем внутреннюю поверхность исходной ёмкости (капсулы, склянки), добавить смывку к основной его порции. Такой способ обычно используется при приготовлении растворов из стандарт-титра (фисканала).

Сроки годности реагентов и растворов приведены в описаниях их приготовления. Если в тексте нет сведений о сроке годности раствора, его считают по сроку годности изделия, в котором он используется, причём срок годности устанавливается исходя из сохранения качества раствора (либо всего изделия) при условии его хранения при комнатной температуре, т. е. не более 20–25 °С. Следует иметь в виду, что хранение раствора при повышенной температуре (свыше 25 °С) приводит к сокращению срока годности; хранение при пониженной температуре (например, во льду, в непищевом холодильнике), наоборот, позволяет увеличить срок его годности или продолжительность возможного использования раствора. Данная особенность объясняется тем, что потеря качества аналитического раствора со временем обусловлена протекающими химическими реакциями, имеющими свойство ускоряться в 2–4 раза при повышении температуры на каждые 10 °С (правило Вант-Гоффа).

Выполнение анализа предполагает иногда использование расходуемых материалов (растворителей, солей и т. п.), а также посуды в количествах, которые нецелесообразно включать в состав поставляемых портативных изделий. При приготовлении растворов часто используется дистиллированная вода, которую во многих случаях (за исключением специально оговорённых) можно заменить на чистую прокипячённую маломинерализованную питьевую воду. Пригодность замены дистиллированной или заменяемой воды при определении конкретного показателя можно проверить выполнением анализа холостой пробы.

В некоторых операциях используется также типовая мерная и другая посуда — мерные цилиндры, стаканы, колбы на 0,5; 1 л и т. п. Многие из указанного предусмотрено в составе в поставляемых портативных лабораториях и, как правило, имеется в профессиональных и учебных стационарных лабораториях.

При отсутствии достаточной обеспеченности посудой для приготовления растворов рекомендуется иметь в распоряжении набор типовой посуды многофункциональный (приложение 4).

3.2. Рабочие условия при анализе

Портативные лаборатории и тест-комплекты следует хранить в сухом прохладном месте. Основное рекомендуемое положение при транспортировании и хранении — вертикальное.

После проведения анализа всю посуду следует промыть чистой водой (желательно также высушить), флаконы с растворами необходимо герметично закрыть и уложить в укладочные контейнеры. Затруднения при закрывании контейнеров обычно свидетельствуют о небрежности при укладке.

3.2. Рабочие условия при анализе

Определения с применением тест-комплектов, портативных лабораторий НКВ и т. п. при количественном анализе выполняются при следующих рабочих условиях¹⁴:

- 1) температура анализируемой пробы — от 10 до 35 °C;
- 2) температура и относительная влажность атмосферного воздуха, а также атмосферное давление не регламентируются.

Примечание. При фотометрическом анализе ограничения могут быть связаны с рабочими условиями использования фотозлектроколориметра.

Практически вне лабораторных условий вышеприведённые значения температур можно встретить не всегда. Во избежание нецелесообразных ограничений при оценке допустимости значений рабочих температур при выполнении анализов можно привести несколько практических соображений о факторах, принципиально способных влиять на результат анализа.

Концентрация образующегося при химико-аналитической реакции вещества, как правило, связана с концентрациями других участвующих в реакции или образующихся в растворе веществ. При разработке аналитических рецептов в технологиях ЗАО «Крисмас+» установлен оптимальный диапазон концентраций реагентов. Это означает относительно стабильный выход химико-аналитической реакции при небольших изменениях внешних условий (температуры в пределах вышеуказанных значений), а также неточностях в дозировке объёмов пробы и аналитических растворов.

Также надо иметь в виду, что при пониженной температуре следует ожидать некоторое замедление завершения реакции, а при повышенной — её ускорение (правило Вант-Гоффа).

Вышеприведённые рабочие условия применения унифицированных химико-аналитических методик не сказываются сколько-нибудь заметным образом на скорости и выходе химико-аналитической реакции.

¹⁴ Данные условия согласуются с условиями измерений согласно аттестованным методикам измерений ЗАО «Крисмас+» (внесены в Федеральный реестр, см. «Список нормативных документов», Б).

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Те же методы в их полуколичественном варианте могут быть использованы в более широком диапазоне температур от 3–5 °С до 40–45 °С.

Ограничения по минимальной температуре могут быть легко устранены путём подогрева проб перед анализом (сложнее охладить пробы в условиях повышенной температуры). Ограничения по температуре не распространяются на условия отбора проб, если иное не оговорено в тексте определения настоящего руководства либо в паспорте на соответствующий тест-комплект (портативную лабораторию).

3.3. О способах выражения концентраций веществ в растворах

В химическом анализе используются различные растворённые вещества (реагенты, буферные смеси, фиксирующие агенты, консерванты и т. п.) и растворители (вода, этанол и водно-спиртовые смеси, органические экстрагенты). В учебных пособиях, руководствах для химиков-аналитиков, нормативных документах (государственных (ГОСТ) и отраслевых (ОСТ) стандартах, РД, МУ и др.) и справочной литературе можно встретить различные способы выражения концентраций. Ниже мы остановимся на некоторых из них, наиболее часто встречающихся, но сначала приведём краткую информацию по основополагающим единицам измерений, применяющимся при описании различных способов выражения концентраций химических веществ в растворах¹⁵.

Масса вещества обозначается как $m(X)$ (где X — химический символ вещества) и обычно измеряется в граммах или миллиграммах.

За единицу *количества вещества* $n(X)$ принят *моль*. Масса одного моля вещества называется *молярной массой* вещества. Последняя обозначается буквой M и измеряется в граммах на моль. Например, $M(\text{Cu}) = 63,54$ г/моль, $M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98,08$ г/моль.

Наряду с единицей количества вещества используется также единица *количества вещества эквивалентов* $n[(1/z)X]$, определяемая как произведение числа эквивалентности $z(X)$ на количество вещества $n(X)$. При этом под *эквивалентом* подразумевают реальную или условную частицу вещества, которая в конкретной кислотно-основной реакции эквивалентна одному иону водорода, в окислительно-восстановительной реакции — одному электрону. Соответственно, *число эквивалентности* $z(X)$ определяется исходя из химической формулы вещества и типа химической реакции:

¹⁵ Способы выражения концентраций химических веществ в международной системе единиц (СИ) приводятся в соответствии с ГОСТ 8.417.

3.3. О способах выражения концентраций веществ в растворах

- для кислот $z(X)$ равно числу катионов водорода, способных замещаться катионами металлов. Например, $z(\text{HCl}) = 1$, $z(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$;
- для гидроксидов $z(X)$ равно числу гидроксигрупп OH^- . Например, $z(\text{NaOH}) = 1$, $z[\text{Al}(\text{OH})_3] = 3$;
- для солей $z(X)$ равно числу катионов водорода кислоты, замещённых катионами металла или аммония. Например, $z(\text{NaCl}) = 1$, $z[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3] = 6$.

Молярная масса эквивалента $M[(1/z)X]$ есть отношение молярной массы $M(X)$ вещества к числу эквивалентности.

Например, $M(1/1\text{HCl}) = 36,46/1 = 36,46$ г/моль; $M[1/6\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3] = 399,88/6 = 66,65$ г/моль.

Понятие «молярная масса эквивалента» равноценно прежнему «грамм-эквивалент», в современной документации к использованию не рекомендуемому.

Молярная концентрация вещества (c) в моль/л — отношение количества растворённого вещества в молях (n) к объёму раствора (V) в литрах, рассчитывается по формуле (1):

$$c = \frac{n}{V}. \quad (1)$$

Молярная концентрация численно равна количеству молей вещества, содержащихся в 1 литре (1000 мл, 1 дм³) раствора.

Молярную концентрацию записывают следующим образом: $c(\text{HCl}) = 3$ моль/л; $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$ моль/л.

Пример. Приготовление 50 мл раствора поваренной соли с молярной концентрацией 0,1 моль/л (т. е. $c(\text{NaCl}) = 0,1$ моль/л).

Молярная масса NaCl составляет $M(\text{NaCl}) = 58$ г/моль. В 1000 мл раствора с концентрацией $c(\text{NaCl}) = 0,1$ моль/л должно содержаться $n(\text{NaCl}) = 0,1$ моль NaCl, или $m(\text{NaCl}) = 5,8$ г. В 50 мл раствора должно содержаться x г NaCl, определяемых по формуле (1):

$$x = \frac{5,8 \times 50}{1000} = 0,29 \text{ г (290 мг)}.$$

Для приготовления требуемого раствора навеску соли в 0,29 г следует поместить в мерную колбу на 50 мл и долить дистиллированную воду до метки. Содержимое колбы перемешать до полного растворения соли.

Молярная концентрация эквивалента $c[(1/z)X]$ (ранее данная величина называлась нормальностью) есть произведение молярной концентрации $c(X)$ на число эквивалентности z данного вещества, т. е. $c[(1/z)X] = c(X) \times z$.

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Молярная концентрация эквивалента показывает количество вещества эквивалентов (КВЭ), содержащееся в 1 л раствора.

Для многих используемых в химическом анализе растворов (KCl, HCl, NaOH и др.) молярная концентрация эквивалентов веществ совпадает с их молярной концентрацией.

Размерность молярной концентрации эквивалентов вещества записывается в виде *моль/л* (*ммоль/л*).

Пример. Приготовление 50 мл раствора сульфата алюминия с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/л (т. е. $c[(1/z)Al_2(SO_4)_3] = 1$ моль/л эквивалента).

Для сульфата алюминия число эквивалентности $z[Al_2(SO_4)_3]$ равно 6.

$c[Al_2(SO_4)_3] = 1/6 = 0,167$ моль/л.

$M[Al_2(SO_4)_3] = 342$ г/моль ($27 \times 2 + 32 \times 3 + 16 \times 12 = 342$); следовательно,

$m[Al_2(SO_4)_3] = 342 \times 0,167 = 57$ г.

Составляем пропорцию: 57 г $Al_2(SO_4)_3$ должно содержаться в 1000 мл раствора, x г — в 50 мл раствора:

$$x = \frac{57 \times 50}{1000} = 2,85 \text{ г.}$$

Следовательно, необходимо отвесить на весах 2,85 г Al_2SO_4 , поместить эту навеску в мерную колбу на 50 мл и долить дистиллированную воду до метки. Содержимое колбы перемешать до полного растворения соли.

Массовая доля (массовый процент, процентная концентрация) (ω) в % — отношение массы растворённого вещества (m_e) к общей массе раствора, т. е. сумме масс растворённого вещества и растворителя (m_p), рассчитывается по формуле (2):

$$\omega = \frac{m_e}{m_e + m_p} 100. \quad (2)$$

Для разбавленных растворов, имеющих значение плотности, близкое 1 г/см³, часто пользуются такой разновидностью массовой доли, как *массовая концентрация*, измеряемая в мг/л (г/л, г/дм³ т. п.).

Пример. Приготовление 50 г раствора соли с массовой долей 5% (5%-го раствора).

В 100 г раствора содержится 5 г соли, в 50 г раствора содержится x г соли.

$$x = \frac{5 \times 50}{100} = 2,5 \text{ г.}$$

Отвесить 2,5 г соли, поместить её в колбу (стакан) и добавить воды до объёма 50 мл. Перемешать до полного растворения соли.

3.3. О способах выражения концентраций веществ в растворах

Молярная доля (N) — отношение числа молей данного компонента (n_1) к сумме молей данного компонента и всех других компонентов раствора (растворителя и других растворённых веществ (n_2), рассчитывается по формуле (3):

$$N = \frac{n_1}{n_1 + n_2}. \quad (3)$$

Аналогично определяется **объёмная доля**.

Молярная концентрация (B) в моль/кг — отношение количества растворённого вещества в молях (n) к массе растворителя (m), рассчитывается по формуле (4):

$$B = \frac{n}{m}. \quad (4)$$

В иностранной и отечественной документации иногда встречаются выражение массовой доли (массовой концентрации) в единицах *ppm* (одна часть на миллион, для растворов соответствует мг/л) и *промилле* (‰, одна часть на тысячу, для растворов соответствует г/л или 0,1%). В *промилле* часто выражают солёность воды и концентрации в биологических жидкостях.

Встречаются также производные от единиц измерения концентраций: например, мг/л, мг/дм³, мг/см³, мг/мл, ммоль/л, г/мл и др. Наиболее употребимыми единицами в справочной литературе применительно к оценке содержания примесей в воде (например, значения ПДК) являются мг/л и ммоль/л эквивалента.

В некоторых методиках измерений и руководствах по аналитической химии встречается (в настоящее время всё реже) такой способ выражения концентраций, как *титр раствора* (простой титр) и титр по определяемому веществу (условный титр). *Простой титр* представляет собой массу растворённого вещества (в граммах, миллиграммах), содержащуюся в одном миллилитре (см³) раствора. *Условный титр* представляет собой массу какого-либо определяемого вещества, реагирующего с одним миллилитром данного раствора (т. е. массу вещества, оттитровываемую одним миллилитром раствора). Титр обозначается латинской буквой T (тэ) и измеряется в мг/мл.

Следует отметить изменения в обозначении концентрации солей жёсткости. С 2003 г. жёсткость воды обозначается как (Ж) и выражается в градусах жёсткости (°Ж). Градус жёсткости соответствует концентрации щелочноземельного элемента, преимущественно кальция (Ca^{2+}) или магния (Mg^{2+}), численно равной 1/2 его моля, выраженной в мг/л (ГОСТ Р 52029). Таким образом, вместо использовавшейся ранее размерности общей жёсткости ммоль/л или г-моль/л экв. следует использовать °Ж, при этом численные значения величины жёсткости не изменяются. 1°Ж = 20,04 мг/л [Ca^{2+}] или 12,15 мг/л [Mg^{2+}].

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Надо иметь в виду, что практически в профессиональной и учебной работе нередко встречаются устаревшие единицы измерений концентраций, ныне не рекомендуемые к применению. Это обусловлено обычно наличием давно изданных, но действующих нормативных документов и пособий, традициями и инерцией в профессиональной работе и т. п.

О способах выражения концентраций веществ в почве

В соответствии с ГОСТ 27593-88 содержание химического вещества в почве выражается его массовой долей, которая определяется как отношение массы химического вещества к общей массе воздушно-сухой и (или) абсолютно сухой пробы почвы. Содержание в почве компонента обычно может быть определено количеством миллиграммов вещества в 1 кг почвы (или мг/кг), что равнозначно применяемой также единице — количеству частей на миллион, *ppm* (parts per million). Важно, что почва должна быть сухой, чтобы остаточное количество влаги не привело к занижению значения содержания целевого компонента.

В тех случаях когда определяют содержание катионов или анионов, результаты анализа выражают в ммоль экв. (мг-моль экв.) на 100 г почвы. Такой способ выражения результатов анализа позволяет, например, оценить долю, которую составляет тот или иной катион от суммы обменных катионов; позволяет также оценить роль отдельных катионов и анионов в составе легкорастворимых солей в почвенных вытяжках и расчётным путём приблизительно установить их состав.

Следует иметь в виду, что при химическом анализе пробы водной вытяжки результат определения массовой концентрации выражается обычно в миллиграммах анализируемого компонента в 1 л (мг/л). Для перехода к выражению содержания данного компонента к его массовой доле в почве следует полученное значение концентрации компонента в вытяжке:

1) умножить на коэффициент, учитывающий отношение массы раствора к массе образца почвы при изготовлении вытяжки, переведя тем самым значение в массовую долю в единицах мг/кг сухой почвы;

2) при необходимости далее перевести результат в массовые проценты, для чего умножить полученное значение в мг/кг на коэффициент 10^{-4} , получив результат в процентах или в граммах на 100 г почвы.

Пример. Результат определения концентрации сульфат-иона в водной вытяжке, полученной в массовом соотношении 5 : 1 (вода — сухая почва), составил $C_B = 25$ мг/л. Соответствующее значение содержания сульфат-иона в сухой почве (C_{II}) составляет:

$$C_{II} = 25 \times 5 = 125 \text{ мг/кг, или } 25 \times 5 \times 10^{-4} = 0,0125\%.$$

Подробная информация о выражении результатов химического анализа почвенных вытяжек приведена в руководствах¹⁶.

¹⁶ Муравьев А.Г., Каррыев Б.Б., Лянзберг А.Р. Указ. соч. ; Химический анализ почвы.

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

Характеристики проб воды при анализах унифицированными методами определяются визуальным, визуально-колориметрическим, органолептическим, титриметрическим, турбидиметрическим, фотометрическим и расчётным методом. Характеристики водных почвенных вытяжек (для некоторых показателей) определяются путём их анализа с помощью методов, используемых для анализа соответствующих компонентов в воде. Большинство показателей определяются в соответствии с действующими нормативными документами — аттестованными методами измерений ЗАО «Крисмас+», а также нормативными документами ПНД Ф 14., РД 52.24... и т. п.

3.4.1. Типичные операции, выполняемые при анализе

При анализе различные операции, приведенные в главе 6, выполняются на основании текста и соответствующего рисунка (при его наличии). Ниже приводятся типичные операции, выполнение которых составляет значительную часть подготовительных и аналитических работ при определении того или иного показателя. От корректного выполнения этих (и других) операций во многом зависит правильность получаемого результата анализа.

Фильтрация растворов, проб или суспензий является важной операцией, часто выполняемой при химическом анализе. Эта операция выполняется в следующих типичных ситуациях:

- при отборе проб воды, когда проба выглядит мутной, имеющей взвешенные частицы;
- при отборе проб воды для определения показателя, который требуется анализировать именно в растворённой форме (при отсутствии фильтрации результатом анализа окажется определяемый компонент, имевшийся в пробе в растворённом, а также в адсорбированном и взвешенном состоянии);
- при приготовлении некоторых растворов и обработке проб, в ходе которых необходимо отделить отфильтрованный раствор (фильтрат) от осадка, причём дальнейшие операции могут выполняться с использованием как фильтрата, так и осадка;
- при фильтрации почвенных суспензий;
- при приготовлении вытяжек из сыпучих продуктов и твёрдых образцов для их последующего исследования и т. п.

Считается, что при фильтрации для эффективного отделения растворённых форм компонента раствора от взвешенных следует использовать фильтр с размером пор около 0,45 мкм. В настоящем руководстве предусмотрено филь-

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

трование проб с использованием мембранного фильтра с указанным размером пор либо специального бумажного фильтра «синяя лента», близким по размеру пор к мембранному фильтру. Учитывая, что использование бумажных фильтров «синяя лента» легче выполнимо в полевых и лабораторных условиях и при этом обеспечивает достаточно эффективное фильтрование, бумажные фильтры входят в состав многих портативных лабораторий и тест-комплектов производства ЗАО «Крисмас+».

Для ускорения фильтрования вместо обычного фильтра используется складчатый. В этом случае работает вся поверхность листа, и фильтрование идёт быстрее. Изготовить складчатый фильтр несложно (рис. 6): обычный бумажный фильтр складывают пополам, затем складывают мелкой гармошкой, после чего аккуратно расправляют и вставляют в воронку установки для фильтрования.

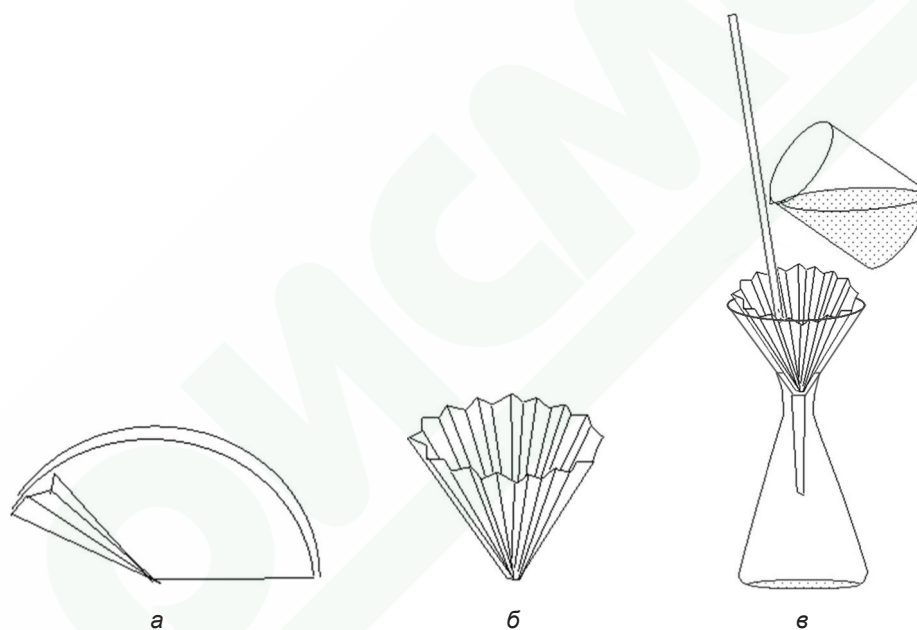


Рис. 6. Приготовление складчатого фильтра и фильтрование:
а — изготовление складчатого фильтра, б — готовый складчатый фильтр,
в — установка для фильтрования

Ниже приводим несколько основных правил при фильтровании через бумажные фильтры.

- Не заглаживайте сильно центр фильтра, бумага там может легко порваться!

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

- Фильтр следует выбирать такого размера, чтобы он слегка (на 3–5 мм) выступал из воронки. При излишних размерах фильтра его нужно обрезать ножницами.

- Приливая первые порции жидкости, слегка придерживайте фильтр палочкой. Далее жидкость со взвесью или осадком приливайте аккуратно и по стеклянной палочке, не допуская взбаламучивания уже сложившегося осадка.

- Первую порцию фильтрата (20–30 мл или более, если фильтр больших размеров) отбросьте, предварительно ополоснув ею приёмную колбу (эта порция собирает в себе загрязнения).

- Не упирайтесь палочкой в фильтр — влажная бумага легко рвётся! Также не пытайтесь ускорить фильтрование, перемешивая осадок на фильтре.

- Фильтрование идёт тем быстрее, чем больше жидкости на фильтре, но нельзя наливать до верхнего края бумаги (легко перелить)!

- Если фильтр всё же прорвался, надо приготовить новый и отфильтровать всё заново в чистую колбу. Прорванный фильтр с осадком при этом можно положить в новый фильтр, облегчив тем самым фильтрование и сохранив уже осадок на фильтре.



Отбор пробы воды или вытяжки в требуемую посуду обычно производят до меток, нанесённых на склянке (колбе, пробирке). Для точности отбор может производиться с применением имеющегося в составе оборудования — градуированных пипеток и цилиндров малого объёма.



Перед заполнением склянки (пробирки, колбы) пробой следует убедиться в чистоте посуды, после чего её следует несколько раз ополоснуть анализируемой водой (вытяжкой).

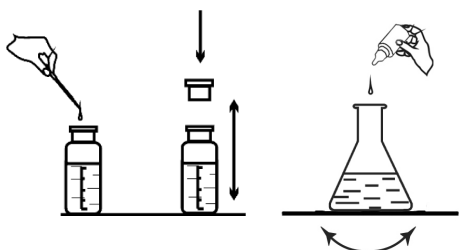


Для удобства работы с пробирками их устанавливают в штативы.



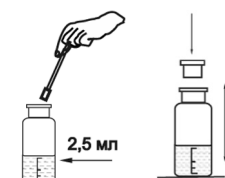
Добавление жидких реагентов (растворов) к пробе или раствору производится градуированными пипетками, предусмотренными для данной операции.

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...



В случаях добавления реагента по каплям соответствующий раствор может быть добавлен с применением полимерной пипетки или непосредственно из флакона-капельницы (в зависимости от имеющегося в составе оборудования).

После добавления реагента раствор необходимо перемешать, если в тексте не предусмотрено иное. Пипетку после добавления раствора необходимо промыть чистой водой.



Добавление сыпучих реагентов к пробе производится пересыпанием из капсул, а также добавлением при помощи мерной ложки или шпателя.



При использовании мерной ложки (шпателя) сыпучий реагент не должен содержать комков. Реагентом следует заполнять весь объём мерной ложки без горки. После добавления раствор перемешивают до полного растворения добавленного реагента.



10 минут

В тех пунктах, где это предусмотрено, пробу оставляют на указанное время для протекания реакции или иного процесса.

Полевые исследования часто предусматривают также оценку состояния почвы по показателям кислотности, засоленности и обеспеченности соединениями азота и фосфора, что выполнимо с применением различных портативных лабораторий и тест-комплектов. Отбор и подготовка почвы имеют характерные особенности, которые описаны в специальной литературе¹⁷ и кратко отражены в п. 5.4.

Обработанная проба по методике анализа в большинстве методов титруется или подвергается колориметрированию (визуально либо фотометрически).

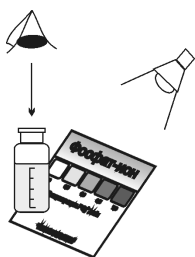


Титрование пробы может выполняться в упрощённом варианте (укороченная пипетка со шприцем) либо с применением пипетки (бюретки) в титровальной установке.

При титровании необходимо определить объём раствора титранта как разность между объёмом раствора в пипетке в начале и по окончании титрования. Подробнее об операциях при титриметрическом определении см. в п. 3.4.3.

¹⁷ Муравьёв А.Г., Каррыев Б.Б., Лянзберг А.Р. Указ. соч. ; Химический анализ почвы.

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций



О визуальном колориметрировании пробы см. «Особенности выполнения анализа колориметрическими методами» в п. 3.4.4.



О фотометрировании пробы см. в п. 3.4.5 и в тексте определений соответствующих показателей.

**Расчётная
формула**

В ряде определений предусмотрен *расчёт результатов анализа*, который может выполняться по полной либо упрощённой формуле.

3.4.2. Органолептические оценки и методы

Органолептическая оценка качества воды — обязательная начальная процедура контроля воды. Её правильному проведению специалисты придают большое значение. Международные стандарты ИСО 6658 и другие устанавливают специальные требования к дегустаторам (лицам, привлекаемым к органолептической оценке) и методам проведения дегустации.

Органолептические методы используются при определении таких показателей, как запах, вкус, цвет (цветность), мутность и прозрачность. При этом человек, выполняющий анализ, должен уметь корректно определять указанные показатели, используя собственные вкусовые ощущения, обоняние и зрение. При определении цвета и мутности следует обеспечивать освещение, достаточное по его характеру, интенсивности и направленности; при определении запаха влияющими факторами являются температура пробы и движение воздуха (наличие ветра).

3.4.3. Титриметрические методы

Титриметрический метод анализа основан на количественном определении объёма раствора одного из двух веществ, вступающих между собой в реакцию, причём концентрация одного из них должна быть точно известна. Метод заключается в том, что к определяемому веществу в пробе прибавляют раствор

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

реагента известной концентрации (титранта) до тех пор, пока его количество не станет эквивалентным количеству прореагировавшего с ним определяемого вещества. При анализе раствор титранта помещают в бюретку (пипетку) и осторожно, малыми порциями, приливают его к исследуемому раствору. Эта операция называется титрованием. В момент окончания реакции достигается точка эквивалентности. В точке эквивалентности затраченное на титрование количество (моль) титранта равно и химически эквивалентно количеству (моль) определяемого компонента. Точку эквивалентности обычно определяют, вводя в раствор соответствующий индикатор и наблюдая за резким изменением окраски.

Особенностью титриметрических методов анализа является зависимость объёма раствора титранта от уровня контролируемой концентрации. Это обусловлено тем, что расходуемые при титриметрическом определении реагенты могут включать растворы с неизменным расходом на одно определение, но они обязательно включают раствор титранта, расход которого при анализе непостоянен и зависит от фактической концентрации титруемого компонента. Расход титранта можно считать связанным расчётной формулой (имеются в описании методик определения, см. раздел 6) со значением показателя, заданным для контроля. Это приводит к необходимости устанавливать ресурс изделий при титриметрическом определении в виде интервала значений количества анализов.

При выполнении анализа титриметрическим методом (щёлочность, хлориды, общая жёсткость и др.) определение проводят в конических колбах различной вместимости и в склянках с метками (2,5; 5; 10; 20 мл). В процессе титрования раствор перемешивают круговыми движениями либо встряхиванием.

При титровании необходимо определить объём раствора титранта, израсходованный при титровании до точки эквивалентности.

При анализе маломинерализованных вод целесообразно применять титрованные растворы с пониженной концентрацией (до 0,02–0,03 моль/л), которые могут быть получены соответствующим разбавлением более концентрированных титрованных растворов дистиллированной водой.

Пример. Для разбавления раствора с концентрацией 0,1 моль/л водой для получения раствора с концентрацией 0,02 моль/л необходимо произвести разбавление в 5 раз (т. е. в соотношении 1 : 4), для чего смешать 100 мл указанного раствора с 400 мл воды, при этом общее количество полученного разбавленного раствора с нужной концентрацией составит 500 мл.

Требуемые объёмы растворов при титровании отмеряют с помощью бюреток, градуированных пипеток или более простых дозирующих устройств — шприцев, полимерных пипеток, флаконов-капельниц. Наиболее удобной и точной при титровании является применение профессиональной бюретки или стандартной градуированной пипетки (рис. 7).

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

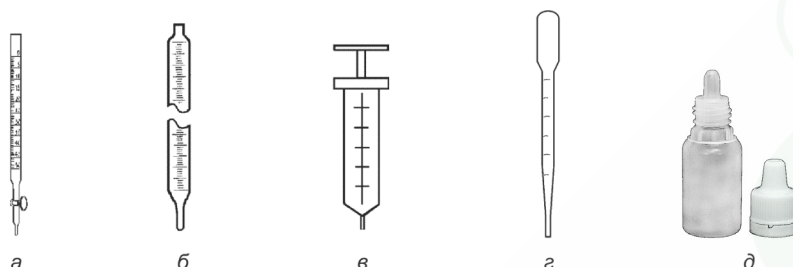


Рис. 7. Средства дозирования растворов:

а — бюретка с краном; б — градуированная пипетка; в — шприц-дозатор;
г — пипетка полимерная; д — флакон-капельница

Для удобства заполнения мерных пипеток растворами и титрования их герметично соединяют со шприцем достаточной вместимости посредством силиконовой трубки.



Запрещается заполнение пипеток растворами путём их всасывания ртом!

Во многих изделиях производства ЗАО «Крисмас+» предусмотрена работа с градуированными пипетками, установленными в стойке-штативе вместе со шприцем-дозатором, герметично соединённым с пипеткой гибкой полимерной трубкой (рис. 8 и 9).

Так, использование такой установки, закреплённой на стенке контейнера, применено в некоторых тест-комплектах (рис. 8, в).

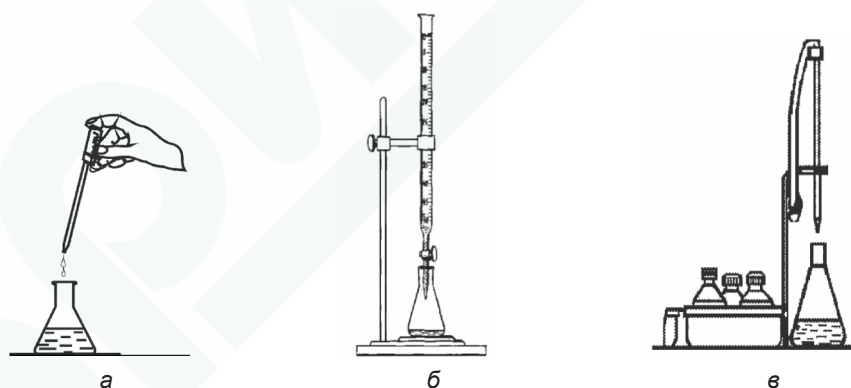


Рис. 8. Установки для титрования:

а — укороченная пипетка со шприцем, удерживаемая рукой;
б — бюретка с краном в лабораторном штативе;
в — градуированная пипетка со шприцем в стойке-штативе,
устанавливаемой на стенке контейнера

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Ещё более удобна в применении установка для титрования, входящая в состав портативных лабораторий (лаборатории анализа воды модели НКВ-12, судовой и котловой водно-химических экспресс-лабораторий СЛКВ и ВХЭЛ, настольной почвенной лаборатории типа НПЛ), имеющих корпуса с откидывающимся к оператору столиком. Такая установка для титрования (рис. 9) представляет собой лёгкую сборную конструкцию, позволяющую удобно выполнять титрование с использованием градуированной пипетки, соединённой через полимерную трубку (6) со шприцем, при этом все указанные составные части размещаются и фиксируются на своих местах в съёмной стойке-штативе. При этом стойка-штатив (2) плотно устанавливается в петлю (1) на рабочем столике оператора. Стойка-штатив снабжена креплениями для стандартных калиброванных шприцев разного объёма от 2 до 10 мл (5), а также для различных градуированных пипеток разного диаметра объёмом от 1,0 до 10 мл (9). Надёжное фиксирование пипетки в отверстии штатива на нужной высоте достигается использованием ограничительного кольца из полимерной трубки, расположенного на пипетке на нужной высоте (8). В качестве ограничительного кольца можно использовать готовые кольца, предусмотренные в составе комплекта или отрезанные от соединительной трубки (6).

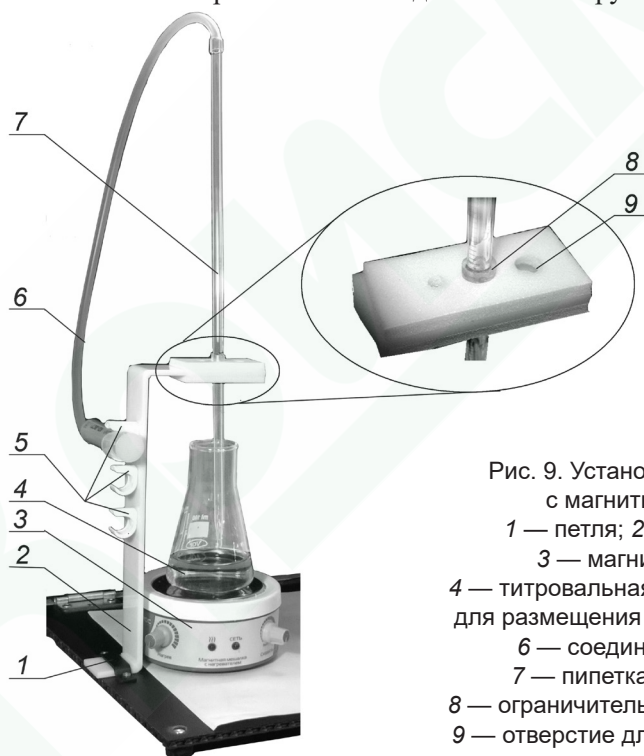


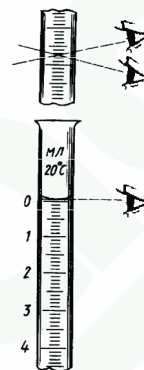
Рис. 9. Установка для титрования с магнитной мешалкой:

- 1 — петля; 2 — стойка-штатив;
- 3 — магнитная мешалка;
- 4 — титровальная колба; 5 — крепления для размещения дозирующих шприцев;
- 6 — соединительная трубка;
- 7 — пипетка градуированная;
- 8 — ограничительное кольцо на пипетке;
- 9 — отверстие для размещения пипеток

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

Раствор при титровании удобно перемешивать с использованием магнитной мешалки (3). Установка для титрования позволяет в полевых и лабораторных условиях удобно и точно дозировать растворы и реагенты, а также пробы.

Следует иметь в виду, что измерение объёма водного раствора в бюретках, мерных пробирках, мерных колбах и склянках проводится **по нижнему краю мениска** жидкости (в случае водных растворов он всегда вогнут). При этом глаз наблюдателя **должен быть на уровне метки**. Нельзя выдувать последнюю каплю раствора из пипетки или бюретки. Необходимо знать также, что вся мерная стеклянная посуда калибруется и градуируется при температуре 20 °С, поэтому для получения точных результатов измерения объёмов при использовании градуированных пипеток, бюреток и мерных колб температура раствора должна быть по возможности близка к 20 °С или отличаться от указанного значения не более чем на $\pm(2-3)$ °С во избежание заметной ошибки в измерении объёма.



Общий порядок выполнения операций при титровании

1.

Соберите установку для титрования в её полном (рис. 8, в и 9) или сокращённом (рис. 8, а) виде.

Примечание. В тех случаях когда стойка-штатив не используется, шприц соединяется с градуированной пипеткой через отрезок соединительной трубки, и данная система удерживается оператором в руках (рис. 8, а).



При работе со стеклянными пипетками соблюдайте осторожность: опасайтесь чрезмерных усилий при надевании соединительной полимерной трубки или её отрезка — фиксирующего кольца на конец пипетки во избежание её поломки и возможного ранения рук осколками стекла.

2.

Заполните раствором титранта градуированную пипетку. Для этого конец пипетки опустите в склянку (флакон) с раствором титранта и, выдвигая поршень шприца, заполните полость пипетки.

3.

Выполните титрование пробы. Для этого в коническую колбу или склянку поместите пробу и необходимые реагенты, как указано в описании метода определения. Далее колбу (склянку) с пробой и реагентами поместите

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

под градуированную пипетку таким образом, чтобы носик пипетки был направлен в центр колбы и опущен ниже верхнего края колбы на 1–2 см. Постепенно вдвигайте поршень шприца для переноса раствора титранта из пипетки в титруемую пробу, покачивая колбу для перемешивания содержимого. Наблюдайте изменение окраски пробы. В момент наиболее быстрого изменения окраски пробы раствор из пипетки добавляйте медленно, по каплям, при непрерывном перемешивании пробы рукой или магнитной мешалкой. При изменении окраски пробы следует добавление раствора прекратить и выждать 0,5–1 мин. Если окраска пробы восстановится, добавьте ещё немного раствора до изменения окраски.



4.

Определите объём раствора титранта, израсходованный на титрование, как разность между количеством раствора в пипетке в начале и по окончании титрования:

$$V = V_H - V_K$$

Для уверенного визуального определения момента окончания титрования в случаях, когда в точке эквивалентности изменение окраски недостаточно контрастно, окраску титруемой пробы полезно сравнивать с окраской контрольной пробы, которая приготавливается аналогично титруемой пробе. В качестве такой пробы в зависимости от конкретной методики обычно выбираются точки начала титрования (до перехода окраски) или окончания титрования (после очевидного завершения перехода окраски). В некоторых тест-комплектах и лабораториях ЗАО «Крисмас+» титрование предусмотрено проводить, сравнивая окраску пробы с окраской бумажного цветового образца начала и окончания титрования. Переход окраски в прозрачных растворах лучше проводить на белом фоне (на фоне листа белой бумаги).

3.4.4. Особенности выполнения анализа колориметрическими методами

Колориметрический метод анализа основан на измерении поглощения света веществом. Определяемый компонент при помощи химико-аналитической реакции переводят в окрашенное соединение, после чего измеряют интенсивность окраски полученного раствора либо сравнивают интенсивность окраски исследуемого раствора с окраской стандартного раствора или плёночной контрольной шкалы. Интенсивность окраски является мерой concentra-

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

ции анализируемого вещества. Если окраска пробы оценивается визуально, такой метод называется визуально-колориметрическим. При измерении интенсивности окраски проб с помощью прибора — фотоколориметра либо фотометра — метод называется фотометрическим.

Основной закон колориметрии — закон Бугера — Ламберта — Бера (с ним можно познакомиться подробнее в любом учебнике по колориметрическим методам анализа) записывается следующим образом (5):

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon \times C \times l, \quad (5)$$

где A — оптическая плотность раствора;

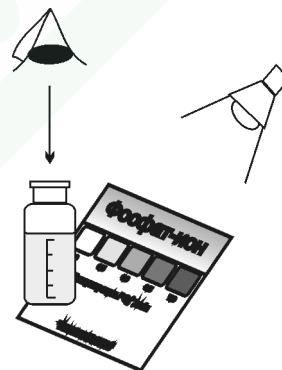
I_0 и I — интенсивность светового потока, попадающего на раствор (I_0) и прошедшего через раствор (I);

ε — коэффициент светопоглощения (величина, постоянная для данного окрашенного вещества);

C — концентрация окрашенного вещества в растворе;

l — толщина поглощающего свет слоя раствора (длина оптического пути),

При выполнении анализа **визуально-колориметрическим методом** определение обычно проводится в колориметрических пробирках с меткой «5 мл» либо в склянках с меткой «10 мл» или «20 мл». После обработки пробы и добавления к ней реагентов проба приобретает окраску. Интенсивность окраски является мерой концентрации анализируемого вещества. Окраска растворов, полученная при обработке проб, сравнивается визуально с образцами окраски контрольной шкалы.



При визуальном колориметрировании окраску раствора-пробы наблюдают сверху вниз через открытую склянку или пробирку на белом фоне при достаточной освещённости. Для упрощения визуального колориметрирования в состав изделий введены плёночные контрольные шкалы, на которых окрашенные образцы воспроизводят (цвет и интенсивность) окраски модельных эталонных растворов, приготовленных с заданными значениями концентраций целевого компонента.

За результат анализа при визуальном колориметрировании принимают то значение концентрации компонента, которое приписано ближайшему по окраске образцу контрольной шкалы либо модельного эталонного раствора. Если окраска раствора-пробы в колориметрической пробирке (склянке) окажется интенсивнее крайнего образца на шкале с максимальной концентраци-

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

ей, проводят разбавление пробы. После повторного колориметрирования вводят поправочный коэффициент, учитывающий степень разбавления пробы.

Интенсивность окраски проб, полученных при выполнении анализов, можно измерять с помощью прибора — фотоколориметра (фотометра). Соответствующий метод анализа называется *фотометрическим*. Таким способом определяют оптическую плотность растворов — проб в кюветах из комплекта фотоколориметра.

В случаях когда анализируемый компонент не подвергается гидролизу при разбавлении раствора, можно выполнить разбавление пробы и затем колориметрировать уже разбавленную пробу, имеющую известную степень разбавления. После повторного колориметрирования необходимо ввести поправку на разбавление пробы. Для этого результат анализа умножается на поправочный коэффициент, равный кратности степени разбавления пробы.

Пример. Перед анализом произвели разбавление пробы в 5 раз, для чего 100 мл пробы смешали с 400 мл дистиллированной воды (кратность разбавления равна 5). Результат анализа по конкретному показателю разбавленной пробы воды (т. е. концентрация анализируемого компонента) равен 0,20 мг/л. Рассчитываем концентрацию данного компонента в исходной (неразбавленной) пробе воды C_A :

$$C_A = 5 \times 0,20 = 0,10 \text{ мг/л.}$$

Следует иметь в виду, что возникающие в процессе колориметрических реакций окраски обычно малоустойчивы, поэтому при описании процедур анализа следует придерживаться указанной для данного определения продолжительности операций.

3.4.5. О выполнении анализа с фотометрированием проб

Применение технологий ЗАО «Крисмас+» предусматривает, что окрашенные пробы, полученные при выполнении анализов, можно колориметрировать также с помощью фотоколориметров — как полевых, так и лабораторных, и это позволяет выполнять количественный анализ, относимый к химическим измерениям с нормированными показателями точности. Технологии анализа ЗАО «Крисмас+» позволяют проводить определения с использованием выпускаемых в России и за рубежом промышленных фотоэлектроколориметров (рис. 10) и спектрофотометров.

Выпускаемые отечественной промышленностью современные портативные полевые фотоколориметры (рис. 10 а, в) являются универсальными, так как имеют автономное питание, пригодны для работы в полевых и лабораторных условиях, имеют оригинальное программное обеспечение и позволяют выводить данные на персональный компьютер. Для выполнения анализов в экспедиционных условиях ЗАО «Крисмас+» предоставляет набор-укладку

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К» (рис. 10 б, приложение 2). В наборе кроме фотоколориметра, работающего в режиме концентратомера, имеются принадлежности — склянки для хранения и транспортировки проб, кюветы, набор светодиодов в широком диапазоне длин волн видимого света и сборник фотометрических МИ. При анализах проб в экспедиционных условиях портативные колориметры удобно использовать в комплекте с ноутбуком.



Рис. 10. Фотоколориметры:
а — универсальный фотометр марки «Экотест-2020»;
б — набор-укладка для полевого фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»;
в — универсальный фотометр марки «Эксперт-003»;
г — лабораторный фотометр марки КФК-3

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

При использовании для колориметрирования проб фотоколориметров оптическую плотность растворов-проб измеряют, как правило, в кюветах с длиной оптического пути 10 либо 50 мм из комплекта фотометра.

Необходимым этапом фотометрического анализа является построение градуировочной характеристики, которая должна быть выполнена заблаговременно в соответствии с используемой МИ. В зависимости от типа используемого прибора в результате фотометрирования может быть определена концентрация анализируемого вещества или оптическая плотность проб. Концентрация анализируемого вещества выводится автоматически на дисплей фотоколориметра непосредственно при фотометрировании, так как прибор поставляется уже запрограммированным на автоматический расчёт значений концентрации при анализе, т. е. в него уже введены параметры градуировочной характеристики. В этом случае прибор работает в режиме концентратомера.

К приборам, способным работать в режиме концентратомера, относятся фотоколориметры «Экотест-2020», «Эксперт-003» и т. п. Соответствующие технические данные и особенности применения приборов приводятся в документации на них.

Однако не все фотоколориметры могут работать в режиме концентратомера. Не могут работать в таком режиме приборы указанных марок, если в их программу не введены параметры градуировочной характеристики по МИ (не произведено программирование на автоматический расчёт значений концентрации при анализе). Для таких приборов определение концентрации компонента проводится в режиме подключения прибора к персональному компьютеру или при считывании каждого полученного значения оптической плотности. В данном случае значение концентрации определяется по графической градуировочной характеристике, построенной потребителем заблаговременно по алгоритму, приведённому в МИ. Аналогично следует действовать потребителю при использовании работоспособных фотоколориметров устаревших моделей.

При проведении фотометрирования пробы в ходе анализа предусматривается выполнение всех операций с использованием комплектующих и реагентов, имеющихся в составе соответствующего изделия (указаны в главе 6 при описании процедур анализа каждого компонента).

Полный перечень оборудования, используемого при фотометрическом определении, приведён в соответствующей методике выполнения измерений. В общем случае кроме средств комплектации из состава тест-комплекта или портативной лаборатории при фотометрическом определении используется фотометр с набором кювет (10–50 мм), а также следующее оборудование для построения градуировочной характеристики (если прибор градуируется потребителем): набор мерной посуды — пипетки градуированные (1–10 мл), колбы мерные (50, 100, 1000 мл), стандартный образец состава для соответствующего компонента, вода дистиллированная.

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

Примечание. Рекомендуется использование многофункционального набора посуды для химического анализа (приложение 4).

Приборное колориметрирование позволяет существенно повысить точность анализа, однако требует большей тщательности и квалификации в работе, предварительного построения градуировочной характеристики (желательно не менее трёх параллельных построений). При этом измеряют значения оптической плотности растворов, приготавливаемых согласно методике измерений конкретного показателя. Значения основных параметров некоторых фотометрических МИ приведены в табл. 5 и в тексте описания процедур соответствующего определения.

Таблица 5

Сведения о параметрах некоторых фотометрических методов ЗАО «Крисмас+»

МИ	Анализируемый компонент	Обозначение методики измерений	Диапазон измерений, мг/л	Объём пробы, мл	Длина волны светодиода, нм
*	Алюминий	МВИ-06-151	0,15–1,0	10	525
*	Аммоний	МВИ-04-148	0,2–4,0	5	430
*	Железо общее	МВИ-01-190	0,05–2,0	10	502
*	Марганец	МИ-18-192	0,08–1,0	10	470
*	Медь	МИ-19-191	0,2–4,0	10	470
*	Нитриты	МВИ-07-149	0,04–2,0	5	525
	Фенолы (фенольный индекс)	МВИ-12-163	0,002–0,05	250	470
	Формальдегид	МВИ-09-164	0,03–0,4	10	525
*	Фосфаты (по PO_4^{3-})	МВИ-05-240	0,1–3,5	10	660
*	Фториды	МВИ-14-155	0,04–3,0	5	620
*	Цветность	МВИ-10-157	20–200 град. цветности	5	400
*	Цинк	МИ-20-193	0,05–0,5	5	502

* МИ аттестована и внесена в Федеральный реестр МИ.

Пример градуировочной характеристики, построенной для МИ концентраций железа общего в воде на основе тест-комплекта «Железо общее», приведён на рис. 11. Данное изображение, вид которого характерен и для других компонентов, получено в интерфейсе программы управления данными фотометра «Экотест-2020» при его подключении к персональному компьютеру в режиме измерения оптической плотности.

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Концентрация железа общего 0,05–2,0 мг/л,
 $R^2 = 0,99989$; $A = 0,1447 \times C - 0,001$.

Примечание. R^2 — квадрат коэффициента корреляции для текущих данных градуировки, A — оптическая плотность раствора, C — концентрация раствора.

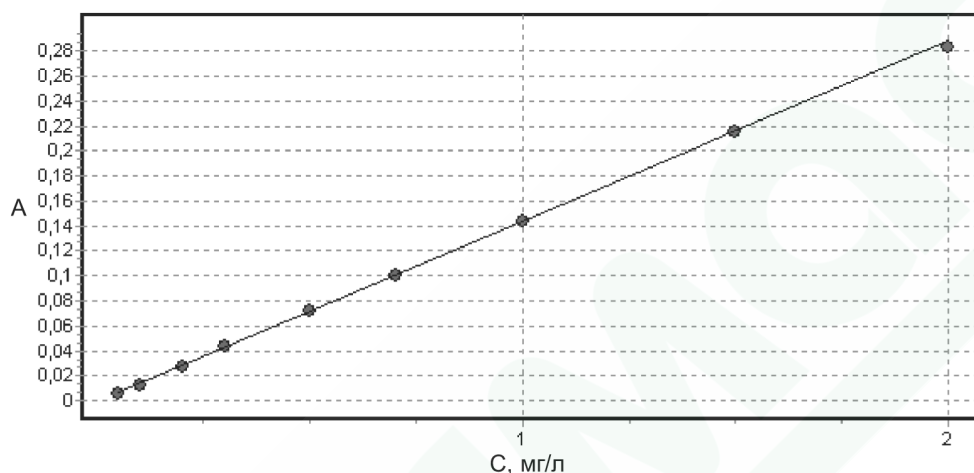


Рис. 11. Градуировочная характеристика, полученная для МИ концентраций железа общего на основе тест-комплекта «Железо общее»

Из рис. 11 видно, что градуировочная характеристика практически линейна в диапазоне концентраций до 2,0 мг/л и подчиняется известному уравнению типа $y = ax + b$, причём систематическая составляющая b достаточно мала.

Возможность визуализации градуировочной характеристики, обеспечиваемая при измерениях концентраций веществ в воде с применением фотометра «Экотест-2020» и других современных приборов, позволяет выявлять грубые ошибки и является удобной для оператора.

3.4.6. Об анализе почвенных вытяжек

Определение показателей состояния почвы посредством анализа почвенных вытяжек включает в общем случае три основных этапа:

- 1) отбор почвенных образцов и подготовку проб почвы;
 - 2) приготовление почвенной вытяжки;
 - 3) химический анализ почвенной вытяжки с выражением результата анализа.
- Важно, что каждый из указанных этапов выполняется по определённым

3.5. Неопределённости и погрешности измерений

методикам. Работы на этапах 1 и 2 выполняются заблаговременно перед анализом (см. п. 5.4 настоящего руководства).

Технология химического анализа почвенных вытяжек подробно изложена в специализированных руководствах¹⁸.

Химический анализ готовой почвенной вытяжки в части подготовки приготовления растворов (если предусмотрено) и выполнения определения не отличается от того же при анализе воды. Однако результат анализа почвенной вытяжки должен быть выражен концентрацией (массовой или эквивалентной) не к единице объёма подлежащей анализу воды, а к массе сухой почвы. Особенности выражения результатов химического анализа почвенной вытяжки приведены в п. 3.3.

3.5. Неопределённости и погрешности измерений

При измерении концентрации химического соединения в воде даже самыми точными методами всегда остаётся некоторое сомнение относительно достоверности результата, так как измерение — сложная процедура, состоящая из более простых операций, каждая из которых выполняется определёнными средствами. В частности, для получения результата анализа иногда необходимо выполнить несколько измерений объёмов растворов, навески реагента, интенсивности окраски раствора и т. п. Поэтому под термином «результат измерения» подразумевается *результат определения содержания компонента или результат всей процедуры анализа*¹⁹. В то же время следует иметь в виду, что характер измерения может иметь (и часто имеет) каждая выполняемая при анализе воды операция, при этом выполняющий операции и анализ субъект будет для нас *оператором*.

Таким образом, результату присуща *неопределённость*, степень (или значение) которой тем не менее может быть оценена и по величине, и по знаку. Выполняя измерение тем или иным методом, оператор должен иметь по меньшей мере представление о том, что в значении ожидаемого результата имеется некая неопределённость. Неопределённость результата сводится к минимуму при соблюдении принципов и правил единства и точности измерений.

¹⁸ Муравьёв А.Г., Каррыев Б.Б., Лянзберг А.Р. Указ. соч. ; Химический анализ почвы.

¹⁹ В аналитической практике часто используют термин «наблюдение», понимая под ним единичное определение, а результатом анализа или результатом измерения считают среднее арифметическое нескольких (не менее двух) определений, выполненных в одних и тех же условиях. Аналогичный подход рекомендуется в действующей нормативной документации и в настоящем руководстве (см. далее п. 3.6).

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

В аналитической практике говорят о *погрешностях* при измерениях, понимая под этим все возможные неточности, которые могут повлиять на правильность результатов. Погрешность измерения можно определить как разность между отдельным результатом и истинным значением измеряемой величины²⁰. Погрешности (иногда их же называют ошибками, что не совсем правильно) подразделяют на грубые, систематические и случайные.

Грубые, систематические и случайные погрешности. *Грубые погрешности* (их называют также промахами) обычно возникают вследствие ошибок оператора или неправильной работы оборудования — ошибочной перестановки цифр при записи данных, ошибки считывания показаний весов или пипетки, ошибочного использования неисправного или негодного оборудования (например, пробирки со стёртой меткой) и т. п. Грубые погрешности не всегда бывают очевидными; они могут даже повторяться при дублирующих определениях, так как оператор, имея характерный стиль работы, может снова совершить ту же ошибку. Любое значительное расхождение результатов нескольких измерений даёт основание подозревать грубые погрешности и проверить действия выполняющего анализ или правильность работы оборудования. Лучший способ убедиться в отсутствии грубых погрешностей — это повторить определение другим оператором. Грубые погрешности при оценке величины суммарной погрешности результата измерения не учитываются, так как соответствующие результаты измерений отбрасывают (отбраковывают).

Если грубые погрешности делают измерение недостоверным, то систематические и случайные погрешности снижают достоверность измерения.

Систематические погрешности могут быть частично, в большей или меньшей степени компенсированы путём введения поправок в результаты измерений. Например, если деление 9,0 мл при градуировке пипетки соответствует фактическому объёму 9,1 мл, то это может быть учтено введением соответствующей поправки (+0,1 мл). Систематические погрешности принято суммировать, причём суммированию подлежат частные систематические погрешности (отклонения), взятые с одним и тем же знаком.

Случайные погрешности имеют более сложное происхождение и могут иметь в каждом определении различные значения по величине и знаку, т. е. характеру отклонения от истинного значения. Они появляются обычно вследствие непредсказуемых явлений, которые могут и не возникнуть при повторных измерениях. Случайные погрешности нельзя компенсировать посредством введения поправок, но их можно уменьшить путём увеличения

²⁰ Термин «истинное значение» отражает идеализированное понятие, так как концентрация химического вещества в растворе принципиально имеет реальное конечное значение, однако измеряться это значение может с помощью конкретных методик, каждая из которых имеет свои погрешности.

3.5. Неопределённости и погрешности измерений

числа определений. Примером таких погрешностей могут быть погрешности при считывании оператором показаний с мерной посуды, при неправильном учёте внешних влияющих условий (в первую очередь температуры); может иметь место неодинаковое загрязнение пробы при отборе и т. п. Случайные погрешности имеют место при работе любого оператора, однако они могут достигать значительных величин при неаккуратной работе — использовании не вполне чистой посуды, недостаточно полном количественном переносе пробы в другой сосуд и т. п. Случайные погрешности (обозначаются буквой греческого алфавита ε – *эпсилон*) рассчитываются методами математической статистики и являются функцией от числа определений, вида распределения результатов определений, доверительной вероятности нахождения результата измерения и др.

Абсолютные и относительные погрешности. Отклонение полученного результата от истинного можно выразить в абсолютных и относительных единицах. Соответственно, различают абсолютную и относительную погрешность.

Абсолютной называется погрешность, измеряемая в единицах определяемой величины и рассчитываемая как разность между истинным значением и полученным в данном определении.

Относительной называется погрешность, измеряемая в относительных единицах (т. е. в %) и рассчитываемая как отношение абсолютной погрешности к результату анализа — условно истинному содержанию компонента. При этом в качестве истинного значения можно принимать усреднённый результат нескольких определений. Например, в трёх последовательных определениях содержания хлорид-иона в воде артезианской скважины получены результаты: 235, 410 и 220 мг/л. Второй результат, значительно отклоняющийся от двух других, в расчётах не учитываем, так как он скорее всего является промахом (грубой погрешностью) оператора. Рассчитывая по двум оставшимся результатам среднее арифметическое массовой концентрации хлорид-иона, считаем его результатом анализа:

$$\frac{235 + 220}{2} = 227,5 = 228 \text{ мг/л.}$$

Абсолютная погрешность первого из результатов:

$$235 - 228 = 7 \text{ мг/л.}$$

Относительная погрешность для первого результата:

$$\frac{7 \times 100}{228} = 3,07 \approx 3\%.$$

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Следует отметить, что при количественной оценке погрешностей специалисты пользуются различными характеристиками, описываемыми методами математической статистики. Такие характеристики необходимы для оценки значений случайных и систематических составляющих погрешности, которые, в свою очередь, применяются при контроле сходимости и воспроизводимости результатов измерений (см., например, ГОСТ Р 51232). При использовании полевых методов анализа в случаях, когда нет необходимости в соблюдении чёткого алгоритма обработки результатов и для большей скорости в работе, ограничиваются упрощённым внутренним (т. е. выполняемым самим оператором) контролем точности результатов, правила которого описаны в п. 3.7. Вместе с тем при проведении анализов по аттестованным МИ следует руководствоваться порядком обработки результатов и контроля точности, описанным в конкретной методике.

3.6. Точность анализа и факторы, её определяющие

Точность выполнения анализа в общем случае определяется:

1) точностью измерения объёмов при отборе пробы, а также при добавлении титрованных и других растворов, объём которых значимо влияет на результат анализа;

2) качеством растворов, которое может ухудшиться при их загрязнении, хранении в негерметично закрытых склянках, в теплом месте или на свету, а также при хранении растворов слишком продолжительное время (дольше гарантийного срока). Одной из распространённых ошибок является использование при дозировке растворов грязных пипеток, т. е. таких, которые уже заполнялись ранее другими растворами;

3) полнотой учёта мешающих примесей, которые могут присутствовать как в анализируемой воде, так и в воде, используемой для разбавления пробы или приготовления других растворов (особенно важно при анализе сточных вод);

4) погрешностями при колориметрировании и др.

Точность анализа, выполняемого с применением унифицированных титриметрических методик, сопоставима с точностью лабораторных методик выполнения измерений (относительная погрешность до $\pm 30\%$).

Точность анализа, выполняемого с применением колориметрических методик, зависит от способа регистрации интенсивности окраски пробы: при использовании цветовой контрольной шкалы, т. е. при визуально-колориметрическом определении анализ считается полуколичественным; при фотометрировании пробы с применением фотоколориметра типа «Экотест-2020» или аналогичного

3.6. Точность анализа и факторы, её определяющие

анализ считается количественным (относительная погрешность до $\pm 30\%$). Подробнее о выполнении анализа с фотометрированием проб см. в п. 3.4.5.

Сведения о нормированных показателях точности при выполнении анализа по конкретному показателю можно найти в тексте соответствующего нормативного документа (методики измерений), который регламентирует выполнение данного анализа.

Вы всегда можете проконтролировать точность выполненного анализа, протестировав специально приготовленные контрольные растворы при концентрациях, равных значениям, приведённым для образцов на контрольной шкале, либо задаваемых произвольно в пределах диапазона измерений. Контрольные растворы могут быть приготовлены по применяемой методике (обычно их приготавливают заблаговременно в лабораторных условиях).

Особое внимание следует уделять чистоте мерной посуды, пробирок, склянок и других средств, используемых при анализе. Перед выполнением анализа (или в его процессе, если того требует программа работ) используемую посуду необходимо тщательно промыть горячим мыльным раствором, многократно прополоскать дистиллированной или чистой водой (желательно прокипятить в воде) и высушить. Для одних и тех же анализов лучше использовать одну и ту же посуду. Хороший результат при мытье посуды дает обработка хромовой смесью, однако её нельзя рекомендовать для полевых условий, так как при такой обработке, так же как и при обработке раствором стирального порошка, необходимо особо тщательное многократное ополаскивание посуды с большим количеством воды. Кроме того, при анализе металлов хромовую смесь для обработки посуды не используют.

В процессе хранения титрованных растворов (особенно при хранении склянок с растворами на свету, в негерметичном виде, при повышенной температуре) может измениться (уменьшиться) их концентрация. По этой причине, в особенности при точных измерениях, рекомендуется периодически проверять фактическую величину концентрации титрованных растворов, для чего проводить их контрольное титрование по методикам, на которые даны ссылки при описании соответствующих анализов.

При анализе содержания компонентов в воде или водных вытяжках в полевых условиях выполняют не менее двух параллельных определений. *Параллельными* определениями можно считать такие, которые выполняются одновременно либо последовательно при идентичных условиях (при тех же реагентах, растворах, посуде, из одной и той же пробы и т. п.). По результатам определений при количественном анализе (титровании, приборном колориметрировании) рассчитывают по формуле (6) сходимость определений (A) в процентах:

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

$$A = \frac{2 \times (P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \times 100, \quad (6)$$

где P_1 и P_2 — больший и меньший результат соответственно из двух параллельных определений концентраций компонентов.

Для большинства *макрокомпонентов*, т. е. таких компонентов, содержание которых в воде превышает 10 мг/л, рекомендуемое значение сходимости составляет до 10%; с содержанием от 10 до 1 мг/л — 10–15%; от 1 до 0,01 мг/л — 15–25%; менее 0,01 мг/л — 30%. В противном случае анализ повторяется.

Определение можно считать количественным, если сходимость составляет от 10 до 30% (ГОСТ 24902), и полуколичественным, когда значение сходимости может составлять 50–70% и более. При визуально-колориметрическом определении анализ считается выполненным удовлетворительно, если не возникает сомнений в отнесении результатов обоих определений к одному и тому же образцу контрольной шкалы либо её диапазону.

Результатом анализа считают среднее арифметическое из двух параллельных определений, имеющих удовлетворительную сходимость. Таким образом, для получения результата анализа всегда следует выполнять несколько определений: выполнив первые два и получив неудовлетворительную сходимость, выполнить третье определение; далее, определив, какой из полученных результатов является ошибочным, по оставшимся двум рассчитать среднее арифметическое как результат анализа.

При количественном анализе воды при наличии трёх и более результатов определений может быть рассчитано среднеквадратичное отклонение, характеризующее суммарную погрешность методики измерений (ГОСТ 24902, ГОСТ Р 51232).

3.7. Система контроля и документирования результатов

Для успешного выполнения анализов воды полевыми методами недостаточно уверенного владения оборудованием и желания получить результаты. Для этого необходим целый комплекс мер, признанных на международном уровне и получивших название «хорошая лабораторная практика» (good laboratory practice) и нашедший отражение, например, в ГОСТ 31886. Этот комплекс мер применительно к химическому анализу проб воды описан ниже.

3.7. Система контроля и документирования результатов

Система контроля правильности и точности результатов. Термин *правильность результатов* характеризует в основном корректность применяемых методов определения и контроль правильности измерений, полноту учёта влияющих факторов и т. п., в то время как *точность результатов* — это аккуратность выполнения операций и корректное соблюдение технологии работы. Контроль точности измерений часто удобнее проводить в лабораторных условиях. При подготовке к полевым (внелабораторным) анализам необходимо убедиться в работоспособности всех компонентов рецептуры и правильности получаемых результатов; то же разумно сделать и по возвращении из полевых условий, так как за время работ могли произойти изменения, повлиявшие на работоспособность метода.

Подготовленность оператора. Оператор должен владеть приёмами работы, уметь контролировать точность и аккуратность своих действий. Это качество, в свою очередь, обусловлено наличием определённого опыта работы (если речь идёт о профессиональной деятельности — соответствующим образованием, подтверждённым дипломами и сертификатами) и может быть оценено при выполнении контрольных измерений, выявлении случайных, систематических и грубых погрешностей в работе данного оператора. Следует отметить, что каждая операция при анализе имеет свои систематические и случайные погрешности, и выполняющий анализ должен по меньшей мере иметь о них представление.

Ведение документации по анализам и подготовке к ним. Это имеет большое значение для получения систематических правильных результатов. Под документацией мы понимаем прежде всего рабочие тетради (журналы) и протоколы наблюдений (измерений).

Рабочие тетради предназначены для фиксирования текущих действий оператора, а также обстоятельств и условий их выполнения. Рабочая тетрадь должна помочь уточнить или проверить правильность всех выполненных действий — приготовления растворов, взятия навесок, выполненных расчётов и т. п. Практика показывает, что многие часто недооценивают необходимость скрупулёзного фиксирования в рабочей тетради действий оператора-аналитика. Это, с одной стороны, может приводить к потере информации и невозможности выяснить источники погрешностей или ошибок, и с другой стороны, затрудняет определение закономерностей в работе и обобщение опыта работы. Рабочая тетрадь ведётся в произвольной форме.

Протокол наблюдений (измерений, исследований и т. п.) является важным документом, куда заносятся условия отбора проб и выполнения анализа, результаты анализа, а также дополнительные сведения, которые могут быть учтены при обобщении результатов. Примерная форма протокола исследования качества воды приведена в приложении 1. В протоколе желательно отразить

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

результаты исследования качества воды несколькими методами в сопоставимом виде. Например, водородный показатель (рН) воды может быть определён с использованием тест-комплекта визуально-колориметрическим методом и (или) прибором (рН-метром); органолептические показатели могут быть определены разными операторами и т. п. Протокол может иметь приложения — фотографии, рисунки, схемы, таблицы и др. При необходимости протокол может быть подписан или заверен руководителем полевой экспедиции либо лицом, непосредственно выполнявшим исследования. В протоколах наблюдений следует обязательно указывать даты и условия отбора и консервации проб.

3.8. О мерах по обеспечению качества результатов анализа и выявлению грубых ошибок

Точность анализа, выполняемого с применением предусмотренных портативным оборудованием производства ЗАО «Крисмас+» титриметрических методик, сопоставима с точностью лабораторных методик выполнения измерений (относительная погрешность до $\pm 30\%$).

Точность анализа, выполняемого с применением колориметрических методик, зависит от способа регистрации интенсивности окраски: при использовании цветовой контрольной шкалы, т. е. при визуально-колориметрическом определении, анализ считается полуколичественным; при фотометрировании пробы с применением фотоколориметра типа «Экотест-2020» или аналогичного анализ считается количественным (относительная погрешность до $\pm 30\%$).

Выполняя анализ, оператору надлежит строго следовать приведённой в документации методике определения и выполнять именно то, что предписано методикой. Ниже приведено несколько общих полезных правил выполнения операций, невыполнение (ненадлежащее выполнение) которых может привести к снижению качества получаемых результатов.

Несколько полезных правил для обеспечения точности анализа

1. Особое внимание оператору следует уделять чистоте мерной посуды, пробирок, склянок и других средств, используемых при анализе. Перед выполнением анализа (или в его процессе, если того требует программа работ) используемую посуду необходимо тщательно промыть горячим мыльным раствором, многократно прополоскать дистиллированной или чистой водой (желательно прокипятить в воде) и высушить. Для одних и тех же анализов лучше использовать одну и ту же посуду. Хороший результат при мытье посуды даёт обработка хромовой смесью, однако её нельзя рекомендовать для внелабо-

3.7. Система контроля и документирования результатов

расторных условий, так как при такой обработке, так же как и при обработке раствором стирального порошка, необходимо особо тщательное многократное ополаскивание посуды с большим количеством воды. Кроме того, при анализе металлов хромовую смесь для обработки посуды не используют.

2. О растворах с точным значением концентрации. При анализе титриметрическими методами, особенно при получении точных результатов, необходимо иметь точное значение концентрации раствора титранта, которое на момент титрования должно быть известно. Однако это значение может измениться (уменьшиться) в процессе хранения, что вероятно при хранении склянок с растворами на свету, в негерметичном виде, при повышенной температуре и др. По этой причине рекомендуется периодически проверять фактическую величину концентрации растворов титранта, для чего проводить их контрольное титрование по методикам, указанным при описании соответствующих анализов. Раствор титранта, значение концентрации которого уточнено путём контрольного титрования, называют титрованным раствором. Именно это уточнённое значение концентрации титранта используют в расчётной формуле титриметрического определения.

3. О выявлении грубых ошибок при анализе. При химическом контроле бывают ситуации, когда возникает сомнение в правильности полученного результата. В этом случае рекомендуется выполнять второе (повторное) определение, следуя той же методике анализа в тех же условиях.

Имея результаты двух определений, рассчитывают для них относительное расхождение. При этом по формуле (7) проверяют выполнение условия:

$$\frac{C_1 - C_2}{C_{\text{ср}}} \times 100 \leq d, \quad (7)$$

где C_1 и C_2 — больший и меньший результаты двух определений соответственно;
 $C_{\text{ср}}$ — среднее (арифметическое) значение результатов определений, равное $(C_1 + C_2)/2$;

d — относительное допускаемое расхождение результатов двух повторных определений, которое в случае ошибок оператора может составлять 50–70% и более.

Примечание. Указанное значение относительного допускаемого расхождения принято как вытекающее из опыта эксплуатации портативного оборудования ЗАО «Крисмас». Значение d зависит от уровня концентрации компонента (при меньших концентрациях может возрастать).

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Если вышеприведённое условие выполняется, среднее значение ССР принимают за результат анализа. Невыполнение этого условия позволяет предполагать наличие грубых ошибок оператора, и в этом случае рекомендуется выполнение третьего определения. При удовлетворительном расхождении результата третьего определения с одним из двух полученных ранее результатов выпадающий результат отбрасывают как грубую ошибку, а по оставшимся двум рассчитывают среднее арифметическое. Полученное среднее и принимают за результат анализа.

В анализах, требующих достижения более высокой (нормированной) точности, необходимо для конкретного химического показателя пользоваться аттестованными методиками измерений, имеющими регламентированный алгоритм контроля точности результатов.

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ



ВНИМАНИЕ! Перед тем как приступить к работе с портативной лабораторией или тест-комплектom, необходимо подробно ознакомиться с настоящим руководством и паспортом на применяемое изделие. Выполнение работ, включая отбор и консервацию проб, подготовку к анализу, выполнение определения, утилизацию, должно проводиться только опытным оператором, а в учебной работе — под контролем руководителя работ (преподавателя).

Тест-комплекты и портативные лаборатории ЗАО «Крисмас+» не содержат в опасных количествах ядовитых веществ, а входящие в состав лаборатории реагенты герметично упакованы во флаконы и не представляют угрозы при соблюдении определённых мер безопасности. Поэтому выполняющему анализ необходимо ознакомиться с правилами безопасной работы и пройти проверку их усвоения компетентным экспертом.



Имеющиеся в составе комплектных изделий химические реагенты и материалы находятся в количествах, не создающих угрозу безопасности и жизни людей, а также окружающей среде при условиях соблюдения установленных правил безопасной работы и утилизации.

4.1. Факторы опасности

Соблюдение и учет требований безопасности при выполнении анализов при очевидной простоте соответствующих мер могут показаться, на первый взгляд, излишним и неприятным делом. Однако если предполагается работать с химическими веществами, стеклянной посудой и приборами, следует представлять основные факторы опасности. К ним относятся:

- попадание далеко не безвредных химических веществ (возможно, едких, токсичных или вообще незнакомых) и растворов, а также анализируемых проб на кожные покровы, слизистые оболочки, в пищеварительный тракт и органы дыхания, а также на одежду, предметы пользования и оборудование. Это может привести к ожогам кожи, слизистых оболочек, глаз и т. п., а также к другому ущербу, причинить вред не только непосредственно вам, но и окружающим;
- порезы и ранения осколками стекла при использовании повреждённой посуды или неумелом обращении с ней;

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

- электрические поражения при работе с электропотребляющим оборудованием (более актуально для лабораторных условий);
- термические поражения (ожоги) при работе с нагревательными приборами.

Кроме того, при работе в полевых (походных, экспедиционных, внелабораторных) условиях существует особая группа факторов риска, обусловленная необходимостью учёта условий для безопасной работы и жизнедеятельности, в том числе:

- погодных условий (пониженные или повышенные температуры, осадки, ветер) и связанных с ними возможностей заболеваний, снижения работоспособности, ошибок;
- условий реальной местности (неровностей) и возможных травм и порчи оборудования — боя стеклянной посуды, пролива растворов и т. п. при падениях;
- выполнения подготовительных и сопутствующих действий, необходимых для обеспечения жизнедеятельности в экспедиционных условиях — таких, как заготовка дров, приготовление пищи, постройка лагеря и т. п., отвлекающих внимание и силы участников от выполнения анализов и снижающих аккуратность и точность выполнения операций, что также может привести к отрицательным последствиям.

Следует также иметь в виду возможные сопутствующие факторы опасности при выполнении подготовительных операций (консервации пробы, подготовке к анализу), а также при утилизации реагентов, растворов и проанализированных проб.

4.2. Общие правила безопасной работы

Список химических реагентов и растворов, используемых при анализах, и их укрупнённый состав приведены в тексте каждого определения. Более подробно данная информация приведена в паспорте на применяемое изделие. Операции при приготовлении растворов и проведении анализов, требующие повышенной осторожности и тщательности, особо помечены в тексте описаний определений главы 6 настоящего руководства и в паспортах на тест-комплекты.

Необходимые при выполнении анализов реагенты, растворы и растворители следует содержать в герметично закрываемых флаконах и приготавливать с соблюдением правил, предусмотренных для химико-аналитических работ.

Во время работы в полевых и лабораторных условиях необходимо соблюдать следующие общие правила:

4.2. Общие правила безопасной работы

- 1) избегать попадания химикатов и растворов на слизистые оболочки (рта, глаз), кожу, одежду;
 - 2) не принимать пищу (питьё);
 - 3) не курить и не пользоваться открытым огнём;
 - 4) обращать внимание на герметичность упаковки химикатов (реагентов и растворов), а также на наличие хорошо и однозначно читаемых этикеток на флаконах, упаковках и т. п.;
 - 5) избегать вдыхания химикатов, особенно образующих пыль или пары;
 - 6) при работе со стеклянной посудой соблюдать осторожность во избежание порезов;
 - 7) при отборе растворов пипетками пользоваться шприцем-дозатором с соединительной трубкой (не втягивать растворы в пипетку ртом!);
 - 8) добавление к пробам растворов химических веществ и сухих реагентов следует производить в защитных перчатках и очках (имеются в составе портативного оборудования).
 - 9) проводить утилизацию образующихся при работе отработанных или неизрасходованных растворов и проб по правилам, описанным в п. 4.5.
- При применении портативных лабораторий и тест-комплектов (в особенности на занятиях со школьниками и студентами), а также при хранении оборудования следует иметь в виду, что опасные и едкие вещества (четырёххлористый углерод, растворы минеральных кислот и щелочей, растворы солей бария, ртути и др.) требуют особого обращения, т. е.:
- 1) хранения в специальном месте, недоступном для неспециалистов, детей, учащихся;
 - 2) использования только персоналом, выполняющим работы (самим преподавателем);
 - 3) учёта при расходовании.

4.3. Правила работы с едкими веществами и растворами

При выполнении анализов часто используются растворы едких кислот и щелочей, щелочные и кислотные буферные растворы и т. п.

Повышенную опасность представляют растворы серной и азотной кислоты и раствор гидроксида натрия, обладающие сильным разъедающим действием при попадании на слизистые оболочки, кожные покровы, одежду, обувь, оборудование и т. п. При их попадании на кожу следует быстро промокнуть раствор любым тампоном (ветошь, вата, тряпка и т. п.), место попадания обильно промыть струёй воды и вымыть с мылом.

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Особенно опасны растворы кислот и щелочей при попадании в глаза. В этом случае глаза необходимо немедленно обильно промыть несильной струёй воды, 2%-м водным раствором соды (при попадании растворов кислот) или 3%-м водным раствором борной кислоты (при попадании растворов щелочей) и срочно обратиться к врачу.

Несмотря на то что в поставляемых ЗАО «Крисмас+» изделиях содержатся готовые к применению водные растворы или растворы на основе разбавленных кислот и щелочей (буферные растворы), у потребителя, применяющего оборудование в лаборатории, есть возможность приготавливать некоторые растворы самостоятельно, имея сведения об их составе. Те растворы, для приготовления которых необходимо разбавлять кислоты, следует готовить с соблюдением особых правил безопасности. При разбавлении водой концентрированных кислот выделяется большое количество тепла, поэтому **разбавление необходимо выполнять осторожно и постепенно, приливая кислоту к воде малыми порциями при непрерывном перемешивании**. Выделяющееся тепло необходимо отводить путём охлаждения раствора, например, на холодной водяной бане (иначе раствор может вскипать и разбрызгиваться). Разбавление кислоты следует проводить в подходящей термостойкой и химически стойкой посуде (например, фарфоровом стакане, колбе из термостойкого стекла).

Аналогичные правила следует соблюдать при растворении сухих едких щелочей — гидроксидов натрия и калия. В данном случае сухую едкую щёлочь постепенно добавляют в воду небольшими порциями при непрерывном перемешивании и охлаждении.

Разбавление концентрированных кислот и растворение сухих едких щелочей, а также работа с их растворами должна выполняться на поддонах в средствах индивидуальной защиты (очках, перчатках, фартуке и нарукавниках).

Факторы химической опасности и правила безопасной работы необходимо иметь в виду и при консервации проб растворами кислот.

4.4. Правила работы с растворителями и некоторыми опасными химическими веществами

При консервации некоторых проб, а также при выполнении отдельных анализов используются некоторые органические растворители. Сведения по используемым растворителям приведены в табл. 6.

4.4. Правила работы с растворителями и некоторыми опасными химическими веществами

Таблица 6

Свойства некоторых растворителей, используемых при выполнении анализа проб воды

Наименование, химическая формула	Класс опасности	Токсические свойства	ПДК воздуха рабочей зоны (ПДК _{БРЗ}), мг/м ³	Горючесть	Применение
Ацетон CH_3COCH_3	4 (малоопасен)	Обладает наркотическим действием при вдыхании паров и раздражающим и обезжиривающим действием при попадании растворителя на кожные покровы	200	ЛВЖ	При приготовлении водно-ацетоновых растворов реагентов
Гексан C_6H_{14}	4 (малоопасен)	То же	300	ЛВЖ	Для экстрагирования проб
Хлороформ CHCl_3	2 (высокоопасен)	Обладает наркотическим действием при вдыхании паров, оказывает токсическое воздействие на внутренние органы	20	Не горюч	Для консервации проб
Четырёххлористый углерод CCl_4	2 (высокоопасен)	Обладает токсическим действием при вдыхании его паров и при попадании капельножидкого растворителя на кожные покровы	20	Не горюч	Для экстрагирования проб
Этанол $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	4 (малоопасен)	Обладает наркотическим действием при вдыхании его паров и обезжиривающим при попадании на кожные покровы	1000	ЛВЖ	Для приготовления аналитических растворов
Примечание. ПДК — предельно допустимая концентрация паров химического вещества в воздухе рабочей зоны (ГН 2.2.5.1313); ЛВЖ — легковоспламеняющаяся жидкость.					

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Работать с указанными растворителями и растворами на их основе следует в вытяжном шкафу. Учитывая небольшие количества (несколько миллилитров) используемых растворителей при анализе, можно допустить выполнение анализа с их применением в хорошо проветриваемых помещениях, на открытом воздухе и т. п. При этом следует исключить возможность вдыхания паров растворителей и попадания их в капельножидком виде на одежду, кожные покровы и слизистые оболочки.

При нарушении правил безопасной работы в случае ощущения в воздухе паров растворителя (пары обладают характерным запахом) работы следует немедленно прекратить и проветрить помещение. При попадании капельножидкого растворителя и растворов на его основе на кожные покровы и слизистые оболочки необходимо их сразу же собрать салфеткой, а соответствующий участок промыть тёплой водой с мылом.

Некоторые применяемые в ходе анализа реагенты и их растворы представляют повышенную опасность ввиду токсичности.

Реактив Грисса имеется в составе ряда изделий в виде сухой смеси и широко применяется в качестве реагента при определении нитрат-ионов и нитрит-ионов. Представляет собой смесь альфа-нафтиламина (его в сухом реактиве 1%), сульфаниловой кислоты и винной кислоты. Реактив Грисса относится к четвёртому классу опасности (малоопасен). Оказывает раздражающее воздействие как на кожные покровы, так и на слизистые. Важно, что имеющийся в составе реактива Грисса альфа-нафтиламин обычно содержит технологическую примесь — небольшую долю бета-нафтиламина, обладающего канцерогенными свойствами. Поэтому, несмотря на отсутствие канцерогенных свойств у альфа-нафтиламина, небольшое содержание бета-нафтиламина в реактиве Грисса, и небольшие количества реактива Грисса в пробе при анализе, обращаться с ним следует с соблюдением указанных в настоящем руководстве правил безопасности. Работать с реактивом Грисса необходимо в защитных перчатках и очках. При попадании реактива Грисса или его растворов на кожу место поражения необходимо протереть чистой салфеткой и промыть струей чистой воды с мылом.

Реактив Нesslera. Представляет собой щелочной раствор комплексной соли калия, ртути и йодистоводородной кислоты — тетрайодомеркурата (II) калия, имеющего формулу $K_2[HgI_4] \times 2H_2O$. Широко применяется в качестве реагента для определения иона аммония. Являясь щелочной смесью, содержащей соль ртути, реактив Нesslera требует обращения с соблюдением всех указанных в настоящем руководстве правил безопасности. При попадании реактива Нesslera или содержащих его проб и растворов на кожу или слизистые оболочки возникает сильное раздражение, которое может привести к ртутному отравлению.

Хлорид бария имеется в составе изделий в виде малоконцентрированного водного раствора и широко применяется в качестве реагента при определении сульфат-ионов. Хлорид бария является высокоопасным соединением, для него установлена ПДК для водоёмов хозяйственно-бытового назначения 0,7 мг/л (по бария), класс опасности — 2. Используемый раствор хлорида бария опасен при попадании в желудочно-кишечный тракт (возможны отравления). При попадании раствора внутрь необходимо вызвать скорую помощь и сделать промывание желудка через зонд водой; при попадании в глаза — обильное промывание слизистых глаза, при попадании на кожные покровы — тщательное удаление вещества тампоном и мытьё тёплой водой с мылом.

Ацетат кадмия применяется в виде слабого раствора при определении сероводорода и сульфидов. Данный раствор ацетата кадмия, также как и пробы, отработанные в ходе анализа, относятся к высокоопасным жидкостям. Соединения кадмия вредны в любом агрегатном состоянии и воздействуют на многие системы организма — органы дыхания и желудочно-кишечный тракт, центральную и периферическую нервную системы, обладая кумулятивными свойствами. Контакт растворов, содержащих соединения кадмия, с незащищёнными кожными покровами или слизистыми оболочками недопустим, поэтому при работе с раствором ацетата кадмия следует соблюдать предельную осторожность, аккуратность и использовать средства индивидуальной защиты (перчатки, очки защитные). Необходимо также соблюдать соответствующие меры безопасности при утилизации растворов, содержащих кадмий. Начальными симптомами отравления кадмием могут быть сухость слизистых оболочек, неприятное вяжущее сладковатое ощущение на губах, медный вкус во рту, горловые спазмы, бледность, слабость, головокружение и головная боль (в области лба), тошнота. При появлении данных симптомов или даже при подозрении на возможное отравление необходимо незамедлительно обратиться к врачу. ПДК кадмия в воде водоёмов составляет 0,001 мг/л, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический, класс опасности — 2.

4.5. Правила утилизации

Утилизация проводится с целью минимизировать возможный ущерб от работы с портативными изделиями для химического анализа при возможных контактах с детьми, населением, неспециалистами, а также предотвращения возможного ущерба от применения изделий окружающей среде. Образующиеся в результате анализа отработанные пробы, неизрасходованные (либо имеющие истёкший срок годности) реагенты и растворы, а также упаковку и укладку выработавших ресурс портативных лабораторий и тест-комплектов необхо-

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

димо утилизировать. Все работы по утилизации отработанных проб, а также аналитических реагентов и растворов следует проводить в защитных очках, перчатках, на поддоне, в условиях вентилируемого либо хорошо проветриваемого помещения, либо на открытом воздухе.

Все *смешивающиеся с водой* отработанные пробы и растворы после анализа, а также растворы и жидкие реагенты (кроме не смешивающихся с водой) необходимо сливать в отдельную хорошо закрывающуюся склянку и проводить их нейтрализацию растворами щелочей или кислот с концентрацией 5–10% (это удобнее делать в лабораторных условиях). Нейтрализацию проводят, добавляя постепенно соответствующие растворы и контролируя кислотность раствора по универсальной индикаторной бумажке до значения pH 6–8. Нейтрализованные растворы следует разбавлять большим количеством воды (1 : 100) и сливать в канализацию как бытовые сточные воды либо утилизировать согласно действующей на предприятии инструкции.

Не смешивающиеся с водой отработанные экстракты, содержащие гексан, хлороформ, четырёххлористый углерод либо законсервированные пробы, содержащие хлороформ, следует помещать в отдельную герметично закрывающуюся склянку и затем сливать в специальные органические отходы, не смешивающиеся с водой. Такие отходы, а также содержащие высокоопасные вещества следует сдавать для утилизации специализированным службам либо утилизировать по специальной инструкции, действующей в лаборатории (на предприятии). Подобные правила необходимо соблюдать также при консервации проб с использованием хлороформа.

Использованные, исчерпавшие ресурс укладочные коробки, контейнеры, ранцевые и другие укладки, а также отработанные флаконы, посуду и принадлежности из состава изделий следует промыть от возможно содержащихся на них остатках химических реагентов, растворов и отработанных проб (при необходимости) и далее утилизировать как твёрдые бытовые отходы. Правила утилизации реагентов и растворов, а также отработанных проб при анализе с применением конкретных экспресс-лабораторий и тест-комплектов приведены в прилагаемой сопроводительной документации (паспортах). Жидкие отходы, содержащие соли ртути и т. п., следует сдавать для утилизации в специализированную организацию.

ПРОИЗВОДСТВО + КОМПЛЕКСНОЕ ОСНАЩЕНИЕ

Преимущества портативного оборудования ЗАО «Крисмас+»:

- готовые реагенты и растворы, а также всё необходимое на 100 анализов по каждому показателю;
- применимы во внелабораторных условиях;
- подробные описания в документации;
- обеспечены комплектами пополнения;
- не требуется электроснабжение и водоснабжение.



ISBN 978-5-89495-302-1



Главный офис ЗАО «Крисмас+»:

191119, Санкт-Петербург,
ул. К. Заслонова, д. 6.
Тел.: (812) 575-50-81, 575-54-07.
8 (800) 302-92-25 (звонок по России бесплатный).

E-mail: info@christmas-plus.ru

Производственно-лабораторный
комплекс ГК «Крисмас» (ЗАО «Крисмас+»):

191180, Санкт-Петербург,
наб. реки Фонтанки, д. 102.
Тел.: (812) 575-88-14.
Факс: (812) 713-20-38 (круглосуточно).

E-mail: f102@christmas-plus.ru

Эксклюзивный дилер в Москве:

127247, г. Москва,
Дмитровское шоссе, д. 96, корп. 2.
Тел.: (917) 579-66-02.

E-mail: n-chernyh@christmas-plus.ru

<https://ecolab.ru>