

Тест-комплект по выполнению измерений
массовой концентрации катионных
поверхностно-активных веществ с
применением фотометра ЭКСПЕРТ-003
СТ-ФОТО КПАВ

Инструкция по измерению

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «КПАВ» предназначен для отбора и подготовки пробы воды к анализу на фотометре «Эксперт-003» с целью определения массовой концентрации катионных поверхностно-активных веществ (КПАВ).

Диапазон измерений массовой концентрации КПАВ 0,1-1,5 мг/дм³, погрешность ±0,03 мг/дм³.

Тест-комплект «КПАВ» включает все необходимые материалы и реагенты для отбора и подготовки пробы к фотометрическому анализу по **ПНД Ф 14.1:2:4.16-95**. Расчет массовой концентрации КПАВ выполняется фотометром «Эксперт-003» автоматически по заводской градуировке, сохраненной в памяти.

Область применения: лабораторный анализ, экспресс-анализ в полевых условиях.

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод определения КПАВ основан на образовании окрашенного соединения, экстрагируемого хлороформом, при взаимодействии КПАВ с бромфеноловым синим.

Оптическую плотность окрашенного экстракта измеряют на фотометре «Эксперт-003» с картриджем «400» в кювете 10×10 мм. Массовая концентрация КПАВ рассчитывается автоматически по градуировочному графику, сохраненному в памяти фотометра.

3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Определение следует проводить непосредственно после отбора пробы, так как КПАВ – неустойчивый компонент.

4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «КПАВ»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
Реагент № 1 Цитратный буферный раствор	Флакон-капельница с 30 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон-капельница с 30 см ³ раствора (2 шт.)
Реагент № 2 0,062 % раствор индикатора бромфенолового синего	Флакон-капельница с 30 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон-капельница с 30 см ³ раствора (2 шт.)
Экстрагирующий раствор (хлороформ)	Банка с 250 см ³ раствора (1 шт.)	Банка с 250 см ³ раствора (2 шт.)

- Шприц 10 см³ для отбора пробы – 1 шт.
- Пипетка Пастера 3 см³ – 50/100 шт. (в зависимости от числа определений).
- Пробирка пластиковая с крышкой 15 см³ – 1 шт.
- Воронка пластиковая – 1 шт.
- Фильтр бумажный – 50/100 шт. (в зависимости от числа определений).
- Штатив для пробирок – 1 шт.

5 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ

Тест-комплект следует хранить в сухом темном месте при температуре от 0 до 20°C; транспортировать при температуре не ниже минус 5°C.

Вскрывать реагенты непосредственно перед анализом.

Срок годности – 6 месяцев.

6 ОТБОР ПРОБЫ

Процедура отбора проб воды регламентируется требованиями ГОСТ Р 56237-2014, ГОСТ 31861-2012 и др.

Установить пластиковую пробирку в штативе. Отобрать шприцем 6 см³ пробы исследуемой воды и перенести в пластиковую пробирку (нижний край мениска жидкости должен располагаться ровно на делении «6 см³»).

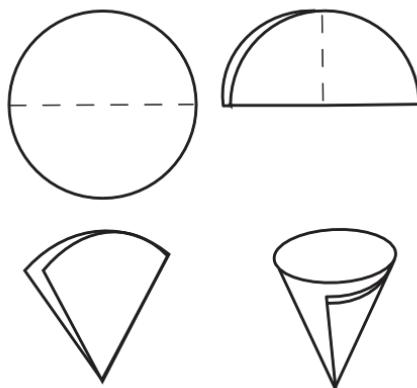
7 ОБРАБОТКА ПРОБЫ

В пробирку с пробой внести 12 капель **Реагента № 1** из флакон-капельницы. Закрыть крышкой и встряхнуть несколько раз.

Установить пробирку в штативе, открыть крышку и внести по каплям **Реагент № 2** из флакон-капельницы так, чтобы нижний край мениска жидкости в пробирке расположился ровно на делении «7 см³» (потребуется внести 10-15 капель). Закрыть пробирку крышкой и интенсивно встряхивать 1 минуту, после чего установить пробирку в штативе и открыть крышку.

Чистой пипеткой Пастера отобрать из банки с надписью «**Экстрагирующий раствор**» хлороформ (до полного заполнения пипетки) и внести в пробирку 3 см³ хлороформа. Нижний край мениска жидкости в пробирке должен расположиться ровно на делении 10 см³. Остатки хлороформа из пипетки слить обратно в банку. Пипетку не выбрасывать, она потребуется позднее для смачивания фильтра и переноса экстракта в кювету.

Закрыть пробирку крышкой и осторожно встряхивать 3 минуты (с частотой 1 с⁻¹). Установить пробирку в штативе, открыть крышку и выждать 1 минуту до полного расслоения жидкостей. За это время сложить конус из бумажного фильтра, как показано на рисунке:



Отобрать пипеткой (уже ранее использованной для внесения экстрагирующего раствора) примерно 0,5 см³ хлороформа из банки и перенести в сложенный бумажный фильтр,

расположив его над емкостью для слива. Влажный фильтр вставить в пластиковую воронку. Вставить воронку в кювету 10×10 мм.

Предварительно вытряхнув из пипетки остатки хлороформа, сжать ее полностью и погрузить в пробирку до дна. Медленно разжимая пипетку и удерживая носик пипетки у самого дна, отобрать экстракт – нижний (хлороформенный) слой. Следить, чтобы в пипетку не попала жидкость из верхнего (водного) слоя. Далее аккуратно извлечь пипетку из пробирки и, взяв во вторую руку кювету с вставленной в нее воронкой со смоченным бумажным фильтром, слить экстракт в кювету через фильтр. Экстракт должен заполнить кювету примерно на половину. Использованные пипетку и бумажный фильтр выбросить.

8 ИЗМЕРЕНИЕ

- Включить фотометр «Эксперт-003». Установить картридж «400» и переходник для кювет 10×10 мм. Нажать кнопку «ИЗМ». Кнопками «←» и «→» выбрать градуировку «КПАВ» (см. Протокол градуировок). При необходимости выполнить градуировку по стандартным растворам КПАВ (**Приложение А**).
- Не вставляя кювету в кюветное отделение фотоячейки, нажать кнопку «Ф1» (или «НОЛЬ» для модели фотометра «Диалог») для обнуления показания оптической плотности.
- Установить кювету с экстрактом в фотометрической ячейке, дождаться стабилизации показания оптической плотности и считать значение массовой концентрации КПАВ с дисплея фотометра с округлением до второго знака после запятой.
- Если измеренное значение превышает 1,5 мг/дм³ (верхнюю границу диапазона измерений), разбавить пробу дистиллированной водой и повторить обработку по п. 7 и измерение по п. 8. Измеренное значение концентрации должно находиться в пределах 0,1-1,5 мг/дм³. Для расчета конечного результата умножить измеренное значение концентрации на коэффициент разбавления.

9 ЗАВЕРШЕНИЕ РАБОТЫ

Взять новую пипетку Пастера, отобрать из банки примерно 1 см³ хлороформа и смыть с воронки остатки экстракта в кювету, промять стенки кюветы и вылить хлороформ. Высушить воронку, кювету и пипетку для дальнейшего использования. **Водой не промывать!**

Вылить из пробирки остатки раствора и тщательно промыть ее дистиллированной водой несколько раз. Высушить для дальнейшего использования.

Приложение А

Градуировка фотометра по стандартным растворам КПАВ

Используя аттестованный раствор КПАВ (ГСО или др.), приготовить шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией КПАВ 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 1,0; 1,2; 1,5 мг/дм³.

Отобрать по 6 см³ каждого из стандартных растворов и обработать в соответствии с п. 7.

Выполнить градуировку фотометра в соответствии с Руководством по эксплуатации, используя картридж «400» и кювету 10×10 мм с занулением по воздуху.

Выполненная градуировка будет сохранена в памяти фотометра под выбранным номером.