ФГБУ «ЦЛАТИ по СФО»
Филиал «ЦЛАТИ по Енисейскому региону»
ФГБУ «ЦЛАТИ по СФО» - г. Красноярск

УТВЕРЖДАЮ
Директор филиала
ЦЛАТИ по Енисейскому региону
г. Красноярск
_____Л.Е. Березова
_____2017 г.

Количественный химический анализ отходов, почв, грунтов и донных отложений

Методика измерений массовой доли цианидов (в т. ч. находящихся в форме комплексных соединений) в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, жидких и твердых отходов производства и потребления фотометрическим методом с пиридином и барбитуровой кислотой

ФР.1.31.2017.27246

(М 4 -2017)

Красноярск 2017

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит:

Филиалу «ЦЛАТИ по Енисейскому региону» ФГБУ «ЦЛАТИ по СФО» - г. Красноярск

Методика аттестована Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ») Свидетельство об аттестации № 222.0091/RA.RU.311866/2017 от 21.04.2017

Взамен ПНД Ф 16.1:2:2.2:2.3:3.70-10 «Методика измерений массовой доли цианидов (в т.ч. находящихся в форме комплексных соединений) в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, жидких и твердых отходах производства и потребления фотометрическим методом с пиридином и барбитуровой кислотой»

Разработчик:
Филиал «ЦЛАТИ по Енисейскому региону»
ФГБУ «ЦЛАТИ по СФО» - г. Красноярск
Адрес: 660055, г. Красноярск, ул. Джамбульская, 10
Тел. 8(391) 224 22 83, факс 224 23 97
E-mail: clati-er.ru@clati-er.ru

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений содержания цианидов (в т. ч. находящихся в форме комплексных соединений) в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, жидких и твердых отходов производства и потребления фотометрическим методом с пиридином и барбитуровой кислотой.

Диапазон измерений массовой доли цианидов по данной методике составляет:

- от 0,5 млн$^{-1}$ до 13 млн$^{-1}$ без разбавления
- от 13 млн$^{-1}$ до 130 млн$^{-1}$ с разбавлением пробы после отгонки.

Мешающие влияния, обусловленные присутствием в пробе роданидов, сульфидов, органических веществ, окислителей, устраняются в процессе анализа (п. 8.7).

1 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на выделении из цианидов при действии серной кислотой циановодорода, нейтрализуемого щелочным поглотительным раствором. При последующем хлорировании цианидов из поглотительного раствора с помощью хлорамина, образуется хлорциан, который взаимодействует с пиридином и барбитуровой кислотой с образованием окрашенного соединения.

Оптическую плотность раствора, содержащего полученное окрашенное соединение, измеряют при длине волны $\lambda = 580$ нм.

В связи с высокой неустойчивостью цианид-ионов результат определения напрямую зависит от правильности выполнения условий отбора, транспортировки проб, сроков проведения анализа, а также чистоты используемых реактивов (особенно барбитуровой кислоты).

2 ТРЕБОВАНИЯ К ПОКАЗАТЕЛЯМ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

В соответствии с «Перечнем измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выполняемых при осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды и обязательных требований к ним, в том числе показателей точности» (утвержденным Приказом Минприроды от 7 декабря 2012 № 425) предельно допустимая погрешность измерений массовой доли

органических и неорганических веществ в пробах почв, грунтов, донных отложений, отходов $\delta_н = \pm (5...80)$ %.

2.2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

– проверки квалификации лабораторий;

– оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

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

Диапазон измерений, млн$^{-1}$	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=1), σ_R, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=2), $\sigma_{R_{Y_{ср}}}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=1), $\pm\delta$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=2), $\pm\delta_{Y_{ср}}$, %
От 0,5 до 130 вкл.	18	29	25	58	50
Примечание – n - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений					

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы, реактивы.

3.1 Средства измерений, оборудование и материалы

Спектрофотометр или электрофотоколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны $\lambda = 580$ нм.

Кювета с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 220 г

(погрешность взвешивания ± 0,1 мг) по ГОСТ Р 53228-2008.

Влагомер весовой серии МХ-50

Сушильный шкаф электрический с регулятором температуры с погрешностью не более ±2°С.

Баня песчаная

Магнитная мешалка с обогревом

Мешальник в кислотостойкой (фторопластовой) оболочке в форме шара или чечевицы

Водоструйный насос

Ловушка для водоструйного насоса со спускным краном

Шланг силиконовый

Бумага индикаторная, универсальная, ТУ-6-09-1181

Бумага йодокрахмальная

Смазка вакуумная

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб и растворов при температуре $(2\text{-}10)^0$ С.

3.2 Посуда

Чашки фарфоровые для взвешивания, ГОСТ 9147

Ступка фарфоровая с пестиком, ГОСТ 9147

Пробирки со шлифом П-2-10-14/23 ХС, ГОСТ 1770

Колбы мерные наливные 2-50-2; 2-100-2; 2-250-2; 2-500-2; 2-1000-2, ГОСТ 1770

Пипетки 2-1-1-1; 2-1-1-2; 2-1-1-5; 2-1-1-10, ГОСТ 29227

Колба трехгорлая, КГУ-3-1, ГОСТ 25336

Колба К-1-29/32, ГОСТ 25336

Колба КН-1, ГОСТ 25336

Стаканы В-1-50 ТХС, В-1-100 ТХС, В-1-250 ТХС

Холодильник обратный, ХШ, ГОСТ 25336

Воронка с противодавлением, вместимостью 100 $см^3$, ГОСТ 25336

Капилляр со шлифом (барботер), ГОСТ 25336

Цилиндры мерные 2-25-2; 2-1000-1, ГОСТ 1770

Воронки стеклянные для фильтрования, ГОСТ 25336

Поглотительные емкости объемом по 100 мл (склянки Дрекселя) ГОСТ 25336

Фильтры стеклянные (фильтр Шотта, пор. 16), ГОСТ 23932

Кружка фарфоровая, ГОСТ 9147

Холодильник прямой, ХПТ, ГОСТ 25336

Насадка Н1 (Вюрца) ГОСТ 25336

Алонж АИ ГОСТ 25336

Емкости из темного стекла с винтовыми или притертыми пробками вместимостью 50-100 $см^3$ для отбора и хранения проб.

3.3 Реактивы, стандартные образцы

Аммиак водный, ГОСТ 3760

Калий йодистый (йодид калия), ГОСТ 4232

Барбитуровая кислота, ТУ 6-09-512

Калия гидроокись, ГОСТ 24363

Кислота серная, ГОСТ 4204

Кислота соляная, ГОСТ 3118

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328

Натрий сернистокислый (сульфит натрия), ГОСТ 195

Магний хлористый, 6-водный, ГОСТ 4209

Пиридин, ГОСТ 13647

Ртуть хлорная, ТУ 2624-001-48438881-98

Роданид калия KCNS по ГОСТ 4139-75, х.ч.

Свинец (II) углекислый (карбонат свинца), ГОСТ 10275

Хлорамин Т, ТУ 6-09-11-576

Цианид калия технический, ГОСТ 8465 или цианид натрия технический, ГОСТ 8464

Серебро азотнокислое (нитрат серебра), стандарт-титр для приготовления 0,1 н. раствора, ТУ 6-09-2540

Хлорид железа (III), ч.д.а., ГОСТ 4147

ГСО состава раствора роданид-ионов, с концентрацией 1 $мг/см^3$, с погрешностью не более 1% (P=0,95).

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709

Примечания

1 Средства измерений должны быть утвержденных типов, внесены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений и поверены в установленном порядке. Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды, материалов, реактивов, стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками, в т.ч. импортных.

2. Все реактивы, используемые для анализа должны быть квалификации х.ч. или ч.д.а.

3. При использовании методики необходимо проверить действие ссылочных стандартов. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, рекомендуется применять без учета данного изменения.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении методики измерения необходимо соблюдать следующие требования безопасности.

4.1 Требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

4.3 Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

4.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.5 Все работы, включая хранение и определение влажности анализируемых проб, выделение и поглощение цианистого водорода, фотометрирование и дегазация посуды после измерений, должны проводиться только в хорошо работающем вытяжном шкафу.

4.6 Прибор для отгонки цианистого водорода должен быть герметичен, для чего следует использовать посуду без дефектов в стекле, с хорошо притертыми шлифами, которые смазывают вакуумной смазкой тонким слоем. Силиконовые шланги должны быть плотно одеты на выходные трубки поглотительных емкостей. Шланги не допускается смазывать вакуумной смазкой или смачивать.

4.7 После окончания выполнения измерений и перед мытьем, вся использованная посуда должна быть дегазирована. Дегазацию проводят только в вытяжном шкафу ополаскиванием внутренних стенок посуды дегазирующим раствором - 10% раствором гидроксида натрия. Дегазацию проводят в резиновых перчатках и защитных очках. Разбирают прибор и первым дегазируют холодильник: помещают его над дегазатором (широким кристаллизатором или нижней частью эксикатора), и заливают из

химической фарфоровой кружки внутрь холодильника дегазирующий раствор, поворачивая в руке холодильник так, чтобы все внутренние стенки были смочены дегазирующим раствором. Под реакционной колбой включают магнитную мешалку и при интенсивном перемешивании небольшими порциями осторожно добавляют в колбу дегазирующий раствор, постепенно доливая его до конца горловины колбы. Проверяют pH в колбе с помощью индикаторной бумаги. Если pH менее 12, то добавляют в колбу сухую щелочь. Капилляр и силиконовые шланги дегазируют, засасывая в них дегазирующий раствор с помощью резиновой груши. Содержимое из пробирок и кювет, сливают в дегазатор, пробирки и кюветы заливают до края дегазирующим раствором. После дегазации (1-2 мин.) дегазирующий раствор сливают, посуду и шланги ополаскивают несколько раз водопроводной водой и далее моют обычным способом. Отработанный дегазирующий раствор утилизируют многократным разбавлением.

Работать со стеклянной посудой, находящейся под разряжением следует только в специальных защитных очках (маске).

Следует внимательно следить за работой магнитной мешалки, остановка которой может привести к перегреву пробы и её выбросу.

При обнаружении запаха цианистого водорода (запах горького миндаля) следует немедленно прекратить измерения, закрыть створку вытяжного шкафа, отключить нагрев магнитной мешалки (перемешивание и подачу воды в холодильник не отключать), после полного остывания реакционной массы отключить перемешивание, выключить холодильник и провести дегазацию прибора как описано выше.

4.8 Отходы вредных веществ подлежат сбору, обезвреживанию и утилизации в соответствии с инструкцией, разработанной в лаборатории (организации).

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются специалисты, прошедшие специальную подготовку, имеющие навыки работы в химической лаборатории, владеющие общей техникой лабораторных работ, техникой фотометрического или спектрофометрического анализа и ознакомившиеся с настоящей методикой.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдаются следующие условия:

температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;

атмосферное давление (84,0-106,7) кПа (630-800 мм рт.ст);
относительная влажность не более 80 % при температуре 25 °С;
напряжение сети (220 ± 22) В;
частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

7 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ 17.4.3.01-83 «Почвы. Общие требования к отбору проб»; ГОСТ 17.4.4.02-84 «Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа»; ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3:3.2-2003 «Отбор проб почв, грунтов, осадков биологических очистных сооружений, шламов промышленных сточных вод, донных отложений искусственно созданных водоёмов, прудов-накопителей и гидротехнических сооружений», ПНД Ф 12.4.2.1-99 «Отходы минерального происхождения. Рекомендации по отбору и подготовке проб. Общие положения» или другими нормативными документами, утверждёнными и применяемыми в установленном порядке.

Пробы отбирают в емкости (банки) из темного стекла с притертой или плотно завинчивающейся крышкой, заполняя емкости под горло. Масса отобранной пробы должна составлять не менее 100 г.

При отборе жидких, пастообразных проб или проб, имеющих значение pH < 5 (по универсальной индикаторной бумаге) рекомендуется использовать для отбора колбы со шлифом. Колбу закрывают притертой пробкой и привинчивают её к колбе тонкой проволокой.

Емкости, с отобранными в них пробами доставляют в лабораторию и хранят в закрытом виде не более 10 суток при температуре не выше 10°С.

Доставленную в лабораторию пробу перед анализом усредняют. Для этого весь объем пробы извлекают из емкости, удаляют механические примеси (камешки, корни и пр.) и тщательно перемешивают растиранием пестиком в фарфоровой ступке соответствующего объема. После усреднения часть пробы используют для анализа, оставшуюся часть помещают в чистую емкость и хранят при условиях и сроках, описанных выше, при необходимости используют для получения повторных результатов и проведения внутрилабораторного контроля.

При отборе проб составляется акт (протокол) отбора пробы по установленной в лаборатории форме, в котором указывается:

наименование и адрес обследуемого предприятия;

цель анализа, предполагаемые загрязнители;
наименование анализируемого объекта (отходы, почва и т.д.)
место, дата и время отбора;
тип пробы (точечная, составная);
номер пробы;
условия отбора проб;
должность, фамилия лиц, участвующих в отборе, подпись, дата

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

8.1 Подготовка прибора к работе

Подготовку спектрофотометра или электрофотоколориметра к работе и оптимизацию условий измерения производят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен в установленном порядке.

8.2 Приготовление вспомогательных растворов

8.2.1 Хлорамин Т, 1%-ный водный раствор.

Растворяют 0,5 г хлорамина Т (натриевая соль *п*-толуолсульфохлорамида тригидрата) в 50 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в холодильнике при температуре (2-6) ^{0} С в стеклянной емкости с плотно закрытой крышкой не более 5 суток.

8.2.2 Поглотительный раствор - гидроксид натрия, приблизительно 0,1 моль/$дм^3$ водный раствор.

Растворяют 4 г NaOH в небольшом объеме дистиллированной воды и затем доводят объем до 1 $дм^3$. Хранят в полиэтиленовой таре не более 3 мес.

8.2.3 Хлорид ртути (II), приблизительно 14%-ный водный раствор.

Растворяют 14 г хлорной ртути (**осторожно яд!**) в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

8.2.4 Хлорид магния, приблизительно 33%-ный водный раствор.

Растворяют 50 г хлористого магния (6-водного) в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения не ограничен.

8.2.5 Смешанный пиридин - барбитуровый реактив.

В термостойкий стакан вместимостью 50 $см^3$ помещают 3 г

барбитуровой кислоты, приливают небольшое количество дистиллированной воды (около 20 $см^3$) и нагревают на плитке до растворения, не доводя до кипения. Горячий раствор переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Затем прибавляют 15 $см^3$ пиридина, добавляют 3 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доливают до метки дистиллированной водой, перемешивают. Раствор должен быть прозрачным. Хранят в холодильнике в плотно закрытой таре из темного стекла не более 5 суток. При комнатной температуре хранят в темном месте не более суток.

Если сразу после приготовления смешанного реактива наблюдается желтая окраска, необходимо произвести очистку пиридина. Для этого пиридин сначала сушат гидроксидом калия, добавляя в соотношении 1 часть гидроксида калия на 5 частей пиридина, оставляя на неделю. Затем пиридин сливают в сухую колбу для перегонки и перегоняют на установке с прямым холодильником, собирают фракцию 115^0 С. Применение резиновых пробок недопустимо.

8.2.6 Хлорид железа (III), концентрация приблизительно 1 г/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 0,1 г хлорида железа (III), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят при комнатной температуре не более 7 суток.

8.2.7 Нитрат серебра, основной раствор, 1 н.

Содержимое стандарт-титра нитрата серебра, предназначенного для приготовления 0,1 н. раствора, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из темной стекла до помутнения или изменения окраски.

8.2.8 Нитрат серебра, рабочий раствор, 0,02 н.

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 1 $см^3$ основного раствора нитрата серебра (по п. 8.2.7), доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Срок хранения раствора 1 месяц.

8.2.9 Аммиак, водный раствор.

Концентрированный (25%-ный) раствор аммиака разбавляют дистиллированной водой в два раза. Срок хранения раствора 1 месяц.

8.2.10 Основной градуировочный раствор роданид-ионов массовой концентрации 50 мг/дм^3.

В качестве образца для градуировки вместо цианид-ионов в эквивалентном количестве используются относительно нетоксичные роданид-ионы, проявляющие идентичные цианидам химические свойства в реакции со смешанным пиридин-барбитуровым реактивом.

Для приготовления градуировочных растворов используют ГСО роданид-ионов, концентрацией 1 мг/см^3.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 5 см^3 раствора роданид-ионов из ГСО, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученный раствор содержит 50 мг/дм^3 роданид-ионов. Раствор хранят в стеклянной таре в холодильнике не более 3 мес.

8.2.11 Рабочий градуировочный раствор роданид-ионов массовой концентрации 1 мкг/ см^3.

В мерной колбе вместимостью 100 см^3, вносят 2 см^3 основного градуировочного раствора (по п. 8.2.10), доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Полученный раствор содержит 1 мкг роданид-ионов в 1 см^3. Раствор готовят непосредственно перед анализом, хранению не подлежит.

8.2.12. При использовании калия роданистого по ГОСТ 4139 для приготовления рабочего раствора с концентрацией 1,0 мг/дм^3 предварительно готовят раствор с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3 (концентрация цианидов 448 мг/дм^3): 0,1673 г калия роданистого, предварительно высушенного до постоянной массы при 140 ^{0}С, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 100 см^3.Срок хранения раствора – не более 6 месяцев.

Рабочий раствор роданид-ионов, массовая концентрация 1,0 мг/дм^3 готовят соответствующим разбавлением раствора с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3 в тысячу раз путем трехкратного разбавления. Применяется свежеприготовленным.

8.2.13. Основной градуировочный раствор цианида калия (натрия) массовой концентрации 1 мг/см^3.

Растворяют 0,2 г гидроксида калия и 0,25 г цианида калия (или 0,19 г цианида натрия) в 100 см^3 дистиллированной воды.

(Осторожно! Цианид калия (натрия) - сильный яд! Следует избегать соприкосновения или вдыхания паров раствора!)

Полученный раствор содержит приблизительно 1 мг CN^- в 1 см^3.

Точный титр основного градуировочного раствора цианида калия (натрия) устанавливают титрованием рабочим раствором нитрата серебра (по п. 8.2.8) следующим образом:

10 $см^3$ основного градуировочного раствора цианида калия (натрия) помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, приливают 40 $см^3$ дистиллированной воды. 0,5 $см^3$ раствора аммиака (п. 8.2.9) и добавляют несколько кристаллов йодистого калия. Содержимое колбы перемешивают и титруют рабочим раствором нитрата серебра до появления неисчезающей мути йодида серебра.

Массовую концентрацию CN^- в растворе вычисляют по формуле

$$N = \frac{V * 0{,}02 * 2 * 26{,}0 * 1000}{10}, \text{ мг } CN^-/дм^3 \quad (1)$$

где V - количество рабочего раствора нитрата серебра, пошедшее на титрование 10 $см^3$ основного стандартного раствора цианида калия (натрия), $см^3$;

0,02 - нормальность раствора азотнокислого серебра;

26,0 – молярная эквивалентная масса CN^-;

2-стехиометрический коэффициент реакции взаимодействия ионов серебра с цианидами.

Титр раствора проверяют каждую неделю, т.к. концентрация его постепенно уменьшается.

8.2.14. Рабочий градуировочный раствор цианида калия (натрия).

Раствор готовят непосредственно перед анализом разбавлением основного стандартного раствора (по п. 8.2.12) раствором едкого натра (1 г NaOH в 1 $дм^3$ воды) так, чтобы он содержал 0,5 мкг CN^- в 1 $см^3$.

8.2.15. Дегазирующий раствор

Растворяют 100 г технического гидроксида натрия в 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой таре не более 12 мес.

8.2.16. Кислота соляная, раствор молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

8,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$. Срок хранения 6 месяцев.

8.3 Построение градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику строят или по рабочему градуировочному раствору цианида калия (натрия) или по рабочему

градуировочному раствору роданид-ионов.

8.3.1 Состав и количество образцов для построения градуировочной характеристики по рабочему градуировочному раствору цианида калия (натрия) приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для построения градуировочной характеристики при анализе цианидов (с использованием градуировочного раствора цианид-ионов 0,5 мкг/см^3)

№ п/п	Объем рабочего градуировочного раствора с содержанием цианид-ионов 0,5 мкг/см^3, см^3	Объем дистиллированной воды, см^3	Масса цианид-ионов в 5 см^3 раствора, мкг
1	0	5,0	0
2	0,1	4,9	0,05
3	0,2	4,8	0,10
4	0,5	4,5	0,25
5	1,0	4,0	0,50
6	1,5	3,5	0,75
7	2,0	3,0	1,00
8	2,6	2,4	1,30

Градуировочные образцы приготавливают в стеклянных пробирках вместимостью 10 см^3 с притертой пробкой. Вносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора, разбавляют до 5 см^3 дистиллированной водой, доводят pH пробы до 4 -5 ед. pH раствором HCL (0,1 моль/дм^3) по п.8.2.16. Условия анализа, его проведение должны соответствовать описанным условиям в пункте 9.2.

8.3.2 Состав и количество образцов для построения градуировочной характеристики по рабочему градуировочному раствору роданид-ионов приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Состав и количество образцов для построения градуировочной характеристики при анализе цианидов (с использованием градуировочного раствора роданид-ионов 1 мкг/см^3)

№ п/п	Объем рабочего градуировочного раствора с содержанием роданид-ионов 1 мкг/см^3, см^3	Объем дистиллированной воды, см^3	Масса роданид-ионов в 5 см^3 раствора, мкг	Масса цианид-ионов, в пересчете из массы роданид-ионов в 5 см^3 раствора, мкг
1	0	5,0	0	0
2	0,1	4,9	0,1	0,045
3	0,2	4,8	0,2	0,090
4	0,5	4,5	0,5	0,224
5	1,0	4,0	1,0	0,448
6	1,5	3,5	1,5	0,673
7	2,0	3,0	2,0	0,897
8	2,5	2,5	2,5	1,121
9	3,0	2,0	3,0	1,345

Градуировочные образцы приготавливают в стеклянных пробирках вместимостью 10 см^3 с притертой пробкой. Вносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора, разбавляют до 5 см^3 дистиллированной водой, доводят pH пробы до 4 - 5 ед. pH раствором HCL (0,1 моль/дм^3) по п. 8.2.16. Условия анализа, его проведение должны соответствовать описанным условиям в пункте 9.2, но перед добавлением хлорамина Т в пробирку вносится 0,2 см^3 раствора хлорида железа (III) (по п. 8.2.6), используемого в качестве катализатора.

8.3.3 Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания массы цианид-ионов. Для построения градуировочной характеристики каждый раствор необходимо фотометрировать 3 раза с целью усреднения данных и исключения случайных результатов.

При построении градуировочной характеристики по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс – содержание цианид-ионов в 5 см^3, выраженное в мкг.

Градуировочная характеристика должна быть линейной. Проверка линейности проводится по действующим нормативным документам на градуировочные характеристики.

Если при построении градуировочной характеристики не используют стандартные образцы, то при использовании новой партии реактивов для создания образцов для градуировки до использования градуировочной характеристики проводят контроль правильности градуировочной характеристики аналогично п. 8.4 с использованием в качестве средств контроля образцов для градуировки, приготовленных на основе СО.

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза перед выполнением серии анализов, а также при смене партии реактивов, после поверки или ремонта спектрофотометра (электрофотоколориметра). Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2 или 3).

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

$$\left| C - C_0 \right| \le K_{гр}, \quad (2)$$

где C – содержание цианидов, найденное по графику, мкг;

C_0 – масса цианидов в образце для градуировки, мкг;

$K_{гр}$ – значение погрешности построения градуировочной характеристики, соответствующее массе цианидов в образце для градуировки и установленное при реализации методики в лаборатории.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, приведенных в табл. 2 или 3. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

8.5 Определение влажности пробы

8.5.1 Подготовка чашек для взвешивания

Фарфоровую чашку для взвешивания высушивают в сушильном шкафу при t = (105 ± 2)°С в течение 2 часов. Далее чашку переносят в эксикатор, нижняя часть которого заполнена хлористым кальцием, для охлаждения в течение 30 минут, после чего нумеруют, взвешивают, результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Затем чашку снова ставят на 30 минут в сушильный шкаф. Охлаждение и взвешивание повторяют. Чашку считают доведенной до постоянной массы, если разница двух последующих взвешиваний не превышает 0,02 г.

8.5.2 Определение влажности пробы

Для пересчета массы навески на абсолютно сухую пробу определяют содержание гигроскопической влаги. Для этого берут 3 навески пробы по 0,2 г, помещают в предварительно подготовленные фарфоровые чашки и высушивают при t = (105±5)°С в сушильном шкафу до постоянной массы.

Жидкие пробы предварительно выпаривают на водяной бане досуха.

$$g = \frac{P - P_{сух}}{P} * 100 \qquad (3)$$

где g – содержание гигроскопической влаги, %;

P – масса пробы, взятой для полного высушивания, г;

$P_{сух.}$ – масса полностью высушенной пробы, г.

При выполнении условия: $|g_{max} - g_{min}| \leq 12\%$ вычисляют $g_{ср.}$:

$$g_{ср.} = \frac{g_1 + g_2 + g_3}{3} \qquad (4)$$

Определяют коэффициент пересчета на абсолютно-сухую пробу:

$$K = \frac{100 - g_{ср.}}{100}, \quad \text{где} \qquad (5)$$

$g_{ср.}$- содержание гигроскопической влаги, %.

Точная масса (кг) навески абсолютно сухой пробы, взятой для анализа рассчитывается по формуле:

$$m_{абс.сух} = \frac{m*K}{1000} \qquad (6)$$

где m – масса пробы, взятая для анализа, г.

К – коэффициент пересчета (формула 5).

8.6 Выделение цианидов из пробы

8.6.1 Выделение цианидов из проб.

Анализируемая проба перед анализом не должна подвергаться высушиванию, так как в процессе высушивания возможны потери цианидов. Проба перед анализом должна быть измельчена (при необходимости) и усреднена по п. 7.

На магнитную мешалку с возможностью нагрева размещают круглодонную трехгорлую (с притертыми шлифами) колбу, вместимостью 1 $дм^3$, в которую предварительно опущен магнитный мешальник. В одно горло размещают капилляр такой длины, чтобы после загрузки всего содержимого, нижний его конец находился под слоем жидкости. В другое горло размещают капельную воронку с противодавлением с хорошо притертым краном. В среднее горло через воронку в колбу загружают 10 ± 5 г анализируемой пробы, примерно 400 мл дистиллированной воды, 20 $см^3$ раствора хлорида ртути (по п. 8.2.3) и 20 $см^3$ раствора хлорида магния (по п. 8.2.4), воронку омывают в колбу небольшим количеством дистиллированной воды, и размещают в это горло холодильник. К верхнему шлифу холодильника подсоединяют с помощью переходника и силиконовых шлангов два последовательно соединенных поглотительных сосуда, в каждый из которых предварительно налито по 50 $см^3$ поглотительного раствора – гидроксида натрия (по п. 8.2.2). Последний поглотительный сосуд соединяют через ловушку с регулирующим краном с водоструйным насосом. В процессе сборки прибора все шлифы смазывают. Проверяют прибор на герметичность включением вакуумного насоса, в случае соблюдения герметичности создают через регулирующий кран в приборе такое разряжение, чтобы через жидкость в поглотительных емкостях проходили один-два пузырька воздуха в секунду.

Под колбой включают перемешивание и осторожно вводят из капельной воронки с противодавлением 60 $см^3$ концентрированной серной кислоты. После прикапывания всей кислоты закрывают кран в капельной воронке. Просасывают воздух 10 мин. Включают на мешалке нагрев и колбу кипятят с перемешиванием в течение 3 часов[1]. При необходимости (при отсутствии закипания) сверху колбу прикрывают асбестовым полотном или стеклотканью. Периодически проверяют скорость пропускания воздуха. Через 3 часа нагревание прекращают, но воздух через систему просасывают при перемешивании еще в течение 20 минут. Снимают разряжение через регулирующий кран. Отсоединяют поглотительные сосуды от холодильника

[1] Указанное время необходимо для разложения проб, содержащих цианиды в виде комплексов с тяжелыми металлами. Для проб, содержащих цианиды в виде солей с щелочными металлами время разложения может быть сокращено до 1 ч.

и промывают подводящие трубки дистиллированной водой, капая дистиллированную воду в шланги из пипетки или шприца (около 5 мл), сливая промывные воды в поглотительные сосуды.

8.6.3 Если анализируемый образец не содержал мешающих примесей, то содержимое обоих поглотительных сосудов количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и далее проводят фотометрирование, как описано в п. 9. Если образец содержал мешающие примеси, то перед фотометрированием проводят их устранение (п. 8.7).

8.7 Устранение мешающих влияний

8.7.1 К возможным мешающим влияниям следует отнести содержащиеся в пробах сероводород и сульфиды, а также окислители (свободные галогены).

8.7.2 Для устранения мешающих примесей, содержимое поглотительных сосудов количественно объединяют и обрабатывают как указано ниже.

8.7.3 Сульфиды удаляют добавлением к полученному раствору мелкорастертого карбоната свинца до прекращения выпадения черного осадка, при этом раствор предварительно должен быть доведен до pH=11 (по индикаторной бумаге). Осажденный черный сульфид свинца отфильтровывают под вакуумом через стеклянный фильтр (фильтр Шотта пор. 16), промывают и отбрасывают. Фильтрат и промывные воды количественно собирают и используют для дальнейшего анализа.

8.7.4 Окислители удаляют добавлением к пробе 1%-ного раствора сульфита натрия до появления отрицательной реакции на йодкрахмальную бумагу.

8.7.5 Пробы, содержащие большое количество органических соединений или гумуса, следует анализировать с применением двойной последовательной отгонки цианидов по п. 8.6., при этом вторую отгонку проводят из чистой колбы.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений выполняют следующие процедуры.

9.1 Полученную (по п. 8.6.3) пробу в мерной колбе на 500 $см^3$ осторожно[2] доводят до pH = 4-5 (контроль по индикаторной бумаге), прибавляя в колбу по каплям концентрированную соляную кислоту и

[2] При сильном подкислении возможно выделение цианистого водорода, выпадение осадка гидрохлорида пиридина и исчезновение окраски, а при pH>10 образование окрашенного соединения также затруднено.

тщательном перемешивании после добавления, до получения устойчивого значения pH. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Если концентрация цианидов в пробе превышает 13 млн$^{-1}$, то, полученную по п. 9.1 пробу разбавляют дистиллированной водой в 10 раз в мерной колбе, при этом в разбавленном растворе необходимо соблюсти значение pH = 4-5. Произведенное разбавление учитывают в последующих расчетах.

9.2 В пробирку с притертой пробкой, вместимостью 10 см^3, вносят 5 см^3 пробы (по п. 9.1), с содержанием цианидов от 0,05 до 1,3 мкг/5см^3, прибавляют 0,2 см^3 раствора хлорамина Т (по п.8.2.1), закрывают пробкой, интенсивно встряхивают и выдерживают 1 мин. Затем, при непрерывном перемешивании, в пробирку быстро добавляют 0,6 см^3 смешанного реактива (по п.8.2.5), закрывают пробкой, интенсивно встряхивают, затем выдерживают 8 мин. При более высоком содержании цианидов пробу предварительно разбавляют (п. 9.1).

Измеряют оптическую плотность полученного пурпурного раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм, при длине волны λ=580 нм, по отношению к раствору холостого опыта, проведенного с 5 см^3 дистиллированной воды. Содержание цианидов в пробе определяют по соответствующему градуировочному графику.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Массовую долю цианидов X (млн$^{-1}$) в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C * V_к}{m_{абс.сух.} * V_а * 1000} \qquad (7)$$

где C – содержание цианидов, найденное по графику, мкг;

$V_к$ – объем мерной колбы для объединения поглотительных растворов (500 см^3), см^3;

$V_а$– объем раствора пробы, взятый для взаимодействия с пиридин-барбитуровым реактивом (5 см^3), см^3;

$m_{абс.сух.}$ – масса пробы, взятой для анализа в пересчете (формула 6) на абсолютно сухую пробу, кг

10.2 За результат анализа X_a принимают результат единичного определения содержания цианидов X, или при необходимости получения более точных результатов измерений - $X_{ср}$ - среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (8)$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot (X_1 + X_2)/200 \quad (9)$$

где $r_{отн}$ - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 4.

При невыполнении условия (9) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

Таблица 4 - Значения предела повторяемости при вероятности Р=0,95

Диапазон измерений, $млн^{-1}$	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), $r_{отн}$, %
от 0,5 до 130 вкл.	50

10.3 Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 5.

Таблица 5 - Значения предела воспроизводимости при вероятности Р=0,95

Диапазон измерений, $млн^{-1}$	Число параллельных определений для образца в каждой из лабораторий, n	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $R_{отн}$, %
от 0,5 до 130 вкл.	1	81
	2	70

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X_a в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_a \pm \Delta$, Р=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_a$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_a \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где,

X_a – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

Вид алгоритма оперативного контроля, реализуемого в лаборатории (оперативный контроль процедуры анализа с использованием метода добавок или с использованием метода варьирования навески), определяют при составлении плана контроля, утверждаемого в лаборатории.

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

12.1 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Контроль погрешности выполняют в одной серии с КХА рабочих проб. Образцами для контроля являются реальные пробы.

Отбирают вдвое большее количество аналитической пробы, чем это необходимо для выполнения анализа. Первую половину анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат исходной рабочей пробы (Х). Навеску из другой половины помещают в перегонную колбу для выделения цианидов (п. 8.6), делают в перегонную колбу добавку[3]

[3]Не допускается использовать для добавки раствор (или ГСО) роданид-ионов, так как роданид-ионы не перегоняются в виде роданисто-водородной кислоты. При появлении

основного градуировочного раствора цианида калия (натрия) (по п. 8.2.12) и далее проводят выделение и анализ в точном соответствии с настоящей методикой, получают результат анализа рабочей пробы с добавкой (X'). Величину добавки определяют в соответствии с РМГ 76.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = X'_a - X_a - C_д \qquad (10)$$

где X_a' – результат анализа в пробе с добавкой;

X_a – результат анализа в исходной пробе;

$C_д$ – величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_a} + \Delta^2_{л,X_a}}, \qquad (11)$$

где $\Delta_{л,X'_a}$, $\Delta_{л,X_a}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа (при соответствующем числе параллельных определений), установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие содержанию цианид-ионов в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$|K_к| \le K \qquad (12)$$

При невыполнении условия (12) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

12.2 Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с использованием метода варьирования навески

Образцами для контроля являются реальные пробы. Величину навески определяют в соответствии с РМГ 76.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля $К$.

утвержденных типов стандартных образцов цианида калия (натрия), их используют для приготовления добавки.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = X'_и - X_а, \qquad (13)$$

где X' – результат анализа в рабочей пробе;

X – результат анализа в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta^2_{л,X'_а} + \Delta^2_{л,X_а}}, \qquad (14)$$

где $\Delta_{л,X'_а}$, $\Delta_{л,X_а}$ - установленные в лаборатории при реализации методики значения характеристики погрешности результатов измерений массовой доли цианид-ионов в исходной (рабочей) пробе и в рабочей пробе, полученной путем варьирования навески, соответственно.

Процедуру измерений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$|K_к| \leq K \qquad (15)$$

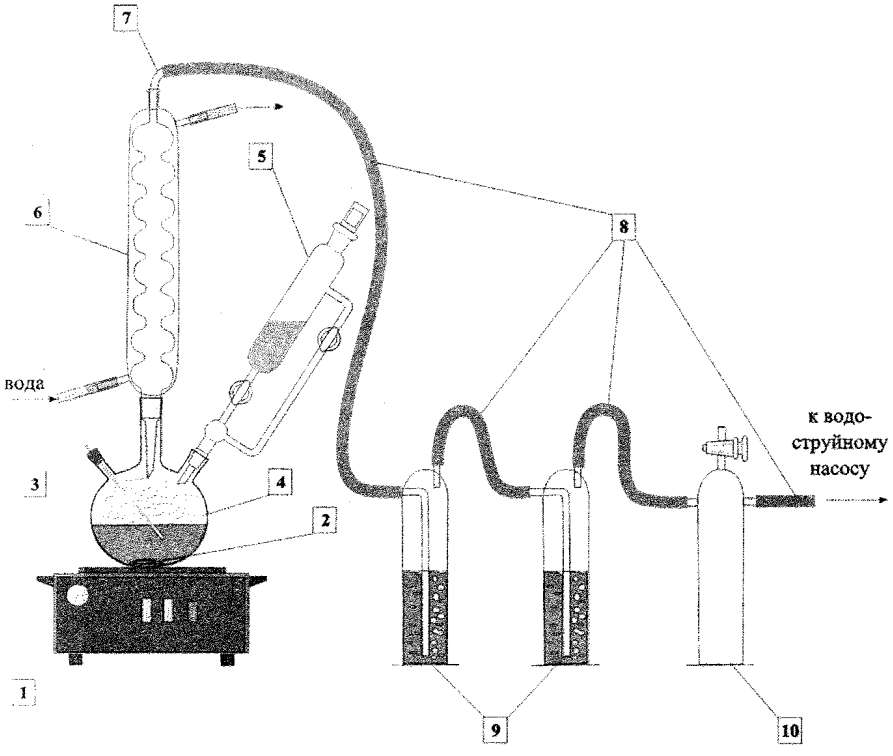
При невыполнении условия (15) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (15) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

12.3 Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение 1 (обязательное)

Схема установки для перегонки цианидов



1 – магнитная мешалка с нагревом
2 – магнитный мешальник
3 – капилляр
4 – трехгорлая колба
5 – воронка капельная с противодавлением
6 – холодильник обратный
7 – переходник « шлиф-шланг»
8 – шланги силиконовые
9 – поглотительные ёмкости
10 – ловушка для водоструйного насоса с краном

002665

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0091/RA.RU.311866/2017

Методика измерений массовой доли цианидов (в т. ч. находящихся в форме
наименование методики, включая указание измеряемой величины, шкалы величины (шкалы измерений),
комплексных соединений) в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков
объекта, диапазона и реализуемый способ измерений и, при необходимости, наименование дополнительных параметров
сточных вод, жидких и твердых отходах производства и потребления

фотометрическим методом с пиридином и барбитуровой кислотой,

разработанная Филиалом "ЦЛАТИ по Енисейскому региону" ФГБУ "ЦЛАТИ по СФО" -
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
г. Красноярск (660055, г. Красноярск, ул. Джамбульская, 10)

содержащаяся в М 4-2017 " Методика измерений массовой доли цианидов (в т. ч.
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
находящихся в форме комплексных соединений) в пробах почв, грунтов, донных

отложений, илов, осадков сточных вод, жидких и твердых отходах производства и

потребления фотометрическим методом с пиридином и барбитуровой кислотой.",

год утверждения - 2017, 25 с.

Аттестация проведена на основе экспериментальных исследований.
теоретических и (или) экспериментальных исследований

Методика измерений аттестована в соответствии с Приказом Минпромторга от 15.12.2015 г. № 4091

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений соответствует метрологическим требованиям, приведенным в Федеральном законе от 26.06.2008 г. № 102-ФЗ "Об обеспечении единства измерений"

Приказе Минпромторга России от 15.12.2015 N 4091, Приказе Минприроды от 7 декабря
другие нормативные правовые акты Российской Федерации, нормативные документы (при наличии)
2012 № 425, ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л., являющемся неотъемлемой частью настоящего свидетельства.

Директор **С.В. Медведевских**

Зав. лабораторией **Кайаева Ю.В.**

Дата выдачи 21.04.2017

М.П.

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 4
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: uniim@uniim.ru

МЕТРОН

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 222.0091/RA.RU.311866/2017
об аттестации методики измерений массовой доли цианидов (в т. ч. находящихся в форме комплексных соединений) в пробах почв, грунтов, донных отложений, илов, осадков сточных вод, жидких и твердых отходах производства и потребления
фотометрическим методом с пиридином и барбитуровой кислотой

1. Диапазон измерений, значения характеристики погрешности и ее составляющих

Диапазон измерений, млн$^{-1}$	Относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости, σ_r, %	Относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=1[1], σ_R, %	Относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости при n=2[1], $\sigma_{R_{1,m}}$, %	Границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=1, $\pm\delta$, %	Границы относительной погрешности при вероятности P=0.95 и n=2, $\pm\delta_{1,m}$, %
От 0,5 до 130 вкл.	18	29	25	58	50
Примечание – n - количество результатов параллельных определений, необходимых для получения окончательного результата измерений					

Ведущий научный сотрудник ФГУП «УНИИМ», эксперт-метролог (сертификат № RUM 02.51.335.00771-2) О.Б.Пономарева 21.04.2017

[1] Значения показателя воспроизводимости установлены при первичной аттестации методики.

gost.e-ecolog.ru