СОГЛАСОВАНО

Главный научный
сотр. ВНИИстандарт,
Председатель ТК 343
(Качество воды)

А. Б. ЧЕСКИС

"30" сентября 1993 г.

УТВЕРЖДАЮ

Зам. директора
ТОО «КОРТЭК»

Е. М. РУКИН

"01" августа 1993 г

МЕТОДИКА

ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖЕЛЕЗА, КАДМИЯ, КОБАЛЬТА, МАРГАНЦА, МЕДИ, НИКЕЛЯ, СВИНЦА, ЦИНКА И ХРОМА В ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОДАХ МЕТОДОМ ПЛАМЕННОЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

СОГЛАСОВАНО

Директор ГИЦ
питьевой воды

Л. В. ДМИТРИЕВА

Москва – 1993
ТОО «КОРТЭК»

gost.e-ecolog.ru

Автор разработки:
Власова Т. А.

Рецензенты:
Фаткудинова Ш.Р., канд. хим. наук
Макаров С.Н., канд. биол. наук

При разработке Методики были использованы отечественные и зарубежные материалы, в частности, международные стандарты ИСО 5657–10, 8288, 9174; ГОСТ 25086; РД 1.01.808 7.3 – 88. "Методика лабораторного контроля качества измерений состава сточных вод" (Харьков, 1988г.).

Концентрацию растворенных форм металлов определяют после кислотной обработки фильтрованной пробы; концентрацию суммы форм – после кислотной обработки первоначальной пробы; концентрацию нерастворенных форм рассчитывают по разности найденных значений концентраций суммы форм и растворенных форм. В зависимости от целей анализ может быть ограничен определением концентрации только растворенных форм или суммы форм одного или нескольких металлов.

Химические помехи, обусловленные вариациями состава проб (матричный эффект) устраняют специальной подготовкой пробы воды к анализу. Учет неселективного поглощения и рассеяния света осуществляют с помощью корректора фона с источником непрерывного спектра (дейтериевой лампой).

1. ПРИНЦИП МЕТОДА

Метод основан на кислотной обработке воды (минерализации) с последующим атомно – абсорбционным определением концентраций металлов в минерализате. Атомно – абсорбционное спектрометрическое определение металлов и основано на измерении оптической плотности (или абсорбции) пламени на соответствующих каждому металлу длинах волн, при введении в пламя анализируемых проб и градуировочных растворов.

2. ПОКАЗАТЕЛИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Проведение измерений в точном соответствии с методикой, погрешность результатов анализа с доверительной вероятностью P=0,95, не превышает значений, расчитанных по соотношениям табл. 1.

Таблица 1

Диапазоны и показатели погрешностей результатов анализа при P = 0,95

Металл	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3	Предел возможных значений погрешности результатов анализа, Δ, мг/дм^3	Допускаемое расхождение двух параллельных определений, d_2, мг/дм^3	Допускаемое расхождение двух результатов анализа, D_2, мг/дм^3
Fe	0,02 ÷ 5,0	0,06C+0,007	0,07C+0,010	0,08C+0,012
Cd	0,01 ÷ 1,0	0,18C+0,003	0,25C+0,004	0,30C+0,005
Co	0,02 ÷ 5,0	0,08C+0,006	0,11C+0,008	0,13C+0,010
Mn	0,01 ÷ 5,0	0,10C+0,004	0,14C+0,006	0,17C+0,007
Cu	0,01 ÷ 4,0	0,10C+0,003	0,14C+0,004	0,17C+0,005
Ni	0,02 ÷ 5,0	0,08C+0,008	0,10C+0,010	0,13C+0,012
Pb	0,05 ÷10,0	0,10C+0,010	0,14C+0,018	0,17C+0,024
Zn	0,01 ÷ 1,0	0,16C+0,002	0,22C+0,003	0,26C+0,004
Cr	0,02 ÷ 5,0	0,10C+0,007	0,14C+0,009	0,17C+0,010

C – среднее арифметическое двух результатов анализа

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

3.1. Средства измерения, вспомогательное оборудование

3.1.1. Атомно – абсорбционный спектрометр "Квант".

3.1.2. Лампы полого катода типа ЛТ – 2 или другие, соответствующие определяемым металлам.

3.1.3. Ацетилен растворенный технический в баллонах, ГОСТ 5457.

3.1.4. Пропан – бутан, смесь в баллонах, ГОСТ 15860.

3.1.5. Воздух сжатый, ГОСТ 17443.

3.1.6. Весы лабораторные аналитические любого типа, 2-го класса точности, ГОСТ 24104.

3.1.7. Редуктор ацетиленовый, ГОСТ 2405.

3.1.8. Плитка электрическая с закрытой спиралью, ГОСТ 14919.

3.2. Посуда

3.2.1. Пипетки: 4 (5) -2-1-2, 6 (7) -2-5 (10), ГОСТ 20292.

3.2.2. Колбы мерные наливные: 2-50 (100, 1000) -2, ГОСТ 1770.

3.2.3. Цилиндры мерные: 1-50, ГОСТ 1770.

3.2.4. Стаканы термостойкие: В-1-150 ТС, ГОСТ 25336.

3.2.5. Стаканчики для взвешивания: СВ, ГОСТ 25336.

3.2.6. Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками вместимостью 500 ÷ 1000 $см^3$ для отбора и хранения проб.

3.3. Реактивы

3.3.1. Стандартные образцы состава растворов металлов с погрешностью концентрации не более 1 % при P = 0,95.

Массовые концентрации металлов в стандартном образце раствора металла должны быть не менее 0,1 мг/см^3 и не более 2,0 мг/см^3. Допускается применение стандартных образцов состава растворов отдельных металлов и их смесей. В отсутствие стандартных образцов допускается приготовление растворов металлов из соответствующих химических соединений, согласно приложению 2.

3.3.2. Кислота азотная, по ГОСТ 4461, (плотность 1,42 г/дм^3).

3.3.3. Кислота азотная, 0,1 М раствор: 7,0 см^3 концентрированной азотной кислоты (п.3.3.3) ввести в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, довести до метки дистиллированной водой, перемешать.

3.3.4. Вода дистиллированная, ГОСТ 6709, или бидистиллированная.

ПРИМЕЧАНИЕ: Допускается применять другие реактивы и средства измерения, метрологические показатели которых соответствуют указанным в настоящей методике.

3.4. Материалы

3.4.1. Фильтры обеззоленные, "синяя лента".

3.4.2. Бумага индикаторная, универсальная для контроля pH.

3.4.3. Синтетическое моющее средство (СМС). 2 г СМС растворить в 1000 $см^3$ воды.

4. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

4.1. Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021, 12.1.021 и ГОСМ 12.4.007.

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. При эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов соблюдать "Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением", Гостехнадзор, 1970, ГОСТ 12.2.085.

4.6. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных норм по ГОСТ 12.1.005.

4.7. Над горелкой спектрометра установить вытяжной зонт.

4.8. Перед включением прибора проверить наличие воды в водяном затворе.

4.9. Необходимо строго соблюдать порядок подачи газов в спектрометр: сначала воздух, затем горючий газ (пропан – бутан или ацетилен). Прекращение подачи газов производить в обратном порядке.

4.10. Запрещается включать в сеть и работать на спектрометре без заземления. При смене или установке спектральной лампы необходимо отключить ее питание.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик – – аналитик, владеющий техникой атомно – абсорбционного анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации атомно – абсорбционного спектрометра "Квант".

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях:

Температура окружающего воздуха	– $20 \pm 5^{\circ}C$;
Относительная влажность	– $80 \pm 5\%$;
Атмосферное давление	– $84 \div 106$ кПа;
Частота переменного тока	– 50 ± 1 Гц.

7. ПОДГОТОВКА ПОСУДЫ

7.1. Подготовка посуды для отбора проб

Бутыли для отбора и хранения проб воды обезжирить раствором СМС, (п.3.4.3), последовательно промыть 2 раза азотной кислотой (п. 3.3.3) и 3 – 4 раза дистиллированной водой (п. 3.3.4).

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ ВОДЫ

8.1. Пробы воды (объем не менее 250 $см^3$) отобрать в стеклянные или полиэтиленовые бутыли (п. 3.2.6), предварительно ополоснутые отбираемой водой. Объем пробы воды при определения суммы форм металлов для облегчения перемешивания не должен превышать 2 / 3 объема бутыли для хранения пробы.

8.2. Если анализ выполняется в течение суток (при условии хранения пробы при $+3 \ldots +4^{\circ}C$), пробу для определения концентрации растворенных форм и суммы форм металлов отбирают в общую бутыль без консервирования. При невозможности выполнения анализа в указанные сроки и если анализ растворенных форм и суммы форм металлов проводят отдельно, то пробу воды после отбора следует разделить путем фильтрования через фильтр с порами 0,45 мкм и отобрать в отдельные бутыли. Привести pH каждой пробы к значению меньшему и равному 2 ($pH \leq 2$) добавляя азотную кислоту (п.3.3.2) из расчета 2÷3 $см^3$ кислоты на 250 $см^3$ нейтральной пробы.

Подкисленные пробы хранить при температуре 3÷4°C не более 3-х суток. Для каждого анализа отобрать по 3 параллельных пробы воды (1 резервная).

8.3. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в тару, обеспечивающую сохранность и предохраняющую от резких перепадов температуры.

8.4. Вода не должна подвергаться воздействию прямого солнечного света.

8.5. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указываются:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

9. ПОДГОТОВКА ПРИБОРА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Подготовку прибора к работе и оптимизацию условий измерения производить в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора и табл. 2.

Таблица 2

Условия определения металлов

Металл	Аналитическая линия, нм	Рабочий ток лампы, мА	Высота рабочей зоны пламени, мм
Железо	248,3	4,4 ÷ 4,8	7 ÷ 8
Кадмий	228,8	3,1 ÷ 3,5	7 ÷ 8
Кобальт	240,7	4,3 ÷ 4,7	7 ÷ 8
Марганец	279,5	4,1 ÷ 4,5	7 ÷ 8
Медь	324,7	3,6 ÷ 4,0	7 ÷ 8
Никель	232,0	4,3 ÷ 4,7	7 ÷ 8
Свинец	283,3	4,2 ÷ 4,6	7 ÷ 8
Цинк	213,9	3,1 ÷ 3,5	7 ÷ 8
Хром	357,9	4,6 ÷ 5,0	6 ÷ 7
Спектральная ширина щели – 0,25 нм Постоянная времени – 5 с			

10. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Приготовление рабочего раствора А с концентрациями металлов 0,1 мг/см^3 (1 см^3 раствора А содержит 100 мкг определяемых металлов).

Вскрыть стеклянные ампулы стандартных образцов состава растворов металлов с концентрациями 1,0 мг/см^3 (п.3.3.1). Отобрать пипеткой 5,0 см^3 каждого стандартного образца состава растворов металлов, поместить в мерную колбу вместимостью 50 см^3, довести до метки 0,1 М азотной кислотой (п.3.3.3), перемешать. При использовании стандартных образцов растворов металлов с концентрацией 2,0 мг/см^3, отмеренный объем (5,0 см^3) ввести в мерную колбу вместимостью 100 см^3.

Срок хранения 6 месяцев.

10.2. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы для построения и проверки градуировочного графика и калибровки прибора готовить в мерных колбах вместимостью 100 см^3 в соответствии с табл. 3. Растворы в колбах довести до метки 0,1 М азотной кислотой (п.3.3.3).

Таблица 3

Приготовление градуировочных растворов

N колбы	Массовая концентрация металлов в градуировочных растворах, мг / дм^3	Аликвотная часть разбавляемого раствора, помещаемая в мерную колбу на 100 см^3, см^3
1	10,00	10,0 рабочего раствора А
2	5,00	5,0 рабочего раствора А
3	4,00	4,0 рабочего раствора А
4	2,00	2,0 рабочего раствора А
5	1,00	1,0 рабочего раствора А
6	0,50	10,0 градуир. раствора 2
7	0,20	10,0 градуир. раствора 4
8	0,10	10,0 градуир. раствора 5
9	0,05	1,0 градуир. раствора 2
10	0,02	1,0 градуир. раствора 4
11	0,01	1,0 градуир. раствора 5

Растворы в колбах 1, 2, 3, 4, 5 устойчивы в течение месяца
Растворы в колбах 6, 7, 8, 9, 10, 11 готовить в день использования

10.3. Градуировка спектрометра

Градуировку спектрометра проводят по серии градуировочных растворов, согласно табл. 3.

Диапазон линейности градуировочной функции должен соответствовать данным табл. 1 (графа 2 – диапазон определяемых концентраций) для железа, кобальта, никеля, хрома – 0,02 ÷ 5,0 мг/дм^3, кадмия, цинка – 0,01 ÷ 1,0 мг/дм^3, свинца 0,05 ÷ 10,0 мг/дм^3, марганца – 0,01 ÷ 5,0 мг/дм^3, меди – 0,01 ÷ 4,0 мг/дм^3.

Градуируют спектрометр по раствору соответствующему верхней границе диапазона линейности градуировочной функции (табл. 1, графа 2): установить начало отсчета "0", введя в пламя 0,1 М раствор азотной кислоты (п.3.3.3). Распылить раствор с концентрацией соответствующей верхней границе линейного диапазона, ручкой [МАСШТАБ] установить показание прибора, соответствующее точке градуировки. Вводя в пламя другие градуировочные растворы, проверить правильность показаний.

10.4. При всех измерениях градуировочные растворы и анализируемые пробы должны иметь pH 1 ÷ 2.

10.5. Распыляемые растворы не должны содержать взвешенных частиц во избежание засорения капилляра.

10.6. Для горючих смесей, используемых для атомизации проб, применять соответствующие сменные горелки.

10.7. После каждого измерения распылять дистиллированную воду и, при необходимости, производить корректировку нуля по "холостому раствору" (п.11.1).

10.8. В процессе одной серии измерений следует контролировать постоянство расхода горючего газа и воздуха. Скорость засасывания градуировочных растворов и проб в распылительную камеру должна быть одинакова.

10.9. Последовательность определения отдельных металлов не регламентируется.

10.10. Для каждой анализируемой пробы проводят два параллельных определения, включая кислотную обработку каждой пробы (п.11.1, 11.2). Одновременно в тех же условиях проводят "холостой опыт" (п.11.1) для внесения поправки в результат.

11. ПОДГОТОВКА ПРОБЫ К АНАЛИЗУ

11.1. Для определения концентрации суммы форм металлов пробу воды перемешать в течение 5 мин в бутыли, затем быстро (1 – 2 мин) отобрать 50 $см^3$ пробы мерным цилиндром, перенести в стакан вместимостью 150 $см^3$, добавить 3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (п.3.3.2),

полученный раствор упарить на плитке, не допуская разбрызгивания, до влажных солей.

В случае большого содержания органических соединений к остатку добавить еще 3 $см^3$ азотной кислоты (п.3.3.2) и снова упарить до влажных солей. Повторную обработку проводить до полного разрушения органических соединений, что контролируют по цвету остатка. (Остаток становится светлым). В стакан с влажным остатком прилить 20 ÷ 30 $см^3$ 0,1 М азотной кислоты (п.3.3.3) и полученный раствор количественно перенести в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Стенки стакана ополоснуть из пипетки 0,1 М азотной кислотой (п.3.3.3), которую также добавить в мерную колбу. Раствор довести до метки 0,1 М азотной кислотой (п.3.3.3) и перемешать.

При необходимости концентрирования пробы остаток после кислотной обработки перенести в колбу меньшего объема (25 $см^3$).

Одновременно с обработкой пробы провести "холостой опыт", заменяя анализируемую пробу 50 $см^3$ дистиллированной воды.

11.2. Для определения концентрации растворенных форм металлов, оставшуюся после выполнения процедуры 11.1 часть исходной пробы отфильтровать через бумажный фильтр (п.3.4.1). Отобрать мерным цилиндром 50 $см^3$ отфильтрованной пробы и далее поступать по п.11.1.

11.3. Для измерения концентрации одного металла достаточно 3 ÷ 5 $см^3$ пробы, всех девяти металлов – 50 $см^3$.

ПРИМЕЧАНИЕ: В природной воде (воде рек и водоёмов), которые характеризуются низкой минерализацией и низким содержанием взвешенных частиц, концентрации металлов, можно определять прямо без обработки образцов. Но массовые концентрации определяемых металлов в таких водах обычно ниже, чем нижняя граница линейного диапазона (табл.1, гр.2). В этом случае применяют концентрирование пробы воды упариванием.

12. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.

12.1. Настраивают прибор на режим измерения абсорбции одного из металлов (табл. 2).

12.2. Распыляют дистиллированную воду (п.3.3.4).

12.3. Устанавливают нулевое показание прибора по 0,1 М раствору азотной кислоты (п.3.3.3).

12.4. Градуируют спектрометр, распыляя градуировочные растворы в соответствии с п. 10.3 и табл. 3.

12.5. Распыляют анализируемые пробы, снимая показания концентрации на табло прибора, или рассчитывая концентрацию по градуировочному графику.

12.6. После пяти последовательных измерений анализируемых проб, распыляют один из градуировочных растворов для контроля стабильности работы прибора.

12.7. Распыляют раствор, полученный в "холостом опыте" (п. 11.1), регистрируют отсчет, вычитают его из результатов измерений.

12.8. Операции по п.п. 12.1 ... 12.7 повторяют для каждого из определяемых металлов. При анализе проб необходимо снимать не менее 2-х отсчетов для каждого раствора.

13. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ

Содержание металлов в пробе расчитывают по формуле:

$$C_x = C_x - C_{хол.} \qquad (мг/дм^3),$$

где C_x – результат фотометрирования пробы с неизвестной концентрацией ($мг/дм^3$), полученной прямым отсчетом с табло прибора.

$C_{хол.}$ – результат фотометрирования в "холостом опыте".

Для разбавленных проб:

$$C_x = K \cdot C_x - C_{хол.} \qquad (мг/дм^3),$$

где K – показатель разбавления исходной пробы.

Для концентрированных проб:

$$C_x = C_x - C_{хол.} / K' \qquad (мг/дм^3),$$

где K' – показатель концентрирования исходной пробы.

В случае построения градуировочного графика в координатах "концентрация раствора" "показания прибора", концентрацию металла определяют по градуировочному графику.

Для двух параллельных определений получают два значения концентрации C_1 и C_2 и рассчитывают среднее арифметическое: $C_{ср} = (C_1 + C_2) / 2$.

Допускаемое расхождение между параллельными определениями d_2, вычисляют, подставляя $C_{ср}$ в соответствующее выражение табл. 1 (графа 3).

Если расхождение между параллельными определениями не превышает допускаемого $(C_1 - C_2) < d_2$, то среднее арифметическое значение принимают за результат анализа. В противном случае, анализ повторяют, используя резервную пробу. По среднему арифметическому значению концентрации рассчитывают абсолютную погрешность (табл.1). Окончательный результат анализа представляют в виде: $C \pm \Delta$ ($мг/дм^3$) при $P = 0,95$.

Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

14. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1. Норматив оперативного контроля сходимости расчитывают по формуле:

$$d_2 = Q(P, n) \cdot \sigma_{сход.}\left|\overset{\circ}{\Delta}\right|, \qquad \text{(табл. 1)}$$

где $Q(P, n) = 2{,}77$ при $n=2$; $p=0{,}95$;

$\sigma_{сход.}\left|\overset{\circ}{\Delta}\right|$ – показатель сходимости.

Решение об удовлетворительной сходимости принимают при выполнении условия $(C_1 - C_2) \leq d_2$ (C_1 и C_2 – значения результатов параллельных определений).

14.2. Оперативный контроль воспроизводимости методики проводят по разбросу двух результатов определения содержания массовой концентрации металлов в рабочей пробе, полученных в условиях воспроизводимости (разные операторы, разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов одного типа и т. д.).

Норматив оперативного контроля воспроизводимости D_2 расчитывают по формуле:

$$D_2 = Q(P, n) \cdot \sigma_{воспр.}\left|\overset{\circ}{\Delta}\right|, \qquad \text{(табл. 1)}$$

где $Q(P, n) = 2{,}77$ при $n=2$; $p=0{,}95$;

$\sigma_{воспр.}\left|\overset{\circ}{\Delta}\right|$ – показатель воспроизводимости.

Решение об удовлетворительной воспроизводимости принимают при выполнении условия:

$$(C_1 - C_2) \leq D_2 \qquad \text{(табл. 1)}$$

где C_1 и C_2 – результаты анализа пробы.

14.3. Оперативный контроль погрешности методики с применением метода добавок состоит в сравнении разности между результатом контрольного измерения содержания определяемого компонента в пробе с известковой добавкой $C_{пд}$ и в пробе без добавки $C_п$ с нормативом контроля точности k.

Норматив контроля погрешности:

$$k = \Delta, \qquad \text{(табл. 1)}$$

Решение об удовлетворительной погрешности результатов анализа принимают при выполнении условия:

$$(C_{пд} - C_п - C_д) < k,$$

где $C_{пд}$ – результат анализа пробы с добавкой;

$C_п$ – результат анализа пробы без добавки;

$C_д$ – значение величины добавки к пробе.

Контроль правильности внутрилабораторной воспроизводимости проводят не реже одного раза в месяц, а также при смене реактивов, растворов, после длительного перерыва в работе.

Приложение 1
(рекомендуемое)

ФОРМА ЗАПИСИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

N пробы	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Результат анализа
		Фактическое	Допускаемое	
	1.			
	2.			
	3.			
	Среднее:			

Приложение 2
(рекомендуемое)

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ РАСТВОРОВ МЕТАЛЛОВ С КОНЦЕНТРАЦИЕЙ 1,0 мг/см^3

1. Аппаратура, посуда, реактивы

– Сушильный шкаф с регулятором температуры от 20 до 120 °С с погрешностью регулирования ± 2°С;

– Весы лабораторные аналитические любого типа 2-го класса точности, ГОСТ 24104;

– Плитка электрическая с закрытой спиралью, ГОСТ 14919;

– Колбы мерные наливные 2-2-1000, ГОСТ 1770;

– Стаканы термостойкие В-1-150 ТС, ГОСТ 25336;

– Кислота азотная, х.ч., ГОСТ 4461, разбавленная 1:1;

– Кислота азотная, 0,1 М раствор;

– Вода дистиллированная, ГОСТ 6709 или бидистиллированная;

– Кобальт азотнокислый 6-водный, ГОСТ 4528;

– Кадмий азотнокислый 4-водный, ГОСТ 6262;

– Марганец хлористый 4-водный, ГОСТ 612;

– Медь азотнокислая 3-водная, ТУ 6-09-3590;

– Никель (III) азотнокислый 6-водный, ГОСТ 4055;

– Свинец (II) азотнокислый, ГОСТ 4236;

– Хром азотнокислый 9-водный, ГОСТ 4471;

– Цинк металлический, ГОСТ 3640;

– Железо металлическое, ТУ 6-09-3000;

– Медь катодная, ГОСТ 546;

– Свинец, ГОСТ 3778.

Приложение 3
(справочное)

Процедура отбора проб должна предусматривать ***оформление акта отбора проб,*** содержащего следующую информацию.

1. Наименование объекта отбора проб, место отбора и его характеристика, цель отбора пробы, наименование лаборатории в которую должна быть доставлена проба.

2. Вид отбираемой пробы и наименование документа, регламентирующего отбор проб.

3. Дату и время отбора пробы.

4. Тип пробоотборного устройства с указанием НД или средства отбора пробы с указанием его характеристики.

5. Средство хранения пробы, его номер или шифр.

6. Количество параллельно отобранных проб.

7. Способ консервации со ссылкой на НД.

8. Сведения о лицах произведших отбор проб (должность, организация, Ф. И. О., подпись).

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ВВЕДЕНИЕ 3

1. Принцип метода 4
2. Показатели погрешности измерений 5
3. Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы, растворы 6
4. Условия безопасного проведения работ 8
5. Требования к квалификации оператора 9
6. Условия выполнения измерений 10
7. Подготовка посуды 10
8. Отбор и хранение проб воды 10
9. Подготовка прибора к выполнению измерений ... 12
10. Подготовка к выполнению измерений 13
11. Подготовка пробы к анализу 16
12. Выполнение измерений 18
13. Обработка результатов измерений 19
14. Контроль погрешности результатов измерений ... 21

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 23

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 24

ЛОЖЕНИЕ 3 26

gost.e-ecolog.ru