РД 52.24.389-95

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ БОРА В ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С АЗОМЕТИНОМ-АШ

Ростов-на-Дону
1995

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом.

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд хим. наук (руководитель разработки), Т.Ф. Уфлянд.

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 17.04.95 г.

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 11.04.95 г., протокол N 2

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1995 г. N 41

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 389

7 ВЗАМЕН РД 52.24.41-87

Введение

В природных водах бор в зависимости от pH воды может находиться в виде различных боратов (солей борной и полиборной кислоты) или же свободных орто- и метаборной кислот. Предполагается также образование растворимых органических и неорганических комплексных соединений бора. Учитывая разнообразие соединений бора в природных водах и трудность (а часто и невозможность) выявления преобладающего соединения, целесообразно результат химического анализа выражать в пересчете на элементарный бор. При необходимости полученный результат может быть пересчитан на любую форму.

Соединения бора достаточно широко используются в керамической, металлургической, химической промышленности, для производства полупроводников, гербицидов, бытовых детергентов, медицинских препаратов.

Содержание бора в незагрязненных природных водах, как правило, является достаточно низким, однако может существенно повыситься в результате сброса сточных вод.

На живые организмы избыток бора оказывает токсическое действие, так как соединения бора негативно действуют на нервную систему, отравляют некоторые ферменты, витамины и гормоны.

Содержание бора в поверхностных водах нормируется. ПДК его в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения составляет 0,5 мг/дм^3 (с учетом валового содержания всех форм). В воде рыбохозяйственных водоёмов нормируется содержание борной кислоты - 0,017 мг/дм^3 в пересчете на бор.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ БОРА В ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С АЗОМЕТИНОМ-АШ

Дата введения 01.07.95 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает фотометрическую методику выполнения измерений в поверхностных водах суши и очищенных сточных водах массовой концентрации неорганических соединений бора (боратов, полиборатов, борной и метаборной) кислот в диапазоне 0,1-1,0 мг/дм^3 в пересчете на бор. При анализе проб воды с массовой концентрацией бора, превышающей 1,0 мг/дм^3, необходимо соответствующее разбавление пробы дистиллированной водой.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

В соответствии с ГОСТ 27384 норма погрешности при выполнении измерений бора в природных водах в диапазоне массовых концентраций от 0,1 до 0,5 мг/дм^3 составляет ±50 %, от 0,5 до 2,5 мг/дм^3 - ±25 %, свыше 2,5 мг/дм^3 - ±10 %. Погрешность измерения бора в сточных водах не нормирована.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблице.

При выполнении измерений бора в пробах с массовой концентрацией свыше 1,0 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot n$, где Δ - погрешность измерения концентрации бора в разбавленной пробе, n - степень разбавления.

Таблица - Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций бора, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,10-0,25	0,02	0,02	0,05
св. 0,25-1,00	0,03	0,04	0,08

3 Метод измерения

Определение основано на способности боратов в аммонийно-ацетатном буферном растворе образовывать растворимый комплекс желтого цвета с азометином-Аш, продуктом конденсации салицилового альдегида с 1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислотой (Аш-кислотой), который можно определять фотометрически при длине волны 400-420 нм. Линейность градуировочной зависимости сохраняется в диапазоне массовых концентраций 0,1-1,0 мг/дм^3.

Наиболее существенное мешающее влияние на результаты определения оказывают высокая жесткость (более 10 ммоль/дм^3 эквивалента), более 10 мг/дм^3 железа и высокая цветность. Влияние цветности устраняется путем измерения оптической плотности исследуемой воды, в которую добавлен буферный раствор. При повышенной жесткости и высоком содержании металлов используют предварительное катионирование пробы.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Фотоэлектроколориметр типа КФК-2, КФК-2мп (КФК-3) по ТУ 3.3.1766, ТУ 3.3.1860 или спектрофотометр типа СФ-46 (СФ-26).

4.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104.

4.1.3 Весы технические лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 24104 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 pH-метр типа pH-150, pH-155 по ТУ 25-7410.003; ТУ 25-7416.0171 или иономер типа Анион-210, Анион-214.

4.1.5 Насос вакуумный лабораторный любого типа.

4.1.6 Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.7 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью:

50 $см^3$ - 5
100 $см^3$ - 1
500 $см^3$ - 1

4.1.8 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227 вместимостью:

5 $см^3$ - 1
10 $см^3$ - 3

4.1.9 Пипетки с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью:

5 $см^3$ - 1
25 $см^3$ - 1

4.1.10 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью:

25 $см^3$ - 1
50 $см^3$ - 1
100 $см^3$ - 2
250 $см^3$ - 1
1 $дм^3$ - 1

4.1.11 Колбы конические или плоскодонные по ГОСТ 25336 вместимостью:

50 $см^3$ - 6
100 $см^3$ - 6

4.1.12 Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью:

250 $см^3$ - 1
500 $см^3$ - 1
1 $дм^3$ - 1

4.1.13 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336 диаметром 8-10 см - 1

4.1.14 Воронка фильтрующая без шлифа с пористой пластиной (пор 160) по ГОСТ 25336 - 1

4.1.15 Колба с тубусом (Бунзена) по ГОСТ 25336 вместимостью 0,5-1 $дм^3$ - 1

4.1.16 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 - 2

4.1.17 Палочка стеклянная - 1

4.1.18 Полиэтиленовая посуда для хранения растворов и проб воды.

4.1.19 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных или бумажных фильтров.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Борная кислота по ГОСТ 9656, х.ч.

4.2.2 Азометин-Аш, ч.(синтез реактива см. в 6.2).

4.2.3 Этилендиаминтетрауксусной кислоты динатриевая соль (Трилон Б) по ГОСТ 10652, ч.д.а.

4.2.4 Ацетат аммония по ГОСТ 3117, ч.д.а., или аммиак водный концентрированный по ГОСТ 3760, ч.д.а. и уксусная кислота по ГОСТ 61, ч.д.а.

4.2.5 Лимонная кислота по ГОСТ 3652, х.ч.

4.2.6 Аскорбиновая кислота по ГОСТ 4815, ч.д.а. или фармакопейная.

4.2.7 Ортофосфорная кислота по ГОСТ 6552, ч.д.а.

4.2.8 Серная кислота по ГОСТ 4204, ч.д.а.

4.3.9 Соляная кислота по ГОСТ 3118, ч.д.а.

4.3.10 Гидроксид натрия по ГОСТ 4328, ч.

4.2.11 Катионит сильнокислотный КУ-2 по ГОСТ 20298 или другой, равноценный по характеристикам.

4.2.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.13 Фильтры мембранные "Владипор МФА-МА", 0,45 мкм, по ТУ 6-05-1903 или другого типа, равноценные по характеристикам, или фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678.

4.2.14 Универсальная индикаторная бумага pH 1-10 по ТУ 6-09-1181.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для синтеза азометина-Аш

4.3.1 Мешалка со стеклянной насадкой с электроприводом - 1
4.3.2 Термометры по ГОСТ 29224 0-100 °С - 1
0-250 °С - 1
4.3.3 Колба двугорлая круглодонная термостойкая по ГОСТ 25336 вместимостью 1 $дм^3$ - 1
4.3.4 Колба Вюрца (колба с отводом) по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$ - 1
4.3.5 1-Амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислоты мононатриевая соль (Аш-кислоты мононатриевая соль) по ТУ 6-09-05-620, ч.
4.3.6 Салициловый альдегид по ГОСТ 9866, ч.д.а.
4.3.7 Гидроксид калия по ГОСТ 24363, ч.д.а.
4.3.8 Этиловый спирт по ГОСТ 18300.
4.3.9 Диэтиловый эфир (для наркоза).
4.3.10 Фильтры бумажные обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678.

5 Отбор и хранение проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05. Пробы фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в дистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают. Пробы не консервируют, хранят в полиэтиленовой посуде.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов и реактивов

6.1.1 Буферный раствор, pH 5,9±0,1

Способ 1. 250 г ацетата аммония помещают в стакан вместимостью 1 $дм^3$ и растворяют в 250 $см^3$ дистиллированной воды. Добавляют 1 г лимонной кислоты, 1 г трилона Б, 5 $см^3$ ортофосфорной

кислоты и 80 $см^3$ раствора серной кислоты (1:4). Содержимое стакана тщательно перемешивают, при необходимости слегка подогревают до полного растворения.

Способ 2. В стакан вместимостью 1 $дм^3$ приливают 190 $см^3$ уксусной кислоты, 360 $см^3$ концентрированного раствора аммиака, добавляют 1 г лимонной кислоты, 1 г трилона Б, 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты и 80 $см^3$ раствора серной кислоты (1:4).

Содержимое стакана тщательно перемешивают. pH раствора в обоих случаях контролируют по pH-метру и при необходимости доводят его до величины 5,9±0,1 с помощью растворов аммиака или гидроксида натрия, либо серной кислоты. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде не более 3 мес.

6.1.2 Основной раствор азометина-Аш

Взвешивают 0,6 г азометина-Аш и 2 г аскорбиновой кислоты и растворяют в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ в горячей дистиллированной воде, охлаждают и доводят раствор до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в темном прохладном месте не более 5 дней.

6.1.3 Рабочий раствор азометина-Аш

Смешивают равные объёмы основного раствора азометина-Аш и буферного раствора с pH 5,9. Раствор используют в день приготовления. В течение дня хранят в холодильнике в полиэтиленовой посуде.

6.1.4 Раствор серной кислоты 1:4.

200 $см^3$ дистиллированной воды помещают в стакан вместимостью 500 $см^3$. Отбирают цилиндром 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты, осторожно при перемешивании приливают её к дистиллированной воде.

6.1.5 Раствор аскорбиновой кислоты

1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в темноте не более недели.

6.1.6 Буферный раствор для учёта цветности воды

Смешивают равные объёмы растворов аскорбиновой кислоты (6.1.5) и буферного раствора с pH 5,9. Используют в день приготовления.

6.1.7 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм^3

40 г NaOH растворяют в 1 дм^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

6.1.8 Раствор соляной кислоты, 4 моль/дм^3

170 см^3 концентрированной соляной кислоты смешивают с 330 см^3 дистиллированной воды.

6.1.9 Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм^3

84 см^3 концентрированной соляной кислоты растворяют в 916 см^3 дистиллированной воды.

6.1.10 Катионит в H^+-форме

Первичная обработка. Свежий, неиспользовавшийся ранее катионит заливают дистиллированной водой для набухания. На следующий день воду сливают и на 24 ч заливают катионит раствором соляной кислоты 4 моль/дм^3. Окрасившийся раствор соляной кислоты сливают, промывают катионит 2-3 раза дистиллированной водой декантацией и снова повторяют обработку катионита раствором соляной кислоты до тех пор, пока раствор над катионитом перестанет окрашиваться в желтый цвет.

Тренировка. Катионит, обработанный раствором соляной кислоты, помещают в фильтрующую воронку с колбой Бунзена и 8 - 10 раз последовательно промывают раствором гидроксида натрия 1 моль/дм^3, дистиллированной водой; раствором соляной кислоты 1 моль/дм^3, и снова водой. Объем жидкости при каждой обработке должен составлять около 100 см^3. Промывание катионита дистиллированной водой осуществляют при включенном вакууме.

После последней обработки кислотой катионит отмывают дистиллированной водой до pH 6-7 (контроль индикаторной бумагой). Хранят катионит в полиэтиленовой посуде под слоем дистиллированной воды.

Регенерация. Отработанный катионит собирают в склянку, сливают лишнюю воду и обрабатывают раствором соляной кислоты 4 моль/дм^3 (объем его должен примерно в 5 раз превышать объем смолы), встряхивая склянку 8-10 раз в течение 8-10 мин. Раствор соляной кислоты сливают и катионит отмывают декантацией дистиллированной водой до pH 6-7.

6.2 Синтез азометина-Аш

Растворяют 18 г Аш-кислоты в 1 дм^3 дистиллированной воды при слабом нагревании, фильтруют раствор через бумажный фильтр в круглодонную двугорлую колбу. Нейтрализуют 10 % раствором гидроксида калия по универсальной индикаторной бумаге и затем добавляют по каплям концентрированную соляную кислоту при непрерывном перемешивании раствора до pH 1,5-3,0 (около 4 см^3). Добавляют 20 см^3 свежеперегнанного салицилового альдегида ($t_{кип.}$ = 196,5 °С) (если салициловый альдегид имеет бледно-жёлтую окраску, его можно использовать без перегонки) и энергично перемешивают раствор мешалкой со стеклянной насадкой в течение 1 часа при слабом нагревании (t = 50-70 °С).

Раствор оставляют на ночь для полного осаждения азометина-Аш. Осадок отфильтровывают на стеклянном пористом фильтре, промывают четыре раза по 15 см^3 этиловым спиртом, 2-3 раза по 10 см^3 диэтиловым эфиром и сушат до постоянного веса при 90-100 °С. Полученный реагент имеет светло-оранжевую окраску.

При хранении реагента в герметично закупоренном флаконе в темном месте свойства его не изменяются в течение длительного времени.

6.3 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из борной кислоты в соответствии с 6.2.1-6.2.2.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 0,9 % относительно приписанного значения массовой концентрации бора.

6.3.1 Раствор борной кислоты с массовой концентрацией бора 500 мг/дм^3

1,430 г борной кислоты взвешивают на аналитических весах, растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 мес.

6.3.2 Раствор борной кислоты с массовой концентрацией бора 5,00 мг/дм^3

Пипеткой с одной отметкой отбирают 5,0 см^3 раствора с массовой концентрацией бора 500 мг/дм^3, помещают его в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в полиэтиленовой посуде не более 1 мес.

6.4 Установление градуировочной зависимости

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 с помощью градуированной пипетки вместимостью 10 см^3 помещают последовательно 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора с массовой концентрацией бора 5,00 мг/дм^3, доводят дистиллированной водой объём до 50 см^3 и перемешивают. Концентрация бора в полученных растворах составит соответственно 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг/дм^3. Отбирают 25 см^3 каждого раствора в конические или плоскодонные колбы вместимостью 50-100 см^3 и добавляют 10 см^3 рабочего раствора азометина-Аш. Содержимое колб тщательно перемешивают, выдерживают 2 ч в темноте и измеряют оптическую плотность при λ = 400 - 420 нм в кюветах длиной 1 см относительно дистиллированной воды. Одновременно выполняют холостой опыт, используя 25 см^3 дистиллированной воды.

Градуировочную зависимость строят в координатах: концентрация бора, мг/дм^3 - оптическая плотность графически или рассчитывают методом наименьших квадратов.

Проверку градуировочной зависимости осуществляют не реже одного раза в квартал, а также при использовании новой партии азометина-Аш или другого измерительного прибора.

Если измерение оптической плотности проводится на спектрофотометре, то для каждой новой партии азометина-Аш следует подобрать оптимальную длину волны (в интервале 400-420 нм), при которой разница оптической плотности пробы и холостого опыта наибольшая. Для разных партий реактива это значение может колебаться в пределах нескольких нанометров.

7 Выполнение измерений

В сухую колбу вместимостью 50-100 $см^3$ отмеривают пипеткой 25 $см^3$ тщательно перемешанной фильтрованной пробы воды. Добавляют 10 $см^3$ рабочего раствора азометина-Аш, перемешивают и оставляют стоять в темноте 2 ч. Одновременно с пробами выполняют холостой опыт, используя 25 $см^3$ дистиллированной воды.

Оптическую плотность полученных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в кюветах длиной 1 см при λ = 400-420 нм относительно дистиллированной воды. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

Если анализируемая вода окрашена, следует ввести поправку на цветность. Для этого к 25 $см^3$ анализируемой воды добавляют 10 $см^3$ буферного раствора для учета цветности воды, через два часа измеряют оптическую плотность полученного раствора относительно дистиллированной воды и вычитают ее из оптической плотности пробы.

Для устранения мешающего влияния жесткости (более 10 ммоль/$дм^3$ эквивалента) или высокого содержания металлов (более 10 мг/$дм^3$) пробу предварительно катионируют. Для этого отвешивают 5-6 г влажного катионита и переносят его в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. Приливают 20-25 $см^3$ анализируемой воды, ополаскивают катионит и сливают воду как можно полнее. Добавляют новую порцию воды (около 50 $см^3$) и оставляют на 15 мин, периодически перемешивая пробу. Через 15 мин пипеткой отбирают 25 $см^3$ катионированной воды и проводят определение бора, как описано выше.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до 25 $см^3$ дистиллированной водой.

8 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию бора в анализируемой пробе воды находят по формуле:

$$C_x = \frac{C \cdot 25}{V}, \quad (1)$$

где C_x - массовая концентрация бора в анализируемой пробе воды, мг/дм^3;

C - массовая концентрация бора, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

V - объем пробы, взятый для анализа, дм^3.

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_x \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \quad (P = 0,95), \quad (2)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации бора (таблица).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

9 Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности проводят с использованием метода добавок совместно с методом разбавления пробы. Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны.

Измеряют концентрацию бора в исходной пробе (C_x), в пробе, разбавленной в n раз (n = 1,5 - 2,5) (C_p) и в пробе, разбавленной в n раз с введенной добавкой ($C_{рд}$). Величина добавки ($C_д$) должна составлять 40-60 % от содержания бора в исходной пробе.

$$\left| C_{рд} - C_p - C_д \right| + \left| n \cdot C_p - C_x \right| \le K_п \quad (3)$$

Норматив контроля погрешности ($K_п$) рассчитывают по формуле

$$K_п = \Delta_c + 3{,}31\sigma\left(\dot{\Delta}\right) \quad (P=0{,}95), \qquad (4)$$

где Δ_c и $\sigma\left(\dot{\Delta}\right)$ - характеристики систематической и случайной составляющих погрешности измерений массовой концентрации бора в пробе без добавки C_x (таблица).

При превышении норматива повторяют измерение с использованием другой пробы. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

10 Требования безопасности

10.1 При выполнении измерений массовой концентрации бора в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в "Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета", Л., Гидрометеоиздат, 1983, или в "Типовой инструкции по технике безопасности для гидрохимических лабораторий служб Роскомвода", М., 1995.

10.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся ко 2, 3 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

10.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

11 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но со стажем работы в лаборатории не менее 1 года, освоившие методику анализа. Синтез азометина-Аш могут проводить только лица, имеющие профессиональное образование.

12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов (кроме синтеза азометина-Аш) в расчете на 100 определений -8,0 чел.-ч.

На установление градуировочной зависимости - 1,5 чел.-ч.

На определение бора в единичной пробе без катионирования - 0,6 чел.-ч, с катионированием - 1,0 чел.-ч.

На определение бора в серии из 10 проб без катионирования - 3,5 чел.-ч, с катионированием 4,2 чел.-ч.

Затраты времени на подготовку посуды включены в затраты времени на проведение анализа.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА РОССИИ ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 41
об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации бора в водах фотометрическим методом с азометином-Аш.

ОСНОВАНА на способности боратов в аммонийно-ацетатном буферном растворе образовывать растворимый комплекс желтого цвета с азометином-Аш, продуктом конденсации салицилового альдегида с 1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислотой (Аш-кислотой), который можно определять фотометрически при длине волны 400 -420 нм. Линейность градуировочной зависимости сохраняется в диапазоне концентраций 0,1 - 1,0 мг/дм^3 в пересчете на бор.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом.

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.389-95.

АТТЕСТОВАНА в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1986-1987 гг. и метрологической экспертизы материалов в 1995 г.

В результате аттестации МВИ установлено:

1. МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций бора, C, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\overset{\cdot}{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,10-0,25	0,02	0,02	0,05
св. 0,25-1,00	0,03	0,04	0,08

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.389-95.

3. Дата выдачи свидетельства марта 1995 г.

Главный метролог ГУ ГХИ А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru