РД 52.24.371-95

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ СУШИ ИНВЕРСИОННЫМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Ростов-на-Дону
1995

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.И. Минина, канд. хим. наук, Т.С. Морозова

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

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

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1995 г. N 371

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 371

7 ВЗАМЕН РД 52.24.20-84, РД 52.24.21-85, РД 52.24.18-84, РД 52.24.19-84,
РД 52.24.116-91, РД 52.24.117-91

Введение

Присутствие меди, свинца и кадмия в водной среде обусловлено их поступлением вследствие выщелачивания горных пород и почв, а также со сточными водами предприятий горнодобывающей, металлургической и химической промышленности. В незагрязненных речных и озерных водах содержание меди и свинца обычно меньше 10 мкг/дм^3, кадмий, как правило, присутствует в низких концентрациях - доли и единицы микрограммов в кубическом дециметре.

В поверхностных водах суши соединения свинца и кадмия находятся в растворенном и взвешенном состоянии. В состав взвеси входят, как правило, сорбированные формы. В растворенном состоянии свинец и кадмий существуют в ионной форме, а также в виде неорганических и органических комплексов. В кислых водах преобладающей является наиболее токсичная ионная форма кадмия.

Соединения меди присутствуют в водах в растворенном, взвешенном и коллоидном состояниях. Растворенные формы меди представлены гидроксо-ионными формами и комплексными соединениями с неорганическими и органическими лигандами. В окрашенных водах практически вся растворенная медь входит в состав комплексов с гумусовыми веществами.

Повышенные содержания меди, свинца и кадмия оказывают токсическое воздействие на гидробионты и человека. В связи с этим их содержание в поверхностных водах суши нормируется. ПДК растворенных форм меди, свинца и кадмия в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения составляет соответственно 1, 0,03 и 0,001 мг/дм^3, рыбохозяйственных водоемов - 0,001, 0,1 и 0,005 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕДИ, СВИНЦА И КАДМИЯ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ СУШИ ИНВЕРСИОННЫМ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения 01.07.95 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает инверсионную вольтамперо-метрическую методику выполнения измерения массовой концентрации растворенных форм меди, свинца и кадмия в пробах поверхностных вод суши в диапазонах 0,5 - 30,0 мкг/дм^3, 2,0 - 25,0 мкг/дм^3, 0,1 - 10,0 мкг/дм^3 соответственно при выполнении измерений на анализаторе типа ИВА-3 и в диапазонах 2,0 - 30,0 мкг/дм^3, 2,0 - 20,0 мкг/дм^3, 0,1 - 3,0 мкг/дм^3 соответственно при выполнении измерений на полярографе ПУ-1. При более высоких концентрациях определяемых металлов необходимо разбавление пробы тридистиллированной водой.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

В соответствии с ГОСТ 27384 нормы погрешности при выполнении измерений металлов в природных водах составляют:

- для меди в диапазоне массовых концентраций 0,5-10 мкг/дм^3 - ±50 %, свыше 10 мкг/дм^3 - ±25 %;
- для свинца в диапазоне массовых концентраций 0,5-10 мкг/дм^3 - ±50 %, свыше 10-50 мкг/дм^3 - ±25 %, свыше 50 мкг/дм^3 - ±15 %;

- для кадмия в диапазоне массовых концентраций 0,05-1 мкг/дм^3 - ±50 %, свыше 1-1000 мкг/дм^3 - ±25 %, свыше 1000 мкг/дм^3 - ±10 %.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблице 1.

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией металлов свыше указанных в таблице 1 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot n$, где Δ - погрешность измерения концентрации металла в разбавленной пробе; n - степень разбавления.

3 Метод измерений

Определение основано на электрохимическом концентрировании меди, свинца и кадмия путем восстановления ионов Cu(II), Pb(II) и Cd(II) на рабочем электроде при потенциале предельного диффузионного тока с последующей регистрацией величины

Таблица 1 - Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Металл	Диапазон измеряемых концентраций, С, мкг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм^3		Характеристика погрешности, мкг/дм^3, Δ
		случайной, $\sigma(\Delta)$	систематической Δ_c	
Измерение с использованием анализатора ИВА-3 (из одной пробы)				
медь	1,0-25,0	0,3+0,087 С	0,2+0,056 С	0,7+0,18 С
	св.25,0-30,0	2,4	1,8	5,3
свинец	2,0-7,0	0,2+0,12 С	0,8	0,6+0,22 С
	св.7,0-12,0	0,2+0,12 С	1,1	0,6+0,22 С
	св.12,0-25,0	1,6	1,1	3,4

Продолжение таблицы

кадмий	0,5-4,0	0,1+0,17 С	0,10 С	0,1+0,35 С
	св.4,0-10,0	0,7	0,6	1,5
Измерение с использованием анализатора ИВА-3 (в отдельной пробе)				
медь	0,50-30,0	0,06+0,059 С	0,02+0,03 С	0,11+0,12 С
свинец	2,0-4,0	0,1	0,2	0,2+0,09 С
	св.4,0-12,0	-0,1+0,056 С	0,5	0,2+0,09 С
кадмий	0,10-3,00	0,068 С	0,033 С	0,14 С
	св.3,00-5,00	0,068 С	0,48	0,48+0,13 С
Измерение с использованием полярографа ПУ-1				
медь	2,0-30,0	0,4+0,058 С	0,2+0,041 С	0,8+0,12 С
свинец	2,0-10,0	0,3+0,092 С	0,2+0,059 С	0,7+0,19 С
	св.10,0-14,0	1,0	0,8	2,6
	св.14,0-20,0	1,0	1,6	3,0
кадмий	0,10-0,30	0,01+0,048 С	0,02	0,04
	св.0,30-1,00	0,01+0,048 С	-0,02+0,16 С	0,04+0,12 С
	св.1,00-3,00	0,01+0,048 С	0,13	0,04+0,12 С

максимального анодного тока при электрорастворении осадка. Рабочий электрод формируется путем электроосаждения ртути из разбавленных растворов ее соли на поверхности графитового диска. Величина аналитического сигнала (АС), регистрируемого при электрорастворении осадка, функционально зависит от концентрации ионов меди, свинца и кадмия в анализируемом растворе.

В зависимости от используемого оборудования (инверсионный вольтамперометрический анализатор или полярограф) в методике предусмотрено два варианта определения.

Определению мешают находящиеся в поверхностных водах органические соединения природного и антропогенного происхождения, которые связывают Cu(II), Pb(II) и Cd(II) в комплексы различной прочности. Для устранения этих мешающих влияний разрушают органическую матрицу пробы электрохимически или УФ-облучением.

Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют предварительным фильтрованием пробы.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Инверсионный вольтамперометрический анализатор типа ИВА-3 или полярограф ПУ-1 5М2.840.016 ТО.

4.1.2 Миллиамперметр М-54 по ГОСТ 8711.

4.1.3 Цифровой вольтметр с диапазоном измерения до 2 В типа Ф-203.

4.1.4 Регистрирующий потенциометр ЛКД-4 64.115.00.003.016 ПС.

4.1.5 Насыщенный хлорсеребряный электрод (электрод сравнения) типа ЭВЛ-1М3 по ГОСТ 5.1582 - 2

4.1.6 Электрод платиновый проволочный (диаметр 0,3 мм, длина 5 мм), впаянный в стеклянную трубку - 1

4.1.7 Электрод платиновый сетчатый по ГОСТ 6563 - 1

4.1.8 Электрод графитовый (рабочий электрод), пропитанный смесью парафина и полиэтилена ЭГИ-01 П85.596.000 ТУ - 1

4.1.9 Источник постоянного тока, обеспечивающий напряжение до 4 В при силе тока до 0,1 А - 1

4.1.10 Секундомер по ГОСТ 8.423.

4.1.11 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104.

4.1.12 Весы технические лабораторные 4 класса точности с пределом взвешивания 200 г.

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

50 $см^3$ - 1
100 $см^3$ - 8
200 $см^3$ - 1
250 $см^3$ - 1
1000 $см^3$ - 2

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

0,1 $см^3$ - 7
0,2 $см^3$ - 5
1 $см^3$ - 12
2 $см^3$ - 4
5 $см^3$ - 5
10 $см^3$ - 7

4.1.15 Пипетки с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью 10 $см^3$ - 4

4.1.16 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью: 25 $см^3$ - 3
50 $см^3$ - 2
100 $см^3$ - 1
250 $см^3$ - 1

4.1.17 Стаканы химические по ГОСТ 25336 вместимостью: 50 $см^3$ - 2
100 $см^3$ - 1
250 $см^3$ - 2
500 $см^3$ - 4

4.1.18 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 - 3

4.1.19 Мешалка магнитная ММ-3М по ТУ 25-11-843 - 1

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

4.1.21 Устройство для обработки проб воды УФ-облучением типа УФР с комплектом кварцевых пробирок вместимостью не менее 30 $см^3$.

4.1.22 Аппарат для бидистилляции воды стеклянный с пришлифованными соединениями.

4.1.23 Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

4.1.24 Шкаф сушильный по ГОСТ 13474.

4.1.25 Электрохимическая ячейка закрытого типа, включающая четыре вспомогательных стаканчика, электролитические мостики и *кварцевый электролизер вместимостью 20 $см^3$ (рисунок 1).*

4.1.26 Тигель из стеклоуглерода вместимостью около 50 $см^3$, диаметром 30-40 мм, высотой 40-70 мм

4.1.27 Электролитический мостик с пористым стеклянным фильтром (рисунок 2).

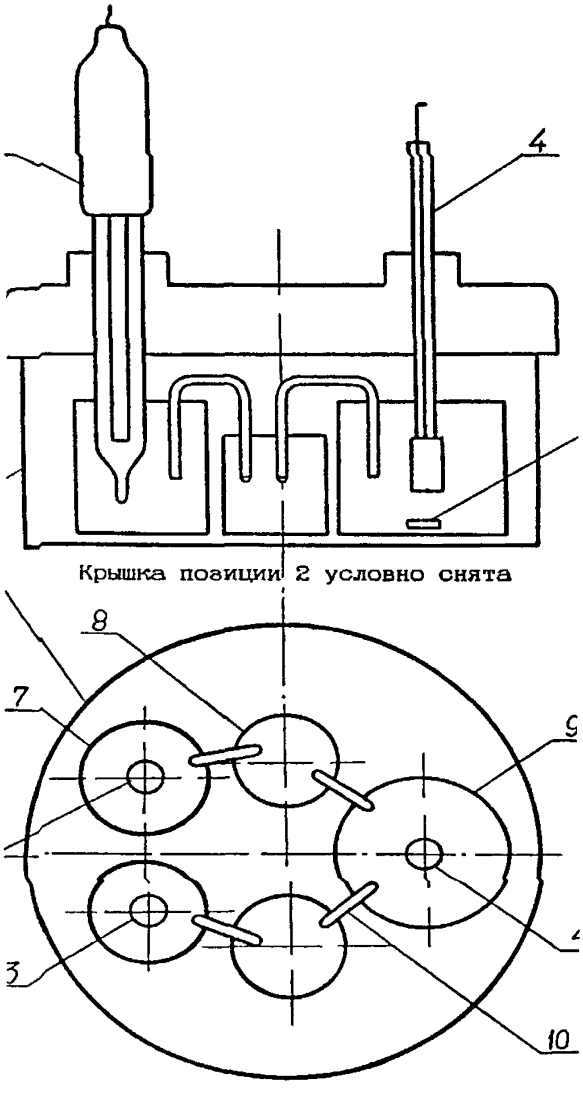
4.1.28 Мешалка магнитная в стеклянной оболочке (длина 5-7 мм, диаметр 2-3 мм).

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

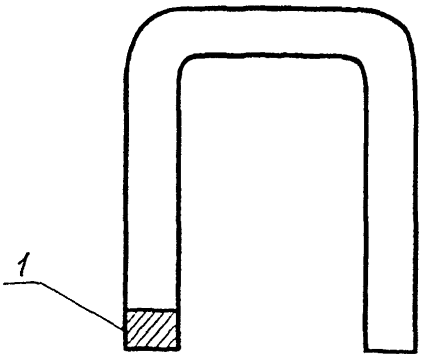
4.2.1 Стандартный образец состава водных растворов ионов меди или медь металлическая марки М-00К по ГОСТ 859.

4.2.2 Стандартный образец состава водных растворов ионов свинца или нитрат свинца по ГОСТ 4236, х.ч



1 - стакан ∅85; 2 - крышка; 3 - электрод сравнения ЭВЛ-1М3;
4 - электрод рабочий ЭГИ-01; 5 - мешалка магнитная стеклянная;
6 - электрод вспомогательный платиновый; 7 – стакан ∅ 22 (2 шт.);
8 - стакан ∅ 18 (2 шт.); 9 - стакан ∅ 30; 10 - мостик (4 шт.).

Рисунок 1 - Электрохимическая ячейка



1 - пористый фильтр (высота 5-6 мм, диаметр - 10 мм)

Рисунок 2 - Электролитический мостик с пористым фильтром

4.2.3 Стандартный образец состава водных растворов ионов кадмия или сульфат кадмия по ГОСТ 4456, х.ч.

4.2.4 Азотная кислота по ГОСТ 11125, ос.ч. или по ГОСТ 4461, х.ч.

4.2.5 Соляная кислота по ГОСТ 14261, ос.ч. или по ГОСТ 3118, х.ч.

4.2.6 Серная кислота по ГОСТ 142,ос.ч. или по ГОСТ 4204, х.ч.

4.2.7 Нитрат ртути по ГОСТ 4520, х.ч. или ч.д.а.

4.2.8 Пероксид водорода по ГОСТ 10929, х.ч.

4.2.9 Перманганат калия по ГОСТ 20490, ч.д.а.

4.2.10 Хлорид калия по ГОСТ 4234, х.ч.

4.2.11 Гидроксид натрия по ГОСТ 4328, ч.д.а.

4.2.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.13 Вода бидистиллированная.

4.2.14 Вода тридистиллированная.

4.2.15 Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента" по ТУ 6-09-1678.

4.2.16 Фильтры мембранные "Владипор МФА-МА", 0,45 мкм, по ТУ 6-05-1903 или другого типа, равноценные по характеристикам.

4.2.17 Бумага универсальная индикаторная для измерения pH.

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

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 течение 20 мин в 1 % растворе соляной кислоты и двухкратным кипячением в бидистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают. Фильтрат подкисляют концентрированной соляной кислотой из расчета 5 $см^3$ на 1 $дм^3$ воды и хранят до анализа в полиэтиленовой посуде.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов и реактивов

6.1.1 Раствор нитрата ртути с концентрацией ионов ртути 1 $г/дм^3$

0,4270 г $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ количественно переносят в мерную колбу колбу вместимостью 250 $см^3$, содержащую 50 $см^3$ тридистиллированной воды и 0,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят не более 6 мес.

6.1.2 Раствор соляной кислоты, 1:1

200 $см^3$ тридистиллированной воды добавляют при перемешивании 200 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Хранят в плотно закрытой посуде.

6.1.3 Раствор соляной кислоты, 0,3 %

К 250 $см^3$ тридистиллированной воды добавляют 2,5 $см^3$

концентрированной соляной кислоты и перемешивают. Хранят в плотно закрытой посуде.

6.1.4 Раствор серной кислоты, 1:5

К 50 $см^3$ тридистиллированной воды добавляют при перемешивании 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Хранят в плотно закрытой посуде.

6.1.5 Раствор пероксида водорода, 3 %

К 10 $см^3$ тридистиллированной воды добавляют 1 $см^3$ пероксида водорода. Раствор готовят в день использования.

6.1.6 Раствор гидроксида натрия, 25 %

50 г гидроксида натрия растворяют в 150 $см^3$ тридистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

6.1.7 Раствор гидроксида натрия, 4 %

8 г гидроксида натрия растворяют в 200 $см^3$ дистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

6.1.8 Раствор перманганата калия, 10 %

10 г $KMn0_4$ растворяют в 90 $см^3$ 4 % раствора гидроксида натрия. Хранят в склянке из темного стекла не более 1 мес.

6.1.9 Бидистиллированная вода

В стеклянную колбу аппарата для получения бидистиллята наливают дистиллированную воду, добавляют 2-3 $см^3$ щелочного раствора перманганата калия и осуществляют перегонку. Хранят не более 10 дней в полиэтиленовой посуде.

6.1.10 Тридистиллированная вода

Бидистиллированную воду помещают в перегонную колбу аппарата для получения бидистиллированной воды и перегоняют. Хранят не более 5 дней в полиэтиленовой посуде.

6.1.11 Насыщенный раствор хлорида калия

60 г хлорида калия растворяют в 200 $см^3$ тридистиллированной воды, нагретой до 50-60 °С. Раствор охлаждают и отделяют от осадка декантацией.

6.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы Cu(II) готовят из стандартного образца ионов меди или из металлической меди.

При использовании стандартного образца производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Массовая концентрация ионов меди в рабочих градуировочных растворах мг/должна составлять 0,02 мг/дм^3, 0,1 мг/дм^3 и 0,2 мг/дм^3.

Приготовление градуировочных растворов из металлической меди выполняют в соответствии с 6.2.1-6.2.5.

Градуировочные растворы Pb(II) готовят из стандартного образца ионов свинца или из нитрата свинца.

При использовании стандартного образца производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Массовая концентрация ионов свинца в рабочих градуировочных растворах должна составлять 0,05 мг/дм^3 и 0,1 мг/дм^3.

Приготовление градуировочных растворов из нитрата свинца выполняют в соответствии с 6.2.6-6.2.9.

Градуировочные растворы Cd(II) готовят из стандартного образца ионов кадмия или из сульфата кадмия.

При использовании стандартного образца производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Массовая концентрация ионов кадмия в рабочих градуировочных растворах должна составлять 0,02 мг/дм^3 и 0,1 мг/дм^3.

Приготовление градуировочных растворов из сульфата кадмия выполняют в соответствии с 6.2.10-6.2.14.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 2 % относительно приписанного значения массовой концентрации металла.

6.2.1 Основной раствор сульфата меди с массовой концентрацией ионов меди 1000 мг/дм^3

1,000 г металлической меди растворяют в 12 см^3 раствора серной кислоты (6.1.4) при нагревании, добавляя по каплям 3 % раствор пер оксида водорода. Затем добавляют к раствору около 50 см^3 тридистиллированной воды и кипятят 10 мин для разрушения избытка

пероксида водорода. По охлаждении раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и доводят его объем до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой склянке не более 6 мес.

6.2.2 Промежуточный раствор сульфата меди с массовой концентрацией ионов меди 10 $мг/дм^3$

Пипеткой вместимостью 1 $см^3$ отбирают 1,0 $см^3$ основного раствора сульфата меди (6.2.1), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят не более 1 мес.

6.2.3 Рабочий раствор сульфата меди с массовой концентрацией ионов меди 0,2 $мг/дм^3$(0,2 $мкг/см^3$)

Пипеткой вместимостью 2 $см^3$ отбирают 2,0 $см^3$ промежуточного раствора сульфата меди (6.2.2), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

6.2.4 Рабочий раствор сульфата меди с массовой концентрацией ионов меди 0,1 $мг/дм^3$ (0,1 $мкг/см^3$)

Пипеткой вместимостью 1 $см^3$ отбирают 1,0 $см^3$ промежуточного раствора сульфата меди (6.2.2), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

6.2.5 Рабочий раствор сульфата меди с массовой концентрацией ионов меди 0,02 $мг/дм^3$ (0,02 $мкг/см^3$)

Пипеткой вместимостью 10,0 $см^3$ отбирают 10 $см^3$ рабочего раствора сульфата меди с концентрацией 0,2 $мкг/см^3$ (6.2.3), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

6.2.6 Основной раствор нитрата свинца с массовой концентрацией ионов свинца 1000 $мг/дм^3$

1,600 г нитрата свинца, предварительно высушенного в сушильном шкафу до постоянного веса при 100-105 °С, растворяют в 30 $см^3$тридистиллированной воды, содержащей 2 $см^3$ концентрированной

азотной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой склянке не более 6 мес.

6.2.7 Промежуточный раствор нитрата свинца с массовой концентрацией ионов свинца 10 $мг/дм^3$

Пипеткой вместимостью 1 $см^3$ отбирают 1,0 $см^3$ основного раствора нитрата свинца (6.2.6), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, содержащую 0,5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой склянке не более 1 мес.

6.2.8 Рабочий раствор нитрата свинца с массовой концентрацией ионов свинца 0,1 $мг/дм^3$ (0,1 $мкг/см^3$)

Пипеткой вместимостью 1 $см^3$ отбирают 1,0 $см^3$ промежуточного раствора нитрата свинца (6.2.7), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

6.2.9 Рабочий раствор нитрата свинца с массовой концентрацией ионов свинца 0,05 $мг/дм^3$ (0,05 $мкг/см^3$)

Пипеткой вместимостью 1 $см^3$ отбирают 1,0 $см^3$ промежуточного раствора нитрата свинца (6.2.7), помещают в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

6.2.10 Основной раствор сульфата кадмия с массовой концентрацией ионов кадмия 1000 $мг/дм^3$

2,2810 г сульфата кадмия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, содержащую 50 $см^3$ тридистиллированной воды и 0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты, и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят в плотно закрытой склянке не более 6 мес.

6.2.11 Промежуточный раствор сульфата кадмия с массовой концентрацией ионов кадмия 100 $мг/дм^3$

Пипеткой вместимостью 10 $см^3$ отбирают 10,0 $см^3$ основного раствора сульфата кадмия (6.2.10), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят не более 1 мес

6.2.12 Промежуточный раствор сульфата кадмия с массовой концентрацией ионов кадмия 1 $мг/дм^3$

Пипеткой вместимостью 1 $см^3$ отбирают 1,0 $см^3$ промежуточного раствора сульфата кадмия (6.2.11), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Хранят не более 7 дней.

6.2.13 Рабочий раствор сульфата кадмия с массовой концентрацией ионов кадмия 0,1 $мг/дм^3$ (0,1 $мкг/см^3$)

Пипеткой вместимостью 10 $см^3$ отбирают 10,0 $см^3$ промежуточного раствора сульфата кадмия (6.2.12), помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

6.2.14 Рабочий раствор сульфата кадмия с массовой концентрацией ионов кадмия 0,02 $мг/дм^3$ (0,02 $мкг/см^3$)

Пипеткой вместимостью 10 $см^3$ отбирают 10,0 $см^3$ рабочего раствора сульфата кадмия (6.2.13), помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем раствора до метки на колбе тридистиллированной водой. Раствор готовят в день применения.

6.3 Условия выполнения измерений

6.3.1 Программой работы полуавтоматического анализатора ИВА-3 предусмотрена электрохимическая регенерация поверхности рабочего электрода в цикле измерения для одной пробы.

6.3.2 Включение рабочего электрода в работу и введение пробы и добавок производят при работе анализатора ИВА-3 в режиме регенерации с целью устранения помех в результате неконтролируемого выдерживания электрода при стационарном потенциале.

6.3.3 Чистоту применяемой посуды и реактивов контролируют

проведением измерения АС фонового электролита (холостой опыт). Величина АС холостого опыта должна быть не более половины АС анализируемой пробы. Оптимальными являются такое качество реактивов и чистота посуды, когда обеспечивается АС фонового электролита, близкий к нулю. В противном случае устанавливают причину загрязнения и устраняют ее.

6.3.4 При работе на полярографе ПУ-1 регенерацию поверхности рабочего электрода после измерения АС проводят следующим образом. Устанавливают на полярографе время задержки потенциала 0,1 с, включают магнитную мешалку для перемешивания исследуемого раствора в электролизере, выдерживают электрод в таком режиме 2 мин и повторяют измерение АС. Непосредственно перед измерением АС необходима выдержка электролита без перемешивания в течение 30 с.

Независимо от используемого прибора при переходе к анализу новой пробы необходимо торец электрода механически отполировать на бумажном фильтре до устранения видимых царапин и тщательно обмыть его тридистиллированной водой. Качество зачистки электрода существенно влияет на величину АС и точность измерений.

6.3.5 При регистрации АС электрохимического растворения Cu, Pb и Cd необходимо загрублять чувствительность регистрирующего потенциометра по координате "у" всякий раз, когда величина АС пробы превысит 45-50 мм. Все измерения для одной пробы проводят при одинаковой чувствительности потенциометра.

6.3.6 Для получения достоверного результата регистрируют не менее 3-х измерений АС электрохимического растворения Cu, Pb и Cd и для одной точки графика берут среднее значение АС.

6.4 Устранение мешающего влияния органических веществ

6.4.1 Разрушение органической матрицы пробы УФ-облучением

20 $см^3$ анализируемой воды, подготовленной в соответствии с разделом 5, помещают в кварцевую пробирку устройства для УФ-облучения и включают лампу. Время облучения

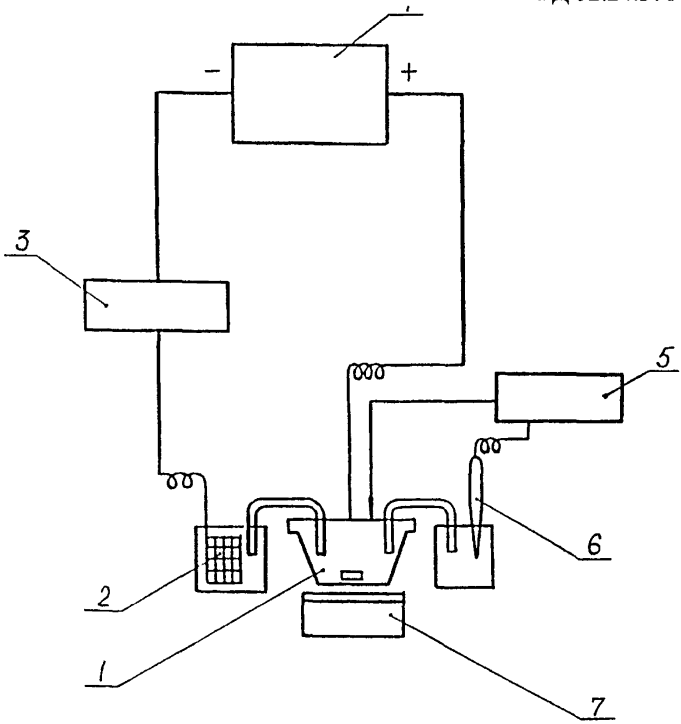
проб для каждого водного объекта устанавливают индивидуально. Для этого пробу облучают в течение 0,5; 1; 2; 3 ч, определяют в серии проб содержание меди, свинца и кадмия и останавливаются на минимальном времени, при котором их содержание не увеличивается.

6.4.2 Электрохимическое разрушение органической матрицы пробы

Собирают установку для проведения электролиза в соответствии с рисунком 3.

В стакан вместимостью 50 $см^3$ вносят 2,5 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1, 2,0 $см^3$ 25 % раствора гидроксида натрия и 15,5 $см^3$ анализируемой пробы воды. Измеряют pH полученного раствора (pH должен составлять 2-3) и в случае необходимости корректируют его. Раствор помещают в стекло-углеродный тигель установки, включают магнитную мешалку и проводят электролиз раствора в течение 15-20 мин при потенциале +1,4 ÷ +1,5 В и токе в цепи 10-40 mA.

В стакан вместимостью 50 $см^3$ вносят 2,5 $см^3$ раствора соляной кислоты 1:1, 2,0 $см^3$ 25 % раствора гидроксида натрия и 15,5 $см^3$ анализируемой пробы воды. Измеряют pH полученного раствора (pH должен составлять 2-3) и в случае необходимости корректируют его. Раствор помещают в стекло-углеродный тигель установки, включают магнитную мешалку и проводят электролиз раствора в течение 15-20 мин при потенциале +1,4 ÷ +1,5 В и токе в цепи 10-40 mA.



1

1 - рабочий электрод (тигель из стеклоуглерода); 2 – вспомогательный электрод (платиновая сетка); 3 - миллиамперметр; 4 -источник постоянного тока; 5 - вольтметр; 6 - электрод сравнения; 7 – магнитная мешалка.

Рисунок 3 - Схема установки для проведения электрохимической обработки проб поверхностных вод

7 Выполнение измерений

7.1 Выполнение измерений массовых концентраций меди, свинца и кадмия с использованием анализатора типа ИВА-3 из одной пробы

7.1.1 Измерение АС меди и свинца в фоновом электролите

В кварцевый электролизер электрохимической ячейки, тщательно вымытый концентрированной серной кислотой и многократно промытый тридистиллированной водой, помещают 8,8 $см^3$ 0,3 % раствора соляной кислоты и 0,2 $см^3$ раствора нитрата ртути.

Вспомогательные емкости и электролитические мостики ячейки заполняют 0,3 % раствором соляной кислоты. Графитовый электрод, механически очищенный на фильтровальной бумаге, опускают в электролизер. Платиновый и насыщенный хлорсеребряный электроды, служащие вспомогательным и электродом сравнения, опускают во вспомогательные емкости. Электролизер и вспомогательные емкости соединяют электролитическими мостиками. Проводят электролиз при потенциале -1,0 В и перемешивании в течение 1 мин. АС фонового электролита регистрируют в стадии электрорастворения полученного на рабочем электроде осадка при скорости изменения потенциала 0,4 В/с и конечном потенциале 0,1 В. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

7.1.2 Измерение АС меди и свинца в пробе

В режиме регенерации электрода в электролизер ячейки вводят последовательно 1,0 $см^3$ анализируемой пробы, обработанной в соответствии с 6.4.1 или 6.4.2, и две добавки градуировочных растворов Cu(II) и Pb(II) в соответствии с рекомендациями таблицы 2. Последовательно регистрируют величину АС каждого анализируемого раствора 3 раза в условиях, аналогичных 7.1.1.

Таблица 2 - Рекомендуемые объемы градуировочных растворов меди, свинца и кадмия (при определении кадмия в отдельной пробе)

Металл	Диапазоны измеряемых концентраций, мкг/дм^3	Объемы добавок градуировочных растворов, см^3		Концентрация градуировочных растворов, мкг/см^3
		1 добавка	11 добавка	
медь	0,5-2,0	0,1	0,1	0,02
	2,0-5,0	0,2	0,2	0,02
	5,0-10,0	0,1	0,1	0,1
	10,0-30,0	0,1	0,1	0,2
свинец	2,0-7,0	0,1	0,1	0,05
	7,0-15,0	0,1	0,1	0,1
	15,0-30,0	0,1	0,2	0,1
кадмий	0,1-1,0	0,1	0,2	0,02
	1.0-3,0	0,1	0,1	0,1
	3,0-5,0	0,1	0,2	0,1

7.1.3 Измерение АС кадмия в фоновом электролите

За величину АС кадмия в фоновом электролите принимают его значение, измеренное в соответствии с 7.1.2 (одновременно с измерением АС меди и свинца со второй добавкой).

7.1.4 Измерение АС кадмия в пробе

В режиме регенерации электрода в электролизер ячейки вводят последовательно 4,0 см^3 анализируемой пробы, обработанной в соответствии с 6.4.1 или 6.4.2, и две добавки градуировочного раствора Cd(II) в соответствии с рекомендациями таблицы 3.

Таблица 3 - Объемы градуировочных растворов кадмия (при определении кадмия совместно с медью и свинцом)

Диапазоны измеряемых концентраций кадмия, мкг/дм^3	Объемы добавок градуировочных растворов, см^3		Концентрация градуировочных растворов, мкг/см^3	Концентрация кадмия в анализируемом растворе, мкг/дм^3	
	I добавка	II добавка		I добавка	II добавка
0,1-1,0	0,1	0,2	0,02	0,14	0,43
1,0-5,0	0,1	0,2	0,1	0,71	2,14
5,0-10,0	0,2	0,2	0,1	1,43	2,86

Последовательно регистрируют величину АС каждого анализируемого раствора 3 раза в условиях, аналогичных 7.1.1. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

Вспомогательные емкости и электролитические мостики ячейки заполняют 0,3 % раствором соляной кислоты. Графитовый электрод, механически очищенный на фильтровальной бумаге, опускают в электролизер. Платиновый и насыщенный хлорсеребряный электроды, служащие вспомогательным и электродом сравнения, опускают во вспомогательные емкости. Электролизер и вспомогательные емкости соединяют электролитическими мостиками. Проводят электролиз при потенциале -0,9 В, -1,0 В или -1,1 В при определении меди, свинца и кадмия соответственно и перемешивании в течение 1 мин. АС фонового электролита регистрируют в стадии электрорастворения полученного на рабочем электроде осадка при скорости изменения потенциала 0,4 В/с и конечном потенциале 0,1 В. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

7.2.2 Измерение АС меди, свинца или кадмия в пробах

В режиме регенерации электрода в электролизер ячейки вводят последовательно 2,5 см^3 (при определении меди), 1,0 см^3 (при определении свинца) или 4,0 см^3 (при определении кадмия)

анализируемой пробы обработанной в соответствии с 6.4.1 или 6.4.2, и две добавки градуировочных растворов Cu(II), Pb(II) или Cd(II) в соответствии с рекомендациями таблицы 2. Последовательно регистрируют величину АС каждого анализируемого раствора 3 раза в условиях, аналогичных 7.2.1. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

7.3 Выполнение измерений массовой концентрации меди с использованием полярографа ПУ-1

7.3.1 Измерение АС в фоновом электролите

В кварцевый электролизер электрохимической ячейки, тщательно вымытый концентрированной серной кислотой и многократно промытый тридистиллированной водой, помещают 7,7 $см^3$ (или 8,7 $см^3$) 0,3 $см^3$ раствора соляной кислоты и 0,3 $см^3$ раствора нитрата ртути.

Вспомогательные емкости и электролитические мостики заполняют 0,3 % раствором соляной кислоты. Графитовый электрод, механически очищенный на фильтровальной бумаге до устранения видимых царапин, опускают в электролизер. Насыщенный хлорсеребряный и платиновый электроды, служащие электродом сравнения и вспомогательным, опускают во вспомогательные емкости. Электролизер и вспомогательные емкости соединяют электролитическими мостиками. На полярографе ПУ-1 устанавливают диапазон тока 0,5х10, дифференцирование +10, амплитуду анодной развертки 1,3 В, вид полярографии - постоянно-токовая, скорость изменения линейной развертки потенциала 0,10 В/с. Включают магнитную мешалку и проводят электролиз при потенциале -1,2 В относительно хлорсеребряного электрода в течение 1 мин. Затем отключают магнитную мешалку и через 30 с регистрируют АС фонового электролита в стадии электрорастворения. АС фонового электролита регистрируют 3 раза. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений. Далее включают магнитную мешалку и проводят электрохимическую регенерацию поверхности рабочего электрода.

7.3.2 Измерение АС в пробе

В режиме регенерации электрода в электролизер ячейки вводят последовательно 2,0 $см^3$ анализируемой пробы (или 1,0 $см^3$, если концентрация меди превышает 10 $мкг/дм^3$ (общий объем раствора в электролизере должен быть при этом 10,0 $см^3$) и две добавки градуировочного раствора Cu(II) в соответствии с рекомендациями таблицы 2. Последовательно регистрируют величину АС каждого анализируемого раствора 3 раза в условиях, аналогичных 7.3.1. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

7.4 Выполнение измерений массовой концентрации свинца с использованием полярографа ПУ-1

7.4.1 Измерение АС в фоновом электролите

В кварцевый электролизер электрохимической ячейки, тщательно вымытый концентрированной серной кислотой и многократно промытый тридистиллированной водой, помещают 8,7 $см^3$ 0,3 % раствора соляной кислоты и 0,3 $см^3$ раствора нитрата ртути.

Вспомогательные емкости и электролитические мостики заполняют 0,3 % раствором соляной кислоты. Графитовый электрод, механически очищенный на фильтровальной бумаге до устранения видимых царапин, опускают в электролизер. Насыщенный хлорсеребряный и платиновый электроды, служащие электродом сравнения и вспомогательным, опускают во вспомогательные емкости.

Электролизер и вспомогательные емкости соединяют электролитическими мостиками. На полярографе ПУ-1 устанавливают диапазон тока 0,5х10, дифференцирование +10, амплитуду анодной развертки 1,2 В, вид полярографии - постоянно-токовая, скорость изменения линейной развертки потенциала 0,10 В/с. Включают магнитную мешалку и проводят электролиз при потенциале -1,1 В относительно хлорсеребряного электрода в течение 1-2 мин. Затем отключают магнитную мешалку и через 30 с регистрируют АС фонового электролита в стадии электрорастворения. АС фонового

электролита регистрируют 3 раза. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений. Далее включают магнитную мешалку и проводят электрохимическую регенерацию поверхности рабочего электрода.

7.4.2 Измерение АС в пробе

В режиме регенерации электрода в электролизер ячейки вводят последовательно 1,0 $см^3$ анализируемой пробы и две добавки градуировочного раствора Pb(II) в соответствии с рекомендациями таблицы 2. Последовательно регистрируют величину АС каждого анализируемого раствора 3 раза в условиях, аналогичных 7.4.1. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

7.5 Выполнение измерений массовой концентрации кадмия с использованием полярографа ПУ-1

7.5.1 Измерение АС в фоновом электролите

В кварцевый электролизер электрохимической ячейки, тщательно вымытый концентрированной серной кислотой и многократно промытый тридистиллированной водой, помещают 3,6 $см^3$ тридистиллированной воды, 0,2 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и 0,2 $см^3$ раствора нитрата ртути.

Вспомогательные емкости и электролитические мостики заполняют 0,3 % раствором соляной кислоты. Графитовый электрод, механически очищенный на фильтровальной бумаге до устранения видимых царапин, опускают в электролизер. Насыщенный хлорсеребряный и платиновый электроды, служащие электродом сравнения и вспомогательным, опускают во вспомогательные емкости. Электролизер и вспомогательные емкости соединяют электролитическими мостиками. На полярографе ПУ-1 устанавливают диапазон тока 0,5х1000, амплитуду анодной развертки 1,2 В, вид полярографии - переменно-токовая с прямоугольной формой напряжения, скорость изменения линейной развертки потенциала 70 мВ/с, амплитуда модуляции переменного тока 40 мВ. Включают магнитную мешалку и проводят электролиз при потенциале -1,1 В

относительно хлорсеребряного электрода в течение 1-5 мин. Затем отключают магнитную мешалку и через 30 с регистрируют АС фонового электролита в стадии электрорастворения. Далее включают магнитную мешалку и проводят электрохимическую регенерацию поверхности рабочего электрода. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

7.5.2 Измерение АС в пробе

В режиме регенерации электрода в электролизер ячейки вводят последовательно 6,0 $см^3$ анализируемой пробы и две добавки градуировочного раствора Cd(II) в соответствии с рекомендациями таблицы 2. Последовательно регистрируют величину АС каждого анализируемого раствора 3 раза в условиях, аналогичных 7.5.1. Для расчетов используют среднее значение 3-х измерений АС.

8 Вычисление результатов измерений

8.1 Вычисление результатов измерений массовой концентрации меди и свинца

Для расчета концентраций меди и свинца в анализируемой пробе строят графики зависимости величины АС от объема введенных в электролизер рабочих растворов сульфата меди и нитрата свинца.

По оси абсцисс откладывают объем введенных в электролизер добавок рабочих растворов Cu(II) и Pb(II) в $см^3$, а по оси ординат величину АС в мм, соответствующую исходной пробе воды и пробе с первой и второй добавками определяемого металла за вычетом значения АС фонового электролита (рисунок 4).

Из полученных зависимостей находят графически величину отрезка "а", отсекаемого

на оси абсцисс и характеризующего содержание определяемого металла в анализируемой пробе.

Массовые концентрации меди и свинца в анализируемой пробе воды вычисляют по формулам (1,2):

$$C_x = C_x' + C_o; \quad (1)$$

$$C_x' = \frac{a \cdot C \cdot 1000}{V}, \qquad (2)$$

где C_x - массовая концентрация меди или свинца в анализируемой пробе воды, мкг/дм^3;

C_o - поправка, компенсирующая систематическую погрешность (таблица 4);

a – величина отрезка, найденная из графиков зависимостей АС от введенного объема градуировочных растворов сульфата меди и нитрата свинца, см^3;

C - концентрация меди и свинца в градуировочных растворах, используемых для добавок, мкг/см^3;

V - объем пробы воды, взятый для анализа, см^3.

8.2 Вычисление результатов измерений массовой концентрации кадмия

Для расчета концентрации кадмия в анализируемой пробе при выполнении измерений на полярографе ПУ-1 или в отдельной пробе на анализаторе ИВА-3 строят графики зависимости величины АС от объема введенных в электролизер рабочих растворов сульфата кадмия.

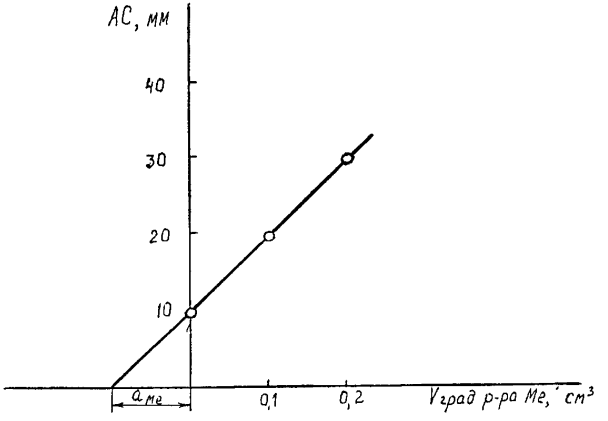


Рисунок 4 - Зависимость аналитического сигнала от объема введенных в электролизер градуировочных растворов Cu(III), Pb(II) и Cd(II)

Таблица 4 - Значения поправок C_o для разных вариантов выполнения измерений

Вариант выполнения измерений	Определяемый металл	Диапазон измеряемых концентраций, мкг/дм^3	Значение поправки C_o, мкг/дм^3
Измерение на анализаторе ИВА-3 из одной пробы	Медь	1,0 - 5,0	- 0,3
		св. 5,0 - 15,0	0
		св. 15,0 - 30,0	+ 1,2
	Свинец	2,0 - 10,0	0
		св.10,0 - 25,0	+ 1,0
Измерение на анализаторе ИВА-3 в отдельной пробе	Медь	0,5 - 30,0	0
	Свинец	2,0 - 12,0	0
Измерение на полярографе ПУ-1	Медь	2,0 – 5,0	- 0,2
		св. 5,0 – 30,0	0
	Свинец	2,0 – 20,0	0

По оси абсцисс откладывают объем введенных в электролизер добавок рабочих растворов Cd(II) в см, а по оси ординат - величину АС в мм, соответствующую исходной пробе воды и пробе с первой и второй добавками определяемого металла за вычетом значения АС фонового электролита (рисунок 4).

Из полученных зависимостей находят графически величину отрезка "а", отсекаемого на оси абсцисс и характеризующего содержание кадмия в анализируемой пробе.

Массовую концентрацию кадмия в анализируемой пробе воды вычисляют по формулам (3,4) :

- при измерении на ПУ-1

$$C_x = \frac{1,2 \cdot a \cdot C \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

- при измерении на ИВА-3

$$C_x = \frac{a \cdot C \cdot 1000}{V} \quad , \qquad (4)$$

где C_x - массовая концентрация кадмия в анализируемой пробе воды, мкг/дм^3 ;

1,2 - коэффициент, компенсирующий систематическую погрешность:

а - величина отрезка, найденная из графиков зависимостей АС от введенного

объема градуировочных растворов сульфата кадмия, см^3;

С - концентрация кадмия в градуировочных растворах, используемых для добавок, мкг/см^3;

V - объем пробы воды, взятый для анализа, см^3.

Для расчета концентрации кадмия в анализируемой пробе при выполнении измерений на анализаторе ИВА-3 из одной пробы с медью и свинцом строят графики зависимости величины АС от концентрации Cd(II) в электролизере.

По оси абсцисс откладывают концентрации Cd(II) в электролизере в соответствии с величиной введенных в него добавок рабочего раствора в мкг/дм^3 (таблица 3), а по оси ординат - величину АС в мм, соответствующую пробе воды и пробе с первой и второй добавками кадмия за вычетом значения АС фонового электролита (рисунок 5).

Из полученных зависимостей находят графически величину отрезка "а", отсекаемого на оси абсцисс и характеризующего концентрацию кадмия в анализируемом растворе.

Массовую концентрацию кадмия в анализируемой пробе воды C_x, мкг/дм^3 , вычисляют по формуле (5):

$$C_x = 3{,}5 \cdot a \, , \qquad (5)$$

где 3,5 - коэффициент, учитывающий разбавление пробы в процессе анализа;

а - величина отрезка, найденная из графиков зависимостей АС от концентрации кадмия в электролизере, мкг/дм^3 .

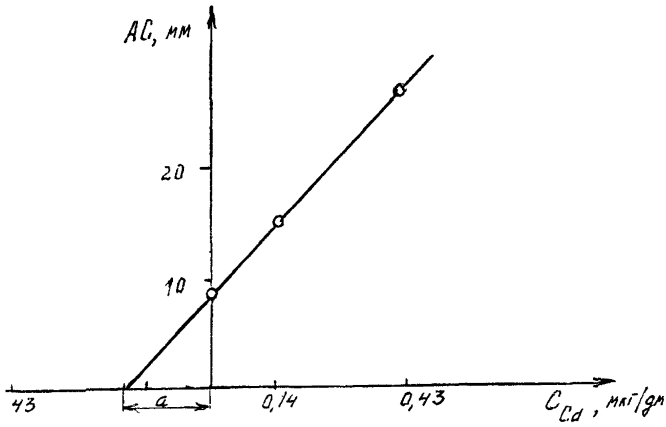


Рисунок 5 - Зависимость аналитического сигнала от концентрации Cd(II) в растворе электрохимической ячейки

Если для устранения мешающего влияния органических веществ применяли электрохимическую обработку пробы, в результат, рассчитанный по формулам 1, 3, 4, 5 следует ввести поправку на разбавление пробы - умножить на коэффициент 20/15,5 = 1,29.

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

$C_x \pm \Delta$, мг/дм^3 (P = 0,95), (6)

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации ионов меди, свинца и кадмия (таблица 1).

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности. Если для устранения мешающего влияния органических веществ применяли электрохимическую обработку пробы, в результат, рассчитанный по формулам 1, 3, 4, 5 следует ввести поправку на разбавление пробы - умножить на коэффициент 20/15,5 = 1,29.

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

$$C_x \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \quad (P = 0,95), \qquad (6)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации ионов меди, свинца и кадмия (таблица 1).

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 массовую концентрацию металла 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 металла в исходной пробе. При концентрации металла в исходной пробе ниже минимально определяемой, величина добавки должна быть равна минимально определяемой концентрации.

Результат контроля признают удовлетворительным, если:

$$\left| C_{рд} - C_p - C_д \right| + \left| n \cdot C_p - C_x \right| \le K_п \qquad (7)$$

Норматив контроля погрешности ($К_п$) рассчитывают по формуле (8):

$$К_п = \Delta_с + 3{,}31\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right) \quad (P=0{,}95), \qquad (8)$$

где $\Delta_с$ и $\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$ - характеристики систематической и случайной составляющих погрешности измерения концентрации металла в пробе без добавки $С_х$ (таблица 1).

Если в исходной пробе не обнаружен определяемый металл, то погрешность рассчитывают для концентрации добавки.

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 меди, свинца и кадмия в пробах природных 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 измерений, 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.

10.4 Выполнение измерений следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

11 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим профессиональным образованием или со средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее года, освоившие методику анализа.

12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов в расчете на 100 определений - 2 чел.-ч.

На выполнение измерений массовой концентрации меди, свинца и кадмия в единичной пробе - 0,6 чел.-ч при индивидуальном определении и 0,9 чел.-ч при одновременном определении из одной пробы.

На выполнение измерений массовой концентрации меди, свинца и кадмия в серии из 10 проб - 6 чел.-ч при индивидуальном определении и 9 чел.-ч при одновременном определении из одной пробы.

Затраты времени на подготовку посуды включены в затраты времени на приготовление растворов и реактивов.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА РОССИИ ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 371
об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации меди, свинца и кадмия в поверхностных водах суши инверсионным вольтамперометрическим методом.

ОСНОВАНА на электрохимическом концентрировании меди, свинца и кадмия путем восстановления ионов Cu(II), Pb(II) и Cd(II) на рабочем электроде при потенциале предельного диффузионного тока с последующей регистрацией величины максимального анодного тока при электрорастворении осадка. Величина аналитического сигнала, регистрируемого при электрорастворении осадка, функционально зависит от концентрации ионов меди, свинца и кадмия в анализируемой пробе.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом.

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.371-95.

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

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом совместно с СФ ВНИИМ и СИНХ на основании результатов экспериментальных исследований в 1984, 1985, 1991 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 (Р=0,95)

Металл	Диапазон измеряемых концентраций, С, мкг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм^3		Характеристика погрешности, мкг/дм^3, Δ
		случайной, $\sigma(\Delta)$	систематической Δ	
Измерение с использованием анализатора ИВА-3 (из одной пробы)				
медь	1,0-25,0	0,3+0,087·С	0,2+0,056·С	0,7+0,18·С
	св.25,0-30,0	2,4	1,8	5,3
свинец	2,0-7,0	0,2+0,12·С	0,8	0,6+0,22·С
	св.7,0-12,0	0,2+0,12·С	1,1	0,6+0,22·С
	св.12,0-25,0	1,6	1,1	3,4
кадмий	0,5-4,0	0,1+0,17·С	0,10·С	0,1+0,35·С
	св.4,0-10,0	0,7	0,6	1,5
Измерение с использованием анализатора ИВА-3 (в отдельной пробе)				
медь	0,50-30,0	0,06+0,059·С	0,02+0,03·С	0,11+0,12·С
свинец	2,0-4,0	0,1	0,2	0,2+0,09·С
	св.4,0-12,0	-0,1+0,056·С	0,5	0,2+0,09·С
кадмий	0,10-3,00	0,068·С	0,033·С	0,14·С
	св.3,00-5,00	0,068·С	0,48	0,48+0,13·С
Измерение с использованием полярографа ПУ-1				
медь	2,0-30,0	0,4+0,058·С	0,2+0,041·С	0,8+0,12·С
свинец	2,0-10,0	0,3+0,092·С	0,2+0,059·С	0,7+0,19·С
	св.10,0-14,0	1,0	0,8	2,6
	св.14,0-20,0	1,0	1,6	3,0
кадмий	0,10-0,30	0,01+0,048·С	0,02	0,04
	св.0,30-1,00	0,01+0,048·С	-0,02+0,16·С	0,04+0,12·С
	св.1,00-3,00	0,01+0,048·С	0,13	0,04+0,12·С

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.371-95.

3. Дата выдачи свидетельства март 1995 г.

Главный метролог ГУ ГХИ  А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru