РД 52.24.494-95

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИКЕЛЯ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ СУШИ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМКИМ МЕТОДОМ С ДИМЕТИЛГЛИОКСИМОМ

Ростов-на-Дону
1995

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом, Малым научно-производственным предприятием "Акватест"

2 РАЗРАБОТЧИКИ М.П. Завеса, канд хим. наук (руководитель разработки), И.Е. Озеров

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 149

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 494

7 РАЗРАБОТАН ВПЕРВЫЕ

Введение

В поверхностных водах суши соединения никеля достаточно распространены и находятся в растворенном, взвешенном и коллоидном состояниях, соотношение между которыми зависит от состава вод, температуры, величины pH. Растворенные формы никеля представляют собой главным образом комплексные ионы. Наиболее часто он мигрирует в виде комплексов с аминокислотами, гуминовыми и фульвокислотами.

Присутствие никеля в природной воде в значительной степени обусловлено составом пород, через которые проходит вода. В воду никель может попадать из почв, а также в результате разложения растительных и животных организмов, присутствующих в водоемах. Антропогенным источником появления никеля в водных объектах являются сточные воды ряда производств, например, гальванических цехов, заводов синтетического каучука, никелевых обогатительных фабрик, и других.

В речных незагрязненных и слабо загрязненных водах концентрация никеля колеблется в основном от 0,8 до 10 мкг/дм^3 , в загрязненных она может составлять несколько десятков микрограммов в кубическом дециметре.

Содержание никеля в природной воде нормируется. ПДК растворенных форм никеля в водных объектах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения составляет 0,01 мг/дм^3, рыбохозяйственных водоемах - 0,1 мг/дм^3.

РД 52.24.494-95

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ НИКЕЛЯ В ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОДАХ СУШИ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С ДИМЕТИЛГЛИОКСИМОМ

Дата введения 01.07.95 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает фотометрическую методику выполнения измерений массовой концентрации растворенных форм никеля в пробах поверхностных вод суши в диапазоне 0,005 - 0,200 мг/дм^3. При анализе проб воды с массовой концентрацией никеля, превышающей 0,200 мг/дм^3, необходимо соответствующее разбавление пробы бидистиллированной водой.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерений

В соответствии с ГОСТ 27384 норма погрешности при выполнении измерений массовой концентрации никеля в природных водах в диапазоне 0,0005 - 0,05 мг/дм^3 составляет ±50 %, свыше 0,05 мг/дм^3 - ±20 %.

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

При выполнении измерений никеля в пробах с массовой концентрацией свыше 0,200 мг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины $\Delta \cdot n$, где Δ - погрешность измерения концентрации никеля в разбавленной пробе; n - степень разбавления.

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

Диапазон измеряемых концентраций никеля, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma(\dot{\Delta})$	систематической Δ_c	
0,005-0,050	0,001+0,03·С	0,09·С	0,002+0,10·С
св.0,050-0,200	0,001+0,03·С	0,005	0,004+0,05·С

3 Метод измерений

Определение основано на взаимодействии ионов никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя с образованием комплексного соединения винно-красного цвета.

Оптическая плотность образующегося комплекса при длине волны λ=445 нм пропорциональна концентрации ионов никеля в анализируемой пробе.

Определению мешают ионы меди и кобальта, которые экстрагируются хлороформом вместе с ионами никеля в виде диметилглиоксиматов. Ионы железа (II, III) вызывают потемнение экстракта. Мешают также органические вещества, приводящие к образованию стойкой эмульсии в хлороформе.

Влияние ионов меди и кобальта устраняют встряхиванием хлороформного экстракта с разбавленным раствором аммиака. При этом, указанные ионы переходят в виде аммиакатов в водную фазу. В экстракте остаются лишь малые количества ионов меди и кобальта, которые обычно не мешают определению, поскольку при реэкстракции соляной кислотой никель переходит в водную фазу, а примеси этих металлов остаются в хлороформе.

Влияние органических веществ устраняют, разрушая их с помощью УФ-облучения. Железо (II) окисляют до железа (III) добав-

лением персульфата аммония перед стадией УФ-разложения органической матрицы.

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 Установка для обработки проб воды УФ-облучением типа УФР с набором кварцевых пробирок вместимостью не менее 60 $см^3$.

4.1.5 Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

4.1.6 Термометр по ГОСТ 29224 с диапазоном 0-100 °С с конусным шлифом 14/23 - 1

4.1.7 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью:
100 $см^3$ - 1
500 $см^3$ - 1

4.1.8 Колбы мерные не ниже 2 класса точности или пробирки градуированные с притертой пробкой по ГОСТ 1770 вместимостью
25 $см^3$ - 7

4.1.9 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227 вместимостью:
1 $см^3$ - 3
2 $см^3$ - 7
5 $см^3$ - 4
100$см^3$ - 1

4.1.10 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью: 10 $см^3$ - 1
25 $см^3$ - 1
100 $см^3$ - 2
250 $см^3$ - 1
500 $см^3$ - 1

4.1.11 Колбы конические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$ - 4

4.1.12 Воронки делительные по ГОСТ 25336 вместимостью

25 $см^3$ - 8

250 $см^3$ - 4

4.1.13 Стаканы химические по ГОСТ 25336 вместимостью:

100 $см^3$ - 1

250 $см^3$ - 1

500 $см^3$ - 1

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

4.1.15 Часовые стекла - 4

4.1.16 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336 диаметром 7-8 см - 1

4.1.17 Установка из стекла для перегонки растворителей с перегонной колбой вместимостью 1 $дм^3$ и елочным дефлегматором длиной не менее 25 см по ГОСТ 25336.

4.1.18 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 Стандартный образец состава водных растворов ионов никеля или хлорид никеля гексагидрат по ГОСТ 4038, х.ч.

4.2.2 Цитрат натрия, пентагидрат по ТУ 6-09-2248, ос.ч. или по ГОСТ 22280, ч.д.а.

4.2.3 Персульфат аммония (аммоний надсернокислый) по ГОСТ 20478, х.ч. или ч.д.а., перекристаллизованный.

4.2.4 Аммиак водный, концентрированный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

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

4.2.6 Иод кристаллический по ГОСТ 4159, ч.д.а.

4.2.7 Иодид калия по ГОСТ 4232, ч.д.а.

4.2.8 Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

4.2.9 Диметилглиоксим по ГОСТ 5828, ч.д.а.

4.2.10 Дитизон по ГОСТ 10165, ч.д.а.

4.2.11 Спирт этиловый по ГОСТ 18300.

4.2.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.13 Вода бидистиллированная (дистиллированная вода, вторично перегнанная на кварцевой или стеклянной установке).

4.2.14 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181.

4.2.15 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.

4.2.16 Фильтры бумажные обеззоленные "красная лента" по ТУ 6-09-1678.

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 для перекристиллизации персульфата аммония

4.3.1 Насос вакуумный лабораторный любого типа.

4.3.2 Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$ - 2

4.3.3 Воронка фильтрующая с пористой пластиной (пор 100-160) по ГОСТ 25336 - 1

4.3.4 Колба с тубусом (Бунзена) по ГОСТ 25336 вместимостью 0,25-0,5 $дм^3$ - 1

4.3.5 Палочки стеклянные - 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 кипяче-

нием в течение 20 мин в 1 % растворе соляной кислоты и двукратным кипячением в дистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают. Фильтрат подкисляют соляной кислотой, 6 моль/дм^3, из расчета 2 см^3 на 100 см^3 воды. Пробы хранят до анализа в полиэтиленовой посуде.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Приготовление растворов и реактивов

6.1.1 Раствор цитрата натрия

К 30 г $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 5{,}5H_2O$ приливают 100 см^3 бидистиллированной воды, перемешивают до растворения. Хранят не более 3 мес в полиэтиленовой посуде.

Если для приготовления раствора использовали реактив квалификации ч.д.а., то раствор следует очистить двукратной экстракцией раствором дитизона в хлороформе в течение 1 мин (по 10 см^3). Для приготовления последнего 10 мг дитизона растворяют в 20 см^3 хлороформа.

6.1.2 Раствор аммиака, 6 моль/дм^3

К 120 см^3 концентрированного раствора аммиака приливают 150 см^3 бидистиллированной воды и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

6.1.3 Раствор аммиака, 0,5 моль/дм^3

10 см^3 концентрированного раствора аммиака растворяют в 250 см^3 бидистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой склянке.

6.1.4 Раствор соляной кислоты, 0,5 моль/дм^3

К 470 см^3 бидистиллированной воды прибавляют 21 см^3 концентрированной соляной кислоты и перемешивают. Раствор устойчив.

6.1.5 Раствор соляной кислоты, 1 %

10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты растворяют в 350 $см^3$ дистиллированной воды.

6.1.6 Иодная вода

В стакан вместимостью 250 $см^3$ помещают 0,064 г кристаллического иода, приливают 20 $см^3$ бидистилированной воды и при интенсивном перемешивании добавляют небольшими порциями иодид калия до полного растворения иода; затем приливают еще 80 $см^3$ бидистилированной воды и перемешивают. Хранят раствор в темной склянке не более 1 мес.

6.1.7 Раствор диметилглиоксима

К 1,0 г диметилглиоксима $C_4H_8O_2N_2$ приливают 100 $см^3$ этилового спирта и перемешивают до полного растворения. Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в холодильнике не более месяца.

6.1.8 Перекристаллизация персульфата аммония

100 г персульфата аммония растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воды при нагревании до 40-45 °С. Раствор быстро фильтруют через складчатый бумажный фильтр "красная лента" в термостойкий стакан вместимостью 250 $см^3$ и охлаждают в бане со льдом, перемешивая раствор палочкой. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через стеклянный пористый фильтр под вакуумом и промывают небольшим количеством охлажденной бидистиллированной воды. Сушат персульфат аммония в темном месте при комнатной температуре. Фильтрат можно использовать для перекристаллизации еще одной порции персульфата аммония (около 50 г).

6.2 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из стандартного образца ионов никеля или из хлорида никеля.

При использовании стандартного образца производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Массовая концентрация ионов никеля в рабочем градуировочном растворе должна составлять 2,00 мг/дм^3.

Приготовление градуировочных растворов из хлорида никеля выполняют в соответствии с 6.2.1-6.2.2.

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

6.2.1 Основной раствор с массовой концентрацией ионов никеля 100 мг/дм^3

0,2025 г $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 50 см^3 бидистиллированной воды, 10 см^3 концентрированной соляной кислоты и после растворения соли объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Хранят в плотно закрытой посуде не более 6 мес.

6.2.2 Рабочий раствор с массовой концентрацией ионов никеля 2,00 мг/дм^3

Пипеткой вместимостью 2 см^3 отбирают 2,0 см^3 основного раствора никеля, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки на колбе бидистиллированной водой. Раствор готовят в день определения.

6.3 Установление градуировочной зависимости

В делительные воронки вместимостью 250 см^3 добавляют по 100 см^{3}бидистиллированной воды, последовательно вносят с помощью градуированных пипеток вместимостью 1, 5 и 10 см^3 0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0 см^3 рабочего раствора с массовой концентрацией никеля 2,00 мг/дм^3 и добавляют по 2 см^3 соляной кислоты, 6 моль/дм^3. Массовая концентрация ионов никеля в полученных растворах соответствует значениям 0; 0,010; 0,020; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200 мг/дм^3.

Далее выполняют их обработку и измерение оптической плотности, как описано в разделе 7.

Градуировочную зависимость устанавливают в координатах: массовая концентрация никеля в 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 реактивов из новой партии или другого измерительного прибора.

6.4 Регенерация хлороформа

Хлороформные экстракты после окончания анализа собирают в отдельную темную склянку с небольшим количеством дистиллированной воды и встряхивают воронку 2 мин. После отстаивания хлороформ фильтруют через слой ваты или 2-3 неплотных бумажных фильтра в перегонную колбу.

Перегоняют хлороформ, отбирая фракцию, кипящую при t = 60,5 - 62,0 °С. Первую порцию отгона, кипящую ниже 60,5 °С, возвращают в слив, а остаток после отгонки отбрасывают. Повторяют перегонку еще раз, при этом первую порцию отгона и остаток после отгонки возвращают в слив.

7 Выполнение измерений

7.1 Выполнение измерений с разрушением органической матрицы УФ-облучением

Для разрушения органической матрицы УФ-облучением 100 см^3 законсервированной анализируемой воды вносят в две кварцевые пробирки (если вода не была законсервирована, приливают в каждую пробирку по 1 см^3 раствора соляной кислоты 6 моль/дм^3), добавляют по 0,05 г персульфата аммония и облучают пробу 20 мин.

После облучения количественно переносят пробу в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 2,0 см^3 раствора цитрата

натрия, затем раствором аммиака 6 моль/дм^3 доводят pH по универсальной индикаторной бумаге до значения 7,5-8,0. Добавляют 2 см^3 раствора диметилглиоксима, 3 см^3 хлороформа и встряхивают содержимое воронки в течение 1 мин.

Дают пробе расслоиться в течение нескольких минут, затем круговыми движениями перемешивают ее и вновь оставляют на 1-2 мин. Экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 25 см^3. Экстрагирование повторяют еще дважды порциями хлороформа по 3,0 см^3, сливая каждый раз экстракт в ту же делительную воронку. Соединенные порции экстракта встряхивают в делительной воронке с 5,0 см^3 раствора аммиака 0,5 моль/дм^3 в течение 1 мин и после разделения фаз переносят хлороформный слой во вторую делительную воронку вместимостью 25 см^3. Аммиачный раствор, оставшийся в первой воронке встряхивают с 2,0 см^3 хлороформа 1 мин. После разделения полученный экстракт присоединяют к экстракту, находящемуся во второй делительной воронке, а аммиачный раствор отбрасывают и воронку 2-3 раза ополаскивают бидистиллированной водой. Содержащийся в экстракте никель реэкстрагируют 5 см^3 раствора соляной кислоты 0,5 моль/дм^3, встряхивая содержимое делительной воронки в течение 1 мин. После расслоения хлороформный слой переносят в первую воронку и повторяют реэкстракцию.

Солянокислые растворы из обеих воронок переносят в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 см^3, ополаскивают воронки 5 см^3 бидистиллированной воды, помещая промывную воду в ту же пробирку. Затем к раствору в пробирке добавляют 1 см^3 иодной воды, 2 см^3 концентрированного раствора аммиака, раствор охлаждают до комнатной температуры, затем приливают 1 см^3 раствора диметилглиоксима, доводят объем бидистиллированной водой до 25 см^3 и перемешивают.

Через 20 - 25 мин (не позже!) измеряют оптическую плотность раствора в кюветах длиной 5 см на спектрофотометре при λ= 445 нм, а при его отсутствии - на фотоэлектроколориметре при λ = 440 нм относительно холостого опыта.

Холостой опыт выполняют аналогично, используя 100 $см^3$ бидистиллированной воды.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до объема 100 $см^3$ бидистиллированной водой.

7.2 Выполнение измерений с разрушением органической матрицы кипячением с персульфатом аммония

100 $см^3$ законсервированной анализируемой воды помещают в термостойкие конические колбы вместимостью 250 $см^3$ (если вода не была законсервирована, приливают 2 $см^3$ раствора соляной кислоты 6 моль/$дм^3$), добавляют 0,1 г персульфата аммония, накрывают колбу часовым стеклом и кипятят пробу на электроплитке в течение 20 - 25 мин. Затем пробу охлаждают, количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$ и далее проводят определение, как описано в 7.1.

8 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию никеля в пробе анализируемой воды C_x, мкг/$дм^3$, находят по градуировочной зависимости. Если проводилось разбавление пробы, результат, найденный по градуировочной зависимости, умножают на величину 100/V, где V - объем аликвоты пробы, взятый для анализа, $см^3$.

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

$$C_x \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \quad (P = 0{,}95), \qquad (1)$$

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

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

9 Контроль погрешности измерения

Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны. Образцами для контроля являются рабочие пробы воды. Их объем должен быть достаточным для проведения основного и контрольного определений.

Отобранную пробу воды делят на две части. Выполняют измерение массовой концентрации никеля в одной из них и получают результат C_{x1}. Другую часть пробы разбавляют бидистиллированной водой точно в два раза и снова делят на две части. Анализируют первую часть разбавленной пробы и получают результат C_{x2}. Во вторую часть разбавленной пробы вводят добавку никеля $C_д$, выполняют анализ и получают результат C_{x3}. Величина добавки должна составлять 40-60 % от C_{x1}. При отсутствии никеля в исходной пробе добавка должна составлять 0,005 мг/дм^3. Анализ проб всех трех проб выполняют в одно время и в одинаковых условиях.

Результат контроля признают удовлетворительным, если выполняется условие:

$$\left| C_{x3} - C_{x2} - C_д \right| + \left| 2C_{x2} - C_{x1} \right| \le K, \qquad (2)$$

Норматив оперативного контроля погрешности К, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$K = 0{,}84\ \Delta_{cc} + 1{,}64\ \sqrt{\sigma^2_{Cx3}(\overset{0}{\Delta}) + \sigma^2_{Cx2}(\overset{0}{\Delta}) + \sigma^2_{Cx1}(\overset{0}{\Delta})}\ , \qquad (3)$$

где Δ_{cc} - характеристика систематической составляющей погрешности, соответствующая концентрации добавки $C_д$;

$\sigma^2_{C_{x3}}(\overset{0}{\Lambda}) + \sigma^2_{C_{x2}}(\overset{0}{\Lambda}) + \sigma^2_{C_{x1}}(\overset{0}{\Lambda})$ - характеристики случайной составляющей погрешности для C_{x3}, C_{x2} и C_{x1} соответственно.

Характеристики систематической и случайной составляющих погрешности находят из таблицы в разделе 2 в соответствии с концентрациями никеля в пробах.

При превышении норматива контрольное определение повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

10 Требования безопасности

10.1 При выполнении измерений массовой концентрации никеля 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 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.

10.4 Оператор, которому поручено приготовление растворов и реактивов и выполнение анализа, должен быть проинструктирован о мерах предосторожности при работе с используемыми реактивами и оборудованием.

11 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием и освоившие методику анализа.

12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов в расчете на 100 определений - 3,0 чел.-ч.

На установление градуировочной зависимости - 6,0 чел.-ч.

На определение никеля в единичной пробе - 1,4 чел.-ч.; в серии из 10 проб - 8,0 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 149

об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации никеля в поверхностных водах суши фотометрическим методом с диметилглиоксимом

ОСНОВАНА на взаимодействии ионов никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя с образованием окрашенного в винно-красный цвет комплекса с максимумом поглощения при λ = 445 нм.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом, МНПП "Акватест".

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.494-95.

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

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1993 г., 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 никеля, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma(\overset{*}{\Lambda})$	систематической Δ_c	
0,005-0,050	0,001+0,03·C	0,09·C	0,002+0,10·C
св.0,050-0,200	0,001+0,03·C	0,005	0,004+0,05·C

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.494-95.

Дата выдачи: март 1995 г.

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru