

## РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕДИ В ВОДАХ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С 8,8'-ДИХИНОЛИЛДИСУЛЬФИДОМ

Дата введения 1995-01-01

#### Предисловие

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

2 РАЗРАБОТЧИКИ М.П.Завеса, канд. хим. наук, Р.К.Чернова, доктор хим. наук, Л.М.Козлова, канд. хим. наук

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 21.07.94

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 21.06.94, протокол N 1

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1994 г. N 89

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 435

7 ВЗАМЕН РД 52.24.89-89, РД 52.24.89-94

#### Введение

Присутствие меди в водной среде обусловлено ее поступлением вследствие выщелачивания горных пород и почв, а также со сточными водами предприятий горнодобывающей и металлургической промышленности. При этом антропогенные источники занимают доминирующее положение.

В незагрязненных речных и озерных водах содержание меди обычно меньше  $10 \text{ мкг/дм}^3$ .

Соединения меди присутствуют в водах в растворенном, взвешенном и коллоидном состояниях. Растворенные формы меди представлены, как правило, 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.

Медь относится к числу активных микроэлементов. Она входит в состав некоторых важных ферментов, участвующих в процессах фотосинтеза и метаболизма различных организмов, включая человека. Однако повышенное содержание меди в воде оказывает токсическое воздействие. В связи с этим содержание меди в поверхностных водах нормируется. ПДК растворенных форм меди в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения составляет  $1 \text{ мг/дм}^3$ , рыбохозяйственных водоемов -  $0,001 \text{ мг/дм}^3$ .

## 1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает фотометрическую методику выполнения измерений массовой концентрации растворенных форм меди в пробах поверхностных вод суши и очищенных сточных вод в диапазоне 1,0-100 мкг/дм<sup>3</sup>. При анализе проб воды с массовой концентрацией меди, превышающей 100 мкг/дм<sup>3</sup>, необходимо соответствующее разбавление пробы бидистиллированной водой.

## 2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения

В соответствии с [ГОСТ 27384](#) норма погрешности при выполнении измерений меди в природных водах в диапазоне массовых концентраций 0,5-10 мкг/дм<sup>3</sup> составляют  $\pm 50\%$ , свыше 10 мкг/дм<sup>3</sup> -  $\pm 25\%$ . При выполнении измерений в сточных водах норма погрешности составляет  $\pm 50\%$ , в диапазоне массовых концентраций от 0,5 до 10 мкг/дм<sup>3</sup>  $\pm 25\%$ , от 10 до 1000 мкг/дм<sup>3</sup> и  $\pm 10\%$  свыше 1000 мкг/дм<sup>3</sup>.

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

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

| Объем анализируемой пробы, см <sup>3</sup> | Диапазон измеряемых концентраций меди, мкг/дм <sup>3</sup> | Характеристики составляющих погрешности, мкг/дм <sup>3</sup>                                |                             | Характеристика погрешности, мкг/дм <sup>3</sup> , $\Delta$ |
|--------------------------------------------|------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|------------------------------------------------------------|
|                                            |                                                            | $\sigma \left( \begin{smallmatrix} \circ \\ \Delta \end{smallmatrix} \right)$<br>случайной, | систематической, $\Delta c$ |                                                            |
| 1000                                       | 1,0-20,0                                                   | 0,1+0,03 <sup>C</sup>                                                                       | 0,1+0,05 <sup>C</sup>       | 0,2+0,10 <sup>C</sup>                                      |
| 100                                        | 20-90                                                      | 1+0,04 <sup>C</sup>                                                                         | 2+0,05 <sup>C</sup>         | 3+0,10 <sup>C</sup>                                        |

При выполнении измерений в пробах с массовой концентрацией меди свыше 100 мкг/дм<sup>3</sup> после соответствующего разбавления.

## 3 Метод измерений

Определение основано на высокоизбирательном взаимодействии ионов меди (II) с 8,8'-дихинолилдисульфидом с образованием труднорастворимого в воде тииооксината меди (I). Полученный комплекс извлекают хлороформом, измеряют его оптическую плотность при длине волны 455 нм и по градуировочной зависимости находят пропорциональную оптической плотности концентрацию меди в анализируемой пробе.

Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют фильтрованием пробы. Возможное мешающее влияние органической матрицы пробы устраняют предварительным разрушением комплексов меди с органическими веществами кипячением пробы с пероксидом водорода в кислой среде.

## 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 Плитки электрические в закрытой спирали и регулируемой мощностью нагрева по [ГОСТ 14919](#).

4.1.5 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по [ГОСТ 1770](#) вместимостью:

100 см<sup>3</sup> - 1  
500 см<sup>3</sup> - 1

4.1.6 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по [ГОСТ 29227](#) вместимостью:

1 см<sup>3</sup> - 5

2 см<sup>3</sup> - 2

5 см<sup>3</sup> - 4

25 см<sup>3</sup> - 6

25 см<sup>3</sup> - 2

50 см<sup>3</sup> - 1

100 см<sup>3</sup> - 2

500 см<sup>3</sup> - 1

1 дм<sup>3</sup> - 1

4.1.7 Пробирки градуированные или колбы мерные с притертой пробкой по [ГОСТ 1770](#) вместимостью

4.1.8 Цилиндры мерные по [ГОСТ 1770](#) вместимостью

4.1.9 стаканы химические по [ГОСТ 25336](#) вместимостью:

110 см<sup>3</sup> - 1

250 см<sup>3</sup> - 1

500 см<sup>3</sup> - 1

1 дм<sup>3</sup> - 1

4.1.10 Колбы конические термостойкие по [ГОСТ 25336](#) вместимостью

250 см<sup>3</sup> - 6

1 дм<sup>3</sup> - 6

- 1

4.1.11 стаканчик для взвешивания (бюкс) по [ГОСТ 25336](#)

4.1.12 Воронки делительные по [ГОСТ 25336](#) вместимостью

250 см<sup>3</sup> - 4

1 дм<sup>3</sup> - 4

4.1.13 Воронки лабораторные по [ГОСТ 25336](#) диаметром

3-4 см - 6

10 см - 1

4.1.14 Установка из стекла для перегонки растворителей с перегонной колбой вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и елочным дефлегматором длиной не менее 25 см по [ГОСТ 25336](#)

- 1

4.1.16 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 меди или сульфат меди, пентагидрат по [ГОСТ 4165](#), х.ч.

4.2.2 8,8'-дихиноилдисульфид,  $C^{18}H^{12}N^2S^2$ , ч.

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

4.2.4 Азотная кислота по [ГОСТ 4461](#), концентрированная, х.ч.

4.2.5 Соляная кислота по [ГОСТ 3118](#), ч.д.а.

4.2.6 Серная кислота по [ГОСТ 4204](#), ч.д.а.

4.2.7 Оксалат аммония моногидрат по [ГОСТ 5712](#), х.ч.

4.2.8 Пероксид водорода, 30%-й раствор по [ГОСТ 10929](#), х.ч.

4.2.9 Ацетат натрия, тригидрат по [ГОСТ 199](#), ч.д.а.

4.2.10 Хлороформ по [ГОСТ 20015](#), очищенный.

4.2.11 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.

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

4.2.13 Вата хлопковая по [ГОСТ 5556](#) (вискозная, стекловата).

4.2.14 Вода дистиллированная по [ГОСТ 6709](#).

4.2.15 Вода бидистиллированная.

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 двукратным кипячением в бидистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают.

Фильтрат подкисляют концентрированной азотной кислотой до  $pH < 2$  из расчета  $2\text{ см}^3$  на  $1\text{ дм}^3$  воды (если этого недостаточно, добавляют еще кислоты) и хранят до анализа в полиэтиленовой посуде.

## 6 Подготовка к выполнению измерений

### 6.1 Приготовление растворов и реактивов

#### 6.1 Раствор 8,8'-дихинолилдисульфида, 2%

2,0 г 8,8'-дихинолилдисульфида растворяют в 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup>.  
Хранят в темной склянке не более 1 мес.

#### 6.1.2 Раствор ацетата натрия, 30%

150 г ацетата натрия растворяют в 350 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. Хранят не более месяца.

#### 6.1.3 Раствор аскорбиновой кислоты, 10%

10 г аскорбиновой кислоты растворяют в 90 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. Раствор хранят в темной склянке не более недели.

#### 6.1.4 Раствор соляной кислоты, 1%

15 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты смешивают с 500 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды. Используется для отмывки мембранных фильтров.

#### 6.1.5 Раствор соляной кислоты, 1 моль/дм<sup>3</sup>

Смешивают 42 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты с 460 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды.

#### 6.1.6 Раствор серной кислоты, 13% (для эксикатора)

14,5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты приливают при перемешивании к 170 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

### 6.2 Приготовление

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из стандартного образца ионов меди или из сульфата меди.

При использовании стандартного образца производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению.

Массовая концентрация ионов меди в рабочем градуировочном растворе должна составлять 2 мг/дм<sup>3</sup>.

Приготовление градуировочных растворов из сульфата меди выполняют в соответствии с 6.2.1-6.2.2.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 1,3% относительно приписанного значения массовой концентрации меди.

#### 6.2.1 Основной раствор сульфата меди с массовой концентрацией ионов меди 100 мг/дм<sup>3</sup>

Небольшое количество сульфата меди помещают в фарфоровую чашку и выдерживают в

эксикаторе над 13% раствором серной кислоты в течение суток. После этого отвешивают на аналитических весах 0,1965 г  $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup> в бидистиллированной воде и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой. Раствор устойчив при хранении в герметично закрытой склянке.

#### 6.2.2 Рабочий раствор сульфата меди с массовой концентрацией ионов меди 2,00 мг/дм<sup>3</sup>

Пипеткой вместимостью 2 см<sup>3</sup> отбирают 2,0 см<sup>3</sup> основного раствора сульфата меди (6.2.1), помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

Раствор хранят в течение месяца.

#### 6.3 Установление градуировочной зависимости для выполнения измерений при объеме пробы 1000 см<sup>3</sup>

В делительные воронки вместимостью 1 дм<sup>3</sup> помещают по 1,0 дм<sup>3</sup> бидистиллированной воды и последовательно вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора сульфата меди (6.2.2). Содержание ионов меди в полученных растворах составит соответственно 0,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мкг. Добавляют 30 см<sup>3</sup> раствора ацетата натрия, 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора 8,8'-дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают 30 мин. Затем приливают по 25 см<sup>3</sup> хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин.

После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку, доводят объем экстракта до 25 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность проб с добавками рабочего градуировочного раствора по отношению к холостой пробе (не содержащей добавки) на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре ( $\lambda = 455 \text{ нм}$ ) в кювете с толщиной слоя 5 см.

Градуировочную зависимость строят в координатах: содержание ионов меди в пробе в мкг - 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 Установление градуировочной зависимости для выполнения измерений при объеме пробы 100 см<sup>3</sup>

В делительные воронки вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают по 100 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и последовательно вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора сульфата меди (6.2.2). Содержание ионов меди в полученных растворах составит соответственно 0,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мкг. Добавляют 3 см<sup>3</sup> раствора ацетата натрия, 1 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 см<sup>3</sup> раствора 8,8'-дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают 30 мин. Затем приливают по 20 см<sup>3</sup> хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин.

После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку, доводят объем экстракта до 25 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность проб с добавками рабочего градуировочного раствора по отношению к холостой пробе (не содержащей добавки) на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре ( $\lambda = 455$  нм) в кювете с толщиной слоя 5 см.

Градуировочную зависимость строят в координатах: содержание ионов меди в пробе в мкг - 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.

### 6.5 Регенерация хлороформа

Хлороформные экстракты после окончания анализа собирают в отдельную темную склянку с небольшим количеством дистиллированной воды и затем регенерируют. Для этого слив хлороформа помещают в делительную воронку вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, добавляют равный объем 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 при объеме пробы 1000 см<sup>3</sup>

Отбирают 1000 см<sup>3</sup> отфильтрованной анализируемой воды в коническую колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты (если проба законсервирована, азотную кислоту не добавляют), 4-5 см<sup>3</sup> пероксида водорода и кипятят 20 мин.

Пробу охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 1 дм<sup>3</sup>. Прибавляют 0,3-0,5 г оксалата аммония, 30 см<sup>3</sup> раствора ацетата натрия и при необходимости доводят рН до 5-6, добавляя еще раствор ацетата натрия или соляную кислоту (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 1 см<sup>3</sup> раствора 8,8'-дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Затем приливают 25 см<sup>3</sup> хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин. После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку или колбу, доводят объем экстракта до 25 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Одновременно с серией анализируемых проб выполняют обработку холостой пробы, используя такой же объем бидистиллированной воды.

Измеряют оптическую плотность холостой пробы относительно хлороформа. Если она превышает величину 0,06, повторяют холостой опыт с новой порцией бидистиллированной воды.

Оптическую плотность анализируемой пробы измеряют по отношению к холостой пробе на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре ( $\lambda = 455$  нм) в кюветах с толщиной слоя 5 см.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение, используя 500 см<sup>3</sup> анализируемой воды, разбавленной до 1000 см<sup>3</sup> бидистиллированной водой требуемой чистоты (оценка по значению холостого опыта).

Если вода была законсервирована, добавляют 1 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты, в противном случае - 2 см<sup>3</sup> и далее проводят определение, как описано выше.

Если и в этом случае измеренная оптическая плотность пробы выходит за пределы градуировочной зависимости, либо заранее известно, что содержание меди в пробе превышает 20 мкг/дм<sup>3</sup>, проводят определение при объеме анализируемой пробы 100 см<sup>3</sup> (7.2).

## 7.2 Выполнение измерений при объеме пробы 100 см<sup>3</sup>

Отбирают 100 см<sup>3</sup> отфильтрованной анализируемой воды в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 0,2 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты (если проба законсервирована, азотную кислоту не добавляют), 1 см<sup>3</sup> пероксида водорода и кипятят 20 мин.

Пробу охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Прибавляют 0,05-0,1 г оксалата аммония, 3 см<sup>3</sup> раствора ацетата натрия и при необходимости доводят pH до 5-6, добавляя еще раствор ацетата натрия или соляную кислоту (контроль по универсальной индикаторной бумаге). Добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора аскорбиновой кислоты, 0,3 см<sup>3</sup> раствора 8,8'-дихинолилдисульфида, перемешивают и выдерживают в течение 30 мин. Затем приливают 20 см<sup>3</sup> хлороформа и выполняют экстракцию, встряхивая воронку в течение 3 мин. После расслоения фаз хлороформный экстракт сливают через комочек ваты, помещенной в лабораторную воронку и смоченной хлороформом, в градуированную пробирку или мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Промывают вату хлороформом, сливая его в ту же пробирку или колбу, доводят объем экстракта до 25 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Одновременно с серией анализируемых проб выполняют обработку холостой пробы, используя 100 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды.

Оптическую плотность анализируемой пробы измеряют по отношению к холостой пробе на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре ( $\lambda = 455$  нм) в кюветах с толщиной слоя 5 см.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение, взяв меньшую аликвоту анализируемой воды и разбавив ее до 100 см<sup>3</sup> бидистиллированной водой.



## 8 Вычисление результатов измерений

Содержание меди в аликвоте пробы воды, взятой для анализа, находят по соответствующей градуировочной зависимости.

Массовую концентрацию меди в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле (1):

$$C_x = \frac{\alpha \cdot 1000}{V}, \quad (1)$$

где  $C_x$  - массовая концентрация меди в анализируемой пробе воды, мкг/дм<sup>3</sup>;  
 $\alpha$  - содержание меди в пробе воды, найденное по градуировочной зависимости, мкг;

$V$  - объем аликвоты пробы, взятый для анализа, см<sup>3</sup>.

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

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

где  $\Delta$  - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации ионов меди (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. Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны.

Для выполнения контроля измеряют массовую концентрацию меди в пробе без добавки ( $C_x$ ) и в пробе с известной добавкой ( $C_{\text{зд}}$ ).

Добавка ( $C_{\text{д}}$ ) к пробе должна составлять не более 100% от содержания меди в пробе. При отсутствии меди в пробе добавка должна быть равна удвоенной минимально определяемой концентрации. Пробу с добавкой анализируют одновременно с рабочими пробами.

Результат контроля признают удовлетворительным, если

$$|C_{\text{зд}} - C_x - C_{\text{д}}| \leq K_n \quad (3)$$

Норматив контроля  $K_n$  рассчитывают по формуле (4):

$$K_n = \Delta_c + 2,77 \sigma \left( \overset{\circ}{\Delta} \right)_{(P = 0,95)} \quad (4)$$

где  $\Delta_c$  и  $\sigma \left( \begin{smallmatrix} \circ \\ \Delta \end{smallmatrix} \right)$  - характеристика систематической и случайной составляющих погрешности измерения концентрации меди в пробе без добавки  $C_x$  (таблица).

Если в исходной пробе медь не обнаружена, то погрешность рассчитывают для концентрации добавки.

При превышении норматива повторяют определение 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 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., Гидрометеиздат, 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 со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но имеющие стаж работы в лаборатории не менее 2 лет, освоившие методику анализа.

## 12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов в расчете на 100 определений - 2,5 чел.-ч.

На установление градуировочной зависимости - 2,5 чел.-ч.

На выполнение измерений концентрации меди в единичной пробе - 1,2 чел.-ч.

На выполнение измерений концентрации меди в серии из 10 проб - 5,0 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 89

об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации меди в водах фотометрическим методом с 8,8'-дихиноилдисульфидом.

ОСНОВАНА на высокоизбирательном взаимодействии ионов меди (II) с

8,8'-дихинолилдисульфидом с образованием труднорастворимого в воде тииооксината меди (I), который извлекают хлороформом. Оптическая плотность хлороформного раствора комплекса при измерении на фотоэлектроколориметре ( $\lambda = 440$  нм) или спектрофотометре ( $\lambda = 455$  нм) пропорциональна концентрации меди в анализируемой пробе.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом, МНПП "Акватест".

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.435-95.

АТТЕСТОВАНА в соответствии с [ГОСТ Р 8.563](#) ([ГОСТ 8.010](#)).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом совместно с Саратовским госуниверситетом на основании результатов экспериментальных исследований в 1989 г., и метрологической экспертизы материалов в 1994 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 ( $P = 0,95$ )

| Объем анализируемой пробы, см <sup>3</sup> | Диапазон измеряемых концентраций меди, мг/дм <sup>3</sup> | Характеристики составляющих погрешности, мг/дм <sup>3</sup>                              |                             | Характеристика погрешности, мг/дм <sup>3</sup> , $\Delta$ |
|--------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------|-----------------------------------------------------------|
|                                            |                                                           | случайной, $\sigma \left( \begin{smallmatrix} \circ \\ \Delta \end{smallmatrix} \right)$ | систематической, $\Delta_c$ |                                                           |
| 1000                                       | 1,0-20,0                                                  | 0,1+0,03 <sup>C</sup>                                                                    | 0,1+0,05 <sup>C</sup>       | 0,2+0,10 <sup>C</sup>                                     |
| 100                                        | 20-90                                                     | 1+0,04 <sup>C</sup>                                                                      | 2+0,05 <sup>C</sup>         | 3+0,10 <sup>C</sup>                                       |

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.435-95.

3. Дата выдачи свидетельства март 1994 г.

Директор  
Главный метролог

А.М.Никаноров  
А.А. Назарова