
**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)**

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**РД
52.24.494–
2025**

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НИКЕЛЯ В ВОДАХ
Методика измерений фотометрическим методом
с диметилглиоксимом**

Ростов-на-Дону
2025

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Гидрохимический институт» (ФГБУ «ГХИ»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Ю.А. Андреев, канд. хим. наук (руководитель разработки), Е.С. Килейнова (ответственный исполнитель)

3 СОГЛАСОВАН:

- с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 29.01.2025;

- с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 13.02.2025

4 УТВЕРЖДЁН И ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 17.02.2025 № 59

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «ГХИ».

Свидетельство об аттестации методики измерений № 494.RA.RU.311345–2025 от 21.05.2025, номер в реестре ФР.1.31.2025.51455

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации ФГБУ «НПО «Тайфун» 25.02.2025.

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА
РД 52.24.494–2025

7 ВЗАМЕН РД 52.24.494–2006 «Массовая концентрация никеля в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с диметилглиоксимом»

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2033 год.
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 7 лет

© Росгидромет, ФГБУ «ГХИ», 2025

Право тиражирования и реализации принадлежит ФГБУ «ГХИ»

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Требования к показателям точности измерений	3
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам	3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства	3
4.2 Реактивы и материалы	5
4.3 Дополнительное оборудование для перекристаллизации персульфата аммония.....	5
4.4 Дополнительное оборудование для очистки и регенерации хлороформа	6
5 Метод измерений.....	6
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды	6
7 Требования к квалификации операторов	7
8 Условия выполнения измерений	7
9 Подготовка к выполнению измерений	7
9.1 Отбор и хранение проб	7
9.2 Приготовление растворов и реактивов.....	8
9.3 Приготовление градуировочных растворов.....	10
9.4 Установление градуировочной зависимости.....	10
9.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики	11
10 Выполнение измерений.....	12
10.1 Выполнение измерений с разрушением органической матрицы кипячением с персульфатом аммония	12
10.2 Мешающие влияния и их устранение	14
11 Обработка результатов измерений	15
12 Оформление результатов измерений	15
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории.....	16
13.1 Общие положения	16
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости	16
13.3 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок.....	17
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости	18
Приложение А (рекомендуемое) Перекристаллизация персульфата аммония	19
Приложение Б (рекомендуемое) Регенерация хлороформа	20
Библиография.....	21

Введение

Необходимость разработки настоящего руководящего документа обусловлена требованиями выполнять измерения, относящиеся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений, по аттестованным методикам измерений согласно Федеральному закону от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».

Настоящий руководящий документ является результатом пересмотра руководящего документа РД 52.24.494–2006 «Массовая концентрация никеля в водах. Методика выполнения измерений фотометрическим методом с диметилглиоксимом».

Никель – малораспространённый элемент земной коры, однако, его соединения довольно часто присутствуют в природных водах. Наиболее распространёнными природными минералами никеля являются никелин NiAs , железоникелевый колчедан $(\text{Fe}, \text{Ni})_9\text{S}_8$, мышьяковоникелевый блеск или герсдорфит NiAsS , миллерит NiS .

Основным природным источником поступления никеля в поверхностные воды являются горные породы, процессы выветривания которых сопровождаются растворением. Значительная часть никеля поступает с подземным стоком. Никель также в незначительных количествах может попадать в водную среду в результате разложения растительных и животных организмов, присутствующих в водоёмах.

Антропогенным источником появления никеля в водных объектах являются сточные воды ряда производств, прежде всего гальванических цехов, заводов синтетического каучука, никелевых обогатительных фабрик и других. Огромные выбросы никеля сопровождают сжигание ископаемого топлива.

Никель оказывает влияние на функционирование многих ферментов, усиливает синтез аминокислот, содержащих серу, благоприятно влияет на образование гемоглобина в крови животных при условии одновременного наличия солей железа. Однако при повышенном содержании многие соединения никеля обладают токсичными и канцерогенными свойствами. Свободные ионы никеля Ni^{2+} примерно в два раза более токсичны, чем его комплексные соединения с неорганическими и органическими лигандами.

Наиболее распространены соединения никеля в степени окисления +2. Соединения Ni(III) образуются, как правило, в щелочной среде при наличии сильных окислителей. Ni(II) образует многочисленные комплексные соединения, наиболее прочные из которых содержат лиганды с донорными атомами азота.

На состав и формы нахождения соединений никеля в водах оказывают существенное влияние такие факторы как значения pH и Eh, присутствие природных комплексообразователей (гуминовых и фульвокислот), содержание растворённого кислорода, сероводорода,

диоксида углерода, а также наличие микроорганизмов, окисляющих и/или восстанавливающих никель. В природных водах никель в основном присутствует во взвешенном состоянии, растворённые формы никеля преимущественно представлены комплексными соединениями, доминирующее положение среди которых занимают комплексы с гуминовыми и фульвокислотами.

В речных незагрязнённых и слабозагрязнённых водах массовая концентрация никеля не превышает единиц микрограммов в кубическом дециметре, в загрязнённых она может составлять несколько десятков микрограммов в кубическом дециметре.

Содержание никеля в поверхностных водах нормируется. Предельно допустимая концентрация растворённых форм никеля в водах водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,02 мг/дм³, рыбохозяйственного значения – 0,01 мг/дм³.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ НИКЕЛЯ В ВОДАХ.
Методика измерений фотометрическим методом
с диметилглиоксимом**

Дата введения – 2026-03-01

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации растворённых форм никеля в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 0,005 до 8,00 мг/дм³ фотометрическим методом с диметилглиоксимом.

Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.1.5.04–81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760–79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 4159–79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4232–74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5828–77 Реактивы. Диметилглиоксим. Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20015–88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20478–75 Реактивы. Аммоний надсернистый. Технические условия

ГОСТ 22280–76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29224–91 Посуда лабораторная стеклянная. Термометры жидкостные стеклянные лабораторные. Принципы устройства, конструирования и применения

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 52501–2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878–2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия

ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59024–2020 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

МИ 2881–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа

Примечание – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверить действие ссылочных нормативных документов:

- стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти в сфере стандартизации в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;

- нормативных документов по метрологии (МИ) – по ежегодно издаваемому «Перечню нормативных документов в области метрологии», опубликованному по состоянию на 1 января текущего года.

Если ссылочный нормативный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования к показателям точности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности при принятой вероятности $P=0,95$

Диапазон измерений массовой концентрации никеля X , мг/дм ³	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , мг/дм ³	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , мг/дм ³	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мг/дм ³	Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm\Delta$, мг/дм ³
От 0,005 до 0,050 включ.	$0,001+0,02 \cdot X$	$0,001+0,04 \cdot X$	$0,09 \cdot X$	$0,002+0,12 \cdot X$
Св. 0,050 до 8,00 включ.	0,002		0,005	$0,005+0,08 \cdot X$

Предел обнаружения массовой концентрации никеля фотометрическим методом с диметилглиоксимом составляет 0,003 мг/дм³.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам, материалам

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа КФК-3, ПЭ-5300, ПЭ-5400, Unico 1201 и др.

4.1.2 Весы неавтоматического действия (лабораторные) специального (I) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,0001 г.

4.1.3 Весы неавтоматического действия (лабораторные) высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228 или ГОСТ OIML R 76-1, действительная цена деления (шкалы) 0,001 г или 0,01 г.

4.1.4 pH-метр или pH-метр-иономер любого типа с пределами допускаемой погрешности при измерении разности потенциалов не более ± 3 мВ в комплекте с электродом стеклянным (в том числе твердоконтактным) любого типа с погрешностью измерения, не превышающей $\pm 0,1$ единиц pH, и электродом сравнения любого типа.

4.1.5 Государственный стандартный образец состава раствора ионов никеля ГСО 7265–96 или ГСО 7873–2000 (далее – ГСО) с относительной погрешностью аттестованного значения не более 1,0 %.

4.1.6 Колбы мерные 2-го класса точности, исполнения 2 или 2а по ГОСТ 1770, вместимостью: 50 см³ – 1 шт., 100 см³ – 1 шт.

4.1.7 Пробирки градуированные исполнения 2 или колбы мерные 2-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 1770, вместимостью 25 см³ – 8 шт.

4.1.8 Пипетки градуированные 2-го класса точности, типа 1 и 3, исполнения 1 и 2 по ГОСТ 29227, вместимостью: 1 см³ – 2 шт., 2 см³ – 7 шт., 5 см³ – 4 шт., 10 см³ – 3 шт.

4.1.9 Пипетка с одной отметкой 2-го класса точности, исполнения 2 по ГОСТ 29169, вместимостью 5 см³.

4.1.10 Цилиндры мерные 2-го класса точности, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 1770, вместимостью: 25 см³ – 1 шт., 100 см³ – 2 шт., 250 см³ – 1 шт., 500 см³ – 1 шт.

4.1.11 Воронки делительные типа ВД, исполнения 1 или 3 по ГОСТ 25336, вместимостью: 25 см³ или 50 см³ – 8 шт., 250 см³ – 4 шт.

4.1.12 Колбы конические типа Кн исполнения 1 или 2, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см³ – 4 шт.

4.1.13 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью: 50 см³ – 1 шт., 100 см³ – 1 шт., 150 см³ – 1 шт., 250 см³ – 2 шт., 400 см³ – 1 шт., 600 см³ – 1 шт., а также Н-1, ТС вместимостью 250 см³ – 4 шт.

4.1.14 Стаканчики для взвешивания (далее – бюксы) типа СВ-19/9 по ГОСТ 25336 – 2 шт.

4.1.15 Пробирка исполнения 1 по ГОСТ 1770, вместимостью 10 см³.

4.1.16 Электроплитка с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.17 Палочки стеклянные.

4.1.18 Установка для фильтрования при разрежении любого типа, с использованием мембранного фильтра.

4.1.19 Посуда стеклянная (в том числе из тёмного стекла) и пластиковая для хранения проб и растворов реактивов вместимостью 0,1; 0,25; 0,5 и 1,0 дм³.

4.1.20 Шкаф сушильный общелабораторного назначения.

4.1.21 Холодильник бытовой.

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

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Натрий лимоннокислый (цитрат натрия) 5,5-водный по ГОСТ 22280, ч.д.а.

4.2.2 Аммоний надсерноокислый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478, х.ч. или ч.д.а. (перекристаллизованный).

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

4.2.4 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

4.2.5 Йод кристаллический по ГОСТ 4159, ч.д.а.

4.2.6 Калий йодистый (йодид калия) по ГОСТ 4232, ч.д.а.

4.2.7 Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

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

4.2.9 Дифенилдитиокарбазон (дитизон) по [1], ч.д.а.

4.2.10 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный по ГОСТ Р 55878, любого сорта.

4.2.11 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

4.2.12 Вода бидистиллированная, полученная по 9.2.10.

4.2.13 Мембрана «Владипор» типа МФАС-ОС-2, 0,45 мкм, диаметр диска 47 мм по [2] (далее – мембранный фильтр) или другого типа с равноценными характеристиками.

4.2.14 Фильтры бумажные обеззоленные «красная лента» по [3].

4.2.15 Универсальная индикаторная бумага (рН от 0 до 12) по [4].

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

4.3 Дополнительное оборудование для перекристаллизации персульфата аммония

4.3.1 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224 с диапазоном измерения температур от 0 °С до 150 °С и ценой деления не более 1 °С.

4.3.2 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью 400 см³ – 2 шт.

4.3.3 Воронка лабораторная типа В по ГОСТ 25336, диаметром 75 мм.

4.3.4 Воронка фильтрующая ВФ исполнения 1 или 3 с пористой пластиной диаметром 37 или 46 мм (фильтр типа ФКП, класса ПОР 100 или ПОР 160) по ГОСТ 25336.

4.3.5 Колба с тубусом (Бунзена) исполнения 1, 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 500 см³.

4.3.6 Чашка типа ЧКЦ исполнения 1 или 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 2500 см³.

4.3.7 Чашка типа ЧБН исполнения 1 или 2 (чашка Петри) по ГОСТ 25336, диаметром 100 или 150 мм.

4.3.8 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336.

4.3.9 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по [3].

4.4 Дополнительное оборудование для очистки и регенерации хлороформа

4.4.1 Установка для перегонки растворителей из стекла группы ТС (круглодонная колба типа К исполнения 1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1000 см³, дефлегматор длиной 350 мм с взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32, насадка типа Н1 с взаимозаменяемыми конусами 19/26-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ исполнения 1, длиной не менее 400 мм, алонж типа АИ с взаимозаменяемым конусом муфты 14/23) по ГОСТ 25336, термометр лабораторный ТЛ-50 с взаимозаменяемым конусом КШ 14/23 длиной нижней части термометра 50 мм и диапазоном измерения температур от 0 °С до 150 °С, цена деления шкалы – 0,5 °С по [5].

4.4.2 Воронки делительные типа ВД исполнения 3 по ГОСТ 25336, вместимостью 1000 см³ – 2 шт.

5 Метод измерений

Измерение массовой концентрации никеля фотометрическим методом основано на взаимодействии ионов никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя с образованием комплексного соединения коричневато-красного цвета. Максимум оптической плотности комплекса наблюдается при длине волны 445 нм.

Никель предварительно выделяют из пробы воды экстракцией хлороформом в виде диметилглиоксимата с последующей реэкстракцией его в водную фазу.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации никеля в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2-му и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

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

6.4 Вредно действующие вещества (хлороформ) подлежат сбору и регенерации или утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5 Приготовление растворов кислот и щелочей следует проводить при наличии вытяжной вентиляции.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним профессиональным образованием, имеющих стаж работы в лаборатории не менее 1 года и освоивших методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 22±5;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) от 84,0 до 106,7
(от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 °С, %, не более 80.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Отбор и хранение проб

9.1.1 Отбор проб воды для выполнения измерений массовой концентрации никеля производится в соответствии с ГОСТ Р 59024. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 59024. В ходе отбора, консервации и/или фильтрования следует исключить контакт пробы с любыми металлическими поверхностями. Перед заполнением транспортную тару ополаскивают отбираемой пробой воды. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 0,25 дм³.

9.1.2 Пробы воды предварительно фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в течение 20 мин в 1 %-ном растворе соляной кислоты и двукратным кипячением в дистиллированной воде. Первую порцию фильтрата используют для промывания приёмного стакана фильтровальной установки и

транспортной тары, затем отбрасывают. Фильтрат консервируют соляной кислотой (1:1), из расчёта 2 см³ на 100 см³ воды.

Законсервированные отфильтрованные пробы хранят в пластиковой посуде не более 1 мес.

9.2 Приготовление растворов и реактивов

9.2.1 Раствор цитрата натрия, 23 %-ный

В стакане вместимостью 250 см³ растворяют 30 г цитрата натрия в 100 см³ бидистиллированной воды.

Полученный раствор очищают двукратной экстракцией раствором дитизона в хлороформе.

Для этого приготовленный раствор цитрата натрия переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют примерно 10 см³ раствора дитизона в хлороформе, и встряхивают в течение 1 мин. После расслоения фаз нижний хлороформный слой выливают в слив для хлороформа. Процедуру повторяют.

Для приготовления раствора дитизона в стакане вместимостью 50 см³ растворяют 0,010 г реактива в 20 см³ хлороформа.

Срок хранения очищенного раствора цитрата натрия в плотно закрытой пластиковой посуде – не более 3 мес.

9.2.2 Раствор аммиака, 1:1

В термостойком стакане вместимостью 250 см³ смешивают 100 см³ бидистиллированной воды и 100 см³ концентрированного раствора аммиака. Срок хранения раствора в плотно закрытой пластиковой посуде не ограничен.

9.2.3 Раствор аммиака, 0,5 моль/дм³

В термостойком стакане вместимостью 400 см³ растворяют 10 см³ концентрированного раствора аммиака в 250 см³ бидистиллированной воды и перемешивают. Срок хранения раствора в плотно закрытой пластиковой посуде не ограничен.

9.2.4 Раствор соляной кислоты, 1:1

В термостойком стакане вместимостью 250 см³ к 100 см³ бидистиллированной воды осторожно приливают 100 см³ концентрированной соляной кислоты и перемешивают. Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.2.5 Раствор соляной кислоты, 0,5 моль/дм³

В термостойком стакане вместимостью 600 см³ растворяют 21 см³ соляной кислоты в 470 см³ бидистиллированной воды и перемешивают. Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.2.6 Раствор соляной кислоты, 1 %-ный

В термостойком стакане вместимостью 600 см³ растворяют 10 см³ соляной кислоты в 350 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Срок хранения раствора в плотно закрытой посуде не ограничен.

9.2.7 Раствор йода

В стакане вместимостью 250 см³ вносят 0,64 г кристаллического йода в 20 см³ бидистиллированной воды, перемешивают раствор стеклянной палочкой и добавляют небольшими порциями йодид калия (кристаллический) до полного растворения йода. Далее приливают ещё 80 см³ бидистиллированной воды и перемешивают. Срок хранения раствора в тёмной склянке (или светлой склянке в тёмном месте) с притёртой пробкой – не более 1 мес.

9.2.8 Раствор диметилглиоксима, 1 %-ный

В стакане вместимостью 150 см³ растворяют 1,0 г диметилглиоксима в 100 см³ этилового спирта и перемешивают. Срок хранения раствора в склянке с притёртой пробкой в холодильнике – не более 1 мес.

9.2.9 Персульфат аммония, перекристаллизованный

Очистка персульфата аммония перекристаллизацией приведена в приложении А.

9.2.10 Бидистиллированная вода

Для получения бидистиллированной воды используют установку для перегонки любого типа. Не допускается применение бидистиллированной воды, полученной с применением перманганата калия, добавляемого в колбу с дистиллированной водой (во избежание загрязнения получаемой воды соединениями марганца).

Допускается проводить обработку дистиллированной воды с использованием систем получения воды для лабораторного анализа степени чистоты 1 или 2 по ГОСТ Р 52501 с использованием

УФ-облучения (или без него) любого типа в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Хранят полученную бидистиллированную воду в герметичной таре, исключающей её загрязнение, в затемнённом месте при комнатной температуре не более 7 сут.

9.3 Приготовление градуировочных растворов

9.3.1 Приготовление градуировочных растворов из ГСО

9.3.1.1 Для приготовления градуировочного раствора № 1 вскрывают ампулу ГСО с концентрацией никеля $1,00 \text{ мг/см}^3$ (или г/дм^3) и её содержимое переносят в сухую пробирку. С помощью сухой пипетки с одной отметкой отбирают $5,0 \text{ см}^3$ образца и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 , добавляют 5 см^3 бидистиллированной воды и градуированной пипеткой 1 см^3 концентрированной соляной кислоты, объём раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация никеля в полученном растворе составляет $0,100 \text{ мг/см}^3$.

Если массовая концентрация никеля в ГСО не равна точно $1,00 \text{ мг/см}^3$ (или г/дм^3), рассчитывают концентрацию никеля в градуировочном растворе № 1 соответственно концентрации конкретного экземпляра ГСО.

Раствор хранят в плотно закрытой пластиковой посуде не более 6 мес.

9.3.1.2 Для приготовления градуировочного раствора № 2 градуированной пипеткой вместимостью 2 см^3 отбирают 2 см^3 градуировочного раствора № 1, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , объём раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой и перемешивают. Массовая концентрация никеля в полученном растворе составляет $0,002 \text{ мг/см}^3$.

Если массовая концентрация никеля в градуировочном растворе № 1 не равна точно $0,100 \text{ мг/см}^3$, рассчитывают концентрацию никеля в градуировочном растворе № 2 соответственно концентрации конкретного градуировочного раствора № 1.

Раствор используют в течение рабочего дня.

9.4 Установление градуировочной зависимости

9.4.1 Для приготовления градуировочных образцов в делительные воронки вместимостью 250 см^3 помещают мерным цилиндром по 100 см^3 бидистиллированной воды, с помощью градуированных пипеток типа 1 вместимостью 1, 5 и 10 см^3 вносят 0,25; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5 и $10,0 \text{ см}^3$ градуировочного раствора № 2 с массовой концентрацией ни-

келя $0,002 \text{ мг/см}^3$ и с помощью градуированной пипетки добавляют по 2 см^3 соляной кислоты (1:1). Содержание никеля в полученных образцах составит соответственно 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0050; 0,0100; 0,0150 и 0,0200 мг. Далее выполняют измерения, начиная с 10.1.3.

Если массовая концентрация никеля в ГСО не равна точно $1,00 \text{ мг/см}^3$, рассчитывают концентрацию никеля в градуировочных образцах соответственно концентрации конкретного экземпляра ГСО.

9.4.2 Одновременно с градуировочными образцами выполняют определение никеля в холостой пробе, используя для этого аликвоту бидистиллированной воды объёмом 100 см^3 , начиная с 10.1.3.

9.4.3 Измеряют оптическую плотность холостой пробы и вычитают её из оптической плотности градуировочных образцов.

Градуировочную зависимость оптической плотности от массовой концентрации никеля в образцах рассчитывают методом наименьших квадратов.

9.4.4 Градуировочную зависимость устанавливают не реже одного раза в год, а также при замене измерительного прибора или использовании диметилглиоксима из новой партии.

9.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

9.5.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят при приготовлении нового раствора диметилглиоксима. Средствами контроля являются градуировочные образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 9.4 (не менее трёх образцов). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий

$$|X_{\Gamma} - C_{\text{М}}| \leq d, \quad (1)$$

где X_{Γ} – результат контрольного измерения содержания никеля в градуировочном образце, мг;

$C_{\text{М}}$ – приписанное значение содержания никеля в градуировочном образце, мг;

d – допустимое расхождение между измеренным и приписанным значением содержания никеля в градуировочном образце, мг, в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания никеля в образце при контроле стабильности градуировочной зависимости

Приписанное значение содержания никеля в образце, мг	0,0005	0,0010	0,0020	0,0050	0,0100	0,0150	0,0200
Допустимое расхождение d , мг	0,0002	0,0003	0,0004	0,0006	0,0010	0,0014	0,0018

Если условие стабильности (1) не выполняется для одного градуировочного образца, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировочный образец вновь не будет удовлетворять условию (1), устанавливают новую градуировочную зависимость.

9.5.2 При выполнении условия (1) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями содержания никеля в градуировочных образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

10 Выполнение измерений

10.1 Выполнение измерений с разрушением органической матрицы кипячением с персульфатом аммония

10.1.1 Отбирают цилиндром 100 см³ анализируемой пробы воды, законсервированной по 9.1.2 (если вода не была законсервирована, приливают 2 см³ раствора соляной кислоты, 1:1), и помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 см³. Добавляют к пробе 0,1 г персульфата аммония и кипятят пробу, не допуская резкого уменьшения объёма, на электроплитке от 20 до 25 мин, отсчитывая время с момента закипания.

Примечание – Допускается вместо кипячения для разрушения органической матрицы обрабатывать пробу не менее 20 мин на установке для обработки проб воды УФ-облучением.

10.1.2 Прокипячённую пробу охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в стакан типа Н вместимостью 250 см³, добавляют 2 см³ раствора цитрата натрия. Колбу промывают 5 см³ бидистиллированной воды и сливают в тот же стакан.

Затем пипеткой приливают небольшими порциями (по каплям) раствор аммиака (1:1), до значения показателя кислотности пробы от 7,5 до 8,0 единиц pH, контролируя кислотность при помощи pH-метра. Электроды pH-метра после каждой анализируемой пробы тщательно промывают раствором соляной кислоты, 0,5 моль/дм³, помещённым в стакан вместимостью 50 см³. Допускается проводить нейтрализацию по универсальной индикаторной бумаге до значения pH 8.

После нейтрализации пробу из стакана количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³, стакан промывают 5 см³ бидистиллированной воды и сливают в ту же делительную воронку.

10.1.3 В делительную воронку добавляют градуированными пипетками 2 см³ раствора диметилглиоксима и 3 см³ хлороформа. Допускается хлороформ приливать пробиркой градуированной вместимостью 10 см³. Закрывают делительную воронку пробкой, встряхивают и несколько раз выпускают избыточные пары растворителя, открывая кран или пробку. Экстрагирование осуществляют энергичным встряхиванием в течение 1 мин.

10.1.4 После экстрагирования делительную воронку оставляют до полного расслоения смеси не менее, чем на 10 мин, периодически перемешивая её круговыми движениями. Экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 25 см³ или 50 см³. Экстрагирование повторяют ещё дважды порциями хлороформа по 3 см³, сливая каждый раз экстракт в ту же делительную воронку.

10.1.5 Объединённый экстракт встряхивают в делительной воронке с 5 см³ раствора аммиака, 0,5 моль/дм³, в течение 1 мин и, после разделения фаз, переносят хлороформный слой во вторую такую же делительную воронку вместимостью 25 см³ или 50 см³.

Аммиачный раствор, оставшийся в первой делительной воронке встряхивают повторно с 2 см³ хлороформа в течение 1 мин. После разделения фаз полученный хлороформный слой присоединяют к такому же, находящемуся во второй делительной воронке.

Аммиачный раствор из первой делительной воронки отбрасывают, а воронку три раза ополаскивают бидистиллированной водой.

10.1.6 К экстракту в хлороформе, находящемуся во второй воронке, добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты, 0,5 моль/дм³, и реэкстрагируют никель, встряхивая содержимое делительной воронки в течение 1 мин. После расслоения хлороформный слой переносят в первую воронку, промытую бидистиллированной водой, и повторяют реэкстракцию таким же объёмом раствора соляной кислоты, 0,5 моль/дм³.

10.1.7 Хлороформный слой из обеих делительных воронок отбрасывают, а солянокислые растворы переносят в одну и ту же градуированную пробирку вместимостью 25 см³, ополаскивают воронки 5 см³ бидистиллированной воды, помещая промывную воду в ту же пробирку.

Затем к раствору в пробирке добавляют градуированными пипетками 1 см³ раствора йода и 2 см³ концентрированного раствора аммиака. Раствор охлаждают до комнатной температуры, затем приливают градуированной пипеткой 1 см³ раствора диметилглиоксима, доводят объём раствора до метки на пробирке бидистиллированной водой и перемешивают, закрыв пробкой.

Примечание – Допускается вместо градуированных пробирок использовать мерные колбы той же вместимости с пробками.

10.1.8 Одновременно с серией проб выполняют холостой опыт, используя 100 см³ бидистиллированной воды, начиная с 10.1.1.

10.1.9 Измеряют оптическую плотность пробы при длине волны 445 нм на спектрофотометрах или фотометрах с непрерывной развёрткой спектра (на фотометрах, снабжённых светофильтрами – при длине волны 440 нм) относительно дистиллированной воды в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см.

Окраска полученного окрашенного соединения неустойчива, поэтому измерение оптической плотности нужно проводить за время, не превышающее 25 мин с момента добавления раствора диметилглиоксима, но не менее чем через 10 мин с момента его добавления.

До измерения растворы следует предохранять от действия прямых солнечных лучей и интенсивного освещения (рекомендуется помещать в затемнённое место).

10.1.10 Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, следует повторить измерение, начиная с 10.1.1, используя меньшую аликвоту исходной пробы воды, которую отбирают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и мерным цилиндром доводят её объём бидистиллированной водой до 100 см³. Отбираемую для разбавления аликвоту выбирают таким образом, чтобы содержание никеля в пробе после разбавления находилось в пределах от 0,0050 до 0,0200 мг.

Примечание – Хлороформные экстракты после выполнения измерений, а также другие сливы хлороформа собирают в отдельную склянку с надписью «Слив хлороформа», а затем регенерируют в соответствии с методикой, приведённой в приложении Б, или утилизируют согласно установленным правилам.

10.2 Мешающие влияния и их устранение

Выполнению измерений массовой концентрации никеля мешают ионы железа (II), меди, марганца и кобальта, которые экстрагируются хлороформом вместе с ионами никеля в виде диметилглиоксиматов. Влияние этих ионов 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 не мешают определению, поскольку при реэкстракции соляной кислотой никель переходит в водную фазу, а примеси этих металлов остаются в хлороформе.

Примечание – Если известно, что в анализируемой пробе содержится значительное количество меди и марганца, при экстракции по 10.1.1 дополнительно в пробу перед экстракцией может добавляться по 0,1 г гидроксиламина гидрохлорида для уменьшения влияния указанных элементов.

Мешающее влияние на выполнение измерений могут оказывать органические вещества, связывающие никель в прочные комплексы или приводящие к образованию стойкой эмульсии в хлороформе. Влияние органических веществ устраняют, разрушая их с помощью персульфатного окисления или УФ-облучения.

11 Обработка результатов измерений

11.1 Рассчитывают оптическую плотность A_x , соответствующую содержанию никеля в анализируемой пробе воды

$$A_x = A - A_1, \quad (2)$$

где A – значение оптической плотности анализируемой пробы воды;
 A_1 – значение оптической плотности холостой пробы.

11.2 Содержание никеля в анализируемой пробе воды q , мг, вычисляют по градуировочной зависимости согласно рассчитанному значению A_x .

11.3 Массовую концентрацию никеля в анализируемой пробе воды X , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{q \cdot 1000}{V}, \quad (3)$$

где 1000 – коэффициент перевода миллилитров в литры, см³/дм³;

V – объем аликвоты пробы, отобранный для анализа по 10.1.1 или 10.1.10, см³.

12 Оформление результатов измерений

12.1 Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$X \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3 \text{ } (P=0,95), \quad (4)$$

где $\pm \Delta$ – границы абсолютной погрешности результатов измерений для данной массовой концентрации никеля, мг/дм³, в соответствии с таблицей 1.

Абсолютные погрешности результатов измерений представляют числом, содержащим не более двух значащих цифр. Наименьшие разряды числовых значений результатов измерений принимают такими же, как и наименьшие разряды числовых значений абсолютных погрешностей результатов измерений.

12.2 Допустимо представлять результат в виде

$$X \pm \Delta_n \text{ } (P=0,95), \text{ при условии } \Delta_n < \Delta, \quad (5)$$

где $\pm\Delta_n$ – границы абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений, мг/дм³.

Примечание – Допустимо абсолютную погрешность результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе формулы $\Delta_n = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.3 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале по формам, установленным в лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений внутри лаборатории.

13.1.2 Периодичность оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов регламентируют в лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Оперативный контроль повторяемости осуществляют для одного результата измерений в серии проб, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части, и выполняют измерения в соответствии с разделом 10.

13.2.2 Результат контрольной процедуры r_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$r_k = |X_1 - X_2|, \quad (6)$$

где X_1 , X_2 – результаты измерений массовой концентрации никеля в пробе, мг/дм³.

13.2.3 Предел повторяемости r_n , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$r_n = 2,77 \cdot \sigma_r, \quad (7)$$

где σ_r – показатель повторяемости для массовой концентрации никеля, равной $(X_1 + X_2)/2$, мг/дм³, в соответствии с таблицей 1.

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_k \leq r_n. \quad (8)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (8) выполняют ещё два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля. В случае превышения предела повторяемости поступают в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (раздел 5).

13.3 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.3.1 Оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путём сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

13.3.2 Результат контрольной процедуры K_k , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K_k = X' - X - C_d, \quad (9)$$

где X' – результат контрольного измерения массовой концентрации никеля в пробе с известной добавкой, мг/дм³;

C_d – концентрация добавки, мг/дм³.

13.3.3 Норматив контроля погрешности K , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{(\Delta_{лх'})^2 + (\Delta_{лх})^2}, \quad (10)$$

где $\Delta_{лх'}$ ($\Delta_{лх}$) – значения абсолютной погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации никеля в пробе с добавкой (рабочей пробе), мг/дм³.

Примечание – Допустимо для расчёта норматива контроля использовать значения абсолютной погрешности, полученные расчётным путём по формулам $\Delta_{лх'} = 0,84 \cdot \Delta_{лх'}$ и $\Delta_{лх} = 0,84 \cdot \Delta_{лх}$, где $\Delta_{лх'}$, $\Delta_{лх}$ – приписанные методике значения абсолютной погрешности, соответствующие массовой концентрации никеля в пробе с добавкой и рабочей пробе, мг/дм³, соответственно.

13.3.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (11)$$

процедуру признают удовлетворительной.

13.3.5 При невыполнении условия (11) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (11) выясняют

причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух разных лабораториях (в условиях воспроизводимости), не должно превышать предела воспроизводимости R . При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости R , мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R, \quad (12)$$

где σ_R – показатель воспроизводимости, мг/дм³, в соответствии с таблицей 1.

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 (раздел 5) или МИ 2881.

14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А (рекомендуемое)

Перекристаллизация персульфата аммония

А.1 Дополнительное оборудование и реактивы

А.1.1 Термометр лабораторный по ГОСТ 29224 с диапазоном измерения температур от 0 °С до 150 °С и ценой деления не более 1 °С.

А.1.2 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336, вместимостью 400 см³ – 2 шт.

А.1.3 Воронка лабораторная типа В по ГОСТ 25336, диаметром 75 мм.

А.1.4 Воронка фильтрующая ВФ исполнения 1 или 3 с пористой пластиной диаметром 37 или 46 мм (фильтр типа ФКП, класса ПОР 100 или ПОР 160) по ГОСТ 25336.

А.1.5 Колба с тубусом (Бунзена) исполнения 1, 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 500 см³.

А.1.6 Чашка типа ЧКЦ исполнения 1 или 2 по ГОСТ 25336, вместимостью 2500 см³.

А.1.7 Чашка типа ЧБН исполнения 1 или 2 (чашка Петри) по ГОСТ 25336, диаметром 100 или 150 мм.

А.1.8 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм по ГОСТ 25336.

А.1.9 Стеклянная палочка.

А.1.10 Аммоний надсерноокислый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478, х.ч. или ч.д.а.

А.1.11 Вода бидистиллированная, полученная по 9.2.10.

А.1.12 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

А.1.13 Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по [3].

А.2 Перекристаллизация персульфата калия

В стакане вместимостью 400 см³, содержащем 100 см³ нагретой до температуры 45 °С дистиллированной воды, растворяют при перемешивании стеклянной палочкой 100 г персульфата аммония. При необходимости раствор быстро фильтруют через обеззоленный бумажный фильтр «белая лента» в термостойкий стакан вместимостью 400 см³. Охлаждают в чашке с водой и льдом, перемешивая раствор палочкой. Фильтрующую воронку с пористой пластиной предварительно промывают раствором соляной кислоты (1:1) и дистиллированной водой. Выпавшие кристаллы фильтруют через воронку фильтрующую с помощью колбы Бунзена под вакуумом, промывая несколько раз небольшими порциями (от 10 до 20 см³) охлаждённой бидистиллированной воды.

Переносят кристаллы персульфата аммония в чашку Петри и высушивают в тёмном месте при комнатной температуре. Оставшийся фильтрат можно использовать для перекристаллизации еще одной порции персульфата аммония (около 50 г).

Высушенный препарат хранят в плотно закрытой склянке в эксикаторе при комнатной температуре в течение 6 мес.

Приложение Б (рекомендуемое)

Регенерация хлороформа

Б.1 Дополнительное оборудование

Б.1.1 Установка для перегонки растворителей из стекла группы ТС (круглодонная колба типа К исполнения 1 с взаимозаменяемым конусом 29/32, вместимостью 1000 см³, дефлегматор длиной 350 мм с взаимозаменяемыми конусами 19/26 и 29/32, насадка типа Н1 с взаимозаменяемыми конусами 19/26-14/23-14/23, холодильник типа ХПТ исполнения 1, длиной не менее 400 мм, алонж типа АИ с взаимозаменяемым конусом муфты 14/23) по ГОСТ 25336, термометр лабораторный ТЛ-50 с взаимозаменяемым конусом КШ 14/23 длиной нижней части термометра 50 мм и диапазоном измерения температур от 0 °С до 150 °С, цена деления шкалы – 0,5 °С по [5].

Б.1.2 Воронки делительные типа ВД исполнения 3 по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 см³ – 2 шт.

Б.2 Регенерация хлороформа

Б.2.1 Хлороформные экстракты и другие сливы хлороформа после окончания анализа собирают в отдельную тёмную склянку с небольшим количеством дистиллированной воды и затем регенерируют. Для этого слив хлороформа объёмом от 250 до 300 см³ помещают в делительную воронку, добавляют соляную кислоту (1:1) из расчёта 10 см³ на 500 см³ хлороформа и встряхивают воронку 2 мин. После отстаивания и разделения слоёв хлороформ сливают в другую делительную воронку и дважды промывают дистиллированной водой из расчёта 20 см³ на 500 см³ хлороформа. После отстаивания хлороформ фильтруют через слой ваты или через три неплотных бумажных «белая лента» в круглодонную колбу для перегонки.

Б.2.2 Соединяют компоненты установки для перегонки. Нагревают колбу на электроплитке с закрытой спиралью и перегоняют хлороформ в стеклянную посуду, отбирая фракцию, кипящую при температуре от 60,5 °С до 62 °С. Первую порцию отгона, кипящую ниже 60,5 °С, возвращают в слив, а остаток после отгонки утилизируют в соответствии с установленными правилами. При необходимости повторяют перегонку еще раз, при этом первую порцию отгона и остаток после отгонки возвращают в слив.

Б.2.3 Для выполнения измерений массовой концентрации никеля в воде можно использовать также сливы хлороформа, образующиеся при определении нефтепродуктов. Регенерация этих сливов проводится согласно Б.2.1 и Б.2.2.

Библиография

- | | | |
|-----|--|---|
| [1] | Технические условия
ТУ 6-09-07-1684–89 | Дифенилдитиокарбазон (дитизон) |
| [2] | Технические условия
ТУ 6-55-221-1029–89 | Мембрана «Владипор» типа
МФАС-ОС |
| [3] | Технические условия
ТУ 6-09-1678–95 | Фильтры обеззоленные (белая,
красная, синяя ленты) |
| [4] | Технические условия
ТУ 2642-054-23050963–2008 | Универсальная индикаторная
бумага |
| [5] | Технические условия
ТУ 25-2021.007–88 | Термометры лабораторные
стеклянные с взаимозаменяемыми
конусами |

Ключевые слова: методика измерений, массовая концентрация, никель, природная вода, фотометрический метод, диметилглиоксим

Лист регистрации изменений

Поряд- ковый номер изме- нения	Номер страницы				Номер ре- гистрации изменения в ГОС, дата	Подпись	Дата	
	изме- нённой	заме- нённой	новой	аннули- рован- ной			внесения изм.	введения изм.