**ПНД Ф 14.1:2:4.73-96 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов никеля в пробах питьевых, природных и сточных вод методом инверсионной вольтамперометрии**

ПНД Ф 14.1:2:4.73-96

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОНОВ НИКЕЛЯ В ПРОБАХ ПИТЬЕВЫХ, ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Министра В.Ф.Костин 20 марта 1996 г.

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Минприроды РФ

Главный метролог Минприроды РФ 20.03.96 г.

Начальник ГУАК Г.М.Цветков 20.03.96 г.

     1. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных, питьевых и сточных вод для определения в них ионов никеля при массовой концентрации никеля от 1 до 2500 мкг/дм. При определении содержания ионов никеля (II) в пробах вод концентрация органического углерода в электролизере электрохимической ячейки не должна превышать 10 мг/дм. Мешающее влияние органической составляющей вод при содержании органического углерода выше 10 мг/дм устраняется обработкой пробы ультрафиолетовым облучением. Мешающее влияние 100-кратного избытка ионов меди (II), 50-кратного избытка ионов кадмия (II) и 10-кратного избытка ионов  (II) устраняют добавлением пиридина.

2. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Нормы погрешности измерений массовой концентрации ионов никеля регламентированы [ГОСТ 27384-87](http://docs.cntd.ru/document/1200009770)\* "Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств".
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ 27384-2002](http://docs.cntd.ru/document/1200030884). - Примечание изготовителя базы данных.

3. ЗНАЧЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ

Методика количественного химического анализа обеспечивает с вероятностью 0,95 получение результатов анализа массовых концентраций ионов никеля с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1

Значения характеристики погрешности измерений и ее составляющих

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  |  |  |  |
| Диапазон анализируемых концентраций, мкг/дм | Наименование метрологической характеристики |
|  | Характеристика погрешности, , % (ПНД Ф 14.1:2:4.73-96 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов никеля в пробах питьевых, природных и сточных вод методом инверсионной вольтамперометрии) | Характеристика случайной составляющей погрешности, , % (ПНД Ф 14.1:2:4.73-96 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов никеля в пробах питьевых, природных и сточных вод методом инверсионной вольтамперометрии) | Характеристика систематической составляющей погрешности, , % (ПНД Ф 14.1:2:4.73-96 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов никеля в пробах питьевых, природных и сточных вод методом инверсионной вольтамперометрии) |
| от 1,0 до 50,0 включ. | 46 | 18 | 30 |
| св. 50 до 500 включ. | 25 | 10 | 15 |
| св. 500 до 2500 включ. | 9 | 2 | 8 |

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ И ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

4.1. Анализатор инверсионный вольтамперометрический по ТУ 4215-001-05828695-95\* (НПВП "ИВА") в комплекте с компьютером типа IBM PC с процессором 80486 или выше (операционная система Windows 95/98, свободный последовательный порт RS 232).
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Документ в информационных продуктах не содержится. За информацией о документе Вы можете обратиться в [Службу поддержки пользователей](http://docs.cntd.ru/document/747417965). - Примечание изготовителя базы данных.

4.2. Ячейка электролитическая, в состав которой входят:

- стакан стеклянный вместимостью 50 см типа В-1-50ТС по [ГОСТ 25336](http://docs.cntd.ru/document/1200024082), который выполняет функции электролизера;

- вспомогательный электрод (стержень из стеклоуглерода диаметром 0,2-0,5 см или графита спектрально чистого диаметром 0,5-0,6 см);

- электрод индикаторный (рабочий) графитсодержащий: **типа I** (импрегнированный, **ИГЭ**) или **типа IV** (толстопленочный, **ТГЭ**) (НПВП "ИВА”).

- электрод сравнения - хлорсеребряный лабораторный насыщенный типа ЭВЛ-1МЗ по [ГОСТ 17792](http://docs.cntd.ru/document/1200024056).

4.3. Мешалка магнитная.

4.4. Весы лабораторные аналитические общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности по [ГОСТ 24104](http://docs.cntd.ru/document/1200027328)\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ Р 53228-2008](http://docs.cntd.ru/document/1200076726). - Примечание изготовителя базы данных.

4.5. Колбы мерные наливные стеклянные 2-го класса точности по [ГОСТ 1770-74](http://docs.cntd.ru/document/1200003853) исполнения 1 или 2 вместимостью 1000 см, 100 см, 50 см и 25 см с притертыми пробками; цилиндры вместимостью 50 см и 25 см.

4.6. Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-го класса точности по [ГОСТ 20292-74](http://docs.cntd.ru/document/1200047463)\*, вместимостью 10 см исполнения 2 или 3, вместимостью 5 см исполнения 1, вместимостью 1 см исполнения 4 или 5.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации документ не действует. Действуют [ГОСТ 29169-91](http://docs.cntd.ru/document/1200024085), [ГОСТ 29227-91](http://docs.cntd.ru/document/1200024087) - [ГОСТ 29229-91](http://docs.cntd.ru/document/1200024089), [ГОСТ 29251-91](http://docs.cntd.ru/document/1200024091) - [ГОСТ 29253-91](http://docs.cntd.ru/document/1200024093). - Примечание изготовителя базы данных.

4.7. Дозаторы типа ПЛ-01-20, ПЛ-01-200, ПЛ-01-100 или другие с дискретностью установки доз 1,0 или 2,0 мкл.

4.8. Аппарат для приготовления бидистиллированной воды (стеклянный) типа АСД-4 по [ГОСТ 15150-69](http://docs.cntd.ru/document/1200003320), ТУ 25-1173, 103-84.

4.9. Установка для обработки проб ультрафиолетовым облучением типа 705 UV-Digester ("Metrohm", Швейцария).

4.10. рН-метр-милливольтметр типа pH-150.

4.11. Установка для фильтрования под вакуумом с приспособлением для создания вакуума.

4.12. Резец керамический.

5. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

5.1. Государственный стандартный образец (ГСО) состава водных растворов ионов никеля (II) с погрешностью не более 1% отн. при 0,95 с концентрацией 1 мг/см.

5.2. Никель хлористый () по ТУ 6-09-02-331-80, ос.ч.

5.3. Калий (натрий) хлористый по [ГОСТ 4234](http://docs.cntd.ru/document/1200017358) ([4233](http://docs.cntd.ru/document/1200006713))-77, х.ч., или ТУ 6-09-3678 (3658)-74, ос.ч. и растворы 2 моль/дм и 0,2 моль/дм, приготовленные на тридистиллированной воде.

5.4. Кислота серная по [ГОСТ 14262-78](http://docs.cntd.ru/document/1200017539), ос.ч.

5.5. Кислота хлористоводородная по [ГОСТ 14261-77](http://docs.cntd.ru/document/1200017538), ос.ч. плотностью 1,19 г/см.

5.6. Кислота азотная по [ГОСТ 11125-84](http://docs.cntd.ru/document/1200017537), ос.ч. и раствор 1 моль/дм.

5.7. Этанол по ТУ 6-09-4512-77, ос.ч.

5.8. Диметилглиоксим по [ГОСТ 5828-77](http://docs.cntd.ru/document/1200017494), ч.д.а.

5.9. Пиридин по [ГОСТ 13647-78](http://docs.cntd.ru/document/1200017530), ч.д.а.

5.10. Аммиак водный 25% раствор по [ГОСТ 24147-80](http://docs.cntd.ru/document/1200017542), ос.ч.

5.11. Хлорид аммония по [ГОСТ 3773-72](http://docs.cntd.ru/document/1200017298), х.ч. или ТУ 6-09-587-75, ос.ч.

5.12. Калий марганцевокислый по [ГОСТ 20490-75](http://docs.cntd.ru/document/1200017443), х.ч.

5.13. Вода бидистиллированная по [ТУ 6-09-2502-77](http://docs.cntd.ru/document/1200109992).

5.14. Вода тридистиллированная.

Воду тридистиллированную готовят перегонкой бидистиллированной воды в стеклянном или кварцевом аппарате без резиновых соединений в присутствии серной кислоты и раствора калия марганцевокислого (2-3 см 5% раствора калия марганцевокислого и 0,5 см концентрированной серной кислоты на 1 дм бидистиллированной воды).

5.15. Фильтры обеззоленные (синяя лента).

5.16. Фильтры мембранные со средним диаметром пор 0,5 мкм. Диаметр диска 35-55 мм.

5.17. Универсальная индикаторная бумага.

Реактив по п.5.2 применяется при отсутствии ГСО.

6. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения массовой концентрации никеля выполняют методом, основанном на адсорбционном концентрировании на поверхности графитсодержащего электрода комплексного соединения никеля (II) с диметилглиоксимом. Максимальный катодный ток восстановления комплексного соединения, локализованного на поверхности рабочего электрода, прямо пропорционально зависит от содержания ионов  (II) в растворе в интервале 1,0-200 мкг/дм  (II) и является аналитическим сигналом (АС). Массовую концентрацию никеля в растворе определяют методом добавки аттестованного раствора ионов никеля (II).

7. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

7.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по [ГОСТ 12.4.019](http://docs.cntd.ru/document/898902934)\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ 12.4.103-83](http://docs.cntd.ru/document/1200005295). - Примечание изготовителя базы данных.

7.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по [ГОСТ 12.1.019](http://docs.cntd.ru/document/5200302)\*.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* На территории Российской Федерации документ не действует. Действует [ГОСТ Р 12.1.019-2009](http://docs.cntd.ru/document/1200080203). - Примечание изготовителя базы данных.

7.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.04.004.
\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_
\* Вероятно ошибка оригинала. Следует читать: [ГОСТ 12.4.004](http://docs.cntd.ru/document/1200003646). - Примечание изготовителя базы данных.

7.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по [ГОСТ 12.1.004](http://docs.cntd.ru/document/9051953) и иметь средства пожаротушения по [ГОСТ 12.4.009](http://docs.cntd.ru/document/1200003611).

8. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой вольтамперометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации анализатора инверсионного вольтамперометрического.

9. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях.

Температура окружающего воздуха 20±10 °С.

Атмосферное давление (97±10) кПа.

Относительная влажность (65±15)%.

Частота переменного тока (50±5) Гц.

Напряжение в сети (220±10) В.

10. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Отбор и хранение проб воды.

10.1.1. Химическую посуду, применяемую в процессе анализа и для отбора проб, обезжиривают 10% водным раствором едкого натрия в течение 10-12 часов, промывают бидистиллированной водой, затем промывают раствором 1 моль/дм азотной кислоты и ополаскивают бидистиллированной водой. Затем посуду обрабатывают концентрированной серной кислотой, промывают тридистиллированной водой, заливают хлористоводородной кислотой квалификации ос.ч. разбавленной тридистиллированной водой в соотношении 1:100, выдерживают в течение 2-3-х часов, после чего вновь промывают тридистиллированной водой.

10.1.2. Пробы воды отбирают в полиэтиленовые бутыли, предварительно промытые отбираемой водой. Объем отбираемой пробы воды должен быть не менее 100 см.

10.1.3. Отобранные природные воды фильтруют через плотный фильтр (синяя лента) и подкисляют хлористоводородной кислотой квалификации ос.ч. до pH2-3, добавляя 1 см концентрированной кислоты на объем пробы 1 дм. Фильтрование природных вод, содержащих небольшое количество мелкодисперсных взвешенных веществ, возможно проводить с использованием мембранных фильтров со средним диаметром пор 0,5 мкм под небольшим вакуумом. Сточные воды фильтруют через плотный фильтр (синяя лента) и измеряют значение pH пробы. Затем с помощью хлористоводородной кислоты или гидроксида натрия устанавливают pH пробы 2-3. Пробы выдерживают не менее 3-4-х часов перед выполнением измерений. Пробы, законсервированные таким образом, хранят в холодильнике при 4-6 °С не более 2-х недель. Незаконсервированные пробы анализируют в день отбора.

10.1.4. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;

- место, время отбора;

- номер пробы;

- должность, фамилия, отбирающего пробу, дата.

10.2. Подготовка электрохимической ячейки к выполнению измерений.

Стеклянный стакан (электролизер) после проведения анализа обрабатывают концентрированной серной кислотой и промывают бидистиллированной водой. Электроды (индикаторный, вспомогательный, сравнения) промывают бидистиллированной водой. Затем электролизер и электроды (вспомогательный и сравнения) выдерживают в растворе хлористоводородной кислоты концентрации 0,1 моль/дм в течение 1-2-х минут и вновь промывают бидистиллированной водой.

10.3. Приготовление растворов, необходимых для выполнения измерений.

10.3.1. Приготовление основных растворов (ОР) никеля (II) с массовой концентрацией ионов никеля (II) 0,1 мг/см.

10.3.1.1. Приготовление основного раствора никеля (II) из государственного стандартного образца состава ионов никеля (II) с аттестованной концентрацией элемента 1 мг/см.

В мерную колбу вместимостью 50 см вводят 5 см стандартного образца состава никеля (II) и доводят объем раствора до метки бидистиллированной водой.

10.3.1.2. Приготовление основного раствора никеля (II) в отсутствии ГСО:

На аналитических весах взвешивают в химическом стакане 0,4049 г хлористого никеля и растворяют в бидистиллированной воде, содержащей 20 см концентрированной хлористоводородной кислоты. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм. Объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой.

Основные растворы устойчивы в течение 6 месяцев.

10.3.2. Приготовление аттестованных растворов никеля (II).