



**КонсультантПлюс**  
надежная правовая поддержка

"МУК 4.1.966-00. 4.1. Методы контроля.  
Химические факторы. Определение общего  
железа в питьевой и пресной воде  
хемилюминесцентным методом. Методические  
указания"  
(утв. Минздравом России 22.03.2000)

Документ предоставлен **КонсультантПлюс**

[www.consultant.ru](http://www.consultant.ru)

Дата сохранения: 24.09.2018

---

**Источник публикации**

М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000  
Сборник методических указаний "Определение концентраций химических веществ в воде централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения хемиллюминесцентным методом" (МУК 4.1.965 - 4.1.968-00)

**Примечание к документу**

Документ включен в Перечень основных действующих нормативно-методических документов по методам лабораторного и инструментального контроля в системе государственного санитарно-эпидемиологического нормирования (Письмо Роспотребнадзора от 02.12.2008 N 01/14262-8-32).

Документ введен в действие с 1 июня 2000 года.

**Название документа**

"МУК 4.1.966-00. 4.1. Методы контроля. Химические факторы. Определение общего железа в питьевой и пресной воде хемиллюминесцентным методом. Методические указания"  
(утв. Минздравом России 22.03.2000)

Утверждаю  
Главный государственный  
санитарный врач  
Российской Федерации  
Г.Г.ОНИЩЕНКО  
22 марта 2000 года

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**  
**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО ЖЕЛЕЗА В ПИТЬЕВОЙ И ПРЕСНОЙ ВОДЕ**  
**ХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**  
**МУК 4.1.966-00**

Дата введения  
1 июня 2000 года

1. Методические указания разработаны Федеральным центром госсанэпиднадзора Минздрава Российской Федерации (Н.С. Ластенко, И.В. Брагина, В.Б. Скачков) и ВАХЗ, ЭНТЦ "ЭкМОС" (В.А. Иштутин, А.А. Стехин, И.А. Пушкин, Г.В. Яковлева, А.А. Симонов).

2. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 22 марта 2000 г.

3. Введены впервые.

**Область применения**

Методические указания по определению концентраций химических веществ в воде предназначены для использования в работе органами государственного санитарно-эпидемиологического надзора при осуществлении государственного контроля за соблюдением требований к качеству воды централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения водохозяйственными организациями, производственными лабораториями предприятий, контролирующими состояние водных объектов, а также научно-исследовательскими институтами, работающими в области гигиены водных объектов.

КонсультантПлюс: примечание.

ГОСТ 17.0.0.02-79 утратил силу на территории Российской Федерации с 1 июня 2002 года в связи с изданием Постановления Госстандарта России от 07.12.2001 N 514-ст. С 1 июня 2002 года введен в действие ГОСТ Р 8.589-2001.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТа 8.563 "Методики выполнения измерений", ГОСТа 17.0.0.02-79 "Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязнения атмосферы, поверхностных вод и почвы".

Методики выполнены с использованием современных хемиллюминесцентных методов исследования и дают возможность контролировать содержание химических веществ на уровне и меньше их предельно допустимых концентраций в воде, установленных в СанПиН 2.1.4.559-96 "Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества".

Методика предназначена для определения содержания ионов общего железа в питьевой и пресной воде хемиллюминесцентным методом в диапазоне концентраций от 0,003 до 1,2 мг/куб. дм. Чувствительность метода составляет - 0,003 мкг.

**1. Метод измерения**

Методика основана на измерении интенсивности хемилюминесценции реакционной смеси с помощью прибора ЛИК в момент смешения рабочего реактива с анализируемой пробой, содержащей ионы железа. Зависимость интенсивности хемилюминесценции реакционной смеси от концентрации ионов железа в анализируемой пробе в указанном выше диапазоне его концентраций подчиняется линейному уравнению.

Концентрация ионов железа в исследуемой пробе воды определяется по формуле:  $C = J / k$ , где  $k$  - тангенс угла наклона градуировочного графика к оси абсцисс;  $J$  - величина сигнала анализируемой пробы, мкА.

## 2. Нормы погрешности измерений

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата не должна превышать +/- 15%. Остальные нормативы контроля метрологических характеристик определяются по результатам метрологической аттестации МВИ и приводятся в соответствующем Свидетельстве об аттестации методики.

## 3. Средства измерений, реактивы, материалы и посуда

### 3.1. Средства измерений

|   |                 |
|---|-----------------|
| Хемилюминометр ЛИК  | ТУ 000000 АЖП   |
| рН-метр   | ГОСТ 15150-69   |
| КонсультантПлюс: примечание.<br>Взамен ГОСТ 24104-80 с 1 января 1989 года Постановлением Госстандарта СССР от 23.06.1988 N 2472 введен в действие ГОСТ 24104-88. Взамен ГОСТ 24104-88 с 1 июля 2002 года Постановлением Госстандарта России от 26.10.2001 N 439-ст введен в действие ГОСТ 24104-2001. |                 |
| Весы аналитические лабораторные типа ВЛА-200  | ГОСТ 24104-80Е  |
| Бутыли стеклянные или полиэтиленовые с пробками на 500 куб. см  |                 |
| Колбы стеклянные с пришлифованной пробкой вместимостью 50, 100, 500 куб. см   | ГОСТ 1770-74    |
| Стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 50, 100 куб. см  | ГОСТ 7148-70    |
| Пробирки химические 10/150  | ГОСТ 19198-80   |
| Дозатор пипеточный П 1  | ТУ 64-1-3329-88 |

### 3.2. Вспомогательные средства

Фарфоровая кружка (стакан)  
вместимостью 100 - 150 куб. см

### 3.3. Материалы

Бумага фильтровальная

### 3.4. Реактивы

|   |                 |
|---|-----------------|
| Реактив на основе люминола                                  | ГО-33.10.000.01 |
| Кислота серная (азотная) концентрированная                  | ГОСТ 4204-77    |
| Натрий серноватистокислый                                   | СТ СЭВ 223      |
| Квасцы железоммонийные                                      |                 |
| Стандартный образец состава растворов иона железа (III) ГСО |                 |

## 4. Требования безопасности

---

При выполнении анализов следует соблюдать правила техники безопасности при работе в химических лабораториях, включая правила работы с электроприборами напряжением до 1000 В.

#### 5. Требования к квалификации оператора

Анализ по данной методике может проводить специалист, прошедший соответствующую подготовку.

#### 6. Условия выполнения измерений

Измерения проводят при температуре анализируемой пробы воды 20° +/- 15 °С, атмосферном давлении 730 - 760 мм рт. ст. в лабораторных и полевых условиях.

#### 7. Построение градуировочного графика

##### 7.1. Подготовка воды для разведений

Разведение соли  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \times 12 \text{H}_2\text{O}$  готовят на водопроводной воде. Для этого открывают водопроводный кран и через 10 мин. после истечения из него воды набирают ее в чистую емкость объемом 2 куб. дм. Емкость закрывают фильтровальной бумагой или салфеткой и дают отстоять воде при комнатной температуре в течение 24 часов.

По истечении 24 часов с помощью рН-метра определяют значение водородного показателя воды и с помощью серной (азотной) кислоты доводят его значение до  $\text{pH} = 6,9 \pm 0,2$ .

Внимание !!! После установления нужного рН проводят его повторный контроль через 5 - 7 минут.

##### 7.2. Приготовление исходного разведения соли

На аналитических весах взвешивают 8,0 мг соли  $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \times 12 \text{H}_2\text{O}$  и растворяют ее в 0,5 куб. дм воды, приготовленной по п. 7.1. Для этого в чистую колбу со шлифом переносят навеску взвешенной соли, наливают в нее 0,4 +/- 1,0 куб. см воды и содержимое тщательно перемешивают до полного растворения соли встряхиванием. Дают содержимому в колбе отстояться в течение 20 минут, затем колбу встряхивают в течение 3 минут, добавляя воды до метки. Исходная концентрация железа в разведении будет равна 6,0 мг/куб. дм.

##### 7.3. Приготовление разведений соли для построения градуировочного графика

Номеруют чистые химические пробирки и устанавливают их в штатив. Дозатором пипеточным от исходного разведения отбирают 5 куб. см растворенной соли в воде, переносят их в пробирку под N 1 и добавляют 5 куб. см воды, приготовленной по п. 7.1.

Содержимое закрывают пробкой и встряхивают в течение 3 минут. Полученная концентрация соли железа составляет 3,0 мг/куб. дм.

Из пробирки N 1 дозатором пипеточным отбирают 5 куб. см раствора соли, помещают в пробирку N 2 и добавляют туда 5 куб. см воды, приготовленной по п. 7.1. Содержимое пробирки закрывают пробкой и встряхивают в течение 3 минут. Полученная концентрация соли железа составляет 1,5 мг/куб. дм.

Аналогично проводят разведение соли с концентрацией 0,15 мг/куб. дм.

---

#### 7.4. Анализ разведенной соли железа на приборе ЛИК

7.4.1. Готовят прибор к работе согласно инструкции.

7.4.2. Готовят рабочий реактив. Для этого в чистую пробирку наливают 10 куб. см реактива на основе люминола и добавляют к нему 0,5 куб. см 3%-ой перекиси водорода и содержимое встряхивают три раза. Реактив годен для анализа в течение 24 часов.

7.4.3. Определение фона воды, приготовленной по п. 7.1.

Крышку прибора перемещают до упора вперед, снимают с реакционной камеры крышку-дозатор. В чистую кювету наливают дозатором пипеточным 0,1 куб. см рабочего реактива, помещают ее в реакционную камеру прибора и устанавливают крышку-дозатор в исходное положение. Меняют наконечник дозатора пипеточного и в полость крышки-дозатора наливают 0,2 куб. см анализируемой воды.

Крышку прибора переводят до упора назад, нажимают на нее рукой и с индикатора прибора снимают его показатели. Определение проводят 3 раза, вычисляют среднее значение и результат заносят в журнал.

Внимание !!! При анализе разведений во избежание загрязнения реактива одна насадка дозатора пипеточного используется только для отбора реактива, а вторая - для отбора проб.

7.4.4. Анализ разведение и построение калибровочного графика. Анализ начинают с разведения, содержащего наименьшую концентрацию искомого ингредиента и проводят его как указано в п. 7.4.2. Из полученных средних значений анализа разведений вычитают фон воды и строят градуировочный график в координатах: величина измеряемого сигнала - концентрация определяемого ингредиента. График в последующем используется для определения искомого катиона в воде и уточняется (корректируется) после каждой поверки прибора.

#### 8. Подготовка к выполнению измерений

##### 8.1. Подготовка пробы воды к анализу

8.1.1. Пресная природная вода, вода из водоемного источника.

Чистый стакан емкостью 50 куб. см трижды ополаскивают анализируемой водой и отбирают в него пробу объемом 40,0 +/- 5,0 куб. см.

С помощью рН-метра определяют ее водородный показатель и устанавливают его значение в пределах 6,9 +/- 0,2 путем добавления серной (азотной) кислоты.

8.1.2. Питьевая вода из магистрали (крана).

Чистый стакан емкостью 500 куб. см трижды ополаскивают питьевой водой из магистрали (крана), вносят в него 10 г серноватисто-кислого натрия и отбирают в него пробу объемом 500 куб. см.

С помощью рН-метра измеряют водородный показатель отобранной для анализа воды и устанавливают его значение в пределах, как указано в п. 8.1.1.

#### 9. Анализ проб воды

##### 9.1. Приготовление рабочего реактива

В чистую пробирку наливают 10,0 куб. см реактива и добавляют к нему 0,5 куб. см 3%-ой перекиси водорода. Пробирку закрывают пробкой и содержимое тщательно встряхивают в течение 2 - 3 минут. Срок годности рабочего реактива 24 часа с момента его приготовления.

##### 9.2. Выполнение измерений

---

Готовят прибор ЛИК к работе согласно инструкции.

Крышку прибора передвигают рукой до упора вперед, снимают крышку-дозатор, наливают в кювету рабочий реактив объемом 0,1 куб. см, помещают ее в реакционную камеру и устанавливают крышку-дозатор в исходное положение. В полость крышки-дозатора наливают 0,2 куб. см анализируемой пробы, приготовленной по п. п. 8.1.1 или 8.1.2, крышку рукой передвигают до упора назад, нажимают на нее и снимают показания прибора.

Анализ повторяют 3 - 5 раз, вычисляют среднее значение, а затем по градуировочному графику определяют искомую концентрацию ионов Fe в воде или рассчитывают ее из формулы  $C = J / k$ .

#### 10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляются протоколом по форме:

Протокол N

Протокол определения остаточного хлора

1. Дата проведения анализа \_\_\_\_\_
2. Место отбора пробы \_\_\_\_\_
3. Название лаборатории \_\_\_\_\_
4. Юридический адрес \_\_\_\_\_

#### Результаты химического анализа

| N пробы | Определяемый ингредиент | Концентрация, мг/куб. дм | Погрешность измерения, % |
|---------|-------------------------|--------------------------|--------------------------|
|         |                         |                          |                          |

Ответственный исполнитель

Заведующий лабораторией

#### 11. Контроль погрешности измерения

Контроль погрешности измерения содержания в воде железа, проводят с помощью государственного стандартного образца.

Рассчитывают среднее значение результатов измерений содержания по формуле:

$$\bar{C} = \frac{1}{n} \times \sum_{i=1}^n C_i,$$

где:

n - число измерений;

C - результат измерений;

i

i - число измерений в серии;

$\bar{C}$  - среднее арифметическое значение измерений.

Полученное значение должно удовлетворять условию:

$$C_i - \Delta \leq \bar{C} \leq C_i + \Delta,$$

---

где ДЕЛЬТА - граница погрешности результата измерения, мг/куб. дм.

Рассчитывают среднеквадратическое отклонение результата измерений концентраций железа, введенного в воду и выражают в единицах концентрации

$$S = \sqrt{\frac{\sum (C_i - \bar{C})^2}{n - 1}}$$

и относительную квадратичную погрешность результата измерения содержания железа

$$S_{\text{отн.}} = \frac{S}{\bar{C}} \times 100\%$$

Сравнивают полученные значения отклонения результата измерений с предельно допустимыми погрешностями. Если выполняется условие  $S_{\text{отн.}} \leq \text{ДЕЛЬТА}$ , то воспроизводимость измерения является удовлетворительной. Если нет, то устраняют причины.

---