



КонсультантПлюс
надежная правовая поддержка

"МУК 4.1.968-00. 4.1. Методы контроля.
Химические факторы. Определение
концентрации меди в питьевой и пресной воде
хемилюминесцентным методом. Методические
указания"
(утв. Минздравом России 22.03.2000)

Документ предоставлен **КонсультантПлюс**

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 4.1.968-00. 4.1. Методы контроля. Химические факторы. Определение концентрации меди 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 КОНЦЕНТРАЦИИ МЕДИ В ПИТЬЕВОЙ И ПРЕСНОЙ ВОДЕ
ХЕМИЛЮМИНЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
МУК 4.1.968-00

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 хемилюминесцентных 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".

Методические указания по определению ионов меди (II) в питьевой и пресной природной воде хемилюминесцентным методом в диапазоне концентрацией от 0,2 до 3,0 мг/куб. дм. Чувствительность

-3

метода составляет 8,0 x 10 мкг.

1. Метод измерения

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

Концентрация ионов меди (II) в исследуемой пробе воды определяется по формуле $C = J / k$, где k - тангенс угла наклона градуировочного графика к оси абсцисс; J - величина сигнала от 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

Хемиллюминометр ЛИК	ТУ 000000 АЖП
pH-метр	ГОСТ 15150-69
Дозаторы пипеточные	ТУ 64-1-3329-1
Колбы стеклянные мерные со шлифами емкостью 50, 100, 250 куб. см и 1 куб. дм	ГОСТ 1770
Колбы стеклянные конические на 50 и 100 куб. см	ГОСТ 1770
Стаканы стеклянные лабораторные на 50, 100, 150 куб. см	ГОСТ 7148
Пробирки химические 10/150	ГОСТ 19198
Мерный цилиндр емкостью 50 куб. см	ГОСТ 1770

3.2. Реактивы

Кислота серная концентрированная	ГОСТ 4204
Реактив на основе люминола	ГО 33.10.000.01
Стандартный образец состава раствора иона меди ГСО	
Медь сернокислая	

3.3. Материалы

Бумага фильтровальная

3.4. Посуда

Бутылки стеклянные или полиэтиленовые
с пробками на 500 куб. см
Фарфоровая кружка (стакан) емкостью
на 150 куб. см

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 $20^{\circ} \pm 15^{\circ} \text{C}$, атмосферном давлении 730 - 765 мм рт. ст. в лабораторных и полевых условиях.

7. Построение градуировочного графика

7.1. Подготовка воды для разведений

Разведение соли меди 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 кислоты доводят его значение до $\text{pH} = 5,0 \pm 0,2$.

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

7.2. Приготовление исходного разведения соли

На аналитических весах взвешивают 3,0 мг соли меди (II) и растворяют ее в 1,0 куб. дм воды, приготовленной по п. 7.1. Для этого в чистую колбу со шлифом переносят навеску взвешенной соли, наливают в нее 0,5 куб. дм воды и содержимое тщательно перемешивают до полного растворения соли. Дают раствору в колбе отстояться в течение 20 минут, а затем при перемешивании встряхиванием добавляют воду до метки. Исходная концентрация раствора 3,0 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, 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 меди (II) составляет 1,5 мг/куб. дм. Все последующие разведения готовят аналогично.

7.4. Анализ разведенной соли меди (II) на приборе ЛИК

7.4.1. Готовят прибор к работе согласно инструкции.

7.4.2. Готовят рабочий реактив. Для этого в чистую пробирку наливают 9,0 куб. см реактива, добавляют к нему 1,0 куб. см 3%-ой перекиси водорода и содержимое встряхивают три раза. Реактив годен для анализа в течение 24 часов.

7.5. 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, закрывают крышкой-дозатором. Меняют наконечник дозатора пипеточного и в полость крышки-дозатора наливают 0,2 куб. см анализируемого разведения. 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 разведений соли меди.

7.6. Анализ разведений соли меди и построение калибровочного графика

Анализ начинают с разведения, содержащего наименьшую концентрацию соли меди и проводят его как указано в п. 7.4. Из полученных средних значений анализа разведений вычитают фон воды и строят градуировочный график в координатах: величина измеряемого сигнала - концентрация определяемой соли меди. График уточняется (корректируется) после каждой поверки прибора.

8. Подготовка к выполнению измерений

8.1. Подготовка пробы воды к анализу

8.1.1. Пресная природная вода из водоисточника. 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 следующих пределах: 5,0 +/- 0,2.

8.1.2. Питьевая вода из магистрали (крана).

Открывают кран, через 10 минут трижды ополаскивают чистый стакан емкостью 500 куб. см, вносят в него 10 г серноватистоокислого натрия и отбирают в него пробу объемом 450 +/- 5 куб. см. С помощью рН-метра измеряют водородный показатель и устанавливают его значение в пределах, указанных в п. 8.1.1.

9. Анализ проб воды

9.1. Готовят прибор к работе согласно инструкции

9.2. Готовят рабочий реактив, как указано в п. 7.4.

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

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 прибора передвигают до упора назад, нажимают на нее рукой и снимают показания прибора.

Анализ повторяют 3 - 5 раз, вычисляют среднее значение, а затем по графику определяют искомую концентрацию ионов меди и вычисляют по формуле $C = J / k$.

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

№ пробы	Определяемый ингредиент	Концентрация, мг/куб. дм	Погрешность измерения, %

Ответственный исполнитель

Заведующий лабораторией

11. Контроль погрешности измерения

Контроль погрешности измерения содержания в воде меди 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_i - результат измерений;

i

i - число измерений в серии;

—

C̄ - среднее арифметическое значение измерений.

Полученное значение должно удовлетворять условию:

$$C_i - \Delta \leq C_i \leq C_i + \Delta,$$

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

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

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

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 $S \leq \Delta$, то воспроизводимость измерения является отн.

удовлетворительной. Если нет, то устраняют причины.

