

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ  
ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ БОРА В ВОДАХ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С АЗОМЕТИНОМ-АШ**

Ростов-на-Дону  
1995

### **Предисловие**

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом.

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд хим. наук (руководитель разработки), Т.Ф. Уфлянд.

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником ГУЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 17.04.95 г.

4 ОДОБРЕН Сскцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 11.04.95 г., протокол N 2

5 СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ Выдано Гидрохимическим институтом в 1995 г. N 41

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1995 г. N 389

7 ВЗАМЕН РД 52.24.41-87

## Введение

В природных водах бор в зависимости от рН воды может находиться в виде различных боратов (солей борной и полиборной кислоты) или же свободных орто- и метаборной кислот. Предполагается также образование растворимых органических и неорганических комплексных соединений бора. Учитывая разнообразие соединений бора в природных водах и трудность (а часто и невозможность) выявления преобладающего соединения, целесообразно результат химического анализа выражать в пересчете на элементарный бор. При необходимости полученный результат может быть пересчитан на любую форму.

Соединения бора достаточно широко используются в керамической, металлургической, химической промышленности, для производства полупроводников, гербицидов, бытовых детергентов, медицинских препаратов.

Содержание бора в незагрязненных природных водах, как правило, является достаточно низким, однако может существенно повыситься в результате сброса сточных вод.

На живые организмы избыток бора оказывает токсическое действие, так как соединения бора негативно действуют на нервную систему, отравляют некоторые ферменты, витамины и гормоны.

Содержание бора в поверхностных водах нормируется. ПДК его в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения составляет  $0,5 \text{ мг/дм}^3$  (с учетом валового содержания всех форм). В воде рыбохозяйственных водоёмов нормируется содержание борной кислоты -  $0,017 \text{ мг/дм}^3$  в пересчете на бор.

**РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ****МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ  
ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ БОРА В ВОДАХ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С АЗОМЕТИНОМ-АШ**

Дата введения 01.07.95 г.

**1 Назначение и область применения методики**

Настоящий руководящий документ устанавливает фотометрическую методику выполнения измерений в поверхностных водах суши и очищенных сточных водах массовой концентрации неорганических соединений бора (боратов, полиборатов, борной и метаборной) кислот в диапазоне 0,1-1,0 мг/дм<sup>3</sup> в пересчете на бор. При анализе проб воды с массовой концентрацией бора, превышающей 1,0 мг/дм<sup>3</sup>, необходимо соответствующее разбавление пробы дистиллированной водой.

**2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерения**

В соответствии с ГОСТ 27384 норма погрешности при выполнении измерений бора в природных водах в диапазоне массовых концентраций от 0,1 до 0,5 мг/дм<sup>3</sup> составляет  $\pm 50\%$ , от 0,5 до 2,5 мг/дм<sup>3</sup> -  $\pm 25\%$ , свыше 2,5 мг/дм<sup>3</sup> -  $\pm 10\%$ . Погрешность измерения бора в сточных водах не нормирована.

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

При выполнении измерений бора в пробах с массовой концентрацией свыше 1,0 мг/дм<sup>3</sup> после соответствующего разбавления погрешность измерения не превышает величины  $\Delta \cdot n$ , где  $\Delta$  - погрешность измерения концентрации бора в разбавленной пробе,  $n$  - степень разбавления.

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

Диапазон измеряемых концентраций бора, С, мг/дм <sup>3</sup>	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм <sup>3</sup>		Характеристика погрешности, мг/дм <sup>3</sup> , Δ
	случайной, $\sigma(\Delta)$	систематической Δ <sub>с</sub>	
0,10-0,25	0,02	0,02	0,05
св. 0,25-1,00	0,03	0,04	0,08

### 3 Метод измерения

Определение основано на способности боратов в аммонийно-ацетатном буферном растворе образовывать растворимый комплекс желтого цвета с азометином-Аш, продуктом конденсации салицилового альдегида с 1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислотой (Аш-кислотой), который можно определять фотометрически при длине волны 400-420 нм. Линейность градуировочной зависимости сохраняется в диапазоне массовых концентраций 0,1-1,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Наиболее существенное мешающее влияние на результаты определения оказывают высокая жесткость (более 10 ммоль/дм<sup>3</sup> эквивалента), более 10 мг/дм<sup>3</sup> железа и высокая цветность. Влияние цветности устраняется путем измерения оптической плотности исследуемой воды, в которую добавлен буферный раствор. При повышенной жесткости и высоком содержании металлов используют предварительное катионирование пробы,

### 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 рН-метр типа рН-150, рН-155 по ТУ 25-7410.003; ТУ 25-7416.0171 или иономер типа Анион-210, Анион-214.

4.1.5 Насос вакуумный лабораторный любого типа.

4.1.6 Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.7 Колбы мерные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью:

50 см<sup>3</sup> - 5  
100 см<sup>3</sup> - 1  
500 см<sup>3</sup> - 1

4.1.8 Пипетки градуированные не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29227 вместимостью:

5 см<sup>3</sup> - 1  
10 см<sup>3</sup> - 3

4.1.9 Пипетки с одной отметкой не ниже 2 класса точности по ГОСТ 29169 вместимостью:

5 см<sup>3</sup> - 1  
25 см<sup>3</sup> - 1

4.1.10 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью:

25 см<sup>3</sup> - 1  
50 см<sup>3</sup> - 1  
100 см<sup>3</sup> - 2  
250 см<sup>3</sup> - 1  
1 дм<sup>3</sup> - 1

4.1.11 Колбы конические или плоскодонные по ГОСТ 25336 вместимостью:

50 см<sup>3</sup> - 6  
100 см<sup>3</sup> - 6

4.1.12 Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью:

250 см<sup>3</sup> - 1  
500 см<sup>3</sup> - 1  
1 дм<sup>3</sup> - 1

4.1.13 Воронка лабораторная по ГОСТ 25336 диаметром 8-10 см - 1

4.1.14 Воронка фильтрующая без шлифа с пористой пластиной (пор 160) по ГОСТ 25336 - 1

4.1.15 Колба с тубусом (Бунзена) по ГОСТ 25336 вместимостью

0,5-1 дм<sup>3</sup> - 1

- 4.1.16 Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 - 2
- 4.1.17 Палочка стеклянная - 1
- 4.1.18 Полиэтиленовая посуда для хранения растворов и проб воды.
- 4.1.19 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 Борная кислота по ГОСТ 9656, х.ч.
  - 4.2.2 Азотетин-Аш, ч.(синтез реактива см. в 6.2).
  - 4.2.3 Этилендиаминтетрауксусной кислоты динатриевая соль (Трилон Б) по ГОСТ 10652, ч.д.а.
  - 4.2.4 Ацетат аммония по ГОСТ 3117, ч.д.а., или аммиак водный концентрированный по ГОСТ 3760, ч.д.а. и уксусная кислота по ГОСТ 61, ч.д.а.
  - 4.2.5 Лимонная кислота по ГОСТ 3652, х.ч.
  - 4.2.6 Аскорбиновая кислота по ГОСТ 4815, ч.д.а. или фармакопейная.
  - 4.2.7 Ортофосфорная кислота по ГОСТ 6552, ч.д.а.
  - 4.2.8 Серная кислота по ГОСТ 4204, ч.д.а.
  - 4.2.9 Соляная кислота по ГОСТ 3118, ч.д.а.
  - 4.2.10 Гидроксид натрия по ГОСТ 4328, ч.
  - 4.2.11 Катионит сильнокислотный КУ-2 по ГОСТ 20298 или другой, равноценный по характеристикам.
  - 4.2.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
  - 4.2.13 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.
  - 4.2.14 Универсальная индикаторная бумага рН-1-10 по ТУ 6-09-1181.
- Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

#### 4.3 Дополнительное оборудование и реактивы для синтеза азометина-Аш

- 4.3.1 Мешалка со стеклянной насадкой с электроприводом - 1
- 4.3.2 Термометры по ГОСТ 29224 0-100 °С - 1  
0-250 °С - 1
- 4.3.3 Колба двугорлая круглодонная термостойкая по ГОСТ 25336  
вместимостью 1 дм<sup>3</sup> - 1
- 4.3.4 Колба Вюрца (колба с отводом) по ГОСТ 25336 вместимостью  
50 см<sup>3</sup> - 1
- 4.3.5 1-Амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислоты моноватриевая соль  
(Аш-кислоты моноватриевая соль) по ТУ 6-09-05-620, ч.
- 4.3.6 Салициловый альдегид по ГОСТ 9866, ч.д.а.
- 4.3.7 Гидроксид калия по ГОСТ 24363, ч.д.а.
- 4.3.8 Этиловый спирт по ГОСТ 18300.
- 4.3.9 Диэтиловый эфир (для наркоза).
- 4.3.10 Фильтры бумажные обеззоленные "белая лента" по ТУ 6-09-1678.

#### 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 дистиллированной воде. Допустимо использование бумажных фильтров "синяя лента". При фильтровании через любой фильтр первые порции фильтрата отбрасывают. Пробы не консервируют, хранят в полиэтиленовой посуде.

#### 6 Подготовка к выполнению измерений

##### 6.1 Приготовление растворов и реактивов

###### 6.1.1 Буферный раствор, рН 5,9±0,1

Способ 1. 250 г ацетата аммония помещают в стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и растворяют в 250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Добавляют 1 г лимонной кислоты, 1 г трилона Б, 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной



кислоты и 80 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4). Содержимое стакана тщательно перемешивают, при необходимости слегка подогревают до полного растворения.

Способ 2. В стакан вместимостью 1 дм<sup>3</sup> приливают 190 см<sup>3</sup> уксусной кислоты, 360 см<sup>3</sup> концентрированного раствора аммиака, добавляют 1 г лимонной кислоты, 1 г трилона Б, 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и 80 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты (1:4).

Содержимое стакана тщательно перемешивают. рН раствора в обоих случаях контролируют по рН-метру и при необходимости доводят его до величины  $5,9 \pm 0,1$  с помощью растворов аммиака или гидроксида натрия, либо серной кислоты. Хранят раствор в полиэтиленовой посуде не более 3 мес.

#### 6.1.2 Основной раствор азометина-Аш

Взвешивают 0,6 г азометина-Аш и 2 г аскорбиновой кислоты и растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup> в горячей дистиллированной воде, охлаждают и доводят раствор до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в темном прохладном месте не более 5 дней.

#### 6.1.3 Рабочий раствор азометина-Аш

Смешивают равные объёмы основного раствора азометина-Аш и буферного раствора с рН 5,9. Раствор используют в день приготовления. В течение дня хранят в холодильнике в полиэтиленовой посуде.

#### 6.1.4 Раствор серной кислоты 1:4.

200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды помещают в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Отбирают цилиндром 50 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, осторожно при перемешивании приливают её к дистиллированной воде.

#### 6.1.5 Раствор аскорбиновой кислоты

1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Хранят в темноте не более недели.

#### 6.1.6 Буферный раствор для учёта цветности воды

Смешивают равные объёмы растворов аскорбиновой кислоты (6.1.5) и буферного раствора с рН 5,9. Используют в день приготовления.

6.1.7 Раствор гидроксида натрия, 1 моль/дм<sup>3</sup>

40 г NaOH растворяют в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении плотно закрытой полиэтиленовой посуде.

6.1.8 Раствор соляной кислоты, 4 моль/дм<sup>3</sup>

170 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты смешивают с 330 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

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

84 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты растворяют в 916 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

6.1.10 Катионит в Н<sup>+</sup>-форме

Первичная обработка. Свежий, неиспользованный ранее катионит заливают дистиллированной водой для набухания. На следующий день воду сливают и на 24 ч заливают катионит раствором соляной кислоты 4 моль/дм<sup>3</sup>. Окрасившийся раствор соляной кислоты сливают, промывают катионит 2-3 раза дистиллированной водой декантацией и снова повторяют обработку катионита раствором соляной кислоты до тех пор, пока раствор над катионитом перестанет окраиваться в желтый цвет.

Тренировка. Катионит, обработанный раствором соляной кислоты, помещают в фильтрующую воронку с колбой Бунзена и 8-10 раз последовательно промывают раствором гидроксида натрия 1 моль/дм<sup>3</sup>, дистиллированной водой; раствором соляной кислоты 1 моль/дм<sup>3</sup>, и снова водой. Объем жидкости при каждой обработке должен составлять около 100 см<sup>3</sup>. Промывание катионита дистиллированной водой осуществляют при включенном вакууме.

После последней обработки кислотой катионит отмывают дистиллированной водой до pH 6-7 (контроль индикаторной бумагой). Хранят катионит в полиэтиленовой посуде под слоем дистиллированной воды.

Регенерация. Отработанный катионит собирают в склянку, сливают лишнюю воду и обрабатывают раствором соляной кислоты 4 моль/дм<sup>3</sup> (объем его должен примерно в 5 раз превышать объем смолы), встряхивая склянку 8-10 раз в течение 8-10 мин. Раствор соляной кислоты сливают и катионит отмывают декантацией дистиллированной водой до pH 6-7.

## 6.2 Синтез азометина-Ащ

Растворяют 18 г Ащ-кислоты в 1 дм<sup>3</sup> дистиллированной воды при слабом нагревании, фильтруют раствор через бумажный фильтр в круглодонную двугорлую колбу. Нейтрализуют 10 % раствором гидроксида калия по универсальной индикаторной бумаге и затем добавляют по каплям концентрированную соляную кислоту при непрерывном перемешивании раствора до рН 1,5-3,0 (около 4 см<sup>3</sup>). Добавляют 20 см<sup>3</sup> свежеперегнанного салицилового альдегида ( $t_{\text{кип.}} = 196,5 \text{ } ^\circ\text{C}$ ) (если салициловый альдегид имеет бледно-жёлтую окраску, его можно использовать без перегонки) и энергично перемешивают раствор мешалкой со стеклянной насадкой в течение 1 часа при слабом нагревании ( $t = 50-70 \text{ } ^\circ\text{C}$ ).

Раствор оставляют на ночь для полного осаждения азометина-Ащ. Осадок отфильтровывают на стеклянном пористом фильтре, промывают четыре раза по 15 см<sup>3</sup> этиловым спиртом, 2-3 раза по 10 см<sup>3</sup> диэтиловым эфиром и сушат до постоянного веса при 90-100 °С. Полученный реагент имеет светло-оранжевую окраску.

При хранении реагента в герметично закупоренном флаконе в темном месте свойства его не изменяются в течение длительного времени.

## 6.3 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из борной кислоты в соответствии с 6.2.1-6.2.2.

Для всех градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 0,9 % относительно приписанного значения массовой концентрации бора.

### 6.3.1 Раствор борной кислоты с массовой концентрацией бора 500 мг/дм<sup>3</sup>

1,430 г борной кислоты взвешивают на аналитических весах, растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup> в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Хранят в полиэтиленовой посуде в течение 6 мес.

6.3.2 Раствор борной кислоты с массовой концентрацией бора  $5,00 \text{ мг/дм}^3$

Пипеткой с одной отметкой отбирают  $5,0 \text{ см}^3$  раствора с массовой концентрацией бора  $500 \text{ мг/дм}^3$ , помещают его в мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$  и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в полиэтиленовой посуде не более 1 мес.

#### 6.4 Установление градуировочной зависимости.

В мерные колбы вместимостью  $50 \text{ см}^3$  с помощью градуированной пипетки вместимостью  $10 \text{ см}^3$  помещают последовательно  $2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 \text{ см}^3$  раствора с массовой концентрацией бора  $5,00 \text{ мг/дм}^3$ , доводят дистиллированной водой объём до  $50 \text{ см}^3$  и перемешивают. Концентрация бора в полученных растворах составит соответственно  $0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 \text{ мг/дм}^3$ . Отбирают  $25 \text{ см}^3$  каждого раствора в конические или плоскодонные колбы вместимостью  $50-100 \text{ см}^3$  и добавляют  $10 \text{ см}^3$  рабочего раствора азометина-Аш. Содержимое колб тщательно перемешивают, выдерживают 2 ч в темноте и измеряют оптическую плотность при  $\lambda = 400 - 420 \text{ нм}$  в кюветах длиной 1 см относительно дистиллированной воды. Одновременно выполняют холостой опыт, используя  $25 \text{ см}^3$  дистиллированной воды.

Градуировочную зависимость строят в координатах: концентрация бора,  $\text{мг/дм}^3$  - оптическая плотность графически или рассчитывают методом наименьших квадратов.

Проверку градуировочной зависимости осуществляют не реже одного раза в квартал, а также при использовании новой партии азометина-Аш или другого измерительного прибора.

Если измерение оптической плотности проводится на спектрофотометре, то для каждой новой партии азометина-Аш следует подобрать оптимальную длину волны (в интервале  $400-420 \text{ нм}$ ), при которой разница оптической плотности пробы и холостого опыта наибольшая. Для разных партий реактива это значение может колебаться в пределах нескольких нанометров.

## 7 Выполнение измерений

В сухую колбу вместимостью 50-100 см<sup>3</sup> отмеривают пипеткой 25 см<sup>3</sup> тщательно перемешанной фильтрованной пробы воды. Добавляют 10 см<sup>3</sup> рабочего раствора азометина-Аш, перемешивают и оставляют стоять в темноте 2 ч. Одновременно с пробами выполняют холостой опыт, используя 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Оптическую плотность полученных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре в кюветах длиной 1 см при  $\lambda = 400-420$  нм относительно дистиллированной воды. Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности проб.

Если анализируемая вода окрашена, следует ввести поправку на цветность. Для этого к 25 см<sup>3</sup> анализируемой воды добавляют 10 см<sup>3</sup> буферного раствора для учета цветности воды, через два часа измеряют оптическую плотность полученного раствора относительно дистиллированной воды и вычитают ее из оптической плотности пробы.

Для устранения мешающего влияния жесткости (более 10 ммоль/дм<sup>3</sup> эквивалента) или высокого содержания металлов (более 10 мг/дм<sup>3</sup>) пробу предварительно катионируют. Для этого отвешивают 5-6 г влажного катионита и переносят его в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Приливают 20-25 см<sup>3</sup> анализируемой воды, ополаскивают катионит и сливают воду как можно полнее. Добавляют новую порцию воды (около 50 см<sup>3</sup>) и оставляют на 15 мин, периодически перемешивая пробу. Через 15 мин пипеткой отбирают 25 см<sup>3</sup> катионированной воды и проводят определение бора, как описано выше.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до 25 см<sup>3</sup> дистиллированной водой.

## 8 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию бора в анализируемой пробе воды находят по формуле:

$$C_x = \frac{C \cdot 25}{V}, \quad (1)$$

где  $C_x$  - массовая концентрация бора в анализируемой пробе воды, мг/дм<sup>3</sup>;

$C$  - массовая концентрация бора, найденная по градуировочной зависимости, мг/дм<sup>3</sup>;

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

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

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

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

Измеряют концентрацию бора в исходной пробе ( $C_x$ ), в пробе, разбавленной в  $n$  раз ( $n = 1,5 - 2,5$ ) ( $C_p$ ) и в пробе, разбавленной в  $n$  раз с введенной добавкой ( $C_{pd}$ ). Величина добавки ( $C_d$ ) должна составлять 40-60 % от содержания бора в исходной пробе.

$$|C_{pd} - C_p - C_d| + |n \cdot C_p - C_x| \leq K_n \quad (3)$$

Норматив контроля погрешности ( $K_n$ ) рассчитывают по формуле

$$K_{II} = \Delta_c + 3,31 \sigma(\dot{\Delta}) \quad (P=0,95), \quad (4)$$

где  $\Delta_c$  и  $\sigma(\dot{\Delta})$  - характеристики систематической и случайной составляющих погрешности измерений массовой концентрации бора в пробе без добавки  $C_x$  (таблица).

При превышении норматива повторяют измерение 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 бора 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 определений, 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.

## 11 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица со средним профессиональным образованием или без профессионального образования, но со стажем работы в лаборатории не менее 1 года, освоившие методику анализа. Синтез азометина-Аш могут проводить только лица, имеющие профессиональное образование.

## 12 Затраты времени на проведение анализа

На приготовление растворов и реактивов (кроме синтеза азометина-Аш) в расчете на 100 определений - 8,0 чел.-ч.

На установление градуировочной зависимости - 1,5 чел.-ч.

На определение бора в единичной пробе без катионирования - 0,6 чел.-ч, с катионированием - 1,0 чел.-ч.

На определение бора в серии из 10 проб без катионирования - 3,5 чел.-ч, с катионированием 4,2 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 41  
об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации бора в водах фотометрическим методом с азометином-Аш.

ОСНОВАНА на способности боратов в аммонийно-ацетатном буферном растворе образовывать растворимый комплекс желтого цвета с азометином-Аш, продуктом конденсации салицилового альдегида с 1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислотой (Аш-кислотой), который можно определять фотометрически при длине волны 400 -420 нм. Линейность градуировочной зависимости сохраняется в диапазоне концентраций 0,1 - 1,0 мг/дм<sup>3</sup> в пересчете на бор.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом.

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.389-95.

АТТЕСТОВАНА в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1986-1987 гг. и метрологической экспертизы материалов в 1995 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)

Диапазон измеряемых концентраций бора, С, мг/дм <sup>3</sup>	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм <sup>3</sup>		Характеристика погрешности, мг/дм <sup>3</sup> , Δ
	случайной, σ(Δ)	систематической Δ.	
0,10-0,25	0,02	0,02	0,05
св. 0,25-1,00	0,03	0,04	0,08

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 9 РД 52.24.389-95.

3. Дата выдачи свидетельства: март 1995 г.

Главный метролог ГИ ХИ

А.А. Назарова

