**Фотометрический метод определения хрома (VI) в любых водах**

**ГОСТ 31956-2012 Вода. Методы определения содержания хрома (VI) и общего хрома.**

**Сущность метода**

Метод определения хрома (VI) основан на измерении светопоглощения в диапазоне длин волн от 540 до 550 нм окрашенного (красно-фиолетового) комплексного соединения, образующегося в результате реакции 1,5-дифенилкарбазида с бихромат- ионами пробы анализируемой воды в кислой среде и определении хрома (VI) по значению оптической плотности раствора.

**Средства измерений вспомогательное оборудование, реактивы, материалы**

- спектрофотометр любой модели

- набор кювет

- весы лабораторные, погрешность 0,0001г

- пипетки Мора

-пипетки градуированные

- колбы мерные

- цилиндры мерные

- ГСО состава раствора ионов хрома (VI) с аттестованным значением массовой концентрации 1 мг/см3 и погрешностью аттестованного значения не более 2% при доверительной вероятности 95%

- 1,5-дифенилкарбазид, чда

- кислота ортофосфорная, хч

- ацетон, хч

**Подготовка к проведению измерений**

**Подготовка посуды**

Всю стеклянную посуду моют водой с применением моющих средств, затем промывают раствором азотной кислоты, разбавленной водой в соотношении объемов 1:1, водопроводной водой, несколько раз ополаскивают дистиллированной водой и сушат. Для мытья посуды не допускается использование смесей, содержащих соединения хрома.

**Приготовление раствора ортофосфорной кислоты (раствор Б)**

В мерную колбу вместимостью 1000,00 см3 наливают 100,00 -150,00 см3 дистиллированной воды, затем вносят 700,00 см3 ортофосфорной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора – не более года.

**Примечание** - *Ортофосфорную кислоту осторожно добавляют в емкость с дистиллированной водой небольшими порциями при перемешивании. Емкость, в которой проводят разбавление, рекомендуется поместить в баню со льдом. Категорически запрещается добавлять воду к ортофосфорной кислоте.*

**Приготовление раствора 1,5-дифенилкарбазида массовой концентрацией 10 г/дм3  в ацетоне**

растворяют 1г 1,5-дифенилкарбазида в 100,00 см3 ацетона, добавляют одну каплю «ледяной» уксусной кислоты. Срок хранения раствора в емкости из темного стекла при температуре от 20 С до 80 С- не более 14 суток.

**Примечания**

1. Признаком непригодности раствора является появление окрашивания.

**Приготовление раствора хрома (VI) массовой концентрации 100 мг/дм3**

В мерную колбу вместимостью 50 см3 вносят 5 см3 государственного стандартного образца (далее - ГСО) состава водного раствора хрома (VI) массовой концентрации 1 мг/ см3 , доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.
Срок хранения раствора - не более 3 мес.

**Приготовление раствора хрома (VI)массовой концентрации 5 мг/дм3**

В мерную колбу вместимостью 100,00 см3 вносят 5,00 см3 раствора хрома (VI) массовой концентрацией 100,00 мг/дм3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день применения.

**Приготовление градуировочных растворов для определения хрома (VI)**

В семь мерных колб, вместимостью 100,00 см3 вносят 0,5;1,0;2,0;3,0;4,0;5,0 см3 раствора хрома(VI) массовой концентрацией 5,00 мг/дм3, в одну колбу раствор хрома(VI) не вносят. Содержимое колб разбавляют дистиллированной водой до объема приблизительно 40,00 см3, добавляют 2,0 см3 раствора Б ортофосфорной кислоты и 2,0 см3 1,5-дифенилкарбазида и доводят до метки дистиллированной водой, после чего выдерживают 15 мин.

Массовая концентрация хрома(VI) в полученных градуировочных растворах составляет: 0,00;0,025;0,05;0,10;0,15;0,20;0,25 мг/дм3 соответственно.

Раствор не содержащий хрома, является раствором сравнения для градуировки, в соответствии с руководством по эксплуатации прибора и компьютерной обработки информации.

Растворы готовят в день применения. Готовят не менее двух серий стандартных растворов.

**Градуировка прибора**

Измерения проводят в соответствии с руководством по эксплуатации прибора при длине волны 540 нм, толщине кюветы 50 мм. Выдерживают градуировочные растворы и холостую пробу для градуировки 15 минут после их приготовления, после чего не менее двух раз измеряют значения оптической плотности каждого градуировочного раствора (в порядке возрастания массовой концентрации хрома).

**Порядок проведения измерений анализируемой пробы воды (Хcr (VI))**

Анализируют не менее двух аликвотных порций.

В мерную колбу вместимость 100,00 см3 вносят 50,00 см3 (V) фильтрата пробы анализируемой пробы, добавляют 2,00 см3 раствора Б ортофосфорной кислоты и 2,00 см3 раствора 1,5-дифенилкарбазида и доводят дистиллированной водой до метки, после чего выдерживают 15 мин.

По истечении 15 мин измеряют не менее 2 раз оптическую плотность аликвот обработанной пробы анализируемой воды АS при длине волны 540 нм, используя холостую пробу в качестве образца сравнения в кюветах с толщиной поглощающегося слоя 50 мм.

**Обработка результатов измерения**

Массовую концентрацию хрома (VI) в пробе анализируемой воды Хcrмг/дм3, рассчитывают по формуле

$$X\_{Cr(VI)}=X\_{S}×f$$

Где ХS–значение измеренных величин массовой концентрации пробы анализируемой воды

F-коэффициент разбавления пробы анализируемой воды при отборе аликвот. Для объема пробы (V) 50,00 см3 он равен двум, если взяты другие аликвоты, то fравен 100/N.

**Приемлемость результатов измерений**

За результат измерений массовой концентрации хрома(VI)принимают среднеарифметическое значение Х, мг/дм3, результатов двух параллельных определений Х1 и Х2 при выполнении условия

$$/X\_{1}-X\_{2}/ \leq r$$

Где r- значение предела повторяемости, мг/дм3

r = 0,005 + 0325x̅

где x̅ – среднеарифметическое значение массовой концентрации хрома (VI), мг/дм3

Предел точности (границы допускаемой абсолютной погрешности при доверительной вероятности Р =0,95)

± ∆ = 0,008 +0,2 x̅

где x̅ –среднеарифметическое значение массовой концентрации хрома (VI), мг/дм3

**Оформление результатов измерений**

Результат измерения представить в виде

x̅ ± ∆, мг/дм3 при доверительной вероятности Р=0,95