ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ОХРАНА ПРИРОДЫ
ГИДРОСФЕРА
Определение содержания алюминия в питьевой, грунтовой и сточной водах

СТ РК ИСО 1956-2010

(ИСО 10566:1994, NEQ)

Издание официальное

**Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и ТК по стандартизации № 71 в области экологической безопасности «Объекты окружающей среды. Промышленные отходы».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 18 августа 2010 г. № 369-од.

3 Настоящий стандарт учитывает требования международного стандарта ISO 10566:1994 Water quality - Determination of aluminium - Spectrometric method using pyrocatechol violet, (Качество воды. Определение алюминия. Спектрометрический метод с использованием пирокатехина фиолетового).

Международный стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 147 «Качество воды» Международной организации по стандартизации (ISO).

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены дополнительно в Приложение Д.Б.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт и на который имеются ссылки, находится в РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии.

Степень соответствия - неэквивалентная (NEQ).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2015** год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5** лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода	2
4 Аппаратура, материалы и реактивы	2
5 Общие требования к выполнению измерений	4
6 Отбор проб	4
7 Подготовка к выполнению измерений	4
8 Мешающие влияния	7
9 Проведение испытания	7
10 Обработка результатов	9
11 Контроль точности результатов испытания	10
Приложение А (информационное)	11
Приложение Б (информационное)	13
Приложение Д.Б (информационное)	14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ОХРАНА ПРИРОДЫ
ГИДРОСФЕРА

Определение содержания алюминия в питьевой, грунтовой и сточной водах

Дата введения 2011-07-01.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения алюминия в питьевой, грунтовой и сточной водах:

- определение содержания алюминия фотометрическим методом в диапазоне от 0,04 мг/дм^3 до 0,56 мг/дм^3;
- определение содержания алюминия спектрометрическим методом в диапазоне от 100 мкг/дм^3 до 500 мкг/дм^3.

Технические требования к показателю (питьевая вода) установлены в Техническом регламенте № 456.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

Технический регламент «Требования к безопасности питьевой воды для населения» от 13.05.2008г. № 456.

Технический регламент «Общие требования к пожарной безопасности» от 16.01.2009 № 14, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» от 16.01.2009 № 16, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ 8.315-97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия.

ГОСТ 199-78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 3769-78 Реактивы. Аммоний сернокислый. Технические условия.

ГОСТ 4201-79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия.

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 4329-77 Реактивы. Квасцы алюмокалиевые. Технические условия.

ГОСТ 4523-77 Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия.

Издание официальное

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 20298-74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия.

ГОСТ 20478-75 Реактивы. Аммоний надсернокислый. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 27068-86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия.

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 29230-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 4. Пипетки выдувные.

ГОСТ ИСО 5725-1-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающий эту ссылку.

3 Сущность метода

3.1 Фотометрический метод

Фотометрический метод распространяется на питьевую воду.

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном лак оранжево-красного цвета, представляющий собой комплексное соединение с последующим фотометрическим определением комплекса определения волны 540 нм.

3.2 Спектрометрический метод

Спектрометрический метод распространяется на питьевую, грунтовую, сточную и морскую воду.

Метод заключается в реакции предварительно обработанного алюминия с пирокатехиновым фиолетовым при pH 5,9 с последующим спектрофотометрическим определением голубого комплекса при длине волны 580 нм.

4 Аппаратура, материалы и реактивы

4.1 Приборы и оборудование

- фотоэлектроколориметр лабораторный или спектрофотометр, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны λ от 525 нм до 600 нм;
- весы аналитические высокого класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г, по ГОСТ 24104;
- аппарат для мембранной фильтрации с фильтрами с размером пор 0,45 мкм;
- иономер И-130 или другой с ценой деления не более 0,5 мВ, в соответствии действующей нормативной документацией;

- баня песчаная или электроплитка по ГОСТ 14919;
- мерные колбы вместимостью 50, 100, 200, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- колбы Кн-2 вместимостью 50 $см^3$ ТС по ГОСТ 25336;
- пипетки градуированные по ГОСТ 29230;
- микропипетки, по действующей нормативной документации;
- пипетдозаторы, по действующей нормативной документации;
- цилиндры мерные вместимостью 100, 250 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- стаканы В-1-50 ТС, вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336;
- мензурки вместимостью 100, 200, 500 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- колбы конические с пришлифованной пробкой 250 $см^3$ по ГОСТ 1770;
- термометр по ГОСТ 28498.

4.2 Реактивы

- квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329;
- алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты), по действующей нормативной документации;
- аммоний сернокислый по ГОСТ 3769;
- натрий уксуснокислый, 3-водный кристаллический по ГОСТ 199;
- натрий серноватистокислый (тиосульфат) по ГОСТ 27068;
- натрия гидроокись по ГОСТ 4328;
- кислота аскорбиновая, по действующей нормативной документации;
- кислота соляная (плотность 1,19 г/$см^3$)по ГОСТ 3118;
- кислота уксусная по ГОСТ 61;
- кислота азотная (плотность 1,40, 65%) по ГОСТ 11125;
- аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478;
- вода дистиллированная или деионизированная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионообменной смолой по ГОСТ 20298);
- пирокатехин фиолетовый;
- гексаметилентетрамин (уротропин);
- ГСО состава раствора ионов алюминия по ГОСТ 8.315;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
- сульфат магния 7-водный; по ГОСТ 4523;
- 1,10-фенантролин моногидрат.

4.3 Материалы

- алюминиевая фольга;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Для проведения анализа применяются реактивы не ниже квалификации чистые для анализа (ч.д.а.).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа или метрологической аттестации, поверке и внесению в реестр в Республике Казахстан в соответствии с законодательством в области обеспечения единства измерений.

5 Общие требования к выполнению измерений

5.1 Условия безопасного проведения работ

5.1.1 К практическому выполнению анализов допускаются специалисты, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории (с отметкой в журнале инструктажа) и ознакомившиеся с настоящим стандартом.

5.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

5.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по Техническому регламенту № 14 и иметь средства пожаротушения в соответствии с Техническим регламентом № 16.

5.2 Требования к квалификации специалистов

Измерения может проводить специалист, владеющий техникой лабораторных работ и изучивший инструкцию по эксплуатации, используемого оборудования.

5.3 Условия выполнения измерений

- температура окружающего воздуха (20 ± 10) °С;
- атмосферное давление от 84 кПа до 106,7 кПа;
- относительная влажность (65 ± 15) %.

6 Отбор проб

6.1 Пробы отбирают по СТ РК ГОСТ Р 51592.

6.2 Объем пробы воды для двух параллельных определений должен быть не менее 100 $см^3$.

6.3 Подготовка посуда для отбора проб.

Лабораторную посуду промывают в 10 %-ном растворе азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:10 деионизированной водой и замачивают на 12 ч в окисленной воде (п. 8.2.2.1).

Не использовать для обработки посуды моющие средства или хромовую кислоту.

6.4 Пробу сразу консервируют добавлением концентрированной соляной кислоты из расчета 3 $см^3$ на 1000 $см^3$ пробы и анализируют через 15 мин - 20 мин.

6.5 В тех случаях, когда анализируется фторированная питьевая вода, пробу отбирают до введения фторирующего реагента.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Фотометрический метод

7.1.1 Приготовление основного градуировочного раствора с массовой концентрацией алюминия 0,1 мг/$см^2$.

Растворяют 1,758 г двенадцативодных алюмокалиевых квасцов в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ в 400 $см^3$ - 500 $см^3$ дистиллированой воды с добавлением 3,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят раствор до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в стеклянной емкости с хорошо притертой пробкой не более 3 месяцев.

7.1.2 Приготовление рабочего градуировочного раствора с массовой концентрацией алюминия 0,01 мг/$см^3$.

Раствор готовят разбавлением основного раствора в 10 раз. 10 $см^3$ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки подкисленной дистиллированной водой (3,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты на 1000 $см^3$ дистиллированной воды). Раствор устойчив неделю.

7.1.3 Приготовление концентрированного ацетатного буферного раствора (pH = 4,9 ± 0,1)

400 г трехводного уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют его при небольшом нагревании в 400 $см^3$ - 500 $см^3$ дистиллированной воды. Охлаждают раствор, приливают 155 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой; pH раствора контролируют потенциометрически и, при необходимости, доводят pH до 4,9, прибавляя небольшими порциями раствор гидроокиси натрия или уксусной кислоты. При хранении в холодильнике буферный раствор устойчив не более 3 месяцев.

7.1.4 Приготовление разбавленного ацетатного буферного раствора (pH = 4,9 ± 0,1)

Концентрированный буферный раствор разбавляют в 10 раз дистиллированной водой. pH раствора контролируют и при необходимости доводят pH до 4,9, прибавляя небольшими порциями раствор гидроокиси натрия. Раствор устойчив в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

7.1.5 Приготовление раствора гидрооксида натрия

40 г гидрооксида натрия растворяют в дистиллированной воде, не содержащей углекислоты, и объем доводят до 100 $см^3$. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

7.1.6 Приготовление раствора алюминона

0,500 г алюминона растворяют в 125 $см^3$ нагретой до кипения дистиллированной воде, раствор охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 125 $см^3$ разбавленного ацетатного буферного раствора. Раствор алюминона готов к использованию сразу. В темной герметичной закрытой стеклянной емкости он устойчив при хранении в холодильнике не более 3 месяцев.

7.17 Приготовление раствора сульфата аммония

50,0 г сульфата аммония растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды.

7.18 Приготовление реакционной смеси

Смешивают в соотношении 1:2:22 объемные части растворов сульфата аммония, алюминона и разбавленного ацетатного буферного раствора. Раствор в темной герметично закрытой стеклянной емкости устойчив не менее 1 месяца. В день анализа в необходимом объеме реакционной смеси растворяют аскорбиновую кислоту по 30 мг на каждые 25 $см^3$ смеси.

ПРИМЕР На общий объем смеси 250 $см^3$, необходимый на 10 определений алюминия, берут 10 $см^3$ раствора сульфата аммония, 20 $см^3$ раствора алюминона, 220 $см^3$ разбавленного буферного раствора и 300 мг аскорбиновой кислоты.

7.1.9 Приготовление раствора серноватистокислого натрия 0,01 моль/$дм^3$

Раствор готовят из фиксанала с последующим разбавлением раствора в 10 раз дистиллированной водой.

7.1.10 Приготовление раствора надсернокислого аммония

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа из расчета 5 г соли на 10 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения соли

7.1.11 Построение градуировочного графика

В мерные колбы или колбы конические вместимостью 50 $см^3$ помещают 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,7; 1,0 и 1,4 $см^3$ рабочего стандартного раствора, что соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 7,0; 10,0 и 14,0 мкг алюминия или в расчете на 25 $см^3$ анализируемой пробы 0; 0,04; 0,08; 0,16; 0,28; 0,40 и 0,56 мг/$дм^3$ алюминия, добавляют соответственно 25,0; 24,9; 24,8; 24,6; 24,3; 24,0 и 23,6 $см^3$ подкисленной дистиллированной воды (3,0 $см^3$ соляной кислоты на 1000 $см^3$ дистиллированной воды), перемешивают и приливают по 25 $см^3$ реакционной смеси. Перемешивают и через 25 мин - 30 мин измеряют оптическую плотность растворов при 540 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 30 мм относительно нулевого раствора. Определение повторяют еще два-три раза и вычисляют среднее значение оптических плотностей для каждого раствора. По полученным данным строят

градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации алюминия в мг/дм^3 или рассчитывают уравнение регрессии.

График следует проверять по трем-четырем точкам еженедельно и строить заново при использовании новой партии алюминона.

7.2 Спектрометрический метод.

7.2.1 Подготовка посуды

Новую пластиковую лабораторную посуду промывают в 10 %-ном растворе азотной кислоты, ополаскивают и выдерживают всю ночь в подкисленной воде (п. 8.2.2.1). В деионизированной воде содержание алюминия должно быть менее 2,0 мкг/дм^3.

Если это возможно, для определения алюминия используют отдельную лабораторную посуду и оптические кюветы. После проведения анализов посуда моется и замачивается на 12 ч. При мойке посуды не применяются синтетические моющие средства или хромовую кислоту.

7.2.2 Приготовление растворов

7.2.2.1 Подкисленная вода

4 см^3 азотной кислоты на 1000 см^3 дистиллированной воды.

7.2.2.2 Смешанный реактив

1,0 см^3 азотной кислоты добавляют к 70 см^3 воды в мензурку объемом 200 см^3. К этому раствору добавляют 25 г сульфата магния ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$), 5,0 г аскорбиновой кислоты ($C_6H_8O_6$), 0,25 г 1,10-фенатролинмоногидрата ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) и 5,0 см^3 стандартного раствора алюминия. Раствор переносят в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят водой до метки. Раствор хранят в течение 1 месяца.

ПРИМЕЧАНИЕ Добавление точного количества стандартного раствора алюминия важно для построения градуировочного графика при низких концентрациях.

7.2.2.2 Раствор пирокатехина фиолетового

Осторожно растворяют 0,05 г пирокатехина фиолетового в 20 см^3 в мерной колбе объемом 100 см^3 и доводят раствор водой до метки. Раствор стабилен в течение 1 месяца.

ПРИМЕЧАНИЕ Следует учитывать, что пирокатехин фиолетовый – краситель, который в зависимости от марки и партии имеет различные свойства, его пригодность должна проверяться перед применением. Стандартный раствор 100 мкг/дм^3 алюминия с годным реактивом должен давать поглощающую способность (0,20 ± 0,05) см$^{-1}$, при использовании данного метода.

7.2.2.3 Буферный раствор уротропина

Растворяют 210 г уротропина ($C_6H_{12}N_4$) в 200 см^3 воды в мерной колбе объемом 500 см^3 и доводят водой до метки. Раствор стабилен 2 месяца, при хранении не ниже 15 °С во избежание кристаллизации.

ПРИМЕЧАНИЕ Некоторые марки гексаметилентетрамина (уротропина) содержат частички пыли, в таком случае буферный раствор после приготовления должен быть профильтрован.

7.2.2.4 Основной раствор алюминия, 1000 мг/дм^3.

Взвешивают 100 мг алюминиевой фольги с точностью ± 0,5 мг. Растворяют алюминий, помещенный в мерную колбу, объемом 100 см^3 с добавлением 1,0 см^3 азотной кислоты и небольшого количества воды. После растворения объем доводят водой до метки. Раствор стабилен при комнатной температуре в закрытой емкости.

7.2.2.5 Стандартный раствор алюминия, 10 мг/дм^3.

Переносят пипеткой 1,0 см^3 основного раствора алюминия в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят до метки подкисленной водой (п. 8.2.2.1).

7.2.2.6 Раствор гидрокарбоната натрия, 2,0 моль/дм^3.

Растворяют 85 г гидрокарбоната натрия ($NaHCO_3$,) в 400 $см^3$ воды в мерной колбе объемом 500 $см^3$ и доводят водой до метки.

ПРИМЕЧАНИЕ Этот реактив применяют для повышения уровня pH пробы. Для этой цели не следует применять гидроксид натрия, так как в нем может быть много примеси алюминия.

8 Мешающие влияния

При низкой концентрации алюминия в пробе наибольшее влияние на результаты оказывает алюминий, вымывающийся из материала емкостей для хранения и анализа. При определении алюминия при концентрации ниже 50 мкг/$дм^3$ нельзя использовать стеклянную посуду.

Ионы фтора образуют устойчивые соединения с алюминием и мешают его определению.

Железо образует окрашенный комплекс с пирокатехиновым фиолетовым и создает помехи определению алюминия. Это отрицательное влияние устраняется добавлением 1,10-фенантролина. Мешающее влияние железа (III), образующего аналогично окрашенное соединение, устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой. При этом устраняется также влияние остаточного хлора при концентрации его до 0,5 мг/$дм^3$.

Окрашенные соединения, как органические так и неорганические, которые дают поглощение при 580 нм, мешают определению алюминия. Эти помехи устраняются подкислением.

При наличии в воде остаточного хлора более 0,5 мг/$дм^3$ его влияние устраняется добавлением эквивалентного количества раствора серноватистокислого натрия.

Гуминовые вещества, которые могут быть комплексообразователями, устраняются подкислением.

9 Проведение испытания

9.1 Фотометрический метод

9.1.2 В пробе воды, содержащей фториды (фосфаты и полифосфаты) в концентрациях не более 0,3 мг/$дм^3$ и 0,2 мг/$дм^3$ соответственно, а также не содержащей органических веществ (фульвокислот, аминополикарбоновых кислот), связывающих алюминий в прочные комплексы, алюминий определяют непосредственно. Для этого, в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают 25 $см^3$ предварительно законсервированной пробы воды (если массовая концентрация алюминия больше предельно допустимой, равной 0,5 мг/$дм^3$, то для анализа берут 10 $см^3$ или 5,0 $см^3$, разбавляя пробу до 25 $см^3$ подкисленной дистиллированной водой (3,0 $см^3$ соляной кислоты на 1000 $см^3$ дистиллированной воды). Приливают 25 $см^3$ реакционной смеси и раствор перемешивают. В случае отсутствия реакционной смеси к 25 $см^3$ пробы приливают 1,0 $см^3$ сульфата аммония, добавляют 30 мг аскорбиновой кислоты, раствор перемешивают и приливают 2,0 $см^3$ раствора алюминона. Раствор снова тщательно перемешивают и доводят до метки разбавленным ацетатным буферным раствором.

Одновременно готовят нулевой раствор (см. п. 7.1.11) и далее измеряют оптическую плотность, как при построении градуировочного графика.

9.1.3 При содержании фторидов более 0,3 мг/$дм^3$, фосфатов и полифосфатов более 0,2 мг/$дм^3$, а также при наличии органических веществ для устранения их мешающего влияния пробу воды предварительно обрабатывают надсернокислым аммонием. Для этого 25,0 $см^3$ пробы помещают в термостойкий стакан вместимостью 50 $см^3$, приливают 0,5 $см^3$ свежеприготовленного раствора надсернокислого аммония и выпаривают пробу до белых густых паров серной кислоты (почти досуха). Стакан охлаждают, обмывают стенки

небольшим количеством дистиллированной воды и выпаривание повторяют. К влажному остатку после охлаждения порциями приливают 25 $см^3$ подкисленной дистиллированной воды (3,0 $см^3$ соляной кислоты на 1000 $см^3$ дистиллированной воды). Раствор каждый раз перемешивают и переносят в мерную колбу или коническую колбу вместимостью 50 $см^3$. Нейтрализуют избыточную кислотность раствором гидроокиси натрия до pH = 2 (обычно требуется 1-2 капли раствора гидроокиси натрия) и добавляют 25 $см^3$ реакционной смеси. Измеряют оптическую плотность раствора, как описано выше, и из полученного результата вычисляют оптическую плотность холостой пробы. Холостую пробу получают, обрабатывая аналогично надсернокислым аммонием 25 $см^3$ подкисленной дистиллированной воды.

9.2 Спектрометрический метод

9.2.1 Для растворенного алюминия, проба фильтруется через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

9.2.2 Для кислоторастворимого алюминия, необработанная проба подкисляется азотной кислотой до pH от 1,2 до 1,5, выдерживается при комнатной температуре 1 час для того, чтобы растворить алюминий и затем фильтруется.

ПРИМЕЧАНИЕ Неправильное подкисление приведет к искажению результатов, если уровень pH раствора пробы низкий, его можно повысить добавив раствор гидрокарбоната натрия.

9.2.3 В зависимости от используемой кюветы и чувствительности прибора используют следующие диапазоны измерения:

- нижний предел диапазона до 100 мкг/$дм^3$ алюминия с кюветой 50 мм;
- верхний предел диапазона до 500 мкг/$дм^3$ алюминия с кюветой 10 мм.

9.2.4 Для анализа используют аликвоту пробы объемом 25 $см^3$. Если пробу разбавляют подкисленной водой, то при расчетах следует учитывать фактор разбавления.

9.2.5 При построении градуировочного графика для диапазона высоких концентраций алюминия (например, 500 мкг/$дм^3$ алюминия; 10 мм кювета) готовят следующие растворы: отбирают пипеткой 0; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00 и 5,00 $см^3$ стандартного раствора в серию мерных колб объемом 100 $см^3$ и доводят до метки подкисленной водой. Эти растворы будут содержать 0 (холостой раствор); 100; 200; 300; 400 и 500 мкг/$дм^3$ алюминия соответственно.

9.2.6 Для диапазона низких концентраций алюминия (например, 50 мкг/$дм^3$ алюминия; 50 мм кювета) готовят следующие растворы: отбирают пипеткой 0; 100; 200; 300; 400 и 500 мкл стандартного раствора в серию мерных колб объемом 100 $см^3$ и доводят до метки подкисленной водой. Эти растворы будут содержать 0 (холостой раствор); 10; 20; 30; 40 и 50 мкг алюминия соответственно.

9.2.7 Окрашенный комплекс готовят следующим образом: в пластиковую емкость объемом 100 $см^3$ переносят 25 $см^3$ подкисленной пробы или калибровочного раствора. В каждую пробу при перемешивании добавляют 1,0 $см^3$ смешанного реактива, 1,0 $см^3$ раствора пирокатехинового фиолетового и 5,0 $см^3$ буферного раствора уротропина.

Пробу выдерживают перед измерением 15 мин. Определение проводят через 60 мин с начала реакции образования окрашенного комплекса.

pH измеряемого раствора должен быть 5,9.

9.2.8 Затем настраивают спектрометр в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора и измеряют поглощающую способность каждого раствора при длине волны 580 нм относительно подкисленной воды. Кювету выбирают в зависимости от диапазона измеряемых концентраций.

Измеряют контрольные и стандартные растворы с использованием кювет одинакового размера.

На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации алюминия в мг/дм^3. При использовании новой партии реактивов калибровку повторяют.

9.2.9 Выполнение измерений пробы воды.

Отбирают с помощью пипетки из образца [(9.2.1) или (9.2.2)] аликвоту по 9.2.4 в мензурку на 100 см^3. Если необходимо разбавляют образец подкисленной водой (п. 7.2.2.1) таким образом, чтобы массовая концентрация алюминия находилась в пределах градуировочного диапазона и учитывают коэффициент разбавления.

Далее испытания проводят по п. 9.2.7 и п. 9.2.8, выбирая соответствующую кювету.

Снимают показания оптической плотности.

10 Обработка результатов

10.1 Фотометрический метод

По градуировочному графику или по уравнению регрессии находят (непосредственно или с учетом разбавления, если анализировалась проба объемом менее 25 см^3) массовую концентрацию алюминия в воде в мг/дм^3 . За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Погрешность определения, выраженная через относительное среднее квадратическое отклонение, при концентрации алюминия 0,15 мг/дм^3 - 0,1 мг/дм^3 и менее составляет не более 25 %; при концентрации 0,2 мг/дм^3 и более погрешность определения не выше 10 % при доверительной вероятности P = 0,95.

10.2 Спектрометрический метод

Для определения массовой концентрации алюминия в мкг/дм^3, используют соответствующий градуировочный график и определяют по Формуле 1:

$$C_{Al} = \frac{(A_s - A_{so}) \cdot f}{b}, \qquad (1)$$

где C_{Al} – массовая концентрация алюминия в образце, мкг/дм^3;

A_s – оптическая плотность пробы воды;

A_{s0} - оптическая плотность холостой пробы;

f - коэффициент разбавления;

b - концентрация алюминия в пробе, найденная по градуировочному графику, дм^3/мкг.

10.2 1 Данные по точности определения спектрометрического метода

Таблица – 1 Данные межлабораторных испытаний

Вид пробы	Контроль мкг/дм^3	Вода мкг/дм^3	Синтетический материал мкг/дм^3	Синтетический материал мкг/дм^3	Вода мкг/ дм^3
Фактическое значение	0		35	150	
Общее среднее	1,0	8,2	31,3	141	1050
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости	0,8	1,6	2,7	9,7	30,4
Среднеквадратическое отклонение повторяемости	0,4	0,8	0,7	2,2	10,0
Число определений	36	36	36	36	36
Число лабораторий	9	9	9	9	9

11 Контроль точности результатов испытания

Контроль точности измерений (повторяемость и воспроизводимость) производят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

Рекомендуемый порядок контроля точности и стабильности результатов при реализации метода анализа в лаборатории приведены в Приложении А.

Приложение А
(информационное)

А.1 Оперативный контроль точности результатов анализа

Контроль точности результатов анализа включает в себя контроль правильности, воспроизводимости, внутрилабораторной прецизионности и повторяемости.

Периодичность проведения контроля устанавливают в каждой лаборатории в зависимости от количества выполняемых определений каждого компонента и состояния аналитических работ (смена реактивов, растворов, средств измерений, длительный перерыв в работе и т. д.).

При неудовлетворительных результатах контроля процедуру контроля точности анализа повторяют. При повторном получении отрицательных результатов выясняют причины неудовлетворительных результатов контроля и устраняют их.

А.1.1 Оперативный контроль повторяемости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы. Норматив контроля - предел повторяемости r.

Для контроля повторяемости сравнивают расхождения результатов параллельных определений, полученные при анализе пробы.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \le r \qquad (A.1)$$

где X_1 и X_2 - значения результатов двух параллельных определений;

r - значение предела повторяемости, нормированное в методике анализа.

А.1.2 Оперативный контроль промежуточных показателей прецизионности

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля - значение предела внутрилабораторной прецизионности R_W , вычисляемое по Формуле А.2:

$$R_W = 2{,}8\ \sigma_W, \qquad (A.2)$$

где σ_W - показатель прецизионности (среднеквадратическое отклонение результатов измерений), установленный лабораторией для конкретных регламентированных условий (в условиях изменчивости одного или нескольких факторов: время, калибровка, оператор, оборудование) по ГОСТ ИСО 5725-3.

Для контроля промежуточных показателей прецизионности сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные в одной и той же лаборатории одним и тем же методом в разных условиях.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \le R_W, \qquad (A.3)$$

где X_1 и X_2 - значения результатов двух параллельных определений;

R_W - норматив контроля, вычисляемый по Формуле (А.2)

А.1.3 Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются анализируемые пробы.

Норматив контроля - предел воспроизводимости R, нормированный в методике анализа.

Для контроля воспроизводимости сравнивают два результата анализа одной и той же пробы, полученные одним и тем же методом в разных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования.

Контроль воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов определений, полученных при сравнительных испытаниях.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$\left|\overline{X}_1' - \overline{X}_2'\right| \le R \qquad (A.4)$$

где $\overline{X}_1'$ и $\overline{X}_2'$ - результаты анализов, полученные в условиях воспроизводимости;

R - значение предела воспроизводимости, нормированное в методике анализа.

Если предел воспроизводимости превышен, необходимо выяснить причину расхождений с технической точки зрения (разница в испытуемых образцах, систематическая погрешность и др.).

Приложение Б
(информационное)

Межлабораторный эксперимент по проверке данного метода был проведен в 1993 г. в Германии с участием 9 лабораторий. При 36 определениях холостой пробы было получено стандартное отклонение воспроизводимости 0,8 мкг/дм^3 и стандартное отклонение сходимости 0,4 мкг/ дм^3. При 36 определениях синтетических проб, содержащих 35 мкг/ дм^{3}и 150 мкг/ дм^3 алюминия соответственно, были получены средние значения 31,3 мкг/ дм^3 и 141 мкг/ дм^3 алюминия.

Приложение Д.Б
(информационное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным международным документам

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
ISO 10566:1994 Качество воды. Определение алюминия. Спектрометрический метод с использованием пирокатехина фиолетового.	—	—

УДК 502.51:[628.1.033+628.112+628.312]:546.62:006.35 **МКС 13.040**

Ключевые слова: фотометрический метод, спектрометрический метод, алюминий.

Для заметок

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru