АНАЛИТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЗАО «РОСА»
Отдел физико-химических методов анализа
Сектор контроля реагентов и радиометрии

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор ЗАО «РОСА»
_____А.В. ЧАМАЕВ
«30» декабря 2015 г.

КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕАГЕНТОВ ДЛЯ ВОДОПОДГОТОВКИ. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСНОВНОСТИ ПОЛИОКСИХЛОРИДА АЛЮМИНИЯ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

НДП 40.4.139-2015

Москва
2015 г.

gost.e-ecolog.ru

Сведения об организации-разработчике:

© ЗАО «РОСА», 2015
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35
Телефон: (495) 502-44-22
Факс: (495) 439-52-13
Электронный адрес: gost.e-ecolog.ru
Адрес сайта: gost.e-ecolog.ru

1 Настоящее издание методики действует до выхода нового издания.

2 Разработчик методики имеет право вносить изменения, которые не касаются принципа метода и диапазона измеряемых значений, а также процедур, которые могут оказывать влияние на значения показателей точности.

3 Методика разработана совместно со специалистами лаборатории ОАО «АУРАТ».

РАЗРАБОТЧИКИ:

Инженер 2 кат. сектора контроля реагентов и радиометрии	М.О. Тихонова
Начальник сектора контроля реагентов и радиометрии	А.Н. Русанова

СОГЛАСОВАНО:

Начальник отдела физико-химических методов анализа	Н.К. Куцева
Начальник отдела контроля качества	А.В. Карташова

Методика зарегистрирована в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений. Информация о методике представлена на сайтах gost.e-ecolog.ru в разделе «Сведения об аттестованных методиках (методах) измерений» и gost.e-ecolog.ru в разделе «Методики анализа».

1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений основности полиоксихлорида алюминия различной модификации (полиалюминий гидроксид хлорид, алюминий гидроксид хлорид, алюминий оксихлорид, полиалюминий хлорид) (далее – коагулянт) титриметрическим методом.

Диапазон измерений основности полиоксихлорида алюминия составляет (5 – 90) %.

Методика распространяется на коагулянты на основе полиоксихлорида алюминия, предназначенные для очистки и обработки воды в хозяйственно-питьевом и промышленном водоснабжении, а также используемые при очистке сточных вод в промышленности и сельском хозяйстве. В зависимости от содержания основного вещества (в пересчете на Al_2O_3) коагулянт может представлять собой как бесцветные или с желтоватым оттенком водные растворы, так и порошок, гранулы, чешуйки кремового или желтого цвета.

Примечание – Коагулянты на основе полиоксихлорида алюминия выпускают под разными товарными названиями, например, POLYPACS-30, Аква-Аурат, PAX-PS и др.

Основность (В) – отношение молярных содержаний гидроксид-ионов и ионов алюминия, выраженное в процентах:

$$B = \frac{[OH^-]}{3\,[Al^{3+}]},$$

где

$[OH^-]$ – содержание гидроксид-ионов, моль;

$[Al^{3+}]$ – содержание ионов алюминия, моль;

3 – валентность алюминия.

Значение основности оказывает существенное влияние на скорость гидролиза коагулянта и, соответственно, на его эффективность при очистке воды. Чем выше основность, тем больше способность коагулянта к гидролизу и лучше процесс хлопьеобразования.

Блок-схема проведения анализа представлена в приложении А.

Продолжительность анализа одной пробы – 6, серии из 10 проб – 9 часов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004–90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия.

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. 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 3885-73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение.

ГОСТ 4108-72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия.

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

ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 8984-75 Силикагель-индикатор. Технические условия.

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

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

ГОСТ 28311–89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ Р 52501–2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ Р ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

Примечание – Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку

3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений основности полиоксихлорида алюминия, показатели точности измерений

Диапазон измерений основности полиоксихлорида алюминия, %	**Показатель повторяемости** (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	**Показатель воспроизводимости** (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	**Показатель точности** (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, %
От 5 до 40 включ.	14	16	32
Св 40 до 90 включ	5	7	14

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Основность определяют методом обратного кислотно-основного титрования пробы после предварительного осаждения алюминия в виде гидроксида алюминия. Измеряют объем раствора соляной кислоты, пошедшей на титрование в присутствии фенолфталеина и вычисляют основность полиоксихлорида алюминия.

5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

5.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

5.1.1 Весы лабораторные аналитические специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 320 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Дозаторы медицинские лабораторные настольные (устанавливаемые на сосуд) или ручные, одноканальные с фиксированным или варьируемым объёмом дозирования по ГОСТ 28311.

5.1.3 Часы песочные на 3 мин и таймер, любой модели.

5.1.4 Баня водяная лабораторная, обеспечивающая поддержание температуры до (100 ± 2) °С, любой модели.

5.1.5 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

5.1.6 Печь муфельная, обеспечивающая температуру прокаливания (270 – 300) °С, например SNOL 20/12.

5.1.7 Плитка электрическая с регулятором температуры по ГОСТ 14919.

5.1.8 Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий температуру хранения от 2 °С до 10 °С.

5.2 Лабораторная посуда

5.2.1 Бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 29251, 2 класса точности.

Примечание – Допускается использовать цифровые титраторы.

5.2.2 Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

5.2.3 Капельница по ГОСТ 25336.

5.2.4 Колбы мерные вместимостью 50; 100; 250; 500; 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2 класса точности.

5.2.5 Колбы конические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.2.6 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 $см^3$ по ГОСТ 29227, 2 класса точности.

5.2.7 Пипетки с одной отметкой вместимостью 1; 2; 5; 10; 25 и 100 $см^3$ по ГОСТ 29169, класс точности 2.

5.2.8 Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

5.2.9 Стакан из термически и химически стойкого стекла вместимостью 150 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.2.10 Флаконы пластиковые или стеклянные вместимостью 250; 500 и 1000 $см^3$ для хранения растворов реактивов

5.2.11 Цилиндры мерные вместимостью 50; 100 и 250 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2 класса точности.

5.2.12 Эксикатор по ГОСТ 25336.

5.3 Реактивы и материалы

5.3.1 Бария хлорид 2-водный, ч.д.а. по ГОСТ 4108.

5.3.2 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты) (далее – вода дистиллированная).

5.3.3 Индикатор фенолфталеин, ч.д.а. по ТУ 6-09-5360-88.

5.3.4 Индикатор метиловый красный, ч.д.а. по ТУ 6-09-5169-84.

5.3.5 Индикатор метиловый синий, ч.д.а. по ТУ 6-09-29-76.

5.3.6 Кислота соляная, ч.д.а. по ГОСТ 3118 или стандарт-титр C(HCl)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273.

5.3.7 Натрия гидроокись (натрия гидроксид), ч.д.а. по ГОСТ 4328 или стандарт-титр C(NaOH)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н) по ТУ 2642-581-00205087.

5.3.8 Натрий углекислый, ч.д.а. по ГОСТ 83.

5.3.9 Силикагель-индикатор по ГОСТ 8984 или кальций хлористый безводный по ГОСТ 450 в качестве осушителя для эксикаторов.

5.3.10 Спирт этиловый, 96,3 %, категория «Люкс» по ГОСТ 5962.

Примечания –

1 Допускается использование средств измерений утвержденных типов других производителей, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3 Допускается использование оборудования, материалов и реактивов с характеристиками, не хуже, чем у вышеуказанных

6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019.

6.3 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

6.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля, владеющие техникой физико-химических методов анализа, изучившие правила эксплуатации используемого оборудования и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	от 20 °С до 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

9.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 3885 в пластиковые или стеклянные флаконы с плотно закрывающейся крышкой вместимостью не менее 100 $см^3$. Требуемый объем пробы коагулянта – не менее 100 $см^3$.

9.2 Срок хранения проб составляет 30 суток при комнатной температуре. В случае поступления в лабораторию пробы жидкого полиоксихлорида алюминия в замерзшем состоянии, необходимо пробу коагулянта поместить в тёплое помещение до полного размораживания.

9.3 При выпадении осадка пробу перед анализом необходимо тщательно перемешать.

10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Приготовление растворов

10.1.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3

Приготовление из стандарт-титра:

Содержимое одной ампулы стандарт-титра (0,1 моль/дм^3) соляной кислоты переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление из вещества гарантированной чистоты:

8,5 см^3 соляной кислоты добавляют в мерную колбу вместимостью 500 см^3, содержащую (200 – 300) см^3 дистиллированной воды, перемешивают. Доводят объём раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора – 2 месяца при комнатной температуре.

10.1.2 Раствор гидроксида натрия молярной концентрации 0,2 моль/дм^3

Приготовление из стандарт-титра:

Содержимое одной ампулы стандарт-титра (0,1 моль/дм^3) гидроксида натрия переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Приготовление из вещества гарантированной чистоты:

Навеску (4,00 ± 0,01) гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют (200 – 300) см^3 дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения гидроксида натрия, после остывания раствора до комнатной температуры доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора – 2 месяца при комнатной температуре.

10.1.3 Раствор фенолфталеина с массовой долей 0,1 %

(0,100 ± 0,005) г фенолфталеина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в этиловом спирте. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.1.4 Раствор метилового красного с массовой долей 0,1 %

(0,100 ± 0,005) г метилового красного помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в этиловом спирте при нагревании на водяной бане. После остывания раствора доводят его объём до метки этиловым спиртом. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.1.5 Раствор метиленового голубого (синего) с массовой долей 0,1 %

(0,100 ± 0,005) г метиленового голубого (синего) помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и растворяют в этиловом спирте при нагревании на водяной бане. После остывания раствора доводят его объём до метки спиртом. Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.1.6 Раствор смешанного кислотно-основного индикатора

В конической колбе смешивают равные объемы 0,1%-ного спиртового раствора метилового красного и 0,1%-ного спиртового раствора метиленового голубого (синего). Срок хранения раствора – 6 месяцев при комнатной температуре.

10.1.7 Раствор хлорида бария 2-х водного с массовой долей 10 %

(10,00 ± 0,01) г хлорида бария растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 150 см^3, перемешивают и переливают в стеклянный флакон для хранения растворов реактивов. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

10.2 Установка поправочного коэффициента к молярной концентрации раствора соляной кислоты по безводному углекислому натрию

В день установки титра безводный углекислый натрий прокаливают при температуре (270 – 300) °С 2 часа и остужают до комнатной температуры в эксикаторе. В закрытом стаканчике для взвешивания берут навеску (0,3200 – 0,4200) г безводного углекислого натрия. Для установления поправочного коэффициента используют не менее трех навесок углекислого натрия, взвешивая их с точностью до четвертого знака. Каждую навеску помещают в коническую колбу, добавляют 40 см^3 дистиллированной воды, (3 – 4) капли смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 до перехода зеленой окраски раствора в красно-фиолетовую.

Затем раствор кипятят на электрической плитке в течение (2 – 3) минут для удаления углекислоты и после охлаждения продолжают титрование до перехода вновь появившейся зелёной окраски раствора в красно-фиолетовую.

Примечание – Допускается применять в качестве индикатора метиловый оранжевый, при этом окраска переходит из жёлтой в оранжевую.

Поправочный коэффициент (K_1) рассчитывают по формуле с точностью до четвертого десятичного знака по каждой навеске безводного углекислого натрия.

$$K_1 = \frac{m \cdot 1000}{53 \cdot 0{,}2 \cdot V},$$

где

m – масса навески углекислого натрия, г;

0,2 – заданная молярная концентрация вещества в растворе, моль/дм^3;

53 – молярная масса эквивалента углекислого натрия, г/моль;

V – объём раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, см^3.

Расхождения между коэффициентами для трёх параллельных титрований не должно превышать 0,001 и при выполнении условия из вычисленных значений коэффициентов берут среднее арифметическое.

Если поправочный коэффициент (K_1) раствора соляной кислоты отличается от 1,00 больше чем на ± 0,03, то раствор либо укрепляют, либо разбавляют дистиллированной водой, либо готовят заново. Для укрепления раствора добавляют концентрированную соляную кислоту (по каплям). После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново.

Поправочный коэффициент устанавливают каждый раз при приготовлении новой партии раствора.

10.3 Установка поправочного коэффициента к молярной концентрации раствора гидроксида натрия по раствору соляной кислоты

(30 – 40) $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$, отмеренной из бюретки, помещают в коническую колбу, добавляют 3 – 4 капли смешанного индикатора и титруют из бюретки раствором гидроксида натрия до перехода красно-фиолетовой окраски раствора в зелёную.

За результат титрования принимают среднее арифметическое значение из трех параллельных титрований, расхождение между которыми не превышает 0,05 $см^3$.

Поправочный коэффициент раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$ (K_2) рассчитывают по формуле с точностью до четвертого знака

$$K_2 = \frac{V_1 \cdot K_1}{V},$$

где

K_1 – поправочный коэффициент к молярной концентрации раствора соляной кислоты;

V_1 – объём раствора соляной кислоты, $см^3$;

V – объём раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, $см^3$.

Если поправочный коэффициент (K_2) для раствора гидроксида натрия отличается от 1,00 больше чем на ± 0,03, то раствор либо укрепляют, либо разбавляют, либо готовят заново. Для укрепления раствора добавляют гидроксид натрия (порциями по 0,005 г). После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново.

Поправочный коэффициент устанавливают каждый раз при приготовлении новой партии раствора.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Масса навески коагулянта зависит от марки коагулянта и содержания оксида алюминия. Рекомендуемые массы навесок исследуемых проб коагулянта приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Рекомендуемые массы навесок исследуемых проб в зависимости от массовой доли оксида алюминия

Массовая доля оксида алюминия, %	Масса навески, г
от 5 до 11	0,5 – 0,7
св. 11 до 20	0,2 – 0,3
св. 20 до 35	0,1 – 0,15

Коагулянт взвешивают в конической колбе вместимостью 250 $см^3$ на аналитических весах с точностью до 0,0005 г и добавляют около 50 $см^3$ дистиллированной воды. При анализе кристаллического сухого коагулянта нагревают приготовленный раствор на водяной бане (температура водяной бани (85 – 100) °С) до полного растворения коагулянта, раствор охлаждают до комнатной температуры. Затем добавляют 5 $см^3$ раствора хлорида бария с массовой долей 10 % и в случае помутнения раствор оставляют на (10 – 15) минут для оседания осадка. Осадок не отфильтровывают.

Затем к анализируемому раствору добавляют из бюретки 20 $см^3$ раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$ и (3 – 5) капель фенолфталеина, после чего титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/$дм^3$ до исчезновения малиновой окраски.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Основность полиоксихлорида алюминия X (%) вычисляют по формуле

$$X = \left(1 - \frac{(C_1 \cdot V_1 \cdot K_1 - C_2 \cdot V_2 \cdot K_2) \cdot 26{,}982 \cdot 100}{m \cdot 3 \cdot 0{,}5292 \cdot X_1 \cdot 1000}\right) \cdot 100\,\%$$

где

C_1 и C_2 –молярные концентрации, равные 0,2 моль/$дм^3$, гидроксида натрия и соляной кислоты соответственно;

V_1 – объем раствора гидроксида натрия, $см^3$;

V_2 – объем раствора соляной кислоты, $см^3$;

K_1 и K_2 – соответственно поправочные коэффициенты для растворов гидроксида натрия и соляной кислоты;

26,982 – молярная масса алюминия, г/моль;

0,5292 – коэффициент пересчета Al_2O_3 на Al;

m – масса навески коагулянта, г;

X_1 – массовая доля оксида алюминия в коагулянте, %.

После упрощения получается следующая расчетная формула

$$X = \left(1 - \frac{(V_1 \cdot K_1 - V_2 \cdot K_2) \cdot 0{,}34}{m \cdot X_1}\right) \cdot 100\,\%$$

13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений в протоколах, как правило, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \quad \%,$$

где Δ – характеристика абсолютной погрешности результата измерения (%), которую рассчитывают по формуле $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X$, где δ – значение показателя точности основности полиоксихлорида алюминия, % (таблица 1).

Результаты заносят в протокол анализа с точностью до:

от 5 % до 10 % – 0,1%;

от 10 % до 90 % – 1%.

14 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений (X_1, X_2) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результаты измерений считают приемлемыми при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r \qquad (1)$$

Значения предела повторяемости (r) приведены в таблице 3.

При выполнении условия (1) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее арифметическое значение. При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ($X_{лаб1}$, $X_{лаб2}$) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результаты измерений считают приемлемыми при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R \qquad (2)$$

Значения предела воспроизводимости (R) приведены в таблице 3.

При выполнении условия (2) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее арифметическое значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 3 – Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений основности полиоксихлорида алюминия, %	**Предел повторяемости** (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), **r, %**	**Предел воспроизводимости** (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, **R, %**
От 5 до 40 включ.	39	45
Св. 40 до 90 включ	14	20

15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

При реализации методики в лаборатории рекомендуется проводить контроль внутрилабораторной прецизионности результатов измерений (по фактору «время» и/или по фактору «исполнитель»). Для этого из партии рабочих проб выбирают одну пробу коагулянта и делят её на две равные части. Одну часть пробы анализируют вместе с партией рабочих проб, а другую анализируют через определенный промежуток времени (1 – 2 дня) или передают на анализ другому исполнителю.

Два результата измерений признают приемлемыми, если выполняются условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{исп1} - X_{исп2}|}{X_{исп1} + X_{исп2}} \le R_л \qquad (3)$$

и/или

$$200 \cdot \frac{|X_{в1} - X_{в2}|}{X_{в1} + X_{в2}} \le R_л, \qquad (4)$$

где

$X_{исп1}$, $X_{исп2}$ – результаты измерений, полученные разными исполнителями;

$X_{в1}$, $X_{в2}$ – результаты измерений, полученные в разное время;

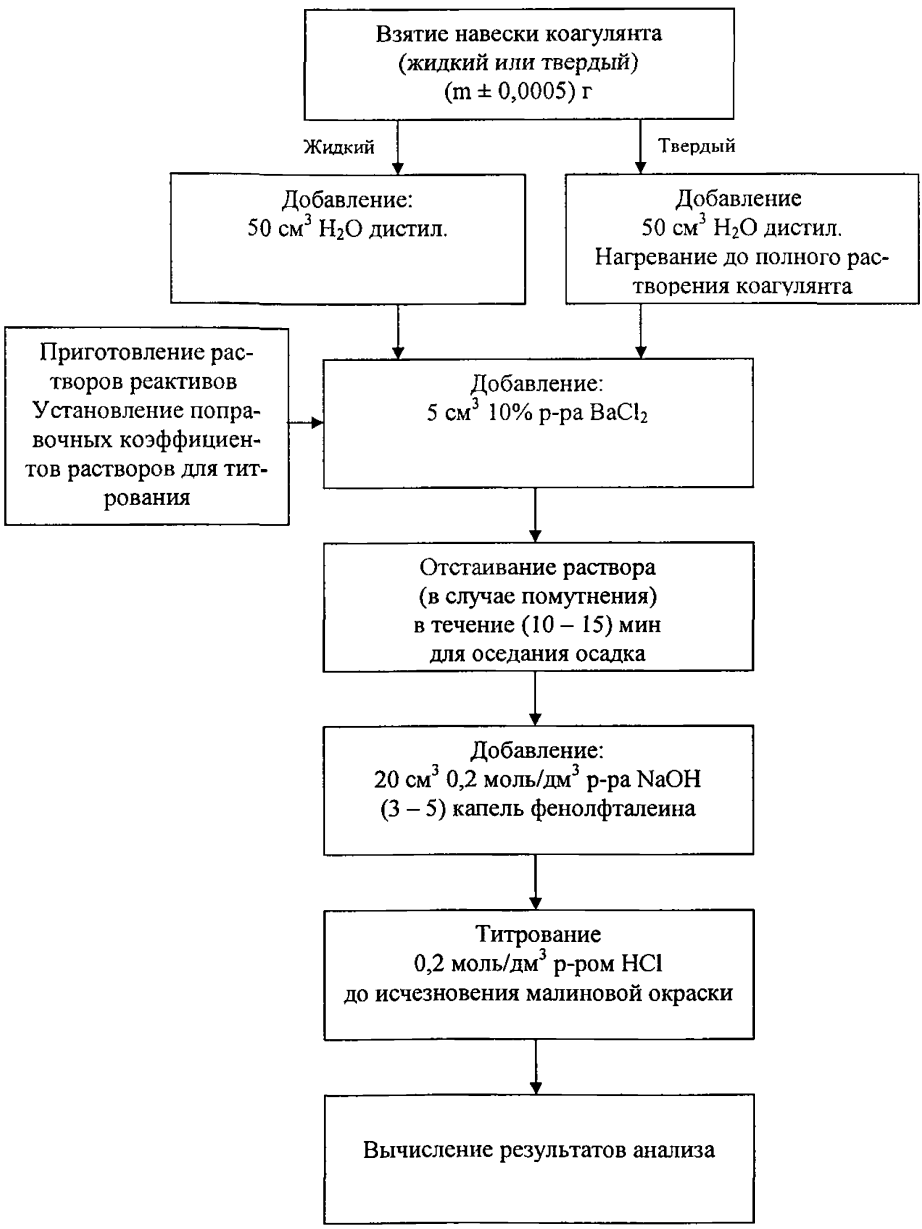
$R_л$ – предел внутрилабораторной прецизионности, установленный в лаборатории при внедрении методики.

Примечание – Допускается $R_л$ рассчитывать по формуле $R_л = \frac{R}{1{,}2}$, где R – предел воспроизводимости методики

Периодичность контроля устанавливают в лаборатории в зависимости от частоты применения настоящего метода анализа. При выполнении анализа реже одного раза в неделю контроль проводится с каждой серией проб, при регулярном выполнении анализа – не реже одного раза в неделю. Контроль проводится также при смене исполнителя анализа, при использовании новой партии любого из реактивов.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Блок-схема проведения анализа



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 88-16207-050-RA.RU.310657-2015

Методика измерений основности полиоксихлорида алюминия титриметрическим методом,

разработанная ЗАО «РОСА» (119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35),

предназначенная для контроля свойств реагентов, используемых для водоподготовки

и регламентированная в документе НДП 40.4.139-2015 «Контроль качества реагентов для водоподготовки. Методика определения основности полиоксихлорида алюминия титриметрическим методом», утвержденной в 2015 г., на 12 стр.

Методика измерений аттестована в соответствии с ФЗ № 102 от 26 июня 2008 г. «Об обеспечении единства измерений»

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства 29 декабря 2015 г.

Начальник АХУ УрО РАН Р.В. Зиновьев

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л.А.Игнатенкова

Россия, 620990, г Екатеринбург, ул Первомайская, 91
Тел /факс (343) 362-33-97

СертиМет

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 88-16207-050-RA.RU.310657-2015
об аттестации методики (метода) измерений
основности полиоксихлорида алюминия титриметрическим методом
на 1 листе
(обязательное)

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений определяемой характеристики, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений

Диапазон измерений основности полиоксихлорида алюминия, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$,%
От 5 до 40 включ.	14	16	32
Св. 40 до 90 включ.	5	7	14

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН Л.А. Игнатенкова

СертиМет

gost.e-ecolog.ru