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

**УТВЕРЖДАЮ**

**Генеральный директор ЗАО «РОСА»**

**А.В. ЧАМАЕВ**

**«21» марта 2016 г.**

# КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕАГЕНТОВ ДЛЯ ВОДОПОДГОТОВКИ. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В ПОЛИОКСИХЛОРИДЕ АЛЮМИНИЯ ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

**НДП 40.4.136-2016**

**Москва**
**2016 г.**

gost.e-ecolog.ru

Сведения об организации-разработчике:

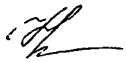
© ЗАО «РОСА», 2016
Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35
Телефон: (495) 502-44-22
Факс: (495) 439-52-13
Электронный адрес: gost.e-ecolog.ru
Адрес сайта: gost.e-ecolog.ru

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 подготовлена на основе методики, описанной в ТУ 2163-069-00205067-2007 ОАО «АУРАТ», совместно со специалистами лаборатории ОАО «АУРАТ».

**РАЗРАБОТЧИКИ:**

| | | |
|---|---|---|
| Инженер 2 категории 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 массовой доли оксида алюминия в полиоксихлориде алюминия различной модификации (полиалюминий гидроксид хлорид, алюминий гидроксид хлорид, алюминий оксихлорид, полиалюминий хлорид) (далее – коагулянт) титриметрическим методом.

Диапазон измерений массовой доли оксида алюминия составляет от 1 % до 35 %.

Методика распространяется на жидкие и порошковые коагулянты на основе полиоксихлорида, 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 выпускаются под разными товарными названиями, например POLYPACS-30, Аква-Аурат, PAX-PS и др.

Оксид алюминия является основным действующим веществом участвующим в образовании хлопьев гидрооксида алюминия, которые собирают на себе взвешенные вещества и прочие загрязнения.

Блок-схема проведения анализа представлена в приложении А.

Продолжительность анализа одной пробы – 4 часов, серии из 10 проб – 8 часов.

# 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 8.135-2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов - рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения.

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 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 3760-79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 3773-72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия.

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

ГОСТ 4174-77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4234-77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе.

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 10652-73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). 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 ИСО 5725–6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

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

ТУ 2163-069-00205067-2007 Технические условия. Полиоксихлорид алюминия марки АКВА-АУРАТ$^{TM}$ различных модификаций.

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 погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

**Таблица 1 – Диапазон измерений массовой доли оксида алюминия, показатели точности измерений**

| **Диапазон измерений массовой доли оксида алюминия, %** | **Показатель повторяемости** (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | **Показатель воспроизводимости** (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$, % | **Показатель точности** (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$, % |
|---|---|---|---|
| От 1 до 35 включ | 2,5 | 5 | 10 |

## 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на том, что в кислой среде катионы алюминия образуют с трилоном Б прочное комплексное соединение. Для увеличения скорости реакции образования комплекса алюминия проводят кипячение раствора пробы коагулянта с трилоном Б, взятом в избытке, в течение 15 мин. Избыток трилона Б в слабо-кислой среде (pH = 5,5 ед. pH) оттитровывается раствором цинка сернокислого в присутствии индикатора ксиленолового оранжевого.

## 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 Иономер (или pH-метр) любого типа с термокомпенсатором или с автоматической температурной компенсацией.

5.1.3 Часы песочные на 5 мин или электронный таймер-секундомер, например RST Sweden TS 04167.

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

5.1.5 Плитка электрическая с регулятором температуры по ГОСТ 14919.

5.1.6 Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий температуру хранения проб и растворов реактивов от 2 °С до 10 °С.

**5.2 Лабораторная посуда**

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

Примечание – Допускается использовать автоматические титраторы

5.2.2 Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

5.2.3 Колбы мерные вместимостью 25; 50; 100; 250; 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.2.4 Капельница по ГОСТ 25336.

5.2.5 Колбы конические вместимостью 100 и 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

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

Примечание – Допускается использовать дозаторы, отвечающие требованиям ГОСТ 28311

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

Примечание – Допускается использовать дозаторы, отвечающие требованиям ГОСТ 28311.

5.2.8 Стаканы из термически и химически стойкого стекла вместимостью 50; 100; 250 и 600 $см^3$ по ГОСТ 25336.

5.2.9 Стекло часовое

5.2.10 Флаконы из темного стекла вместимостью 100; 250; 500 и 1000 $см^3$ для хранения растворов.

5.2.11 Флаконы пластиковые с узким горлом вместимостью 250 и 500 $см^3$.

5.2.12 Шпатели фарфоровые длиной (150 – 200) мм по ГОСТ 9147 или медицинские металлические и пластиковые.

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

**5.3 Реактивы и материалы**

5.3.1 Аммиак водный, ч.д.а. по ГОСТ 3760.

5.3.2 Аммоний хлористый, х.ч. по ГОСТ 3773.

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

5.3.4 Индикатор ксиленоловый оранжевый, ч.д.а. по ТУ 6-09-1509.

5.3.5 Индикатор хромовый тёмно-синий, ч.д.а. по ТУ 6-09-3870.

5.3.6 Индикатор эриохром чёрный Т, ч.д.а. по ТУ 6-09-1760.

5.3.7 Калий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4234.

5.3.8 Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204.

5.3.9 Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

5.3.10 Кислота уксусная (ледяная), х.ч. по ГОСТ 61.

5.3.11 Магний сернокислый 7-водный, стандарт-титр С(1/2 $MgSO_4 \times 7H_2O$)=0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273.

5.3.12 Натрий уксуснокислый 3-водный, ч.д.а. по ГОСТ 199.

5.3.13 Натрий хлористый, х.ч. ГОСТ 4233.

5.3.14 Стандарт-титр для приготовления буферных растворов по ГОСТ 8.135.

5.3.15 Трилон Б (этилендиамин-N,N,N,N-тетрауксусной кислоты динатриевая соль, 2-водная), х.ч. по ГОСТ 10652 или стандарт-титр С(1/2 $C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8 \times 2H_2O$)=0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273.

5.3.16 Цинк сернокислый 7-водный, ч.д.а. по ГОСТ 4174.

5.3.17 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 или калиброваны 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 производится в соответствии с ГОСТ 3885 в пластиковые или стеклянные флаконы с плотно закрывающейся крышкой вместимостью не менее 100 $см^3$. Требуемый объем пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

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

9.3 При выпадении осадка пробу перед анализом необходимо тщательно перемешать.

## 10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 10.1 Приготовление растворов

*10.1.1 Ацетатный буферный раствор со значением pH=(5,5 ± 0,1) ед pH*

(55,00 ± 0,01) г натрия уксуснокислого 3-водного переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и растворяют приблизительно в 500 $см^3$ горячей дистиллированной воды, после охлаждения раствора до комнатной температуры доводят объём раствора в колбе до метки. После этого добавляют 3 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, перемешивают, доводят значение pH раствора до (5,5 ± 0,1) ед.pH, добавляя концентрированную уксусную кислоту для снижения значения pH или добавляя небольшими порциями (примерно по 0,020 г) натрия уксуснокислого 3-водного для повышения значения pH раствора. Значение pH раствора контролируют на pH-метре. Срок хранения раствора – 1 месяц при комнатной температуре.

*10.1.2 Раствор цинка сернокислого 7-водного молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$*

(14,380 ± 0,001) г цинка сернокислого 7-водного переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$ и растворяют приблизительно в 900 $см^3$ дистиллированной воды. Добавляют 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки, перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

*10.1.3 Раствор трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$*

Содержимое ампулы стандарт-титра или навеску (18,6120 ± 0,0005) г трилона Б переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, приблизительно наполовину заполненную дистиллированной водой. Навеску трилона Б растворяют и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой, перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

*10.1.4 Раствор индикатора ксиленолового оранжевого с массовой долей 0,5 %*

(0,25 ± 0,01) г индикатора ксиленолового оранжевого растворяют в (20 - 30) см$^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 50 см$^3$.

Затем доводят объём раствора в колбе дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 1 месяц при комнатной температуре.

*10.1.5 Аммиачный буферный раствор со значением pH = (10,0 ± 0,1) ед pH*

В мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, приблизительно наполовину заполненную дистиллированной водой, помещают (10,0 ± 0,1) г хлористого аммония и 50 см$^3$ водного аммиака, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Значение pH буферного раствора контролируют на pH-метре. Срок хранения раствора – 3 месяца при температуре (2 – 10) °С.

Примечание – Рекомендуется периодически перед применением буферного раствора проверять его значение pH Если значение pH изменилось более чем на 0,1 ед pH, то готовят новый буферный раствор

*10.1.5 Раствор индикатора эриохрома чёрного Т с массовой долей 0,5 %*

(0,50 ± 0,05) г индикатора эриохрома черного Т помещают в стакан вместимостью не менее 100 см$^3$, добавляют 20 см$^3$ аммиачного буферного раствора (pH=10), тщательно перешивают и добавляют 80 см$^3$ этилового спирта. Срок хранения раствора – 10 суток при комнатной температуре во флаконе из темного стекла.

Примечание – Допускается вместо индикатора эриохрома черного Т использовать индикатор хромовый темно-синий, раствор которого готовят аналогичным способом Срок хранения этого раствора во флаконе из темного стекла – 3 месяца при комнатной температуре

*10.1.6 Приготовление сухой индикаторной смеси эриохрома черного Т*

(0,25 ± 0,01) г эриохрома черного Т смешивают с (25,0 ± 0,1) г хлористого натрия или калия и тщательно растирают в ступке. Срок хранения смеси – 1 год при комнатной температуре во флаконе из тёмного стекла.

*10.1 7 Раствор магния сернокислого 7-водного молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$*

Содержимое одной ампулы стандарт-титра переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм$^3$, доводят объём раствора в колбе до метки и перемешивают. Срок хранения раствора – 6 месяцев при при температуре (2 – 10) °С.

*10.1.8 Раствор соляной кислоты с массовой долей 10 %*

Раствор соляной кислоты готовят согласно ГОСТ 4517.

25 см$^3$ концентрированной соляной кислоты добавить к 75 см$^3$ дистиллированной воды, раствор перемешать и перелить во флакон из тёмного стекла для хранения раствора. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

**10.2 Установление поправочного коэффициента к молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$ раствора трилона Б**

В коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ вносят 10 см$^3$ раствора сернокислого магния молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$ и добавляют 90 см$^3$ дистиллированной воды. Добавляют 5 см$^3$ аммиачного буферного раствора (pH = 10 ед. pH) и 5 – 7 капель раствора индикатора эриохрома чёрного Т или хромового темно-синего, или добавляют от 0,05 до 0,1 г сухой индикаторной смеси. Титруют при сильном взбалтывании раствором трилона Б до изменения окраски индикатора в точке эквивалентности. Окраска должна стать синей с зеленоватым оттенком при прибавлении индикатора эриохрома черного Т или синей с фиолетовым оттенком при использовании индикатора хромового темно-синего.

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

Поправочный коэффициент ($K_1$) рассчитывают по формуле с точностью до четвертого знака

$$K_1 = \frac{V}{V_1}, \qquad (1)$$

где

V – объём раствора сернокислого магния молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$, взятого для определения поправочного коэффициента (10), см$^3$;

$V_1$ – объём раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$, израсходованного на титрование, см$^3$.

Если поправочный коэффициент ($K_1$) раствора трилона Б отличается от 1,00 больше чем на ± 0,03, то раствор укрепляют, разбавляют или готовят заново. Для укрепления раствора добавляют небольшими порциями (примерно по 0,020 г) Трилон Б. После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново.

**10.3 Установление поправочного коэффициента к раствору цинка сернокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$**

В коническую колбу вместимостью 250 см$^3$ помещают 25 см$^3$ раствора цинка сернокислого 7-водного молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$, прибавляют около 70 см$^3$ воды, 5 см$^3$ аммиачного буферного раствора (pH=10), около 0,1 г сухой индикаторной смеси эриохрома черного Т и титруют из бюретки раствором трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$ до перехода фио-

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

Поправочный коэффициент раствора сернокислого цинка ($K_2$) рассчитывают по формуле с точностью до четвертого знака

$$K_2 = \frac{V \cdot K_1}{25}, \qquad (2)$$

где

V – объём раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$, израсходованный на титрование, см$^3$;

$K_1$ – поправочный коэффициент раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$;

25 – объём раствора цинка сернокислого 7-водного молярной концентрации 0,05 моль/дм$^3$, взятого для определения поправочного коэффициента, см$^3$.

Если поправочный коэффициент ($K_2$) раствора сернокислого цинка отличается от 1,00 больше чем на ± 0,03, то раствор укрепляют, разбавляют или готовят заново. Для укрепления раствора добавляют небольшими порциями (примерно по 0,020 г) цинк сернокислый. После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново. Поправочный коэффициент проверяют один раз в месяц при соблюдении условий хранения раствора.

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 11.1 Подготовка пробы твердых образцов коагулянта

Перед анализом пробу усредняют и сокращают. Для этого пробу переносят в пластиковую банку с широким горлом и плотно закрывающейся крышкой. Банку выбирают таким образом, чтобы проба занимала не более 2/3 её объёма.

Пробу перемешивают в закрытой банке, держа банку горизонтально и встряхивают (6 – 8) раз. После этого банку ставят на стол и оставляют в покое, выжидая несколько минут, чтобы проба «не пылила». Открывают банку и отбирают 1 шпатель (примерно (3 – 5) г коагулянта) во флакон меньшего объёма. Затем пробу снова перемешивают в банке и вновь отбирают единичную пробу в тот же флакон. Эту процедуру повторяют (5 – 7) раз, все единичные пробы перемешивают и получают усредненную аналитическую пробу, из которой отбирают навеску для анализа.

### 11.2 Проведение анализа

Навеску порошка или жидкого коагулянта взвешивают с точностью до 0,0005 г на аналитических весах в конической колбе вместимостью 250 см$^3$. Масса навески зависит от марки реагента и содержания оксида алюминия. Рекомендуемые массы навесок исследуемых проб приведены в таблице 2

**Таблица 2 – Рекомендуемые массы навесок исследуемых проб в зависимости от содержания оксида алюминия**

| Содержание оксида алюминия, % | Масса навески, г |
|---|---|
| от 1 до 11 вкл. | 0,40 – 0,55 |
| св. 11 до 20 вкл. | 0,25 – 0,35 |
| св. 20 до 35 вкл. | 0,15 – 0,2 |

К навеске добавляют 25 $см^3$ раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$ и (80 – 100) $см^3$ дистиллированной воды. Накрывают колбу часовым стеклом или маленькой воронкой и нагревают на электроплитке при слабом кипении в течение 15 мин.

Примечание – При анализе высокоосновных коагулянтов на основе полиоксихлорида после добавления трилона Б возможно появление опалесценции (или помутнение раствора). В этом случае к анализируемому раствору добавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты массовой доли 10 %.

После кипячения обмывают часовое стекло (воронку) и конденсат со стенок колбы дистиллированной водой. Охлаждают колбу до комнатной температуры и добавляют 25 $см^3$ ацетатного буферного раствора (pH=5,5 ед. pH), 3 – 5 капель раствора ксиленолового оранжевого и титруют избыток трилона Б раствором цинка сернокислого до перехода окраски из жёлтой в розовую.

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю оксида алюминия X (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(V_1 \ K_1 - V_2 \cdot K_2)] \cdot 0{,}002549}{m \ V_3} \cdot 100, \qquad (3)$$

где

$V_1$ – объём раствора трилона Б молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$, взятый для анализа, $см^3$;

$V_2$ – объём раствора сернокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$, пошедший на титрование анализируемого раствора, $см^3$;

$K_1$ и $K_2$ – поправочные коэффициенты для растворов трилона Б и сернокислого цинка соответственно;

0,002549 – масса оксида алюминия, реагирующая с 1 $см^3$ раствора сернокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$, г;

$V_3$ – 1 $см^3$ раствора сернокислого цинка молярной концентрации 0,05 моль/$дм^3$;

m – масса коагулянта, взятая для анализа, г.

## 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

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

где $\Delta$ – характеристика абсолютной погрешности результата измерения (%), которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \qquad (4)$$

где $\delta$ – значение показателя точности измерений массовой доли оксида алюминия, % (таблица 1).

Результаты заносят в протокол анализа с точностью до 0,1%.

## 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:

$$200 \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \le r \qquad (5)$$

Значения предела повторяемости (r) приведены в таблице 3.

При выполнении условия (5) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используется 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:

$$200 \cdot \frac{|X_{лаб1} - X_{лаб2}|}{X_{лаб1} + X_{лаб2}} \le R \qquad (6)$$

Значения предела воспроизводимости (R) приведены в таблице 3.

При выполнении условия (6) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используется 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 массовой доли оксида 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 1 до 35 включ | 7 | 14 |

## 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:

$$200 \cdot \frac{|X_{исп1} - X_{исп2}|}{X_{исп1} + X_{исп2}} \le R_{л} \qquad (7)$$

и/или

$$200 \cdot \frac{|X_{в1} - X_{в2}|}{X_{в1} + X_{в2}} \le R_{л}, \qquad (8)$$

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

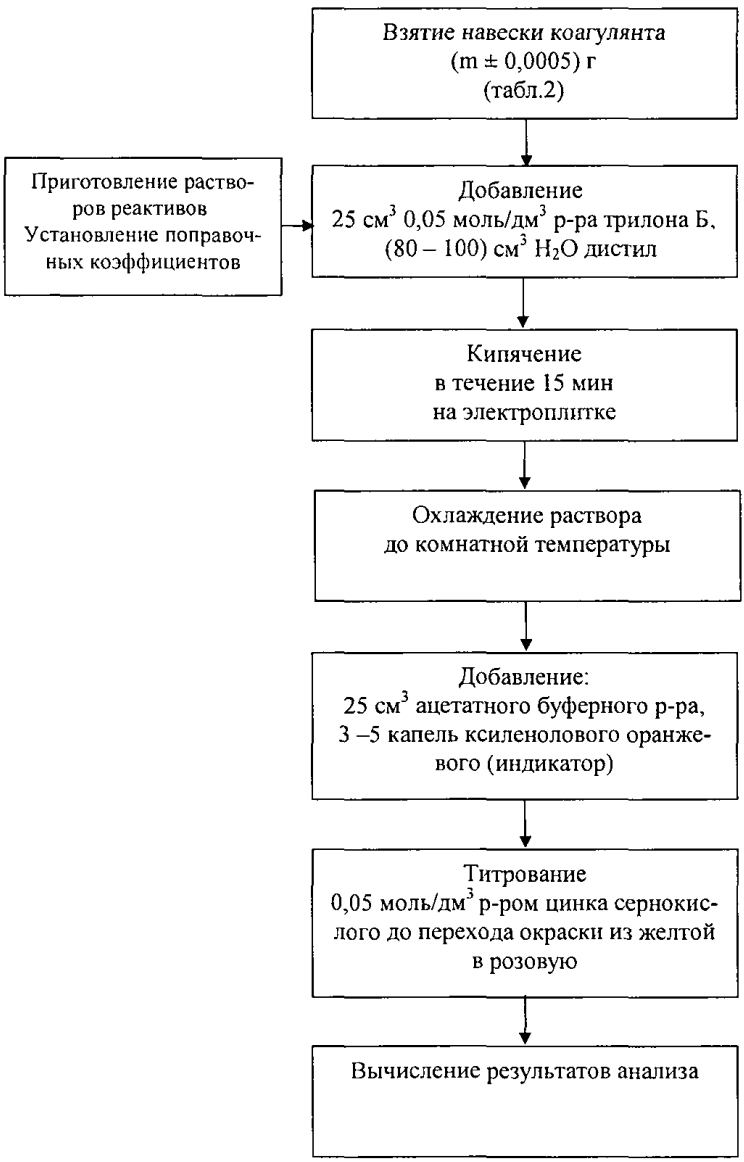
$$R_{л} = \frac{R}{1{,}2}, \qquad (9)$$

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

## № 88-16207-028-RA.RU.310657-2016

***Методика измерений массовой доли оксида алюминия в полиоксихлориде алюминия титриметрическим методом,***

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

предназначенная для контроля качества реагентов для водоподготовки

и регламентированная в документе НДП 40.4.136-2016 «Контроль качества реагентов для водоподготовки. Методика определения содержания оксида алюминия в полиоксихлориде алюминия титриметрическим методом», утвержденном в 2016 г., на 13 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 24 февраля 2016 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 № 88-16207-028-RA.RU.310657-2016**
об аттестации методики (метода) измерений
массовой доли оксида алюминия в полиоксихлориде 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 массовой доли оксида алюминия, % | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$, % | Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm\delta$ ,% |
|---|---|---|---|
| От 1 до 35 включ. | 2,5 | 5 | 10 |

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

СертиМет

gost.e-ecolog.ru