МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
18165—
2014**

ВОДА

Методы определения содержания алюминия

**(ISO 10566:1994, NEQ,
ISO 12020:1997, NEQ,
ISO 11885:2007, NEQ)**

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор» совместно с ООО «Люмэкс-маркетинг» и Закрытым акционерным обществом «Центр исследования и контроля воды»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии, Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 20 октября 2014 г. № 71-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 ноября 2014 г. № 1534-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 18165—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения следующих международных стандартов:

ISO 10566:1994 Water quality — Determination of aluminium — Spectrometric method using pyrocatechol violet (Качество воды. Определение алюминия. Спектрометрический метод с применением пирокатехинового фиолетового) в части раздела 5;

ISO 12020:1997 Water quality — Determination of aluminium — Atomic absorption spectrometric methods (Качество воды. Определение алюминия. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии) в части раздела 8;

ISO 11885:2007 Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) [Качество воды. Определение ряда элементов методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС)] в части раздела 9.

Степень соответствия — неэквивалентная (NEQ)

6 ВЗАМЕН ГОСТ 18165—89

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2015

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор проб 3
4 Требования к условиям проведения определений 3
5 Фотометрический метод с использованием пирокатехинового фиолетового (метод А) 3
6 Фотометрический метод с использованием алюминона (метод Б) 10
7 Флуориметрический метод с использованием люмогаллиона (метод В) 13
8 Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (метод Г) 16
9 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (метод Д) 19
Приложение А (рекомендуемое) Градуировочные растворы алюминия для метода Д 22
Приложение Б (справочное) Рекомендуемые длины волн излучения, пределы обнаружения алюминия и мешающее влияние элементов при определении алюминия по методу Д 22
Библиография 23

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДА

Методы определения содержания алюминия

Water. Methods for determination of aluminum content

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую, в том числе расфасованную в емкости, природную и сточную воду и устанавливает следующие методы определения содержания алюминия:

- фотометрический метод с использованием пирокатехинового фиолетового в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,50 мг/дм^3 в питьевой и природной воде (метод А);
- фотометрический метод с использованием алюминона в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,04 до 0,56 мг/дм^3 в питьевой и природной воде (метод Б);
- флуориметрический метод с использованием люмогаллиона в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,50 мг/дм^3 в питьевой и природной воде (метод В);
- метод атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,10 мг/дм^3 в природной и сточной воде, в том числе очищенной (метод Г);
- метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой в диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,01 до 50 мг/дм^3 в природной и сточной воде, в том числе очищенной (метод Д).

Если массовая концентрация алюминия в пробе превышает верхнюю границу диапазона измерений для соответствующего метода, то пробу после обработки по 3.2 разбавляют дистиллированной водой, но не более чем в 100 раз.

Метод А может быть использован для определения растворенных форм алюминия в морской воде.

Настоящий стандарт не распространяется на определение алюминия, входящего в состав нерастворимых в воде соединений, не разрушаемых соляной или азотной кислотой (например, оксид алюминия, многие алюмосиликаты).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 17.1.5.05—85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

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

ГОСТ 1381—73 Уротропин технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля*

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 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике**

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10733—98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия

ГОСТ 10929—76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 11088—75 Реактивы. Магний нитрат 6-водный. Технические условия

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия

ГОСТ 20478—75 Реактивы. Аммоний надсернокислый. Технические условия

ГОСТ 23350—98 Часы наручные и карманные электронные. Общие технические условия

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

ГОСТ 26272—98 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

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

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31861—2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862—2012 Вода питьевая. Отбор проб***

ГОСТ 32220—2013 Вода питьевая, расфасованная в емкости. Общие технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом 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.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 56237—2014 (ИСО 5667-5:2006) «Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах».

3 Отбор проб

3.1 Пробы воды отбирают по ГОСТ 31861, ГОСТ 31862 и ГОСТ 17.1.5.05 в емкости из полимерных материалов. Объем отбираемой пробы составляет не менее 100 $см^3$.

3.2 Пробу анализируемой воды консервируют, если ее анализ проводят позднее чем через 12 ч после отбора. Для консервации к пробе добавляют (желательно на месте отбора или при поступлении в лабораторию) концентрированную азотную кислоту из расчета 3 $см^3$ кислоты на 1000 $см^3$ пробы, если определение проводят по методам А, Г и Д. Если определение проводят по методам Б и В, то добавляют соляную кислоту из расчета 3 $см^3$ кислоты (метод Б) или 1 $см^3$ (метод В) на 1000 $см^3$ пробы. При этом pH законсервированной пробы должен быть менее двух (контроль по универсальной индикаторной бумаге). При необходимости добавляют дополнительное количество азотной (соляной) кислоты, пока значение pH пробы не будет менее двух.

3.3 Пробы, не подвергавшиеся консервации, подкисляют согласно 3.2 и выдерживают до начала анализа не менее чем 2 ч.

Примечание — При анализе проб питьевой воды из систем централизованного водоснабжения время выдержки после подкисления может быть сокращено до 15 мин.

3.4 Если требуется определение только растворенных форм алюминия, то пробу анализируемой воды как можно скорее после отбора, но не позднее чем через 4 ч, фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Отфильтрованную пробу анализируемой воды подкисляют (консервируют) согласно 3.2.

3.5 Срок хранения законсервированных проб при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 месяца. Проба не должна подвергаться воздействию прямого солнечного света.

3.6 Отбор проб питьевой воды, расфасованной в емкости, сроки и условия хранения — по ГОСТ 32220.

4 Требования к условиям проведения определений

4.1 При подготовке к выполнению измерений и при их проведении необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

4.2 Приготовление растворов проводят при температуре окружающей среды от 15 °С до 25 °С.

4.3 Все растворы, если это не оговорено особо, следует хранить при комнатной температуре в закрытых емкостях. Растворы, используемые в методе А, хранят в сосудах из полимерных материалов.

4.4 Лаборатории, проводящие измерения, и требования к компетентности испытателей должны соответствовать ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

5 Фотометрический метод с использованием пирокатехинового фиолетового (метод А)

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании окрашенного комплексного соединения в результате реакции ионов алюминия с пирокатехиновым фиолетовым с последующим фотометрическим определением в диапазоне длин волн от 570 до 590 нм и расчетом массовой концентрации алюминия в пробе анализируемой воды.

5.1.1 Мешающие влияния

При низкой концентрации алюминия в пробе наибольшее влияние на результаты оказывает алюминий, вымывающийся из материала сосудов для хранения и анализа.

Фторид-ионы образуют стабильные комплексы с алюминием и мешают его определению. Добавление ионов магния, которые образуют более стабильный комплекс с фторидом, в раствор смешанного реагента (см. 5.3.7) устраняет это отрицательное влияние.

Железо образует окрашенный комплекс с пирокатехиновым фиолетовым и создает помехи определению алюминия. Это отрицательное влияние устраняется добавлением аскорбиновой кислоты и 1,10-фенантролинмоногидрата в раствор смешанного реагента (см. 5.3.7).

Окрашенные соединения мешают определению алюминия в том случае, когда значение оптической плотности (в пересчете на кювету с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм) превышает 0,050 единиц оптической плотности. Гуминовые вещества, равно как и другие органические соединения, которые образуют комплексные соединения с алюминием, могут также оказывать мешающее влияние. Эти помехи устраняют минерализацией по стандартам [1] и [2] или смесью пероксида водорода и азотной кислоты (см. 8.3.9).

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Фотометр, спектрофотометр, фотоэлектроколориметр, фотометрический анализатор (далее — прибор), позволяющий измерять оптическую плотность раствора в диапазоне длин волн от 400 до 700 нм при допускаемой абсолютной погрешности измерения коэффициента направленного пропускания не более ± 2 % в оптических кюветах с толщиной поглощающего свет слоя от 10 до 50 мм.

Межгосударственный стандартный образец состава водных растворов ионов алюминия массовой концентрации 1 г/дм^3 с относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 2 % при доверительной вероятности P = 0,95.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,001 г.

pH-метр любого типа, обеспечивающий измерение pH с допускаемой абсолютной погрешностью ± 0,05 единиц pH.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные типов 1—3 исполнений 1(1а) или 2(2а) 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3 по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой исполнений 2 или 2а 2-го класса точности вместимостью 10, 25 см^3 по ГОСТ 29169.

Цилиндры мерные 2-10-2, 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770.

Дозаторы пипеточные одноканальные с переменным объемом, предназначенные для использования в диапазоне от 0,1 до 10,0 см^3 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311.

Бидистиллятор стеклянный или установка для получения деионизованной воды.

Стаканы или конические колбы из полимерного материала вместимостью 50, 200 см^3.

Стаканы кварцевые по ГОСТ 19908 или стеклянные термостойкие любого исполнения вместимостью 50 и 150 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические термостойкие вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные или конические вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336.

Стаканы стеклянные химические любого исполнения вместимостью 50, 100, 250, 500, 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Фильтры мембранные с порами диаметром 0,45 и 5,0 мкм.

Устройство для фильтрования проб через мембранные фильтры.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

Баня песчаная любого типа или плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий температуру от 2 °С до 8 °С.

Секундомер механический или электронный, или часы механические по ГОСТ 10733, или часы электронные по ГОСТ 23350, или часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 26272 любой марки, или таймер.

Натрий уксуснокислый 3-водный кристаллический по ГОСТ 199, ос. ч. или х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Вода бидистиллированная или деионизованная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, перегнанная повторно в аппаратуре из кварца или стекла либо пропущенная через колонку с ионообменными смолами по ГОСТ 20298 и ГОСТ 20301), или вода для лабораторного анализа степени чистоты 1 или 2 по ГОСТ ISO 3696 (далее — бидистиллированная вода).

Кислота аскорбиновая фармакопейная.

Кислота уксусная ледяная ос. ч. или по ГОСТ 61, х. ч.

Кислота азотная ос. ч. по ГОСТ 11125.

Натрий углекислый кислый (бикарбонат натрия) по ГОСТ 4201, х. ч.

Магний сернокислый 7-водный по ГОСТ 4523, х. ч.

Уротропин ($C_6H_{12}N_4$) по ГОСТ 1381.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929, х. ч.

Примечание — Не допускается применение стабилизированного пероксида водорода.

1,10-Фенатролинмоногидрат ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$), ч. д. а.

Пирокатехиновый фиолетовый.

Бумага индикаторная универсальная.

Примечания

1 Допускается применять другие средства измерений, вспомогательное оборудование с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных в настоящем стандарте, а также химические реактивы более высокой квалификации.

2 Растворы следует хранить в плотно закрытых сосудах из полимерных материалов, не подвергая их, по возможности, воздействию яркого света.

3 Путем анализа холостых проб в соответствии с требованиями конкретного метода необходимо до начала анализа проб убедиться в том, что термостойкие стаканы (конические колбы), применяемые при обработке проб кислотами при нагревании, не выделяют алюминий.

4 Перед применением мембранные фильтры очищают кипячением в течение 10 мин в растворе азотной кислоты по 5.3.4 или 8.3.1 и затем тщательно промывают бидистиллированной водой до нейтральной реакции.

5.3 Подготовка к измерениям

5.3.1 Подготовка посуды

Всю используемую для отбора, хранения, транспортирования и анализа проб посуду промывают разбавленной 1:1 азотной кислотой, затем большим количеством водопроводной и/или дистиллированной воды и ополаскивают 3—4 раза бидистиллированной водой. Не допускается обрабатывать посуду смесями, содержащими соединения хрома.

5.3.2 Приготовление раствора пирокатехинового фиолетового массовой концентрации 500 мг/дм^3

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 растворяют (0,050 ± 0,001) г пирокатехинового фиолетового примерно в 20 см^3 бидистиллированной воды (см. 5.2) и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора — не более 1 месяца.

Примечание — Следует учитывать, что пирокатехиновый фиолетовый имеет различные характеристики от партии к партии. Раствор пирокатехинового фиолетового считают пригодным для целей настоящего стандарта, если градуировочный раствор алюминия массовой концентрацией 0,1 мг/дм^3, обработанный по 5.3.10, дает при измерениях в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм по 5.3.12.1 значение оптической плотности, равное (0,20 ± 0,05) единиц оптической плотности.

5.3.3 Приготовление раствора уротропина

В мерной колбе вместимостью 500 см^3, наполовину заполненной бидистиллированной водой (см. 5.2), растворяют 210 г уротропина и доводят до метки бидистиллированной водой.

Раствор стабилен при хранении при температуре не ниже 15 °С (во избежание кристаллизации) не более 2 месяцев.

5.3.4 Приготовление раствора азотной кислоты объемной долей 0,4 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3, заполненную бидистиллированной водой (см. 5.2) примерно наполовину, вносят дозатором или мерным цилиндром 4 см^3 азотной кислоты и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора — не более 6 месяцев.

5.3.5 Приготовление исходного раствора алюминия массовой концентрации 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 1 см^3 стандартного образца состава раствора ионов алюминия и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4).

Срок хранения приготовленного раствора — не более 1 месяца.

5.3.6 Приготовление промежуточного раствора алюминия массовой концентрации 1 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 исходного раствора алюминия (5.3.5) и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4).

Срок хранения приготовленного раствора — не более 14 суток.

5.3.7 Приготовление раствора смешанного реагента

В емкость из полимерного материала вместимостью 200 см^3 вносят 70 см^3 бидистиллированной воды (см. 5.2), добавляют пипеткой 1,0 см^3 концентрированной азотной кислоты, затем добавляют 25,0 г сернокислого магния (см. 5.2), 5 г аскорбиновой кислоты, 0,25 г 1,10-фенатролинмоногидрата и 5 см^3

исходного раствора алюминия (5.3.5). Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора — не более 1 месяца.

Примечание — Добавление точного объема исходного раствора алюминия существенно для достижения линейности градуировочной характеристики.

5.3.8 Приготовление раствора бикарбоната натрия молярной концентрации 2 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 500 см^3 растворяют 85 г бикарбоната натрия примерно в 400 см^3 бидистиллированной воды (см. 5.2) и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора — не более 3 месяцев.

Примечание — Раствор бикарбоната натрия применяют для увеличения pH пробы. Для этой цели не следует применять гидроокись натрия, т. к. она обычно сильно загрязнена алюминием.

5.3.9 Приготовление градуировочных растворов

Для диапазона высоких значений массовой концентрации алюминия (например, от 0,05 до 0,50 мг/дм^3) готовят градуировочные растворы следующим образом. В ряд мерных колб вместимостью 100 см^3 вносят градуированной пипеткой 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 исходного раствора алюминия массовой концентрации 10 мг/дм^3 (5.3.5) и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4). Массовая концентрация алюминия в приготовленных растворах составляет 0,00; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 и 0,50 мг/дм^3 соответственно. Градуировочный раствор, не содержащий алюминия, является холостой пробой для градуировки.

Для диапазона низких значений массовой концентрации алюминия (например, от 0,01 до 0,05 мг/дм^3) готовят градуировочные растворы следующим образом. В серию мерных колб вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 0,0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см^3 промежуточного раствора алюминия массовой концентрации 1 мг/дм^3 (5.3.6) и доводят до метки раствором азотной кислоты (5.3.4). Массовая концентрация алюминия в приготовленных растворах составляет 0,00; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04 и 0,05 мг/дм^3 соответственно. Градуировочный раствор, не содержащий алюминия, является холостой пробой для градуировки.

Градуировочные растворы готовят в день использования.

5.3.10 Приготовление окрашенных растворов

Из каждого градуировочного раствора, включая холостую пробу для градуировки (см.5.3.9), готовят окрашенные растворы.

Для этого в емкость из полимерного материала вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 25 см^3 соответствующего градуировочного раствора, добавляют пипеткой или дозатором при перемешивании 1,0 см^3 раствора смешанного реагента (5.3.7), 1,0 см^3 раствора пирокатехинового фиолетового (5.3.2) и 5,0 см^3 раствора уротропина (5.3.3). Каждый приготовленный раствор выдерживают перед измерением не менее 15 мин при комнатной температуре. Измерение проводят до истечения 60 мин с момента добавления раствора уротропина. Значение pH приготовленных растворов должно быть (5,9 ± 0,1). При невыполнении этого условия находят и устраняют причины несоответствия, после чего растворы готовят заново. Порцию раствора, в которой измеряли значение pH, для измерений оптической плотности не используют.

5.3.11 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. При использовании прибора, снабженного монохроматором, устанавливают рабочую длину волны 580 нм, при использовании фильтровых приборов выбирают светофильтр, имеющий максимум поглощения, максимально близкий к этому значению.

5.3.12 Градуировка прибора

5.3.12.1 Измеряют три раза оптическую плотность подготовленных по 5.3.10 градуировочных растворов и холостой пробы для градуировки при длине волны 580 нм в оптической кювете с необходимой толщиной поглощающего свет слоя, используя в качестве раствора сравнения бидистиллированную воду (см.5.2).

Используют два диапазона измерений:

- с кюветой с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм — для диапазона массовой концентрации алюминия в пробе воды от 0,01 до 0,05 мг/дм^3;
- с кюветой с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм — для диапазона массовой концентрации алюминия в пробе воды от 0,05 до 0,50 мг/дм^3.

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднеарифметическое значение полученных значений оптической плотности.

5.3.12.2 Устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости среднеарифметических значений оптической плотности градуировочных растворов за вычетом оптической плотности холостой пробы для градуировки от массовой концентрации алюминия.

При этом:

- если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, то градуировочную характеристику устанавливают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора;

- если прибор не предусматривает проведения автоматизированной градуировки, то полученные градуировочные характеристики обрабатывают методом линейной регрессии с использованием предназначенного для этих целей программного обеспечения. При отсутствии такой возможности рассчитывают угловой коэффициент градуировочной характеристики b, единицы оптической плотности · дм^3 · мг$^{-1}$, по формуле

$$b = \frac{\sum_{i=1}^{l} C_i A_i}{\sum_{i=1}^{l} (C_i)^2}, \quad (1)$$

где l — число градуировочных растворов;

C_i — массовая концентрация алюминия в i-м градуировочном растворе, мг/дм^3;

A_i — среднеарифметическое значение оптической плотности i-го градуировочного раствора за вычетом оптической плотности холостой пробы для градуировки, единицы оптической плотности.

Примечание — Программное обеспечение к некоторым приборам позволяет вычислять градуировочный коэффициент K, равный $1/b$.

5.3.12.3 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверка приемлемости градуировочной характеристики с использованием компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

Если прибор не имеет программного обеспечения, предусматривающего проведение автоматизированной градуировки, то для каждого градуировочного раствора рассчитывают значение углового коэффициента градуировочной характеристики b_i, единицы оптической плотности · дм^3 · мг$^{-1}$, по формуле

$$b_i = \frac{A_i}{C_i}, \quad (2)$$

где A_i — среднеарифметическое значение оптической плотности i-го градуировочного раствора за вычетом среднеарифметического значения оптической плотности холостой пробы для градуировки, единицы оптической плотности;

C_i — массовая концентрация алюминия в i-м градуировочном растворе, мг/дм^3.

Градуировочную характеристику признают приемлемой при выполнении в каждой градуировочной точке условия

$$100\frac{|b_i - b|}{b} \le G_0, \quad (3)$$

где b_i — значение устойчивого коэффициента градуировочной характеристики, вычисляемое по формуле (2), единицы оптической плотности · дм^3/мг;

b — значение углового коэффициента градуировочной характеристики, вычисленное по формуле (1) (см. 5.3.12.2), единицы оптической плотности · дм^3/мг;

G_0 — норматив контроля приемлемости градуировочной характеристики, %, равный:

- 13 % — для диапазона массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,05 мг/дм^3 включительно;
- 10 % — для диапазона массовой концентрации алюминия свыше 0,05 до 0,50 мг/дм^3 включительно.

Если это условие не выполняется, то установление градуировочной характеристики повторяют.

5.3.12.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют в каждом диапазоне (5.3.12) ежемесячно, а также при замене реактивов, после длительного простоя или ремонта прибора. Для контроля используют один или два заново приготовленных градуировочных раствора по 5.3.9, обработанных по 5.3.10.

Проводят измерение контрольных растворов по 5.3.12.1.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$100\frac{\left|X_{гр}-C\right|}{C}\le G_{гр}, \qquad (4)$$

где $X_{гр}$ — массовая концентрации алюминия в градуировочном растворе, полученная при контрольном измерении, мг/дм^3;

C — массовая концентрация алюминия в градуировочном растворе по процедуре приготовления, мг/дм^3;

$G_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, установленный в лаборатории при реализации метода, %, равный:

- 15 % — для диапазона массовой концентрации алюминия от 0,01 до 0,10 мг/дм^3 включительно;
- 12 % — для диапазона массовой концентрации алюминия свыше 0,10 до 0,50 мг/дм^3 включительно.

Если условие (4) не выполняется, то проводят повторное измерение для этого градуировочного раствора (свежеприготовленного). Если градуировочная характеристика вновь нестабильна, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют контроль с использованием не менее двух других свежеприготовленных градуировочных растворов. При повторном обнаружении нестабильности устанавливают новую градуировочную характеристику.

Если контроль стабильности градуировочной характеристики проводят после смены реактивов, то обязательно готовят холостую пробу для градуировки и сопоставляют ее значение со значением, полученным с предыдущей партией реактивов. Это особенно важно при определении низкого содержания алюминия в пробе (в диапазоне до 0,05 мг/дм^3). Если наблюдаемое изменение оптической плотности соответствует значению массовой концентрации алюминия не более ± 0,005 мг/дм^3, то делают вывод о том, что смена партии реактивов не оказывает значимого влияния на результаты измерений. При получении больших по абсолютной величине отрицательных значений градуировочную характеристику устанавливают заново. При получении больших по абсолютной величине положительных значений делают вывод о недостаточной чистоте реактивов новой партии, находят и устраняют причины загрязнений и заново устанавливают градуировочную характеристику.

5.3.13 Подготовка пробы воды

В емкость из полимерного материала вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой аликвоту 25 см^3 пробы анализируемой воды, подготовленной по 3.2 или 3.3. Перед отбором аликвоты пробу, подготовленную по 3.2 или 3.3, фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм, если она содержит видимый невооруженным глазом осадок или взвесь.

К отобранной аликвоте добавляют при перемешивании 1,0 см^3 раствора смешанного реагента (см. 5.3.7), 1,0 см^3 раствора пирокатехинового фиолетового (см. 5.3.2) и 5,0 см^3 раствора уротропина (см. 5.3.3), используя пипетки или дозаторы.

Аналогично подготавливают холостую пробу, заменяя пробу анализируемой воды раствором азотной кислоты по 5.3.4. Если пробу воды подвергали минерализации (см. 5.1.1), то вместо раствора азотной кислоты используют бидистиллированную воду (см. 5.2), которую проводят через все процедуры на стадии минерализации.

Примечание — Если pH приготовленного раствора отличается от значения 5,9 ± 0,1, то следует убедиться в том, что значение pH анализируемой пробы, подготовленной по 3.2 или 3.3, составляет от 1,2 до 1,5 и при необходимости доводят pH пробы до указанных значений при помощи раствора бикарбоната натрия по 5.3.8. При вычислении результатов измерений (5.5) вносят поправку на изменение объема пробы, если оно превышает 5 %. Особое внимание следует обратить на необходимость коррекции pH проб после минерализации (5.1.1).

Пробу выдерживают перед измерением не менее 15 мин. Измерение проводят до истечения 60 мин с момента добавления раствора уротропина.

5.4 Порядок проведения измерений

Проводят не менее трех раз измерение оптической плотности пробы анализируемой воды и холостой пробы, подготовленных по 5.3.13, относительно бидистиллированной воды. Кювету выбирают в зависимости от диапазона измеряемых концентраций (см. 5.3.12.1).

Рассчитывают среднеарифметическое значение полученных значений.

Если значение оптической плотности подготовленной пробы выходит за верхний предел диапазона градуировочной характеристики, то пробу воды, законсервированную по 3.2, разбавляют раствором азотной кислоты (5.3.4) с использованием мерной колбы и проводят операции по 5.3.13 с разбавленной пробой.

Коэффициент разбавления f рассчитывают по формуле

$$f = \frac{V_к}{V_а}, \quad (5)$$

где $V_к$ — объем мерной колбы, использованный для разбавления пробы, см^3;

$V_а$ — объем аликвоты пробы, отобранный для разбавления, см^3.

5.5 Обработка результатов измерений

5.5.1 При наличии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации порядок обработки результатов определяется руководством (инструкцией) по эксплуатации.

5.5.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массовую концентрацию алюминия в пробе анализируемой воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(A_1 - A_0)f}{b}, \quad (6)$$

где A_1 — оптическая плотность (среднеарифметическое значение) пробы воды по 5.4, единицы оптической плотности;

A_0 — оптическая плотность (среднеарифметическое значение) холостой пробы по 5.4, единицы оптической плотности;

f — коэффициент разбавления (5.4). Если пробу не разбавляли, то $f = 1$;

b — угловой коэффициент градуировочной характеристики, рассчитанный по формуле (1), единицы оптической плотности · дм^3 · мг$^{-1}$.

5.5.3 За результат измерений массовой концентрации алюминия принимают среднеарифметическое значение результатов измерений X_1 и X_2, полученных в условиях повторяемости, при выполнении условия

$$200\left| X_1 - X_2 \right| \le r(X_1 + X_2), \quad (7)$$

где r — значение предела повторяемости по таблице 1.

При невыполнении условия (7) используют методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 5.2).

При получении результатов измерений в двух лабораториях за результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов измерений, полученных в двух лабораториях $X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$ при выполнении условия

$$200\left| \bar{X}_{1лаб} - \bar{X}_{2лаб} \right| \le R(\bar{X}_{1лаб} + \bar{X}_{2лаб}), \quad (8)$$

где R — значение предела воспроизводимости по таблице 1.

При невыполнении условия (8) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6, пункты 5.2.2, 5.3.2.2.

5.6 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Таблица 1 — Метрологические характеристики результатов измерений по методу А

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при P = 0,95) ± δ, %
От 0,01 до 0,05 включ.	35	56	40
Св. 0,05 до 0,50 включ.	23	35	25
* Установленные числовые значения границ относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2.			

5.7 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6, раздел 6 или [3].

5.8 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025. При этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт с указанием метода измерений.

Результаты измерений массовой концентрации алюминия $\overline{X}$, мг/дм^3, представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \quad \text{либо} \quad \overline{X} \pm U, \tag{9}$$

где Δ — границы доверительного интервала абсолютной погрешности измерений массовой концентрации алюминия при доверительной вероятности P = 0,95, мг/дм^3, рассчитываемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01\delta\overline{X}, \tag{10}$$

где δ — границы доверительного интервала относительной погрешности измерений массовой концентрации алюминия по таблице 1, %;

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2, мг/дм^3, рассчитываемая по формуле

$$U = 0{,}01U_{отн}\overline{X}, \tag{11}$$

где $U_{отн}$ — относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2 по таблице 1, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение характеристики погрешности измерений, выраженное в миллиграммах на кубический дециметр. Абсолютное значение характеристики погрешности измерений представляют двумя значащими цифрами, если первая цифра не превышает трех. В остальных случаях оставляют одну значащую цифру.

6 Фотометрический метод с использованием алюминона (метод Б)

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании окрашенного комплексного соединения в результате реакции ионов алюминия с алюминоном с последующим фотометрическим определением в диапазоне длин волн от 525 до 540 нм и расчетом массовой концентрации алюминия в пробе анализируемой воды.

6.1.1 Мешающее влияние

Мешающее влияние железа (III), образующего окрашенное соединение, поглощающее в той же спектральной области, что и соединение алюминия, устраняется восстановлением его аскорбиновой кислотой. При этом устраняется также влияние остаточного хлора при концентрации его до 0,5 мг/дм^3.

При наличии в воде остаточного хлора более 0,5 мг/дм^3 его влияние устраняется добавлением тиосульфата натрия из расчета 100 мг на 1 дм^3 пробы.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы — по 5.2 со следующими уточнениями:

Алюминон (аммонийная соль ауринтрикарбоновой кислоты).

Аммоний сернокислый по ГОСТ 3769, х. ч. или ч. д. а.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478, х. ч. или ч. д. а.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат) по ГОСТ 27068, х.ч. или ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота аскорбиновая фармакопейная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч.

6.3 Подготовка к измерениям

6.3.1 Подготовка посуды — по 5.3.1.

6.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты объемной долей 0,3 %

Мерную колбу вместимостью 1000 см^3 заполняют примерно до половины объема дистиллированной водой (см. 5.2), осторожно прибавляют 3 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения приготовленного раствора — не более 6 месяцев.

6.3.3 Приготовление рабочего градуировочного раствора алюминия массовой концентрации 10 мг/дм^3 — по 5.3.5 с использованием раствора соляной кислоты по 6.3.2.

Срок хранения приготовленного раствора — не более 1 месяца.

6.3.4 Приготовление концентрированного ацетатного буферного раствора

В стакане вместимостью 1000 см^3 в 400—500 см^3 дистиллированной воды (см. 5.2) растворяют (400 ± 1) г 3-водного уксуснокислого натрия при нагревании на электрической плитке, не допуская кипения. Охлаждают раствор, осторожно приливают 155 см^3 ледяной уксусной кислоты (см. 5.2), переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Контролируют pH раствора при помощи pH-метра и при необходимости доводят значение pH до (4,9 ± 0,1), прибавляя небольшими порциями раствор гидроокиси натрия (6.3.6) или уксусную кислоту (см. 5.2).

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 месяцев.

6.3.5 Приготовление разбавленного ацетатного буферного раствора

Раствор готовят разбавлением концентрированного ацетатного буферного раствора (6.3.4) в 10 раз: в мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10 см^3 концентрированного ацетатного буферного раствора и доводят до метки дистиллированной водой (см. 5.2).

Контролируют pH раствора и при необходимости доводят значение pH до (4,9 ± 0,1), прибавляя небольшими порциями раствор гидроокиси натрия (6.3.6) или уксусную кислоту (см. 5.2).

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 1 месяца.

6.3.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 %

В 60 см^3 дистиллированной воды осторожно при добавлении небольшими порциями и тщательном перемешивании растворяют 40 г гидроокиси натрия.

Срок хранения раствор в полиэтиленовой емкости — не более 1 месяца.

6.3.7 Приготовление раствора алюминона массовой концентрации 2 г/дм^3

В стакане вместимостью 250 см^3 растворяют (0,500 ± 0,001) г алюминона в 125 см^3 нагретой до кипения дистиллированной воды (см. 5.2), раствор охлаждают до комнатной температуры и прибавляют 125 см^3 разбавленного ацетатного буферного раствора (6.3.5).

Раствор алюминона готов к использованию сразу.

Срок хранения раствора в темной герметично закрытой емкости при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 3 месяцев.

6.3.8 Приготовление раствора сульфата аммония массовой долей 33,3 %

В стакане вместимостью 250 см^3 растворяют 50 г сульфата аммония в 100 см^3 дистиллированной воды (см. 5.2).

Срок хранения раствора не ограничен.

6.3.9 Приготовление реакционной смеси

Смешивают в соотношении 1:2:22 объемные части растворов сульфата аммония (6.3.8), алюминона (6.3.7) и разбавленного ацетатного буферного раствора (6.3.5).

Срок хранения раствора в темной закрытой емкости — не более 1 месяца.

В день анализа в необходимом объеме реакционной смеси растворяют аскорбиновую кислоту из расчета 30 мг аскорбиновой кислоты на каждые 25 $см^3$ смеси. Например, для приготовления 250 $см^3$ реакционной смеси берут 10 $см^3$ раствора сульфата аммония, 20 $см^3$ раствора алюминона, 220 $см^3$ разбавленного ацетатного буферного раствора и 300 мг аскорбиновой кислоты.

6.3.10 Приготовление раствора надсернокислого аммония массовой долей 33,3 %

Раствор готовят непосредственно перед проведением анализа из расчета (5,0 ± 0,1) г надсернокислого аммония (6.2) на 10 $см^3$ дистиллированной воды (6.2).

6.3.11 Подготовка прибора — по 5.3.11. При использовании прибора, снабженного монохроматором, устанавливают рабочую длину волны 530 нм, при использовании фильтровых приборов выбирают светофильтр, имеющий максимум поглощения, максимально близкий к этому значению.

6.3.12 Градуировка прибора

6.3.12.1 В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,5; 0,7; 0,8; 1,0; 1,2 и 1,4 $см^3$ рабочего градуировочного раствора алюминия (6.3.3) что соответствует 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 7,0; 8,0; 10,0; 12,0 и 14,0 мкг алюминия или в расчете на 25 $см^3$ анализируемой пробы 0; 0,04; 0,08; 0,16; 0,20; 0,28; 0,32; 0,40; 0,48; 0,56 мг/$дм^3$ алюминия, добавляют по 20 $см^3$ раствора соляной кислоты (6.3.2), перемешивают, приливают по 25 $см^3$ реакционной смеси (6.3.9), доводят до метки раствором соляной кислоты (6.3.2), перемешивают и через 25 — 30 мин проводят измерения.

Градуировочный раствор, не содержащий алюминия (с массовой концентрацией алюминия, равной нулю), является холостой пробой для градуировки.

6.3.12.2 Измеряют оптическую плотность подготовленных градуировочных растворов и холостой пробы для градуировки (6.3.12.1) три раза в оптической кювете с толщиной поглощающего свет слоя от 30 до 50 мм относительно дистиллированной воды (см. 5.2).

Для каждого градуировочного раствора и холостой пробы рассчитывают среднеарифметическое значение из полученных значений оптической плотности.

6.3.12.3 Устанавливают градуировочную характеристику аналогично 5.3.12.2 в двух диапазонах массовой концентрации алюминия:

- от 0,04 до 0,28 мг/$дм^3$ включительно;
- от 0,28 до 0,56 мг/$дм^3$ включительно.

Градуировочную точку с массовой концентрацией алюминия 0,28 мг/$дм^3$ включают в оба диапазона.

Примечание — При наличии технической возможности допускается проведение градуировки во всем диапазоне массовой концентрации алюминия от 0,04 до 0,56 мг/$дм^3$ с использованием квадратичной функции для аппроксимации градуировочной характеристики.

6.3.12.4 Проверку приемлемости градуировочной характеристики в каждом диапазоне проводят аналогично 5.3.12.3. Норматив приемлемости градуировочной характеристики G_0 (%) составляет 20 % для массовой концентрации алюминия от 0,04 до 0,15 мг/$дм^3$ включительно, а в диапазоне свыше 0,15 до 0,56 мг/$дм^3$ включительно — 10 %.

6.3.12.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят аналогично 5.3.12.4 в каждом диапазоне. Для контроля используют один или два заново приготовленных градуировочных раствора по 6.3.12.1; измерение контрольных растворов проводят по 6.3.12.2. Норматив контроля стабильности характеристики $G_{гр}$ (%) составляет 22 % для массовой концентрации алюминия от 0,04 до 0,15 мг/$дм^3$ включительно, а в диапазоне свыше 0,15 до 0,56 мг/$дм^3$ включительно — 12 %.

6.3.13 Подготовка пробы воды

6.3.13.1 Если массовая концентрация фторидов в пробе не превышает 0,3 мг/$дм^3$, а фосфатов и полифосфатов — 0,2 мг/$дм^3$ соответственно и проба не содержит органических веществ (фульвокислот, аминополикарбоновых кислот и др.), связывающих алюминий в прочные комплексы, то в сухую плоскодонную или коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 25 $см^3$ законсервированной (подкисленной) пробы воды (3.2 и 3.3), приливают 25 $см^3$ реакционной смеси (6.3.9) и перемешивают.

Аналогично подготавливают холостую пробу, заменяя пробу анализируемой воды раствором соляной кислоты по 6.3.2.

6.3.13.2 Если массовая концентрация фторидов в пробе превышает 0,3 мг/$дм^3$, а фосфатов и полифосфатов — 0,2 мг/$дм^3$ соответственно либо проба содержит органические вещества, связывающие

алюминий в прочные комплексы, то для устранения их мешающего влияния аликвоту законсервированной (подкисленной) пробы (3.2 и 3.3) объемом 25 см^3 помещают в термостойкий стакан вместимостью 50 см^3, приливают 0,5 см^3 свежеприготовленного раствора надсернокислого аммония (6.3.10) и выпаривают пробу до белых густых паров (почти досуха). Стакан охлаждают, ополаскивают стенки небольшим количеством дистиллированной воды (6.2) и выпаривание повторяют. К влажному остатку после охлаждения порциями приливают 20—22 см^3 раствора соляной кислоты (6.3.2). Раствор каждый раз перемешивают и переносят в одну и ту же мерную колбу вместимостью 50 см^3. Нейтрализуют избыточную кислотность раствором гидроокиси натрия (6.3.6) до pH 2 (контроль по универсальной индикаторной бумаге), а затем добавляют 25 см^3 реакционной смеси (6.3.9). Обычно для нейтрализации требуется 1—2 капли раствора гидроокиси натрия.

Аналогично подготавливают холостую пробу, заменяя пробу анализируемой воды раствором соляной кислоты по 6.3.2.

6.4 Порядок проведения измерений

Измеряют оптическую плотность подготовленной пробы и подготовленной холостой пробы, как при градуировке прибора (6.3.12) через 25—30 мин после добавления реакционной смеси (6.3.9). Разбавление проб воды при высоком содержании алюминия — аналогично 5.4. Массовая концентрация алюминия в разбавленной пробе должна соответствовать диапазону от 0,2 до 0,5 мг/дм^3.

6.5 Обработка результатов измерений — аналогично 5.5.1—5.5.3 с использованием метрологических характеристик по таблице 2.

6.6 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 2 — Метрологические характеристики результатов измерений по методу Б

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при $P = 0,95$) ± δ, %
От 0,04 до 0,15 включ.	34	50	35
Св. 0,15 до 0,56 включ.	20	28	20
* Установленные числовые значения границ относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$.			

6.7 Контроль качества результатов измерений — по 5.7.

6.8 Оформление результатов измерений — по 5.8 с использованием показателей точности по таблице 2.

7 Флуориметрический метод с использованием люмогаллиона (метод В)

7.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в образовании комплексного соединения в результате реакции ионов алюминия с люмогаллионом с последующим флуориметрическим определением при длине волны возбуждения в диапазоне от 460 до 540 нм и регистрации от 570 до 630 нм с последующим расчетом массовой концентрации алюминия в пробе анализируемой воды с использованием градуировочной характеристики.

7.1.1 Мешающее влияние

Определению алюминия не мешают: до 100 мг/дм^3 фосфата, до 5 мг/дм^3 фторида, до 10 мг/дм^3 цинка, до 10 мг/дм^3 свинца, до 0,1 мг/дм^3 меди, до 0,5 мг/дм^3 хрома, при большем содержании указанных компонентов метод не используют.

Влияние до 2 мг/дм^3 железа (III) устраняют при подготовке пробы, при большем содержании железа метод не используют.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы — по 5.2 со следующими уточнениями:

Флуориметр, спектрофлуориметр или анализатор жидкости флуоресцентный (далее — прибор), позволяющий регистрировать флуоресценцию в области спектра от 570 до 630 нм при возбуждении в области от 460 до 540 нм.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч.

Люмогаллион, ч. д. а.

7.3 Подготовка к измерениям

7.3.1 Подготовка посуды — по 5.3.1.

7.3.2 Приготовление раствора соляной кислоты объемной долей 1 %

Мерную колбу вместимостью 500 см^3 заполняют бидистиллированной водой (см. 5.2) примерно до половины объема, осторожно добавляют 5 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения раствора — не более 6 месяцев. Раствор рекомендуется хранить в сосуде из полимерных материалов.

7.3.3 Приготовление раствора соляной кислоты объемной долей 0,1 %

Мерную колбу вместимостью 500 см^3 заполняют бидистиллированной водой (см. 5.2) примерно до половины объема, добавляют 50 см^3 раствора соляной кислоты по 7.3.2 и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения раствора — не более 1 месяца.

7.3.4 Приготовление раствора люмогаллиона молярной концентрации 0,00025 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 вносят (21,5 ± 1,0) мг люмогаллиона, растворяют в небольшом объеме бидистиллированной воды (см. 5.2) и доводят до метки бидистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 2 месяцев.

7.3.5 Раствор аскорбиновой кислоты массовой концентрации 2 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 200 мг аскорбиновой кислоты (6.2), растворяют в бидистиллированной (см. 5.2) воде и доводят до метки бидистиллированной водой.

Раствор готовят в день проведения анализа.

Примечание — Допускается приготовление меньшего объема раствора в зависимости от потребности.

7.3.6 Приготовление ацетатного буферного раствора с pH от 4,8 до 4,9

(20,0 ± 0,1) г 3-водного уксуснокислого натрия растворяют примерно в 200 см^3 бидистиллированной воды (см. 5.2), приливают 5,5 см^3 концентрированной уксусной кислоты (см. 5.2) и перемешивают. Контролируют pH раствора при помощи pH-метра и при необходимости доводят pH до значения от 4,8 до 4,9, добавляя уксусную кислоту (см. 5.2) или уксуснокислый натрий.

После этого раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора в емкости из полимерных материалов — не более 3 месяцев.

Примечание — Допускается приготовление меньшего объема буферного раствора в зависимости от потребности.

7.3.7 Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией алюминия 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 1 см^3 стандартного образца состава раствора ионов алюминия (см. 5.2) и доводят до метки раствором соляной кислоты (7.3.2).

Срок хранения приготовленного раствора — не более 1 месяца.

7.3.8 Приготовление рабочего раствора с массовой концентрацией алюминия 0,5 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 исходного раствора алюминия (7.3.7), приливают 5 см^3 раствора соляной кислоты (7.3.2) и доводят до метки бидистиллированной водой (см. 5.2).

Срок хранения раствора — не более 3 суток.

7.3.9 Приготовление градуировочных растворов

В ряд мерных колб вместимостью 25 см^3 вносят пипетками 0,0; 0,2; 1,0; 2,0; 5,0; 10 см^3 рабочего градуировочного раствора алюминия по 7.3.8 и такой объем раствора соляной кислоты объемной

долей 0,1 % (7.3.3), чтобы суммарный объем составил 10 см^3. Затем в каждую мерную колбу вносят пипетками или дозаторами 2,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (7.3.5), 5 см^3 раствора люмогаллиона (см.7.3.4) и 5 см^3 ацетатного буферного раствора (7.3.6). Содержимое колб доводят до метки бидистиллированной водой (см. 5.2), перемешивают и выдерживают в темном месте до начала измерений (7.3.11.1) от 45 до 60 мин с момента добавления ацетатного буферного раствора. Время выдержки для всех градуировочных растворов должно различаться не более чем на 5 мин.

Массовым концентрациям алюминия в полученных градуировочных растворах приписывают значения 0,00; 0,01; 0,05; 0,10; 0,25 и 0,50 мг/дм^3 в расчете на содержание алюминия в объеме 10 см^3. Градуировочный раствор, не содержащий алюминия, является холостой пробой для градуировки.

7.3.10 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

При помощи светофильтров или монохроматоров выделяют диапазон длин волн возбуждения от 460 до 540 нм и диапазон длин волн регистрации излучения от 570 до 630 нм. При наличии технической возможности длины волн возбуждения и регистрации люминесценции выбирают в указанном диапазоне таким образом, чтобы обеспечить достижение наибольшего значения углового коэффициента при градуировке прибора (7.3.11.2).

7.3.11 Градуировка прибора

7.3.11.1 Измеряют с учетом условий по 7.3.10 интенсивность флуоресценции подготовленных по 7.3.9 градуировочных растворов и холостой пробы для градуировки по три раза каждого раствора.

Для каждого градуировочного раствора и холостой пробы рассчитывают среднеарифметическое значение полученных значений интенсивности флуоресценции.

7.3.11.2 Устанавливают градуировочную характеристику аналогично 5.3.12.2, используя значения, полученные по 7.3.11.1.

7.3.11.3 Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят аналогично 5.3.12.3, используя в качестве норматива приемлемости G_0 (%) значение, равное 0,6δ, где δ — показатель точности измерений по таблице 3 (7.6).

7.3.11.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят аналогично 5.3.12.4, используя в качестве норматива стабильности градуировочной характеристики $G_{гр}$ (%) значение, равное 0,7δ, где δ — показатель точности измерений по таблице 3 (7.6). Для контроля используют один или два заново приготовленных градуировочных раствора по 7.3.9; измерение контрольных растворов проводят по 7.3.11.1.

7.3.12 Подготовка пробы воды

7.3.12.1 Подготовка проб без разрушения органических веществ

Данная процедура применима при анализе питьевых вод.

В термостойкий стакан вносят пипеткой 10 см^3 пробы воды, законсервированной (подкисленной) по 3.2 или 3.3, и кипятят в течение 15 мин. Одновременно готовят холостую пробу, для чего в другой термостойкий стакан вносят пипеткой 10 см^3 раствора соляной кислоты (7.3.3) и также кипятят в течение 15 мин.

Примечание — После завершения кипячения пробы в стакане должно оставаться не менее 3 см^3 жидкости.

Содержимому стаканов дают охладиться до комнатной температуры, количественно переносят в мерные колбы вместимостью 25 см^3, добавляют в каждую колбу пипетками или дозаторами 2,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (7.3.5), 5 см^3 раствора люмогаллиона (7.3.4) и 5 см^3 ацетатного буферного раствора (7.3.6), доводят до метки бидистиллированной водой (см. 5.2), перемешивают и выдерживают в темном месте до начала измерений от 45 до 60 мин с момента добавления ацетатного буферного раствора. Время выдержки не должно отличаться от времени выдержки при измерении градуировочных растворов (7.3.9) более чем на 5 мин.

7.3.12.2 Подготовка проб с разрушением органических веществ

В термостойкий стакан вместимостью 50 или 100 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 подготовленной (подкисленной) по 3.2 или 3.3 пробы воды, упаривают до небольшого объема (от 3 до 5 см^3), затем прибавляют 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и 0,5 см^3 пероксида водорода и упаривают досуха, избегая прокаливания. Затем добавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты (7.3.3), нагревают на электрической плитке до растворения солей и кипятят 15 мин или пока в стакане не останется 2—3 см^3 раствора. Содержимому стакана дают охладиться до комнатной температуры, количественно переносят

в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Затем пипетками или дозаторами добавляют 2,5 см^3 раствора аскорбиновой кислоты (7.3.5), 5 см^3 раствора люмогаллиона (7.3.4) и 5 см^3 ацетатного буферного раствора (7.3.6), доводят до метки бидистиллированной водой (см. 5.2), перемешивают и выдерживают в темном месте до начала измерений от 45 до 60 мин с момента добавления ацетатного буферного раствора. Время выдержки не должно отличаться от времени выдержки при измерении градуировочных растворов (7.3.9) более чем на 5 мин.

Одновременно готовят холостую пробу, для чего в термостойкий стакан вносят те же объемы концентрированной азотной кислоты и пероксида водорода, которые были израсходованы на разрушение органических веществ в пробе воды. Проводят все последующие операции, предусмотренные для пробы, начиная со стадии упаривания досуха.

7.4 Порядок проведения измерений

Измеряют интенсивность флуоресценции подготовленной пробы воды (7.3.12) и холостой пробы (7.3.12), как при градуировке прибора (7.3.11.1). Если интенсивность флуоресценции превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то пробу воды, обработанную по 3.2, разбавляют аналогично 5.4. Коэффициент разбавления рассчитывают по формуле (5). Массовая концентрация алюминия в разбавленной пробе должна соответствовать диапазону от 0,1 до 0,4 мг/дм^3.

Интенсивность флуоресценции подготовленной холостой пробы не должна превышать половины значения для подготовленной пробы воды. При невыполнении этого требования находят и устраняют причины несоответствия, после чего подготовку проб (7.3.12) и измерение интенсивности флуоресценции повторяют. Наиболее вероятными причинами высокого значения интенсивности флуоресценции холостой пробы являются примеси алюминия в используемых реактивах, бидистиллированной воде, недостаточная чистота посуды, либо выделение (миграция) из нее алюминия.

7.5 Обработка результатов измерений — по 5.5.1—5.5.3 с использованием при расчетах вместо значений оптической плотности значений интенсивности люминесценции, измеренных по 7.4, и метрологических характеристик по таблице 3.

7.6 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 3, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 3 — Метрологические характеристики результатов измерений по методу В

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,01 до 0,05 включ.	36	43	31
Св. 0,05 до 0,20 включ.	20	33	24
Св. 0,2 до 0,5 включ.	14	20	14
* Установленные числовые значения границ относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$.			

7.7 Контроль качества результатов измерений — по 5.7.

7.8 Оформление результатов измерений — по 6.8 с использованием показателей точности по таблице 3.

8 Метод атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (метод Г)

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в измерении резонансного поглощения света атомами алюминия на длине волны 309,3 нм при прохождении света через атомный пар анализируемой пробы, образую-

щийся в результате электротермической атомизации в графитовой печи спектрометра с последующим расчетом массовой концентрации алюминия в пробе воды.

8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы — по 5.2 со следующими уточнениями:

Атомно-абсорбционный спектрометр с электротермическим атомизатором (далее — прибор), предназначенный для измерений атомного поглощения (абсорбции) атомов алюминия и снабженный Зеемановским корректором неселективного поглощения и лампой с полым катодом для определения алюминия.

Магний азотнокислый 6-водный по ГОСТ 11088, х. ч.

Аргон газообразный по ГОСТ 10157 высокой чистоты.

Фильтры мембранные с диаметром пор 5,0 мкм.

8.3 Подготовка к измерениям

8.3.1 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3, наполовину заполненную бидистиллированной водой (см. 5.2), добавляют 20 см^3 концентрированной азотной кислоты (см. 5.2), после охлаждения до комнатной температуры доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 3 месяцев. Раствор рекомендуется хранить в сосуде из полимерных материалов.

8.3.2 Приготовление раствора модификатора матрицы

0,519 г 6-водного нитрата магния растворяют в 100 см^3 раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3 (8.3.1) и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора при температуре от 2 °С до 8 °С — не более 6 месяцев.

8.3.3 Приготовление основного раствора алюминия массовой концентрации 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 5 см^3 стандартного образца состава раствора ионов алюминия (см. 5.2) и доводят до метки раствором азотной кислоты по 8.3.1.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — не более 6 месяцев.

8.3.4 Приготовление рабочего раствора алюминия массовой концентрации 1 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 1,0 см^3 рабочего раствора алюминия (8.3.3), доводят до метки раствором азотной кислоты по 8.3.1 и перемешивают.

Срок хранения приготовленного раствора — не более 14 суток.

8.3.5 Приготовление градуировочных растворов

В зависимости от концентрации алюминия в пробе воды готовят не менее чем 5 градуировочных растворов. Например готовят следующие градуировочные растворы: в серию мерных колб вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 1; 2; 3; 4, 6 и 10 см^3 рабочего раствора алюминия (8.3.4), доводят до метки раствором азотной кислоты по 8.3.1, добавляют при необходимости раствор модификатора матрицы (8.3.7) и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия в градуировочных растворах равна 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,06 и 0,1 мг/дм^3 алюминия соответственно.

В качестве холостой пробы для градуировки используют раствор азотной кислоты по 8.3.1.

Градуировочные растворы готовят в день использования.

8.3.6 Подготовка прибора

Подготовку спектрометра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации спектрометра.

Температуру и длительность отдельных стадий процесса (сушки, озоления, атомизации и очистки кюветы), ширину щели монохроматора, объем дозируемой в атомизатор порции подготовленной пробы и модификатора матрицы, а также расход аргона устанавливают и при необходимости оптимизируют для каждого конкретного прибора в соответствии с рекомендациями изготовителя.

8.3.7 Градуировка прибора

Градуировку спектрометра проводят перед началом измерений подготовленных проб анализируемой воды. В графитовую печь дозируют (вручную дозатором или при помощи автосемплера) не менее трех раз холостую пробу для градуировки и градуировочные растворы (8.3.5) в порядке возрастания массовой концентрации алюминия. Измеряют значение абсорбции при длине волны 309,3 нм для каждого ввода.

Если в руководстве (инструкции) по эксплуатации прибора предусмотрено использование модификатора матрицы (8.3.2), то требуемый объем раствора модификатора вносят в графитовый атомизатор перед внесением градуировочного раствора алюминия или фонового раствора. Альтернативный способ внесения модификатора состоит в добавлении его во все градуировочные растворы по 8.3.5 перед доведением их до объема 100 $см^3$.

Примечание — Допускается использование других модификаторов матрицы в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости среднеарифметических значений измеренных значений абсорбции (за вычетом среднеарифметического значения абсорбции холостой пробы) от массовой концентрации алюминия и проверяют ее приемлемость при помощи коэффициента корреляции (должен быть не менее 0,99).

Поскольку диапазон линейности градуировочной характеристики зависит от типа используемого атомно-абсорбционного спектрометра, то при неудовлетворительных результатах проверки приемлемости градуировочной характеристики уточняют при помощи коэффициента корреляции верхнюю границу ее диапазона и соответствующим образом изменяют весь диапазон.

Примечание — При наличии соответствующей опции программного обеспечения к спектрометру допускается использовать нелинейные функции для аппроксимации градуировочной характеристики.

8.3.8 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют не реже, чем после измерений 10—15 проб воды аналогично 5.3.12.4 с использованием холостой пробы для градуировки и одного из градуировочных растворов (8.3.5) , массовая концентрация алюминия в котором близка к массовой концентрации алюминия в пробах воды. Норматив контроля стабильности характеристики $G_{гр}$ (%) равен 10 %.

8.3.9 Подготовка проб воды и холостой пробы

Подготовку проб воды проводят в соответствии с требованиями стандартов [1], [2] или следующим образом.

В кварцевый или стеклянный термостойкий стакан вместимостью 250 $см^3$ вносят цилиндром 100 $см^3$ пробы воды, законсервированной по 3.2 или подкисленной по 3.3, добавляют 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 1 $см^3$ пероксида водорода и выпаривают до получения влажного осадка, не допуская высушивания пробы. Влажный осадок обрабатывают 1 $см^3$ азотной кислоты и небольшим количеством (от 5 до 10 $см^3$) бидистиллированной воды (см. 5.2), растворяют его, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки бидистиллированной водой.

Если подготовленная проба содержит осадок или взвесь, видимую невооруженным глазом, то такую пробу в зависимости от дисперсности и размеров частиц образовавшегося в ней осадка (взвеси) фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 или 5,0 мкм или обеззоленный фильтр «белая лента», отбрасывая первые порции фильтрата (от 10 до 15 $см^3$).

Одновременно аналогичным образом подготавливают холостую пробу, заменяя пробу воды на такой же объем бидистиллированной воды (см. 5.2).

При использовании альтернативного способа введения модификатора (см. 8.3.7) перед доведением подготовленной пробы до объема 100 $см^3$ вводят раствор модификатора матрицы в том же объеме, что и при приготовлении градуировочных растворов.

Примечание — Допускается не проводить обработку проб азотной кислотой и пероксидом водорода, если установлено, что результаты анализа необработанной и обработанной проб различаются между собой незначимо. Эта обработка, как правило, не требуется для природных вод, в которых отсутствует видимый невооруженным глазом осадок.

8.4 Проведение измерений

8.4.1 Перед каждой серией измерений проб воды проводят анализ холостой пробы (8.3.9), при этом содержание алюминия в холостой пробе не должно превышать 0,003 мг/$дм^3$. Если содержание алюминия в холостой пробе превышает 0,003 мг/$дм^3$, то заменяют используемые реактивы и/или фильтры и/или устраняют источник загрязнения бидистиллированной воды.

8.4.2 Анализируют не менее двух аликвот пробы воды, подготовленных по 8.3.9.

8.4.3 Дозируют подготовленные пробы воды и холостой пробы (8.3.9) в графитовый атомизатор с помощью автосемплера или вручную с помощью дозатора и измеряют значение выходного сигнала спектрометра от пробы воды и холостой пробы при длине волны 309,3 нм не менее двух раз.

Если в руководстве (инструкции) по эксплуатации прибора предусмотрено использование модификатора матрицы (8.3.2), то требуемый объем раствора модификатора вносят в графитовый атомизатор перед внесением подготовленной пробы воды.

Если измеренное значение выходного сигнала спектрометра от подготовленной пробы воды выходит за пределы градуировочной характеристики, то пробы разбавляют бидистиллированной водой. Коэффициент разбавления вычисляют по формуле (5).

После каждого измерения подготовленной пробы воды в графитовый атомизатор вносят раствор азотной кислоты по 8.3.1, добиваясь снижения значений абсорбции до значений, полученных для этого раствора при градуировке.

8.5 Обработка результатов измерений

8.5.1 Используя программное обеспечение к прибору, при помощи градуировочной характеристики, установленной по 8.3.7, находят массовую концентрацию алюминия в пробе воды (C_s, мг/дм^3) и холостой пробе (C_0, мг/дм^3), подготовленных по 8.3.9.

8.5.2 Массовую концентрацию алюминия в пробе анализируемой воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(C_s - C_0)V_m f}{V_p}, \qquad (12)$$

где C_s — массовая концентрация алюминия в подготовленной пробе воды (см.8.5.1), мг/дм^3;

C_0 — массовая концентрация алюминия в подготовленной холостой пробе (см.8.5.1), мг/дм^3;

V_m — объем аликвоты пробы по 8.3.9, см^3;

f — коэффициент разбавления (8.4.3). Если пробу не разбавляли, то $f = 1$;

V_p — объем пробы, подготовленной по 8.3.9, см^3.

8.5.3 Установление результата измерений — по 5.5.3 с учетом метрологических характеристик по таблице 4.

8.6 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 4, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 4 — Метрологические характеристики результатов измерений по методу Г

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при $P = 0,95$) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,01 до 0,10 включ.	32	42	30
* Установленные числовые значения границ относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$.			

8.7 Контроль качества результатов измерений — по 5.7.

8.8 Оформление результатов измерений — по 5.8 с использованием показателей точности по таблице 4.

9 Метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (метод Д)

9.1 Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности излучения атомов алюминия, возникающего при распылении пробы анализируемой воды в аргоновую плазму, индуктивно возбуждаемую радиочастотным электромагнитным полем.

9.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы — по 5.2 со следующими уточнениями:

Атомно-эмиссионный спектрометр (далее — прибор) с радиочастотным электромагнитным генератором для возбуждения индуктивно связанной плазмы, оборудованный устройством для контроля скоростей потока аргона (масс-флоу контролером), устройством для обработки выходных сигналов спектрометра с возможностью коррекции фоновых сигналов.

9.3 Подготовка к проведению измерений

9.3.1 Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы готовят путем разбавления в мерных колбах стандартного образца состава растворов алюминия раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм^3 (8.3.1) в соответствии с приложением А.

Градуировочные растворы должны охватывать весь рабочий диапазон измерений массовой концентрации алюминия в пробах анализируемой воды. Число градуировочных растворов должно быть не менее двух.

Срок хранения приготовленных градуировочных растворов алюминия в плотно закрытых емкостях из полимерных материалов составляет для растворов с массовой концентрацией алюминия:

- от 0,1 до 1,0 мг/дм^3 включ. — не более 7 суток.;
- св. 1,0 до 10,0 мг/дм^3 включ. — не более 1 месяца;
- св. 10 до 50 мг/дм^3 включ. — не более 6 месяцев.

Растворы алюминия массовой концентрации менее 0,1 мг/дм^3 готовят непосредственно перед началом измерений и используют не позднее 8 ч с момента их приготовления.

9.3.2 Подготовка прибора к измерениям

Атомно-эмиссионный спектрометр подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. Режимы работы спектрометра устанавливают в соответствии с рекомендациями изготовителя.

9.3.3 Мешающие влияния

Причинами мешающих влияний является наложение на линии определяемого элемента линий других элементов и полос поглощения молекул (спектральная интерференция). Для устранения этого типа мешающих влияний используют длины волн излучения (см. приложение Б), а если это не приводит к успеху, проводят коррекцию с использованием программного обеспечения к спектрометру.

Мешающие влияния, обусловленные влиянием матричных компонентов пробы на фоновый сигнал, могут быть скомпенсированы программно путем выбора точек для коррекции фона вблизи линии определяемого элемента с одной или обеих сторон от нее.

9.3.4 Градуировка прибора

9.3.4.1 Установление градуировочной характеристики

Градуировку спектрометра проводят перед началом проведения измерений подготовленных проб анализируемой воды. Измеряют интенсивность излучения атомов алюминия холостой пробы для градуировки (раствор азотной кислоты по 8.3.1) и каждого градуировочного раствора (9.3.1) не менее двух раз. Сначала анализируют холостую пробу для градуировки, затем градуировочные растворы в порядке возрастания массовой концентрации алюминия.

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости среднеарифметических значений измеренных значений интенсивности излучения атомов алюминия от массовой концентрации алюминия и проверяют ее приемлемость при помощи коэффициента корреляции (должен быть не менее 0,99).

В связи с линейностью градуировочной характеристики в широких пределах используют, как правило, два градуировочных раствора (9.3.1), соответствующие верхней и нижней границам диапазона измерений. Однако при использовании только двух градуировочных растворов контроль стабильности градуировочной характеристики (9.3.4.2) в обязательном порядке проводят с использованием контрольного раствора, приготовленного независимо.

Примечание — Допускается использовать ранее установленную градуировочную характеристику при условии, что перед началом измерений проб анализируемой воды проведен контроль стабильности градуировочной характеристики по 9.3.4.2 с положительным результатом.

9.3.4.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Стабильность градуировочной характеристики контролируют не реже, чем после измерений 25 проб воды. Для контроля используют градуировочные растворы по 9.3.1 или независимо приготовленный контрольный раствор. В качестве контрольного раствора рекомендуется раствор массовой концентрации алюминия в диапазоне от 0,01 до 1,0 мг/дм^3 (далее — контрольный раствор). Норматив контроля стабильности характеристики $G_{гр}$ (%) (5.3.12.4) принимают равным 10 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется, то градуировку спектрометра проводят заново.

9.3.5 Подготовка проб анализируемой воды

Подготовка проб и холостой пробы — по 8.3.9.

9.4 Порядок проведения измерений

9.4.1 Перед каждой серией измерений проб анализируемой воды проводят анализ холостой пробы для определения алюминия по 9.4.3, при этом содержание алюминия в холостой пробе не должно превышать 0,003 мг/дм^3. Если содержание алюминия в холостой пробе для определения алюминия превышает 0,003 мг/дм^3, то заменяют используемые реактивы и/или фильтры и/или устраняют источник загрязнения бидистиллированной воды.

9.4.2 Анализируют не менее двух аликвот пробы анализируемой воды, подготовленных по 9.3.5.

9.4.3 Аликвоты подготовленной пробы анализируемой воды и холостой пробы (9.3.5) подают в распылительную камеру спектрометра и измеряют значения интенсивности излучения атомов алюминия не менее двух раз, используя программное обеспечение спектрометра, в том числе устраняют мешающие влияния (9.3.3).

Если измеренное значение интенсивности излучения алюминия в пробе анализируемой воды превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики (9.3.4.1), то пробы разбавляют бидистиллированной водой (см. 5.2).

После измерения каждой аликвоты пробы анализируемой воды в распылительную камеру подают фоновый раствор (раствор азотной кислоты по 7.3.2), добиваясь снижения значений интенсивности излучения до значений, полученных для фонового раствора при градуировке.

9.5 Обработка результатов измерений

9.5.1 Массовую концентрацию алюминия X, мг/дм^3, в пробе анализируемой воды устанавливают при помощи стандартного программного обеспечения спектрометра.

9.5.2 Установление результата измерений — по 5.5.3 с учетом метрологических характеристик по таблице 5.

9.6 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 5, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 5 — Метрологические характеристики результатов измерений по методу Д

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности при P = 0,95) ± δ, %
От 0,01 до 0,50 включ.	28	42	30
Св. 0,50 до 50 включ.	16	21	15
* Установленные числовые значения границ относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2.			

9.7 Контроль качества результатов измерений — по 5.7.

9.8 Оформление результатов измерений — по 5.8 с использованием показателей точности по таблице 5.

Приложение А
(рекомендуемое)

Градуировочные растворы алюминия для метода Д

А.1 Градуировочные растворы алюминия для метода Д приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Массовая концентрация исходного раствора, мг/дм^3	Объем отбираемой аликвотной порции исходного раствора, см^3	Вместимость мерной колбы для приготовления градуировочного раствора, см^3	Массовая концентрация алюминия в градуировочном растворе, мг/дм^3
1,0	1,0	100	0,01
1,0	5,0	100	0,05
1,0	10,0	100	0,1
100	1,0	100	1,0
1000*	1,0	100	10
1000*	5,0	100	50
* Используют стандартный образец состава раствора ионов алюминия по 5.2 настоящего стандарта.			

Приложение Б
(справочное)

Рекомендуемые длины волн излучения, пределы обнаружения алюминия и мешающее влияние элементов при определении алюминия по методу Д

Рекомендуемые длины волн излучения, пределы обнаружения алюминия и мешающее влияние элементов при определении алюминия по методу Д приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Определяемый элемент	Длина волны излучения, нм	Предел количественного определения, мг/дм^3		Мешающие элементы (символы)	
		Детектор I	Детектор II	Детектор I	Детектор II
Алюминий	167,079 308,215 396,152	0,04 0,1 0,1	0,003 0,026 0,001	Fe Mn, V, Fe Mo, Cu	Fe, Pb Mn, V Fe, Mo, Zr
Примечания 1 Предел количественного определения принят равным утроенному значению предела обнаружения. 2 Детектор I — радиальный детектор с использованием фотоэлектронного умножителя, детектор II — аксиальный CCD-детектор (детектор с зарядовой связью).					

Библиография

[1] Международный стандарт ISO 15587-1:2002 — Water quality — Digestion for the determination of selected elements in water —Part 1: Aqua regia digestion (Качество воды. Минерализация для определения некоторых элементов. Часть 1. Минерализация царской водкой)*

[2]* Международный стандарт ISO 15587-2:2002 — Water quality — Digestion for the determination of selected elements in water —Part 2: Nitric acid digestion (Качество воды. Минерализация для определения некоторых элементов. Часть 2. Минерализация азотной кислотой)**

[3] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2004 — Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 15581-1—2014 «Вода. Минерализация проб смесью соляной и азотной кислот для определения некоторых элементов».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 15581-2—2014 «Вода. Минерализация проб азотной кислотой для определения некоторых элементов».

УДК 628.1.033:006.354 МКС 13.060.50 ТН ВЭД 220100000
220110000

Ключевые слова: питьевая вода, природная вода, сточная вода, определение массовой концентрации алюминия, фотометрия, спектрометрия, испытания

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 04.09.2015. Подписано в печать 24.09.2015. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,70. Тираж 107 экз. Зак. 3122.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru