МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромет)

Р У К О В О Д Я Щ И Й Д О К У М Е Н Т

РД 52.24.449-2008

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АЛЮМИНИЯ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С СУЛЬФОХРОМОМ ИЛИ ХРОМАЗУРОЛОМ S

Ростов-на-Дону
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением Гидрохимический институт

2 РАЗРАБОТЧИКИ Л.В. Боева, канд. хим. наук, Т.С. Евдокимова

3 СОГЛАСОВАН с УМЗА и ГУ «НПО «Тайфун» Росгидромета

4 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Заместителем Руководителя Росгидромета 04.06.2008 г.

5 АТТЕСТОВАН ГУ «Гидрохимический институт», свидетельство об аттестации № 103.24-2007 от 18.12.2007.

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ГУ «НПО «Тайфун» за номером РД 52.24.449-2008 от 30.06.2008 г.

7 ВЗАМЕН РД 52.24.449-95 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации алюминия в водах фотометрическим методом с сульфохромом».

© Росгидромет, ГУ ГХИ,
2008

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Приписанные характеристики погрешности измерений 2
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы 3
4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства 3
4.2 Реактивы и материалы 5
5 Метод измерений 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 6
7 Требования к квалификации операторов 6
8 Условия выполнения измерений 7
9 Отбор и хранение проб 7
10 Подготовка к выполнению измерений 8
10.1 Приготовление растворов и реактивов 8
10.2 Подготовка посуды 10
10.3 Приготовление градуировочных растворов 10
10.4 Установление градуировочной зависимости 11
10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики 12
11 Выполнение измерений 13
11.1 Выполнение измерений массовой концентрации растворенного алюминия 13
11.2 Выполнение измерений массовой концентрации форм алюминия, растворимых в кислоте 15
11.3 Мешающие влияния и их устранение 16
12 Вычисление и оформление результатов измерений 16
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 18
13.1 Общие положения 18
13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости 18
13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок 19
14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости 20
Приложение А (рекомендуемое) Методика приготовления аттестованных растворов АР1-Al, АР2-Al для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации алюминия фотометрическим методом 22

Введение

Алюминий является одним из наиболее распространенных элементов земной коры, где он находится преимущественно в виде алюмосиликатов. В процессе их химического выветривания образуются глины, состав которых близок к составу каолинита $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$.

В поверхностных водах содержание алюминия относительно невелико - от единиц до нескольких десятков микрограммов в кубическом дециметре. Природным источником поступления алюминия в водную среду являются глины и алюмосиликаты. Более существенное влияние на уровень концентраций алюминия в поверхностных водах оказывают сточные воды металлургических, керамических, текстильных предприятий, а также производств, использующих соли алюминия в производственных циклах и для водоподготовки.

Соединения алюминия присутствуют в водах в растворённом, взвешенном и коллоидном состоянии. Алюминий способен образовывать довольно прочные комплексы с рядом неорганических и органических соединений, в частности с фторидами. Низкая миграционная способность обусловлена склонностью ионов алюминия к гидролизу при значениях pH, характерных для природной воды, в результате чего происходит осаждение гидроксида алюминия. В достаточно кислой среде (например, при закислении водоёмов) алюминий может находиться в ионной форме, наиболее токсичной для гидробионтов.

Содержание алюминия в поверхностных водах нормируется. Предельно допустимая концентрация (ПДК) растворённых форм ионных форм алюминия в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,2 мг/дм^3, рыбохозяйственного назначения - 0,04 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ АЛЮМИНИЯ В ВОДАХ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С СУЛЬФОХРОМОМ ИЛИ ХРОМАЗУРОЛОМ S

Дата введения 2008-05-20

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику выполнения измерений (далее – методика) массовой концентрации растворенного алюминия, а также форм алюминия, растворимых в кислоте, в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 5,0 до 50,0 мкг/дм^3 фотометрическим методом.

При анализе проб воды с массовой концентрацией алюминия, превышающей 50,0 мкг/дм^3, допускается выполнение измерений после соответствующего разбавления пробы дистиллированной водой.

1.2 Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, осуществляющих анализ природных и очищенных сточных вод.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 17.1.5.04-81 Охрана природы. Гидросфера. Приборы и устройства для отбора, первичной обработки и хранения проб природных вод. Общие технические условия.

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

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

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб.

МИ 2881-2004 Рекомендация. ГСИ. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа.

Примечание - Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделе 4, А.3, А.4.

3 Приписанные характеристики погрешности измерений

3.1 При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения характеристик погрешности и ее составляющих при измерении массовой концентрации алюминия при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
От 5,0 до 30,0 включ.	0,2+0,032·X	0,3+0,048·X	0,4+0,030·X	0,7+0,10·X
Св.30,0 до 50,0 включ.	0,9	1,4	0,4+0,030·X	2,8+0,030·X

При выполнении измерений алюминия в пробах с массовой концентрацией свыше 50,0 мкг/дм^3 после соответствующего разбавления погрешность измерения массовой концентрации хлоридов в исходной пробе находят по формуле

$$\pm\Delta=(\pm\Delta_1)\cdot\eta; \qquad (1)$$

где $\pm\Delta_1$ - показатель точности измерения массовой концентрации алюминия в разбавленной пробе, рассчитанный по уравнению таблицы 1;

η - степень разбавления.

Предел обнаружения алюминия составляет 4 мкг/дм^3.

3.2 Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения измерений;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики в конкретной лаборатории.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и вспомогательные устройства:

4.1.1 Фотометр или спектрофотометр любого типа (КФК-3, КФК-2, СФ-46, СФ-56 и др.).

4.1.2 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

4.1.3 Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ 24104-2001с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 pH-метр или иономер любого типа (pH-150, pH-155, Экотест-2000, Анион-410 и др.) с измерительным стеклянным и хлорсеребрянным вспомогательным электродами.

4.1.5 Государственный стандартный образец состава водных растворов алюминия ГСО 7269-96 (далее - ГСО).

4.1.6 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74, вместимостью: 50 см^3 - 7 шт., 100 см^3 - 2 шт., 500 см^3 - 1 шт., 1000 см^3 - 1 шт.

4.1.7 Пипетки градуированные 2-го класса точности исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227-91, вместимостью: 1 см^3 - 12 шт., 2 см^3 - 4 шт., 5 см^3 - 1 шт., 10 см^3 - 1 шт.

4.1.8 Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности исполнения 2, ГОСТ 29169-91, вместимостью 5 $см^3$ - 1 шт.

4.1.9 Цилиндры мерные исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74, вместимостью: 25 $см^3$ - 1 шт., 50 $см^3$ - 4 шт., 100 $см^3$ - 2 шт., 250 $см^3$ - 1 шт., 500 $см^3$ - 1 шт., 1 $дм^3$ - 1 шт.

4.1.10 Пробирка градуированная исполнения 1 по ГОСТ 1770-74, вместимостью 10 $см^3$ - 1 шт.

4.1.11 Стаканы В-1, ТХС по ГОСТ 25336-82, вместимостью: 50 $см^3$ - 2 шт., 100 $см^3$ - 2 шт., 250 $см^3$ - 1 шт., 500 $см^3$ - 1 шт.

4.1.12 Стаканы полипропиленовые вместимостью 50 $см^3$ - 7 шт.

4.1.13.Колбы конические полипропиленовые или колбы конические по ГОСТ 25336-82 из боросиликатного стекла вместимостью 100 $см^3$ - 14 шт.

4.1.14 Чашка кварцевая вместимостью 150 – 200 $см^3$ по ГОСТ 19908-90 или стакан полипропиленовый вместимостью 500 $см^3$ - 1 шт.

4.1.15 Пробирки кварцевые по ГОСТ 19908-90, вместимостью 50 $см^3$ - 2 шт.

4.1.16 Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 и СВ-24/10 (бюксы) по ГОСТ 25336-82 - 2 шт.

4.1.17 Стеклянные палочки по ГОСТ 27460-87 - 2 шт.

4.1.18 Устройство для обработки проб воды УФ-облучением типа УФР с набором кварцевых пробирок вместимостью не менее 30 $см^3$.

4.1.19 Баня комбинированная.

4.1.20 Кольца утяжелительные с внутренним диаметром 4,5 - 5 см - 7 шт.

4.1.21 Фильтродержатель (оправа шрицевого фильтра многоразовая) полипропиленовый диаметром 25 мм и шприц полипропиленовый вместимостью 50 $см^3$.

4.1.22 Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных фильтров.

4.1.23 Эксикатор исполнения 2, диаметром корпуса 190 мм, ГОСТ 25336-82 - 1 шт.

4.1.24 Склянки для хранения растворов из светлого и темного стекла с завинчивающимися или притертыми пробками вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$, 250 $см^3$, 500 $см^3$.

4.1.25 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения проб и растворов вместимостью 100 $см^3$, 250 $см^3$, 500 $см^3$, 1000 $см^3$.

4.1.26 Холодильник бытовой.

Примечание - Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Алюминий металлический гранулированный по ТУ 6-09-3742-74, ч.д.а. (при отсутствии ГСО).

4.2.2 Сульфохром по ТУ 6-09-05-849-78, ч.д.а. или хромазурол S, ч.д.а., импортный.

4.2.3 Цетилпиридиния хлорид, моногидрат по ТУ 6-09-15-121-74, ч.

4.2.4 Аммиак водный по ГОСТ 24147-80, ос.ч. или по ГОСТ 3760-79, х.ч. или ч.д.а., очищенный.

4.2.5 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

4.2.6 Кислота соляная по ГОСТ 3118-79, х.ч.

4.2.7 Кислота уксусная по ГОСТ 61-75, х.ч.

4.2.8 Тиогликолевая кислота по ТУ 6-09-3115-83, ч.

4.2.9 Аскорбиновая кислота фармакопейная, ФС 42-2668-95.

4.2.10 Калий надсернокислый (калия персульфат) по ГОСТ 4146-74, ч.д.а.

4.2.11 Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N,N-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652-73, ч.д.а.

4.2.12 Глицерин по ГОСТ 6259-75, ч.

4.2.13 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

4.2.14 Фильтры мембранные "Владипор МФАС-ОС-2", 0,45 мкм, по ТУ 6-55-221-1-29-89 или другого типа, равноценные по характеристикам.

4.2.15 Фильтры стекловолоконные с размером пор 1 – 2 мкм диаметром 25 мм.

Примечание - Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативной и технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации алюминия основано на его взаимодействии при pH 6 с органическим реагентом трифенилметанового ряда (сульфохромом или хромазуролом S) в присутствии катионного поверхностно-активного вещества - хлорида це-

тилпиридиния - с образованием окрашенного в ярко-голубой (синий) цвет комплексного соединения. Максимум оптической плотности образовавшегося комплекса наблюдается для сульфохрома при длине волны 620 нм, для хромазурола S - 638 нм.

При анализе пробы, отфильтрованной через мембранный фильтр, выполняют измерения массовой концентрации растворенного алюминия. Массовую концентрацию растворимых в кислоте форм алюминия измеряют, анализируя тщательно перемешанную нефильтрованную пробу. Растворимые в кислоте формы алюминия в большинстве проб составляют подавляющую часть его валового содержания. Частично растворяются при кислотной обработке лишь наиболеее прочные алюмосиликаты.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

6.1 При выполнении измерений массовой концентрации алюминия в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в национальных стандартах и соответствующих нормативных документах.

6.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении измерений, относятся ко 2-му и 3-му классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

6.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

6.4 Вредно действующие вещества подлежат сбору и утилизации в соответствии с установленными правилами.

6.5 Дополнительных требований по экологической безопасности не предъявляется.

7 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим профессиональным образованием или средним профессиональным образованием и стажем работы в лаборатории не менее года, освоившие методику.

8 Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.);
- влажность воздуха не более 80 % при 25 °С;
- напряжение в сети (220±10) В;
- частота переменного тока в сети питания (50±1) Гц.

9 Отбор и хранение проб

9.1 Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 и ГОСТ Р 51592. Оборудование для отбора проб должно соответствовать ГОСТ 17.1.5.04 и ГОСТ Р 51592. Пробы, предназначенные для выполнения измерений массовой концентрации растворенного алюминия как можно быстрее после отбора (не позже 3 ч) фильтруют через мембранный фильтр 0,45 мкм, очищенный кипячением в течение 10 мин в 1 %-ном растворе соляной кислоты, затем в дистиллированной воде. Первую порцию фильтрата отбрасывают. Фильтрат консервируют раствором серной кислоты, 2 моль/дм^3, до pH<2 из расчета 1,5 см^3 раствора кислоты на 150 см^3 пробы (если этого недостаточно для получения нужного значения pH, добавляют еще кислоты).

9.2 Для выполнения измерений массовой концентрации растворимых в кислоте форм алюминия консервируют серной кислотой до pH <2 нефильтрованную пробу.

9.3 Законсервированные пробы хранят до анализа в плотно закрытой полиэтиленовой (полипропиленовой) посуде не более 1 мес. Объем отбираемой пробы не менее 150 см^3. Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают 5 %-ным раствором соляной кислоты, а затем дистиллированной водой. Перед заполнением ее ополаскивают 2-3 раза отобранной водой.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и реактивов

10.1.1 Раствор сульфохрома или хромазурола S

Растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды 0,058 г сульфохрома или 0,030 г хромазурола S. Раствор сульфохрома пригоден в течение рабочего дня, раствор хромазурола – в течение 1 месяца при хранении в холодильнике.

10.1.2 Раствор хлорида цетилпиридиния

Растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды 0,034 г хлорида цетилпиридиния. Хранят в склянке с притёртой пробкой не более месяца.

10.1.3 Раствор аммиака, 6 моль/$дм^3$

К 275 $см^3$ *дистиллированной воды приливают 225* $см^3$ *аммиака* водного квалификации ос.ч. и перемешивают. Раствор хранят не более 2 недель в полиэтиленовом флаконе с плотно закрывающейся пробкой.

При использовании аммиака водного квалификации х.ч. или ч.д.а., приготовление раствора проводят с одновременной очисткой аммиака. Для этого на дно чистого сухого эксикатора наливают 120 $см^3$ аммиака водного, а на вкладыш ставят кварцевую чашку или полипропиленовый стакан вместимостью 500 $см^3$ со срезанной примерно на 2/3 верхней частью со 140 $см^3$ дистиллированной воды. Плотно закрывают эксикатор и оставляют на 2-3 сут. За это время в эксикаторе устанавливается равновесие и в чашке получается чистый раствор аммиака с молярной концентрацией примерно 6 моль/$дм^3$.

10.1.4 Раствор аммиака, 2 моль/$дм^3$

К 67 $см^3$ раствора аммиака с молярной концентрацией 6 моль/$дм^3$ приливают 133 $см^3$ дистилированной воды и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом флаконе с плотно закрывающейся пробкой не более 2-х недель.

10.1.5 Раствор аммиака, 1 моль/$дм^3$

К 17 $см^3$ раствора аммиака с молярной концентрацией 6 моль/$дм^3$ приливают 83 $см^3$ дистилированной воды и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом флаконе с плотно закрывающейся пробкой не более 2 недель.

10.1.6 Раствор аммиака, 0,1 моль/дм^3

К 5 см^3 раствора аммиака с молярной концентрацией 2 моль/дм^3 приливают 95 см^3 дистилированной воды и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовом флаконе с плотно закрывающейся пробкой не более недели.

10.1.7 Раствор уксусной кислоты, 2 моль/дм^3

К 440 см^3 дистиллированной воды приливают 60 см^3 ледяной уксусной кислоты и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытом полиэтиленовом флаконе.

10.1.8 Буферный раствор, pH 6,0 ± 0,1

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 50 см^3 раствора уксусной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3, 50 см^3 раствора аммиака с концентрацией 2 моль/дм^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Хорошо перемешивают. Значение pH полученного раствора проверяют на pH-метре; при необходимости доводят до pH 6,0 ± 0,1, добавляя раствор аммиака или уксусной кислоты. Хранят в склянке с притертой пробкой не более 2 недель.

10.1.9 Раствор серной кислоты, 2 моль/дм^3

В термостойкий стакан вместимостью 250 см^3 помещают 90 см^3 дистиллированной воды и при перемешивании приливают 11 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив.

10.1.10 Раствор персульфата калия, 4 %-ный

В стакан вместимостью 250 см^3 помещают 4 г персульфата калия, добавляют 95 см^3 дистиллированной воды и 0,5 см^3 концентрированной серной кислоты. Перемешивают до растворения персульфата калия. Хранят в темной склянке с притёртой пробкой не более 1 мес.

10.1.11 Раствор тиогликолевой кислоты 1:10

К 45 см^3 дистиллированной воды приливают 4,5 см^3 тиогликолевой кислоты. Хорошо перемешивают. Хранят в холодильнике в темной склянке с притёртой пробкой не более 3 сут.

10.1.12 Раствор аскорбиновой кислоты, 1 %

Растворяют 0,5 г аскорбиновой кислоты в 50 см^3 дистиллированной воды. Хранят в холодильнике не более 3 сут.

10.1.13 Раствор трилона Б, 0,02 моль/дм^3

Растворяют 0,37 г трилона Б в 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в плотно закрытой склянке не более месяца.

10.1.14 Раствор соляной кислоты, 1 %-ный

В 350 $см^3$ дистиллированной воды растворяют 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты.

10.1.15 Раствор соляной кислоты, 5 %-ный

В 310 $см^3$ дистиллированной воды растворяют 50 $см^3$ концентрированной соляной кислоты.

10.1.16 Водно-глицериновая смесь

Смешивают 2 части глицерина с 3 частями дистиллированной воды. Полученной смесью заполняют баню для термической обработки проб.

10.2 Подготовка посуды

Если обработка проб проводится в кварцевой или полипропиленовой посуде, ее очищают однократным нагреванием с 1 %-ным раствором соляной кислоты, затем ополаскивают дистиллированной водой. При очистке колб из боросиликатного стекла (новых или после длительного перерыва в работе) нагревание производят многократно. Колбы из стекла других марок использовать не рекомендуется из-за возможности выщелачивания алюминия из стекла при кипячении проб с кислотой. Чистоту посуды контролируют по величине холостого опыта. Оптимальное значение оптической плотности холостого опыта при использовании сульфохрома составляет 0,08 - 0,12, хромазурола S – 0,10- 0,18.

10.3 Приготовление градуировочных растворов

10.3.1 Градуировочные растворы готовят из ГСО с массовой концентрацией алюминия 1,00 $мг/см^3$. Вскрывают ампулу и ее содержимое переносят в сухую чистую градуированную пробирку. Для приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией алюминия 50,0 $мкг/см^3$ отбирают 5,0 $см^3$ образца с помощью чистой сухой пипетки с одной отметкой вместимостью 5 $см^3$ и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, в которую предварительно вносят 25 $см^3$ раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 $моль/дм^3$ и 30-40 $см^3$ дистиллированной воды. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более месяца.

10.3.2 Для приготовления градуировочного раствора с массовой концентрацией алюминия 1,00 мкг/см^3 градуированной пипеткой вместимостью 2 см^3 отбирают 2,0 см^3 градуировочного раствора с массовой концентрацией алюминия 50,0 мкг/см^3, помещают его в мерную колбу вместимостью 100 см^3, в которую предварительно вносят 2 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3, и 50-60 см^3 дистиллированной воды. Доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят в полиэтиленовой плотно закрытой посуде не более 3 дней.

10.3.3 Если массовая концентрация алюминия в ГСО не равна точно 1,00 мг/см^3, рассчитывают массовую концентрацию алюминия в полученных градуировочных растворах в соответствии с концентрацией конкретного образца.

10.3.4 При отсутствии ГСО допускается использовать аттестованный раствор алюминия, приготовленный из металлического алюминия. Методика приготовления аттестованного раствора приведена в приложении А.

10.4 Установление градуировочной зависимости

10.4.1 Для приготовления градуировочных образцов при установлении градуировочной зависимости с использованием УФ-облучения проб в кварцевые пробирки помещают 40 см^3 дистиллированной воды и приливают градуированной пипеткой вместимостью 2 см^3 0; 0,2; 0,4; 0,8, 1,2; 1,6; 2,0 см^3 градуировочного раствора алюминия с массовой концентрацией 1,00 мкг/см^3, что соответствует содержанию алюминия в пробе 0; 0,20; 0,40; 0,80; 1,20; 1,60; 2,00 мкг. Соответственно добавляют 0,1 см^3 раствора серной кислоты с концентрацией 2 моль/дм^3, 0,4 см^3 раствора персульфата калия, перемешивают, помещают пробирки в устройство для обработки проб воды УФ-облучением. Далее проводят обработку проб и измерение оптической плотности, как описано в 11. 1. Анализ каждого градуировочного образца проводят дважды.

10.4.2 Для приготовления градуировочных образцов при установлении градуировочной зависимости с использованием термической обработки проб 40 см^3 дистиллированной воды помещают в конические колбы (полипропиленовые или из боросиликатного стекла), при-

ливают те же объемы градуировочного раствора алюминия с массовой концентрацией 1,00 мкг/см^3, что и в 10.4.1, добавляют 0,1 см^3 раствора серной кислоты с молярной концентрацией 2 моль/дм^3 и помещают в водно-глицериновую баню. Далее проводят обработку проб и измерение оптической плотности, как описано в 11.1. Анализ каждого градуировочного образца проводят дважды.

10.4.3 Оптическую плотность холостого опыта вычитают из оптической плотности растворов, содержащих алюминий. Градуировочную зависимость средней оптической плотности от содержания алюминия в образцах рассчитывают методом наименьших квадратов.

Градуировочную зависимость устанавливают при использовании новой партии сульфохрома (хромазурола S) или хлорида цетилпиридиния, а также при замене измерительного прибора.

10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

10.5.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз при выполнении измерений массовой концентрации алюминия в пробах воды. Средствами контроля являются образцы, используемые для установления градуировочной зависимости по 10.4 (не менее 3 образцов). Градуировочная характеристика считается стабильной при выполнении следующих условий:

$$|X - C_m| \le d, \qquad (2)$$

где X - результат контрольного измерения содержания алюминия в градуировочном образце, мг/дм^3;

C_m - приписанное значение содержания алюминия в градуировочном образце, мг/дм^3;

d - допустимое расхождение между измеренным и приписанным значением содержания алюминия в градуировочном образце, мкг (таблица 2).

Если условие стабильности не выполняется для одного градуировочного образца, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубую погрешность. При повторном невыполнении условия, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют измерение с использованием других образцов, предусмотренных методикой. Если градуировоч-

ная характеристика вновь не будет удовлетворять условию (2), устанавливают новую градуировочную зависимость.

Таблица 2 - Допустимые расхождения между измеренными и приписанными значениями содержания алюминия в образце при контроле стабильности градуировочной характеристики

Приписанное значение содержания алюминия в градуировочном образце C_m, мкг	Допустимое расхождение d, мкг
0,20	0,02
0,40	0,03
0,80	0,05
1,20	0,07
1,60	0,07
2,00	0,07

10.5.2 При выполнении условия (2) учитывают знак разности между измеренными и приписанными значениями содержания алюминия в образцах. Эта разность должна иметь как положительное, так и отрицательное значение, если же все значения имеют один знак, это говорит о наличии систематического отклонения. В таком случае требуется установить новую градуировочную зависимость.

11 Выполнение измерений

11.1 Выполнение измерений массовой концентрации растворенного алюминия

11.1.1 Выполнение измерений массовой концентрации растворенного алюминия проводят в пробе воды, профильтрованной через фильтр с размером пор 0,45 мкм. Для устранения влияния органической матрицы анализируемой воды ее подвергают предварительной обработке с использованием УФ-облучения или кипячением в присутствии серной кислоты.

11.1.2 При использовании УФ-облучения мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ отмеряют дважды по 40 $см^3$ законсервированной анализируемой воды, помещают каждую аликвоту в очищенную согласно 10.2 кварцевую пробирку (пробирки, если вместимость их менее 50 $см^3$), добавляют 0,4 $см^3$ раствора персульфата калия, пере-

мешивают, помещают в устройство для обработки проб воды УФ-облучением и облучают 20 мин.

11.1.3 Если для обработки проб используют кипячение, мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ отмеряют дважды по 40 $см^3$ законсервированной анализируемой воды, помещают ее в две очищенные согласно 10.2 конические колбы из полипропилена или из боросиликатного стекла, надевают на колбы утяжелительные кольца, помещают в кипящую водно-глицериновую баню и кипятят 30 мин.

При кипячении часть воды из бани испаряется, поэтому при анализе следующей серии проб уровень жидкости в бане следует довести до первоначального значения.

11.1.4 После охлаждения пробу из пробирок или колб переносят в полипропиленовый стакан вместимостью 50 $см^3$, дважды ополаскивают пробирки и колбы по 1-1,5 $см^3$ дистиллированной воды, помещая промывную воду в тот же стакан. Добавляют к пробе 0,5 $см^3$ раствора аскорбиновой кислоты и оставляют на 5 мин. Затем, добавляя по каплям растворы аммиака 6 моль/$дм^3$ и 1 моль/$дм^3$, доводят pH пробы до величины 2,5 -2,8, контролируя величину pH на pH-метре. После этого (не убирая электроды из стакана) добавляют 0,5 $см^3$ раствора тиогликолевой кислоты и 0,5 $см^3$ раствора сульфохрома или хромазурола S. Используя растворы аммиака 1 моль/$дм^3$ и 0,1 моль/$дм^3$, доводят pH пробы до величины 6,0 ±0,2, после чего приливают 2 $см^3$ буферного раствора с pH 6,0±0,1.

Примечание - если при кипячении фильтрованной пробы воды в колбе образуется осадок (муть), пробу перед переносом в стакан следует профильтровать через стекловолоконный фильтр в соответствии с 11.2.

Переносят пробу в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, ополаскивают электроды и стакан 2-3 $см^3$ дистиллированной воды и помещают промывную воду в ту же колбу. Добавляют 1 $см^3$ или 2 $см^3$ раствора хлорида цетилпиридиния (при использовании в качестве реагента сульфохрома или хромазурола S, соответственно), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов относительно дистиллированной воды на спектрофотометре или фотометре с непрерывной разверткой спектра при длине волны 620 или 638 нм (при использовании в качестве реагента сульфохрома или хромазурола S, соответственно), на фотометре, снабженном светофильтрами -

при 590-630 нм при использовании сульфохрома или 630-670 нм при использовании хромазурола S в кювете с толщиной поглощающего слоя 5 см. Холостой опыт выполняют аналогично, используя 40 $см^3$ дистиллированной воды. Окраска растворов устойчива в течение не менее 2 ч.

11.1.5 Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до объема 40 $см^3$ дистиллированной водой.

11.1.6 По окончании работы с pH-метром электроды промывают 1 %-ным раствором соляной кислоты, а затем дистиллированной водой.

11.2 Выполнение измерений массовой концентрации форм алюминия, растворимых в кислоте

Выполнение измерений массовой концентрации растворимых в кислоте форм алюминия проводят в нефильтрованной пробе воды. Мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$ отмеряют дважды по 40 $см^3$ законсервированной воды, помещают ее в очищенные согласно 10.2 конические колбы из полипропилена или из боросиликатного стекла, надевают на колбы утяжелительные кольца, помещают в кипящую водно-глицериновую баню и кипятят 30 мин. После охлаждения пробу фильтруют с помощью шприца через стекловолоконный фильтр, помещенный в полипропиленовый фильтродержатель. К фильтро

держателю присоединяют тонкую пластиковую трубку, которую опускают в колбу с пробой и с помощью шприца просасывают содержимое колбы через фильтр. Фильтрат из щприца выливают в полипропиленовый стакан вместимостью 50 $см^3$, ополаскивают колбу, фильтр и шприц 2-3 $см^3$ дистиллированной воды, помещая промывную воду в тот же стакан. Далее проводят анализ пробы в соответствии с 11.1.4.

Фильтр и шприц перед фильтрованием пробы следует промыть 1 %-ным раствором соляной кислоты.

11.3 Мешающие влияния и их устранение

11.3.1 Выполнению измерений массовой концентрации алюминия с сульфохромом или хромазуролом S мешают железо и медь, если их концентрации превышают концентрацию алюминия. Влияние железа и меди устраняется в процессе анализа за счет добавления аскорбиновой и тиогликолевой кислот.

11.3.2 Мешающее влияние фторидов, образующих с алюминием довольно прочные комплексы, в значительной степени устраняется при кипячении пробы с кислотой. Однако при высоких концентрациях фторидов (более 0,2 мг/дм^3) результат измерения может быть занижен. Для устранения этого влияния при расчете вводится поправочный коэффициент.

11.3.3 При анализе некоторых проб окрашенный раствор получается мутным. Для компенсации мутности следует использовать холостой опыт, приготовленный на анализируемой воде. Для приготовления такого холостого опыта 40 см^3 воды обрабатывают аналогично пробе до момента приливания тиогликолевой кислоты. После тиогликолевой кислоты приливают 2 см^3 буферного раствора с pH 6,0±0,1, 0,5 см^3 раствора трилона Б и 0,5 см^3 раствора сульфохрома или хромазурола S. При необходимости доводят pH пробы до величины 6,0 ±0,1, используя растворы аммиака с молярными концентрациями 1 моль/дм^3 и 0,1 моль/дм^3, после чего переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, споласкивают электроды и стакан 2-3 см^3 дистиллированной воды и помещают промывную воду в ту же колбу. Добавляют 1 см^3 или 2 см^3 раствора хлорида цетилпиридиния (при использовании в качестве реагента сульфохрома или хромазурола S, соответственно), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

12 Вычисление и оформление результатов измерений

12.1 Содержание алюминия в отобранной для анализа аликвоте анализируемой воды находят по градуировочной зависимости. Массовую концентрацию алюминия в анализируемой пробе воды X, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{q \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

где q - содержание алюминия, найденное по градуировочной зависимости, мкг;

V - объём аликвоты воды, отобранный для анализа, $см^3$.

Если в анализируемой пробе присутствуют фториды в концентрации более 0,2 $мг/дм^3$ (200 $мкг/дм^3$), то массовую концентрацию алюминия X_0 рассчитывают по формуле

$$X_0 = \frac{q \cdot 1000}{V \cdot Z}, \qquad (4)$$

где Z – фактор, учитывающий степень влияния фторидов на результат анализа.

Фактор Z рассчитывают по формуле

$$Z = 1{,}03 - 0{,}0042 \cdot X_F / X, \qquad (5)$$

где X_F - массовая концентрация фторидов в пробе, $мкг/дм^3$;

X - массовая концентрация алюминия, рассчитанная по формуле (2), $мкг/дм^3$.

12.2 Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3 \quad (P = 0{,}95), \qquad (6)$$

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение двух результатов, разность между которыми не превышает предела повторяемости r_n ($2{,}77\,\sigma_r$). Значения σ_r приведены в таблице 1; при превышении предела повторяемости следует поступать в соответствии с 13.2;

$\pm\Delta$ - границы характеристики погрешности результатов измерений для данной концентрации.

Численные значения результата измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности; последние не должны содержать более двух значащих цифр.

12.3 Допустимо представлять результат в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_л \quad (P=0,95) \text{ при условии } \Delta_л < \Delta, \qquad (7)$$

где $\pm\Delta_л$ - границы характеристик погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемые контролем стабильности результатов измерений.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\Delta_л = 0,84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

12.4 Результаты измерений оформляют протоколом или записью в журнале по формам, приведенным в Руководстве по качеству лаборатории.

13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

13.1 Общие положения

13.1.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, погрешности).

13.1.2 Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости

13.2.1 Контроль повторяемости осуществляют для каждого из результатов измерений, полученных в соответствии с методикой. Для этого отобранную пробу воды делят на две части, и выполняют измерения в соответствии с разделом 11.

13.2.2 Результат контрольной процедуры $r_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_к = | X_1 - X_2 |, \quad (8)$$

где X_1, X_2 – результаты измерений массовой концентрации алюминия в пробе, мкг/дм^3.

13.2.3 Предел повторяемости $r_п$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$r_п = 2{,}77 \cdot \sigma_r, \quad (9)$$

13.2.4 Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$r_к \le r_п. \quad (10)$$

13.2.5 При несоблюдении условия (10) выполняют еще два измерения и сравнивают разницу между максимальным и минимальным результатами с нормативом контроля равным $3{,}6 \cdot \sigma_r$. В случае повторного превышения предела повторяемости, поступают в соответствии с разделом 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

13.3.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результатов отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

13.3.2 Результат контрольной процедуры $К_к$, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К_к = | \overline{X}' - \overline{X} - C |, \quad (11)$$

где $\overline{X}'$ – среднее арифметическое результатов контрольных измерений массовой концентрации алюминия в рабочей пробе с известной добавкой, мг/дм^3;

$\overline{X}$ – среднее арифметическое результатов измерений массовой концентрации алюминия в рабочей пробе, мкг/дм^3;

С – величина добавки, мкг/дм^3.

13.3.3 Норматив контроля погрешности К, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$К = \sqrt{\Delta^2_{лХ'} + \Delta^2_{лХ}}, \quad (12)$$

где $\Delta_{лХ'}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации алюминия в пробе с добавкой, мг/дм^3;

$\Delta_{лХ}$ - значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории, соответствующие массовой концентрации алюминия в рабочей пробе, мг/дм^3.

Примечание – Допустимо для расчета норматива контроля использовать значения характеристик погрешности, полученные расчетным путем по формулам $\Delta_{лХ'}=0{,}84\Delta_{Х'}$ и $\Delta_{лХ}=0{,}84\cdot\Delta_{Х}$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

13.3.4 Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию

$$|К_к| \leq К, \quad (13)$$

процедуру выполнения измерений признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (13) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (13), выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 Проверка приемлемости результатов, полученных в условиях воспроизводимости

14.1 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R. \quad (14)$$

14.2 При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725 - 6 или МИ 2881.

14.3 Проверка приемлемости проводится при необходимости сравнения результатов измерений, полученных двумя лабораториями.

Приложение А
(рекомендуемое)

Методика приготовления аттестованных растворов АР1-Al, АР2-Al для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации алюминия фотометрическим методом

А.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления аттестованных растворов, предназначенных для установления градуировочных характеристик приборов и контроля точности результатов измерений массовой концентрации алюминия в природных и очищенных сточных водах фотометрическим методом.

А.2 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 - Метрологические характеристики аттестованных растворов алюминия

Наименование характеристики	Значение характеристики для аттестованного раствора	
	АР1-Al	АР2-Al
Аттестованное значение массовой концентрации алюминия, мкг/см^3	1000,0	50,00
Границы погрешности установления аттестованного значения массовой концентрации алюминия (Р=0,95), мкг/см^3	±1,2	±0,51

А.3 Средства измерений, вспомогательные устройства

А.3.1 Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ 24104-2001.

А.3.2 Колбы мерные 2-го класса точности исполнения 2, 2а по ГОСТ 1770-74, вместимостью: 100 $см^3$ – 1шт., 1000 $см^3$ – 1шт.

А.3.3 Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29227-91, вместимостью: 5 $см^3$ – 1шт., 10 $см^3$ – 1шт.

А.3.4 Цилиндр мерный исполнения 1, 3 по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 $см^3$.

А.3.5 Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 (бюксы) по ГОСТ 25336-82.

А.3.6 Полиэтиленовые флаконы для хранения аттестованных растворов вместимостью 1000 $см^3$ и 100 $см^3$.

А.4 Исходные компоненты аттестованных растворов

А.4.1 Алюминий гранулированный по ТУ 6-09-3742-74, ч.д.а. Основной компонент - Al, массовая доля которого не менее 99,9 %, молярная масса равна 26,98 г/моль.

А.4.2 Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

А.4.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, х.ч.

А.4.4 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

А.5 Процедура приготовления аттестованных растворов

А.5.1 Для приготовления аттестованного раствора АР1-Al взвешивают несколько гранул алюминия с точностью до четвертого знака после запятой так, чтобы навеска составила от 1,0 до 1,1 г. Навеску количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, добавляют 20-25 $см^3$ дистиллированной воды и 20 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Алюминий растворяют. Если растворение прекратится, добавляют еще немного кислоты. После растворения алюминия разбавляют объем раствора в колбе примерно до 800 $см^3$, осторожно при перемешивании приливают пипеткой 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Если необходимо, охлаждают раствор в колбе до комнатной температуры, доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают.

Рассчитывают аттестованное значение массовой концентрации алюминия в растворе АР1-Al C_1, мкг/$см^3$, по формуле

$$C_1 = \frac{a \cdot 10^6}{V}, \qquad (A.1)$$

где a - навеска алюминия, г;

V - вместимость мерной колбы, $см^3$.

А.5.2 Для приготовления аттестованного раствора АР2-Al в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 50 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 1 $см^3$ концентрированной серной кислоты и градуированной пипеткой вместимостью 5 $см^3$ вносят такой объем раствора АР1-Al, чтобы после разбавления получить раствор с массовой концентрацией алюминия 50,00 мкг/$см^3$. Объем раствора доводят до метки на колбе дистиллированной водой и перемешивают.

Расчет объема раствора АР1-Al V_1, $см^3$, необходимого для приготовления раствора АР2-Al, проводят по формуле

$$V_1 = \frac{V_2 \cdot 50{,}0}{C_1 \cdot 1000}, \qquad (A.2)$$

где V_2 - объем мерной колбы, $см^3$.

А.6 Расчет погрешности установления аттестованного значения массовой концентрации алюминия в аттестованных растворах

А.6.1 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Al Δ_1, мкг/$см^3$, выполняют по формуле

$$\Delta_1 = C_1 \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta_\mu}{\mu}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_V}{V}\right)^2}, \qquad (A.3)$$

где Δ_μ - предельное значение возможного отклонения массовой доли основного вещества в реактиве от приписанного значения μ, %;

μ - массовая доля основного вещества (Al), приписанная реактиву квалификации «ч.д.а.», %;

Δ_m - предельная возможная погрешность взвешивания, г;

m - масса навески гранулированного алюминия, г;

Δ_V - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, $см^3$.

Предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР1-Al равен

$$\Delta_1 = 1000 \cdot \sqrt{(\frac{0,1}{100})^2 + (\frac{0,0002}{1})^2 + (\frac{0,6}{1000})^2} = 1,18 \text{ мкг/см}^3.$$

А.6.2 Расчет погрешности приготовления аттестованного раствора АР2-Al Δ_2, мкг/см^3, выполняют по формуле

$$\Delta_2 = C_2 \cdot \sqrt{(\frac{\Delta_1}{C_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_1}}{V_1})^2 + (\frac{\Delta_{V_2}}{V_2})^2}, \qquad (А.4)$$

где C_2 - приписанное раствору АР2-Al аттестованное значение массовой концентрации алюминия, мкг/см^3;

Δ_{V_1} - предельное значение возможного отклонения объема V_1 от номинального значения, см^3;

Δ_{V_2} - предельное значение возможного отклонения вместимости мерной колбы от номинального значения, см^3.

Предел возможных значений погрешности приготовления аттестованного раствора АР2- Al равен

$$\Delta_2 = 50,0 \cdot \sqrt{(\frac{1,18}{1000})^2 + (\frac{0,05}{5})^2 + (\frac{0,2}{100})^2} = 0,51 \text{ мкг/см}^3.$$

А.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общие требования техники безопасности при работе в химических лабораториях.

А.8 Требования к квалификации операторов

Аттестованный раствор может готовить инженер или лаборант со средним профессиональным образованием, прошедший специальную подготовку и имеющий стаж работы в химической лаборатории не менее года.

А.9 Требования к маркировке

На склянки с аттестованными растворами должны быть наклеены этикетка с указанием условного обозначения раствора, массовой концентрации алюминия, погрешности ее установления и даты приготовления.

А.10 Условия хранения

Аттестованный раствор АР1-Al следует хранить в плотно закрытой полиэтиленовой посуде не более 6 мес., раствор АР2-Al – не более 1 мес.

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

ГОСУДАРСТВЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

344090, г. Ростов-на-Дону пр. Стачки, 198	Факс: (863) 222-44-70 Телефон (863) 222-66-68

gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений **№ 103.24-2007**

Методика выполнения измерений массовой концентрации алюминия в водах фотометрическим методом с сульфохромом или хромазуролом S,

разработанная Государственным учреждением «Гидрохимический институт»

и регламентированная РД 52.24.449-2008. Массовая концентрация алюминия в водах.

Методика выполнения измерений фотометрическим методом с сульфохромом или хромазуролом S,

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований.

В результате аттестации установлено, что методика выполнения измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает метрологическими характеристиками, приведенными в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения характеристик погрешности измерений и ее составляющих при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия X, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, мкг/дм^3	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, мкг/дм^3	Показатель правильности (границы систематической погрешности) $\pm\Delta_c$, мкг/дм^3	Показатель точности (границы погрешности) $\pm\Delta$, мкг/дм^3
От 5,0 до 30,0 включ.	0,2+0,032·X	0,3+0,048·X	0,4+0,030·X	0,7+0,10·X
Св.30,0 до 50,0 включ.	0,9	1,4	0,4+0,030·X	2,8+0,030·X

Таблица 2 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при принятой вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия X, мкг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) r , мкг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, мг/дм^3
От 5,0 до 30,0 включ.	0,6+0,089·X	0,8+0,13·X
Св.30,0 до 50,0 включ.	2,5	3,9

При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости, погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемо-

сти, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в РД 52.24.449-2008.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Дата выдачи 18 декабря 2007 г.

Директор А.М. Никаноров

Главный метролог А.А. Назарова

gost.e-ecolog.ru