ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А. А. Соловьянов
"21" марта 1997 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОД

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЛЮМИНИЯ В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И ОЧИЩЕННЫХ СТОЧНЫХ ВОД ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ С СУЛЬФОХРОМОМ

ПНД Ф 14.1:2.93-97

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 1997 г.
(издание 2004 г.)

gost.e-ecolog.ru

1. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа проб природных и очищенных сточных вод для определения в них массовой концентрации растворенных форм алюминия при массовой концентрации от 5,0 до 50,0 мкг/дм^3 фотометрическим методом с сульфохромом без разбавления и концентрирования пробы.

Если массовая концентрация алюминия в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация алюминия соответствовала регламентированному диапазону.

Мешающее влияние взвешенных и коллоидных веществ устраняют фильтрованием пробы. Возможное мешающее влияние органической матрицы анализируемой воды устраняют УФ-облучением пробы (п. 10)

2. ПРИНЦИП МЕТОДА

Фотометрический метод определения массовой концентрации алюминия основан на взаимодействии алюминия при pH 6 с органическим реагентом трифенилметанового ряда сульфохромом в присутствии катионного поверхностно-активного вещества - хлорида цетилпиридиния - с образованием окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения.

Оптическую плотность экстракта измеряют на спектрофотометре в видимой области спектра (λ = 630 нм) или фотометре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания в диапазоне λ = 590 - 630 нм.

3. ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости, правильности

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия, мкг/дм^3	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %
от 5.0 до 50.0 вкл.	26	8	12	11

Значения показателя точности методики используют при:
– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
– оценке возможности использования результатов анализа при реализации методики в конкретной лаборатории.

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений

Спектрофотометр или фотометр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны λ = 590 - 630 нм	
Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм	
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг любого типа	ГОСТ 24104-2001
СО с аттестованным содержанием алюминия с погрешностью не более 1 % при P = 0.95 (или металлический алюминий, п. 4.3)	
pH-метр или иономер с погрешностью измерения pH не более 0,05 единиц pH	
Термометр с диапазоном 0 – 100°С	ГОСТ 29224
Колбы мерные, наливные	ГОСТ 1770
2-50-2	
2-100-2	
2-500-2	
Пипетки градуированные	ГОСТ 29227
1(3)-1-2-1	
1(3)-1-2-2	
1(3)-2-2-5	
1(3)-2-2-10	
Цилиндры мерные	ГОСТ 1770
1(3)-10	

1(3)-25
1(3)-50
1(3)-100
1(3)-250
1(3)-500

4.2. Вспомогательные устройства

Устройство для обработки проб воды УФ-облучением типа УФР с набором кварцевых пробирок вместимостью не менее 50 $см^3$	
Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ПВФ-47	ТУ-3616-001-32953279-97
Стаканчики для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336
СВ-14/8	
СВ-34/12	
Стаканы химические	ГОСТ 25336
В-1-50 ТХС	
В-1-100 ТХС	
В-1-250 ТХС	
В-1-500 ТХС	
В-1-1000 ТХС	
Капельницы 1 ХС или 2-50 ХС	ГОСТ 25336
Стеклянные палочки	

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование других, в том числе импортных, средств измерений и вспомогательных устройств с характеристиками не хуже, чем у приведенных в п.п. 4.1 и 4.2.

4.3. Реактивы и материалы

Алюминий металлический гранулированный	ТУ 6-09-3742
Сульфохром	ТУ 6-09-05-849
Цетилпиридиния хлорид, моногидрат	ТУ 6-09-15-121
Калия персульфат	ГОСТ 4146
Аммиак водный, концентрированный	ГОСТ 3760
Серная кислота	ГОСТ 4204

Соляная кислота	ГОСТ 3118
Тиогликолевая кислота	ТУ 6-09-3115
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Вода бидистиллированная	
Фильтры мембранные «Владипор МФА-МА», 0,45 мкм	ТУ 6-05-1903
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

Допускается использование цетилпиридиния хлорида и тиогликолевой кислоты квалификации ч., а также реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже ч.д.а.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками обеспечивается по ГОСТ 12.1.019.

5.3. Организация обучения работающих безопасности труда проводится по ГОСТ 12.0.004.

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

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, владеющий техникой экстракционно-фотометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации спектрофотометра или фотометра.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (22±6)°С;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°С;
- частота переменного тока (50±1) Гц;

- напряжение в сети (220±22) В.

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

8.1. Отбор проб производится в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб».

8.2. Посуду, предназначенную для отбора и хранения проб, промывают раствором соляной кислоты (1:1), а затем дистиллированной водой.

8.3. Пробы воды отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутыли с плотно завинчивающимися пробками вместимостью 1 $дм^3$.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 200 $см^3$.

8.4. Пробы анализируют не позднее, чем через 2 часа после отбора или консервируют, добавляя раствор серной кислоты, 2 моль/$дм^3$, из расчета 4 капли на каждые 100 $см^3$ пробы.

8.5. При отборе проб составляется сопроводительный документ по утвержденной форме, в котором указывается:

- цель анализа, предполагаемые загрязнители;
- место, время отбора;
- номер пробы;
- должность, фамилия отбирающего пробу, дата.

9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Приготовление растворов и реактивов

9.1.1. Раствор сульфохрома, 1,0 ммоль/$дм^3$.

0,0585 г сульфохрома растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике не более 5 суток.

9.1.2. Раствор хлорида цетилпиридиния, 10 ммоль/$дм^3$.

0,0357 г хлорида цетилпиридиния растворяют в 100 $см^3$ бидистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке не более 1 мес.

9.1.3. Раствор хлорида цетилпиридиния 1,0 ммоль/$дм^3$.

К 10 $см^3$ раствора хлорида цетилпиридиния с концентрацией 10 ммоль/$дм^3$ приливают 90 $см^3$ бидистиллированной воды и перемешивают. Хранят в плотно закрытой склянке не более 10 суток.

9.1.4. Раствор аммиака, 2 моль/$дм^3$.

К 900 $см^3$ бидистиллированной воды приливают 100 $см^3$ концентрированного раствора аммиака и перемешивают. Хранят в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.1.5. Раствор аммиака, 1 моль/$дм^3$.

К 100 $см^3$ раствора аммиака с концентрацией 2 моль/$дм^3$ приливают 100 $см^3$ бидистилированной воды и перемешивают. Хранят в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.1.6. Раствор аммиака, 0,1 моль/дм^3.

К 25 см^3 раствора аммиака с концентрацией 2 моль/дм^3 приливают 475 см^3 бидистилированной воды и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.1.7. Раствор уксусной кислоты, 2 моль/дм^3.

К 880 см^3 бидистиллированной воды приливают 120 см^3 ледяной уксусной кислоты и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.1.8. Буферный раствор, pH 6,0±0,1.

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 24,5 см^3 раствора уксусной кислоты с концентрацией 2 моль/дм^3, 25 см^3 раствора аммиака с концентрацией 2 моль/дм^3 и доводят до метки бидистиллированной 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 плотно закрытой склянке не более 15 суток.

9.1.9. Раствор серной кислоты, 2 моль/дм^3.

В термостойкий стакан вместимостью 250 см^3 помещают 90 см^3 бидистиллированной воды и при перемешивании приливают 11 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив в течение 6 мес.

9. 1.10. Раствор персульфата калия, 5 %.

5 г персульфата калия помещают стакан вместимостью 250 см^3, добавляют 95 см^3 бидистиллированной воды и 0,5 см^3 концентрированной серной кислоты. Перемешивают до растворения персульфата калия. Хранят в плотно закрытой темной склянке не более 1 мес.

9.1.11. Раствор тиогликолевой кислоты 1:10.

К 45 см^3 бидистиллированной воды приливают 4,5 см^3 тиогликолевой кислоты. Хорошо перемешивают. Хранят в холодильнике в плотно закрытой темной склянке не более 3 суток.

9.1.12. Раствор соляной кислоты, 1 %.

10 см^3 концентрированной соляной кислоты растворяют в 350 см^3 дистиллированной воды. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.2. Приготовление градуировочного раствора

Градуировочный раствор, аттестованный по процедуре приготовления, готовят из стандартного образца (СО) или из металлического алюминия.

При использовании СО производят разбавление исходного раствора в соответствии с инструкцией по его применению. Массовая концентрация алюминия в рабочем градуировочном растворе должна составлять 1,00 мкг/см^3. Хранят раствор в холодильнике не более 3 суток.

Приготовление градуировочного раствора из металлического алюминия выполняют в соответствии с Приложением А.

9.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовыми концентрациями алюминия 0,20 - 2,00 мкг в 40 $см^3$ раствора. Условия проведения анализа должны соответствовать п. 7.

Состав и количество образцов для градуировки для построения градуировочного графика приведены в табл. 2.

Для всех.градуировочных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 3 % относительно приписанного значения массовой концентрации алюминия.

Таблица 2

Состав и количество образцов для градуировки при определении алюминия

	Содержание алюминия, мкг	Объем рабочего градуировочного раствора, $см^3$	Объем бидистиллированной воды, $см^3$
1	0,00	0,00	40,0
2	0,20	0,20	40,0
3	0,40	0,40	40,0
4	0,80	0,80	40,0
5	1,20	1,20	40,0
6	1,60	1,60	40,0
7	2,00	2,00	40,0

При построении градуировочного графика в кварцевые пробирки помещают 40,0 $см^3$ бидистиллированной воды и приливают пипетками вместимостью 1 и 2 $см^3$ аликвотные части рабочего градуировочного раствора алюминия в соответствии с табл. 2.

Добавляют 1-2 капли раствора серной кислоты с концентрацией 2 моль/$дм^3$, 0,3 $см^3$ раствора персульфата калия, перемешивают, помещают в устройство для обработки проб воды УФ - облучением и облучают 20 мин. Далее выполняют анализ образцов для градуировки в порядке возрастания их концентрации согласно п. 10.

Измеряют оптическую плотность проб с добавками рабочего градуировочного раствора алюминия по отношению к холостой (не содержащей добавки) пробе при λ = 590 - 630 нм, фотометрируя 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

Градуировочный график строят в координатах: содержание алюминия в пробе в мкг – усредненная оптическая плотность.

9.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в табл. 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X - C | \leq 1{,}96\sigma_{R_л},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации алюминия в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации алюминия в образце для градуировки;

$\sigma_{R_л}$ – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_л} = 0.84\,\sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

40 см^3 анализируемой воды, подкисленной в соответствии с п. 8.4, отмеряют цилиндром вместимостью 50 см^3, помещают ее в кварцевую пробирку, добавляют 0,3 см^3 раствора персульфата калия, перемешивают,

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

После охлаждения пробу переносят в стакан вместимостью 50 $см^3$, добавляют 0,5 $см^3$ раствора тиогликолевой кислоты и оставляют на 5 мин. Затем, добавляя по каплям растворы аммиака 1 моль/$дм^3$ и 0,1 моль/$дм^3$, доводят pH пробы до величины 6,0±0,2, контролируя величину pH на pH-метре.

Переносят пробу в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, споласкивают электроды и стакан 2-3 $см^3$ бидистиллированной воды и помещают промывную воду в ту же колбу. Добавляют 0,5 $см^3$ раствора сульфохрома и 1,5 $см^3$ раствора хлорида цетилпиридиния с концентрацией 1 ммоль/$дм^3$, 2 $см^3$ буферного раствора с pH 6,0, доводят до метки бидистиллированной водой и перемешивают, через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора при λ = 590 - 630 нм в кюветах с толщиной слоя 50 мм по отношению к холостой пробе.

Холостую пробу анализируют аналогично, используя 40 $см^3$ бидистиллированной воды.

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

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание алюминия в отобранной для анализа аликвоте анализируемой воды находят по градуировочному графику. Массовую концентрацию алюминия в анализируемой пробе воды рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 1000}{V},$$

где X - массовая концентрация алюминия в анализируемой пробе воды, мкг/$дм^3$;

a - содержание алюминия, найденное по градуировочному графику, мкг;

V - объем аликвоты воды, взятой для анализа, $см^3$.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

Значение предела воспроизводимости R при P=0.95 для всего регламентированного диапазона измерений массовой концентрации алюминия составляет 34 %.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Результат анализа X в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$X \pm \Delta$, мкг/дм^3, P=0.95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0.01 \cdot \delta \cdot X$$

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$X \pm \Delta_л$, мкг/дм^3, P=0.95,

при условии $\Delta_л < \Delta$,

где X – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Численные значения результата измерения должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и значения характеристики погрешности.

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

13.1. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с использованием метода добавок

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | X' - X - C_д |,$$

где X' - результат анализа массовой концентрации алюминия в пробе с известной добавкой;

X - результат анализа массовой концентрации алюминия в исходной пробе;

$C_д$ - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л,X'}^2 + \Delta_{л,X}^2},$$

где $\Delta_{л,X'}$, $\Delta_{л,X}$ - значения характеристики погрешности результатов анализа, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации алюминия в пробе с известной добавкой и в исходной пробе соответственно.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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 анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (1)$$

При невыполнении условия (1) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (1) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.2. Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | X_к - C |$$

где $X_к$ - результат анализа массовой концентрации алюминия в образце для контроля;

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа 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 анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (2)$$

При невыполнении условия (2) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение А
(рекомендуемое)

Приготовление градуировочных растворов из металлического алюминия

А.1. Основной раствор хлорида алюминия

2-3 гранулы алюминия, взвешенные с точностью до 0,1 мг, помещают в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$, добавляют 10-15 $см^3$ бидистиллированной воды и 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Если алюминий растворится не полностью, добавляют еще 1-2 $см^3$ кислоты. После растворения алюминия объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой.

Массовую концентрацию ионов алюминия в полученном растворе C_{Al}, $мг/см^3$, рассчитывают по формуле:

$$C_{Al} = \frac{a \cdot 1000}{V} = 2 \cdot a,$$

где а - навеска металлического алюминия, г;

V – объем мерной колбы, $см^3$.

При хранении в плотно закрытой посуде раствор устойчив 3 мес.

А.2. Промежуточный раствор с массовой концентрацией ионов алюминия 50,0 мкг/$см^3$

Рассчитывают объем основного раствора V, $см^3$, который необходимо взять для получения раствора с концентрацией алюминия 50 $мкг/см^3$:

$$V = \frac{100 \cdot 50}{C_{Al} \cdot 1000} = \frac{5}{C_{Al}},$$

где C_{Al} - массовая концентрация алюминия в основном растворе, $мг/см^3$.

Рассчитанный объем основного раствора градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Хранят не более 1 мес.

А.3. Градуировочный раствор с массовой концентрацией ионов алюминия 1,0 мкг/$см^3$

Пипеткой вместимостью 2,0 $см^3$ отбирают 2,0 $см^3$ промежуточного раствора алюминия, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки бидистиллированной водой. Хранят в холодильнике не более суток.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY»- STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул Красноармейская, 4, лаб 224	Факс (3432) 502-117 Телефон (3432) 502-295 E-mail. paneva@uniim ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219. GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (3432) 502-117 Phone (3432) 502-295 E-mail. paneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.01.03.129 / 2004

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовой концентрации алюминия в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с сульфохромом,*

разработанная *ООО НПП «Акватест» (г. Ростов-на-Дону),*

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

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

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1.Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
от 5.0 до 50.0 вкл.	8	12	11	26

2.Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мкг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 5.0 до 50.0 вкл.	34

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 01 06.2004 г

Срок действия до 01.06.2009 г.

gost.e-ecolog.ru

о научной работе ИНЕ Добровинский