



**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.)**

## **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<sup>3</sup> 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 рН 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 ( $\lambda = 630$  нм) или фотометре со светофильтром, имеющим максимум светопропускания в диапазоне  $\lambda = 590 - 630$  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 <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ±δ, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>r</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>R</sub> , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P = 0,95), ±δ <sub>c</sub> , %
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 °C 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<sup>3</sup>

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

Стекланные 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  $(22 \pm 6) ^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление  $(84 - 106) \text{ кПа}$ ;
- относительная влажность не более 80 % при температуре  $25 ^\circ\text{C}$ ;
- частота переменного тока  $(50 \pm 1) \text{ Гц}$ ;
- напряжение в сети  $(220 \pm 22) \text{ В}$ .

## 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 бутылки с плотно завинчивающимися пробками вместимостью  $1 \text{ дм}^3$ . Объем отбираемой пробы должен быть не менее  $200 \text{ см}^3$ .

8.4. Пробы анализируют не позднее, чем через 2 часа после отбора или консервируют, добавляя раствор серной кислоты,  $2 \text{ моль/дм}^3$ , из расчета 4 капли на каждые  $100 \text{ см}^3$  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, $1,0 \text{ ммоль/дм}^3$ .

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

#### 9.1.2. Раствор хлорида цетилпиридиния, $10 \text{ ммоль/дм}^3$ .

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

#### 9.1.3. Раствор хлорида цетилпиридиния $1,0 \text{ ммоль/дм}^3$ .

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

#### 9.1.4. Раствор аммиака, $2 \text{ моль/дм}^3$ .

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

#### 9.1.5. Раствор аммиака, $1 \text{ моль/дм}^3$ .

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

**9.1.6. Раствор аммиака, 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.**

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

**9.1.7. Раствор уксусной кислоты, 2 моль/дм<sup>3</sup>.**

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

**9.1.8. Буферный раствор, рН 6,0 ± 0,1.**

В мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> помещают 24,5 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты с концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>, 25 см<sup>3</sup> раствора аммиака с концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup> и доводят до метки бидистиллированной водой. Хорошо перемешивают. Значение рН полученного раствора проверяют на рН-метре; при необходимости доводят до рН 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<sup>3</sup>.**

В термостойкий стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> помещают 90 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и при перемешивании приливают 11 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, добавляют 95 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и 0,5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> бидистиллированной воды приливают 4,5 см<sup>3</sup> 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 концентрированной соляной кислоты растворяют в 350 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup> 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 <sup>3</sup>	Объем бидистиллированной воды, см <sup>3</sup>
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<sup>3</sup> бидистиллированной воды и приливают пипетками вместимостью 1 и 2 см<sup>3</sup> аликвотные части рабочего градуировочного раствора алюминия в соответствии с табл. 2.

Добавляют 1 - 2 капли раствора серной кислоты с концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>, 0,3 см<sup>3</sup> 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  $\lambda = 590 - 630$  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:

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

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

$C$  - аттестованное значение массовой концентрации алюминия в образце для градуировки;

$\sigma_{Rl}$  - 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:  $\sigma_{Rl} = 0,84\sigma_R$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения  $\sigma_R$  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<sup>3</sup> анализируемой воды, подкисленной в соответствии с п. 8.4, отмеряют цилиндром вместимостью 50 см<sup>3</sup>, помещают ее в кварцевую пробирку, добавляют 0,3 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, добавляют 0,5 см<sup>3</sup> раствора тиогликолевой кислоты и оставляют на 5 мин. Затем, добавляя по каплям растворы аммиака 1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, доводят рН пробы до величины  $6,0 \pm 0,2$ , контролируя величину рН на рН-метре.

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

Холостую пробу анализируют аналогично, используя 40 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

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

$V$  - объем аликвоты воды, взятой для анализа, см<sup>3</sup>.

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:

$$X \pm \Delta, \text{ мкг/дм}^3, P = 0,95,$$

где  $\Delta$  - показатель точности методики.

Значение  $\Delta$  рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X.$$

Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.



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

$$X \pm \Delta_r, \text{ мкг/дм}^3, P = 0,95,$$

при условии  $\Delta_r < \Delta$ ,

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

$\pm\Delta_r$  - 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  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = |X' - X - C_d|,$$

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

$X$  - результат анализа массовой концентрации алюминия в исходной пробе;

$C_d$  - величина добавки.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

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

где  $\Delta_{l,X'}$ ,  $\Delta_{l,X}$  - 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:  $\Delta_r = 0,84 \cdot \Delta$ , с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K. \quad (1)$$

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  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Документ скачан с портала нормативных документов [www.OpenGost.ru](http://www.OpenGost.ru)



Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = |X_k - C|,$$

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

$C$  - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_l,$$

где  $\pm\Delta_l$  - 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:  $\Delta_l = 0,84 \cdot \Delta$  с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K. \quad (2)$$

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<sup>3</sup>, добавляют 10 - 15 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды и 10 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Если алюминий растворится не полностью, добавляют еще 1 - 2 см<sup>3</sup> кислоты. После растворения алюминия объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой.

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

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

где  $a$  - навеска металлического алюминия, г;

$V$  - объем мерной колбы, см<sup>3</sup>.

При хранении в плотно закрытой посуде раствор устойчив 3 мес.

#### А.2. Промежуточный раствор с массовой концентрацией ионов алюминия 50,0 мкг/см<sup>3</sup>

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

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

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



Рассчитанный объем основного раствора градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>**

Пипеткой вместимостью 2,0 см<sup>3</sup> отбирают 2,0 см<sup>3</sup> промежуточного раствора алюминия, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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, Факс: (3432) 502-117  
ГСП-824, Телефон: (3432) 502-295  
ул. Красноармейская, 4, E-mail: paneva@uniim.ru  
лаб. 224

Dept. 224, 4, Fax: (3432) 502-117  
Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Phone: (3432) 502-295  
Ekaterinburg, Russia 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 <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>r</sub> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>R</sub> , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P = 0,95), ±δ <sub>c</sub> , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95), ±δ, %
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 <sup>3</sup>	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 внутрिलाбораторной 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.

Зам. директора по научной работе

И.Е. Добровинский

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Введение
  2. Принцип метода
  3. Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих
  4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы
  6. Требования к квалификации операторов
  7. Условия измерений
  8. Отбор и хранение проб
  9. Подготовка к выполнению измерений
  10. Выполнение измерений
  11. Обработка результатов измерений
  12. Оформление результатов анализа
  13. Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории. 8
- Приложение А. Приготовление градуировочных растворов из металлического алюминия