

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Председателя

Государственного комитета РФ

по охране окружающей среды



А. А. Соловьянов
" *мая* " 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/дм³ 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 ($\lambda = 630$ 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 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 $\lambda = 590 - 630$ 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 см³

Прибор вакуумного фильтрования ПВФ-35 или ТУ-3616-001-ПВФ-47 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

Цегилпиридиния 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 $(84-106)$ кПа;
- относительная влажность не более 80% при температуре 25°C ;
- 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 бутылки с плотно завинчивающимися пробками вместимостью 1 дм³.

Объем отбираемой пробы должен быть не менее 200 см³.

8.4. Пробы анализируют не позднее, чем через 2 часа после отбора или консервируют, добавляя раствор серной кислоты, 2 моль/дм³, из расчета 4 капли на каждые 100 см³ 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/дм³.

0,0585 г сульфохрома растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке в холодильнике не более 5 суток.

9.1.2. Раствор хлорида цетилпиридиния, 10 ммоль/дм³.

0,0357 г хлорида цетилпиридиния растворяют в 100 см³ бидистиллированной воды. Хранят в плотно закрытой склянке не более 1 мес.

9.1.3. Раствор хлорида цетилпиридиния 1,0 ммоль/дм³.

К 10 см³ раствора хлорида цетилпиридиния с концентрацией 10 ммоль/дм³ приливают 90 см³ бидистиллированной воды и перемешивают. Хранят в плотно закрытой склянке не более 10 суток.

9.1.4. Раствор аммиака, 2 моль/дм³.

К 900 см³ бидистиллированной воды приливают 100 см³ концентрированного раствора аммиака и перемешивают. Хранят в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.1.5. Раствор аммиака, 1 моль/дм³.

К 100 см³ раствора аммиака с концентрацией 2 моль/дм³ приливают 100 см³ бидистиллированной воды и перемешивают. Хранят в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.1.6. Раствор аммиака, 0,1 моль/дм³.

К 25 см³ раствора аммиака с концентрацией 2 моль/дм³ приливают 475 см³ бидистиллированной воды и перемешивают. Раствор устойчив при хранении в плотно закрытой склянке не более 3 мес.

9.1.7. Раствор уксусной кислоты, 2 моль/дм³.

К 880 см³ бидистиллированной воды приливают 120 см³ 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 см³ помещают 24,5 см³ раствора уксусной кислоты с концентрацией 2 моль/дм³, 25 см³ раствора аммиака с концентрацией 2 моль/дм³ 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/дм³.

В термостойкий стакан вместимостью 250 см³ помещают 90 см³ бидистиллированной воды и при перемешивании приливают 11 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор устойчив в течение 6 мес.

9.1.10. Раствор персульфата калия, 5 %.

5 г персульфата калия помещают стакан вместимостью 250 см³, добавляют 95 см³ бидистиллированной воды и 0,5 см³ 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 см³ бидистиллированной воды приливают 4,5 см³ тиогликолевой кислоты. Хорошо перемешивают. Хранят в холодильнике в плотно закрытой темной склянке не более 3 суток.

9.1.12. Раствор соляной кислоты, 1 %.

10 см³ концентрированной соляной кислоты растворяют в 350 см³ 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/см³. 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 см³ 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 см³ бидистиллированной воды и приливают пипетками вместимостью 1 и 2 см³ аликвотные части рабочего градуировочного раствора алюминия в соответствии с табл. 2.

Добавляют 1-2 капли раствора серной кислоты с концентрацией 2 моль/дм³, 0,3 см³ 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:

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

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

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

σ_{R_A} – 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: $\sigma_{R_A} = 0,84 \sigma_R$, 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 см³ анализируемой воды, подкисленной в соответствии с п. 8.4, отмеряют цилиндром вместимостью 50 см³, помещают ее в кварцевую пробирку, добавляют 0,3 см³ 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 см³, добавляют 0,5 см³ раствора тиогликолевой кислоты и оставляют на 5 мин. Затем, добавляя по каплям растворы аммиака 1 моль/дм³ и 0,1 моль/дм³, доводят рН пробы до величины 6,0±0,2, контролируя величину рН на рН-метре.

Переносят пробу в мерную колбу вместимостью 50 см³, споласкивают электроды и стакан 2-3 см³ бидистиллированной воды и помещают промывную воду в ту же колбу. Добавляют 0,5 см³ раствора сульфохрома и 1,5 см³ раствора хлорида цетилпиридиния с концентрацией 1 ммоль/дм³, 2 см³ 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 кюветах с толщиной слоя 50 мм по отношению к холостой пробе.

Холостую пробу анализируют аналогично, используя 40 см³ бидистиллированной воды.

Если оптическая плотность пробы выше таковой для последней точки градуировочной зависимости, повторяют определение с меньшей аликвотой анализируемой воды, разбавленной до объема 40 см³ 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/дм³;

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

V - объем аликвоты воды, взятой для анализа, см³.

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 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:

$$X \pm \Delta_n, \text{ мкг/дм}^3, P=0.95,$$

при условии $\Delta_n < \Delta$,

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

$\pm \Delta_n$ - 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_x с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = | X' - X - C_o |,$$

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

X - результат анализа массовой концентрации алюминия в исходной пробе;

C_o - величина добавки.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{a,x'}^2 + \Delta_{a,x}^2},$$

где $\Delta_{a,x'}$, $\Delta_{a,x}$ - 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: $\Delta_n = 0.84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_x \leq K \quad (1)$$

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 .

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

$$K = \Delta_n,$$

где $\pm \Delta_n$ - 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: $\Delta_n = 0.84 \cdot \Delta$ с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_k \leq K \tag{2}$$

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 см³, добавляют 10-15 см³ бидистиллированной воды и 10 см³ концентрированной соляной кислоты. Если алюминий растворится не полностью, добавляют еще 1-2 см³ кислоты. После растворения алюминия объем раствора доводят до метки на колбе бидистиллированной водой.

Массовую концентрацию ионов алюминия в полученном растворе C_{Al} , мг/см³, рассчитывают по формуле:

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

где a - навеска металлического алюминия, г;
 V - объем мерной колбы, см³.

При хранении в плотно закрытой посуде раствор устойчив 3 мес.

А.2. Промежуточный раствор с массовой концентрацией ионов алюминия 50,0 мкг/см³

Рассчитывают объем основного раствора V , см³, который необходимо взять для получения раствора с концентрацией алюминия 50 мкг/см³:

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

где C_{Al} - массовая концентрация алюминия в основном растворе, мг/см³.

Рассчитанный объем основного раствора градуированной пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают. Хранят не более 1 мес.

А.3. Градуировочный раствор с массовой концентрацией ионов алюминия 1,0 мкг/см³

Пипеткой вместимостью 2,0 см³ отбирают 2,0 см³ промежуточного раствора алюминия, переносят его в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 допустимого 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:

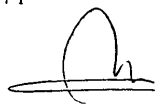
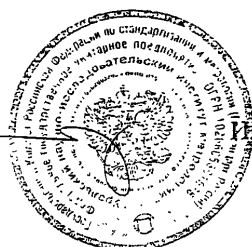
- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрिलाбораторной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

И.Е. Добровинский

Зам директора по научной работе