

**Научно-производственное объединение
ЗАО «Крисмас+**

МВИ-06-151-12

(Измененная редакция, Изм. №1)

**Методика измерений массовой концентрации
алюминия в пробах питьевой и природных вод
фотометрическим методом
на основе тест-комплекта «Алюминий»**

Регистрационный код методик измерений
по Федеральному реестру
ФР.1.31.2013.15508

Санкт-Петербург

2015

Методика рассмотрена и одобрена федеральным
государственным унитарным предприятием «Всероссийский
научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева»
(ФГУП «ВНИИМ им. Д. И.Менделеева»).

Настоящее издание методики действует до выхода нового
издания.

Разработчик:

Научно-производственное объединение ЗАО «Крисмас+»

Адрес: 191180, Санкт-Петербург, наб. р. Фонтанки, 102

191119, Санкт-Петербург, ул. Константина Заслонова, 6

Тел.: (812) 575-88-14, 575-54-05, 764-61-42

Факс: (812) 325-34-79 (круглосуточно)

E-mail: info@christmas-plus.ru

Право тиражирования и реализации методики принадлежит
разработчику.

СОДЕРЖАНИЕ

1. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ	3
2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ.....	3
3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ.....	4
3.1. Средства измерений.....	4
3.2. Вспомогательные устройства	4
3.3. Материалы и реактивы	4
4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.....	5
5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА.....	5
6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ.....	5
7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ.....	6
7.1. Приготовление растворов	6
7.2. Установление градуировочной характеристики.....	8
8. ОТБОР ПРОБ	10
9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ	10
10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ	11
11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.....	11
12. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ	11
СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики (метода) измерений	14
Бюджет неопределенности измерений	16

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации алюминия в пробах питьевой и природных вод в диапазоне от 0,15 до 1,0 мг/дм³. Методика предусматривает использование комплекствующих и реактивов в составе переносного тест-комплекта «Алюминий» (ТУ 2643-600-82182574-08) и предназначена для применения, как в полевых, так и в лабораторных условиях.

Методика измерений представляет собой модифицированную методику ПНД Ф 14.1:2.4.166-2000

ПДК алюминия в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляет 0,5 мг/дм³.

1. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Относительная расширенная неопределенность измерений по данной методике (при коэффициенте охвата $k = 2$) составляет 22 %.

Примечание. Указанная неопределенность соответствует границам относительной погрешности ± 22 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на способности катиона алюминия (Al^{3+}) образовывать с алюминоном комплексное соединение оранжево-красного цвета. Реакция осуществляется при $\text{pH } 4,6 \pm 0,1$ в присутствии сульфата аммония в качестве стабилизатора окраски комплексного соединения. Оптическая плотность раствора, измеряемая при длине волны 525 нм, пропорциональна концентрации алюминия в анализируемой пробе.

Определению мешают: окисное железо (Fe^{+3}), хлор, фториды в концентрациях более 0,3 мг/л, полифосфаты — более 0,2 мг/л. Влияние окисного железа и хлора до массовой концентрации 0,5 мг/л устраняется восстановлением аскорбиновой кислотой.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

3.1. Средства измерений

Фотоколориметр типа «Экотест-2020», ТУ4215-010-41541647-2005, или фотоэлектроколориметр другого типа (например, «Эксперт-003») или спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность растворов при длине волны 525 нм; кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Весы лабораторные ВЛР-200 или аналогичные с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания в пределах $\pm 0,25$ мг (до 25 г).

Весы лабораторные Adepturer или аналогичные с наибольшим пределом взвешивания 1000 г и допускаемой погрешностью взвешивания 0,02 г.

Колбы мерные 2–50–2, 2–100–2, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 2–1–2–1, 2–1–1–2, 2–2–2–5, 2–2–2–10 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1–50–2, 1–100–2, 1–500–2 по ГОСТ 1770.

Стандартный образец состава раствора ионов алюминия (III), например, ГСО 8059-94 (12-K1), свидетельство № 1293 об утверждении типа ГСО (ЦСОВВ) или реактив – соль алюмокалиевых квасцов 12-водная по ГОСТ 4329 или соль алюмоаммонийных квасцов 12-водная по ГОСТ 4238, хч.

Примечание. Указанные средства измерений и реактивы необходимы для приготовления растворов и установления градуировочной характеристики в условиях лаборатории.

3.2. Вспомогательные устройства

Воронки стеклянные лабораторные В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические с пришлифованными пробками Кн-1-250-29/32 ТС, Кн-1-500-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

3.3. Материалы и реактивы

Алюминон, чда по ТУ6-09-5205-85 или по ГОСТ 9859

Аскорбиновая кислота по ТУ 64-5-95

Алюмокалиевые квасцы 12-водные, хч по ГОСТ 4329

Алюмоаммонийные квасцы 12-водные, хч по ГОСТ 4238

Аммония сульфат, хч по ГОСТ 3769

Натрий уксуснокислый 3-водный, чда по ГОСТ 199

Кислота соляная, хч по ГОСТ 3118.

Кислота уксусная ледяная, хч по ГОСТ 61.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Фильтры обеззоленные «синяя лента», «белая лента» по ТУ 6-09-1678.

Примечание. Растворы, готовые к использованию, входят в состав тест-комплекта «Алюминий». Указанные реактивы необходимы в случае самостоятельного приготовления растворов в условиях лаборатории.

Пункт 3.3. дан в изменённой редакции. Изм. № 1.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

К работе допускаются лица не моложе 18 лет, обученные для проведения данного вида работ и прошедшие инструктаж по правилам техники безопасности.

Оператор должен соблюдать меры предосторожности при работе с химическими реактивами (ГОСТ 12.1.007–76), требования пожарной безопасности (ГОСТ 12.1.004–91). Он должен быть ознакомлен со специфическими свойствами и действием на организм человека вредных веществ (концентрированная соляная кислота), применяемых в данной методике.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Измерения выполняются лаборантом, имеющим опыт работы в области аналитической химии (фотоколориметрии), прошедшим проверку знаний по технике безопасности, пожарной безопасности и промышленной санитарии и сдавшим экзамен на право допуска к самостоятельной работе.

6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений необходимо соблюдать следующие условия:

- температура воздуха от 10 °С до 35 °С;
- атмосферное давление от 630 до 800 мм рт. ст.;
- относительная влажность воздуха — в соответствии с Руководством по эксплуатации применяемого фотоколориметра.

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- приготовление растворов;
- подготовка средств измерений;
- установление градуировочной характеристики.

Примечания:

1. Вспомогательные растворы входят в состав тест-комплекта «Алюминий». При необходимости эти растворы готовят самостоятельно, в условиях лаборатории, следуя пп. 7.1.1–7.1.5.

2. Установление градуировочной характеристики (п. 7.2) проводят в условиях лаборатории.

7.1. Приготовление растворов

7.1.1. Приготовление раствора буферного ацетатного (рН $4,6 \pm 0,1$).

400 г натрия уксуснокислого 3-водного помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют при слабом нагревании (40–50°C) в 400-500 см³ дистиллированной воды, приливают 183 см³ уксусной кислоты ледяной и после охлаждения доводят объем раствора до метки дистиллированной водой; рН буферного раствора устанавливают потенциометрически и, при необходимости, доводят раствором уксусной кислоты или раствором натрия гидроксида до рН 4,6. (**Техника безопасности!**). При наличии в растворе помутнения и хлопьевидного осадка раствор следует заменить свежеприготовленным. На склянке с приготовленным раствором должна быть наклеена этикетка с датой приготовления раствора. Раствор хранят в стеклянном сосуде с притертой пробкой в прохладном, защищенном от света, месте. Срок хранения раствора — 1 мес.

7.1.2. Приготовление раствора аммония сульфата

250,0 г ($\pm 0,1$ г) аммония сульфата растворяют в стакане в 500 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят в стеклянном сосуде с притертой пробкой.

Срок хранения раствора — 1 год.

7.1.3. Приготовление раствора алюминона

0,50 г ($\pm 0,01$ г) алюминона растворяют в стакане в 100 см³ нагретой до кипения дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром, охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 12,5 см³ буферного ацетатного раствора (п.7.1.1.) и переливают в

мерную колбу вместимостью 250 см³. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в герметично закрытой склянке в темном прохладном месте.

Срок хранения раствора — 3 месяца.

7.1.5. Приготовление стандартных растворов

7.1.5.1. Приготовление основного стандартного раствора из ГСО 8059-94 (12-K1) с аттестованным содержанием алюминия 1,0 мг/см³.

Вскрывают ампулу со стандартным раствором и переливают содержимое в чистый сухой химический стакан. Затем 5,0 см³ стандартного раствора из химического стакана отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см³ раствора содержится 0,10 мг алюминия.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

7.1.5.2. Приготовление рабочего стандартного раствора

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа.

10,0 см³ основного стандартного раствора (п. 7.1.5.1) пипеткой отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см³ раствора содержится 0,010 мг алюминия.

Срок хранения раствора — 1 сутки.

7.1.5.3. Приготовление основного стандартного раствора из соли алюминия.

Навеску ($1,758 \pm 0,001$) г соли 12-водных алюмокалиевых квасцов взвешенную на аналитических весах, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 400–500 см³ дистиллированной воды, прибавляют 3,0 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

В 1 см³ раствора содержится 0,10 мг алюминия.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

7.1.5.4. Приготовление рабочего стандартного раствора

Рабочий стандартный раствор готовят в день проведения анализа.

10,0 см³ основного стандартного раствора пипеткой отбирают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

В 1 см³ раствора содержится 0,010 мг алюминия.

7.2. Установление градуировочной характеристики

7.2.1. Готовят серию градуировочных растворов. В ряд мерных колб вместимостью 50 см³ пипетками вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³ вносят объемы рабочего стандартного раствора согласно таблице 1.

Таблица 1

	Номер градуировочного раствора					
	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего стандартного раствора (п.п.7.1.5.2., 7.1.5.4), см ³	0,75	2,0	2,5	3,0	4,0	5,0
Дистиллированная вода, см ³	до 50					
Масса алюминия в растворе, мкг	10	20	25	30	40	50
Массовая концентрация алюминия в растворе, мг/дм ³	0,15	0,4	0,5	0,6	0,8	1,0

Колбы закрывают пробками и тщательно перемешивают растворы.

7.2.2. Пипеткой в ряд склянок из тест-комплекта отбирают по 10,0 см³ каждого градуировочного раствора. В каждую склянку добавляют 0,5 см³ раствора аммония сульфата, на кончике шпателя аскорбиновой кислоты (10–15 мг), перемешивают и добавляют 1,0 см³ раствора алюминона, затем повторно перемешивают и выдерживают растворы в склянках 5 мин. Затем добавляют в каждую склянку 1,0 см³ ацетатного буферного раствора, перемешивают. Выдерживают растворы в склянках 20 мин для полного развития окраски. Измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны $\lambda = 525$ нм относительно холостой пробы.

Для приготовления холостой пробы в склянку отбирают 10,0 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,5 см³ раствора аммония сульфата, на кончике шпателя аскорбиновой кислоты (10–15 мг), перемешивают, добавляют 1,0 см³ раствора алюминона, перемешивают и выдерживают раствор в склянке 5 мин. Затем добавляют 1,0 см³ ацетатного буферного раствора, перемешивают и выдерживают 20 мин перед фотоколориметрированием.

В одной серии для каждого градуировочного раствора (в том числе и для холостой пробы) операции п.7.2.2 повторяют трижды (в трех склянках), получают три значения оптической плотности и вычисляют среднее.

7.2.3. Всего готовят и обрабатывают три серии градуировочных растворов (желательно, в разные дни), каждая серия включает холостую пробу и шесть растворов с массовой концентрацией алюминия в диапазоне от 0,15 до 1,0 мг/дм³ (табл. 1).

7.2.4. Полученные значения оптической плотности используют для установления градуировочной характеристики, предварительно проверив их приемлемость. Для каждого i -го градуировочного раствора сравнивают максимальное и минимальное значения оптической плотности, полученные в трех сериях растворов, проверяя выполнение условия:

$$\frac{D_{i\max} - D_{i\min}}{D_{i\text{cp}}} \cdot 100 \leq Q_D \quad (1)$$

где $D_{i\max}$ — максимальное значение оптической плотности i -го градуировочного раствора;

$D_{i\min}$ — минимальное значение оптической плотности i -го градуировочного раствора;

$D_{i\text{cp}}$ — среднее значение оптической плотности i -го градуировочного раствора;

$Q_D = 15\%$ — норматив контроля ($P = 0,95$)

При несоблюдении условия (1) для градуировочного раствора i заново готовят три раствора заданной концентрации, получают соответствующие значения оптической плотности D_i и проверяют их приемлемость.

7.2.5. Градуировочную характеристику аппроксимируют линейной зависимостью

$$D = aC + b, \quad (2)$$

где D — оптическая плотность раствора;

C — массовая концентрация алюминия в растворе, мг/дм³;

a и b — градуировочные коэффициенты, определяемые по значениям C (последняя строка в табл.1) и экспериментальным значениям D .

Коэффициенты a и b находят с помощью программного обеспечения, прилагаемого к фотоколориметру «Экотест-2020», или с помощью иной подходящей компьютерной программы обработки данных, реализующей метод наименьших квадратов. Для каждого i -го градуировочного раствора вводят среднее значение оптической плотности в трех сериях растворов.

7.2.6. Градуировочную зависимость устанавливают заново после ремонта фотоколориметра, при смене партий реактивов, после длительных перерывов в работе, а также после неудовлетворительных результатов контроля по п. 11.1.

Пункты 7.2.1 и 7.2.3 даны в изменённой редакции, Изм. № 1.

8. ОТБОР ПРОБ

8.1. Отбор проб воды проводят с учетом требований ГОСТ Р 51592.

8.2. Пробы воды отбирают в чистые стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснув отбираемой водой, с плотно закрывающимися пробками, обеспечивающими герметичность. Объем отобранной пробы должен быть не менее 1,0 дм³. Пробы, содержащие взвеси твердых частиц, фильтруют через бумажный фильтр.

8.3. Пробы анализируют в день отбора или консервируют добавлением 20 см³ концентрированной соляной кислоты на 1,0 дм³ воды и хранят не более 3 суток при температуре (3–4) °С.

9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Это сокращённая (ознакомительная) версия.

Полную версию методики можно приобрести на официальном сайте группы компаний «Крисмас»:

https://christmas-plus.ru/catalog/dokumentatsiya/metodiki_izmereniy/metodiki_izmereniy_zao_krismas_/

За дополнительной информацией обращайтесь:

+7 (800) 302-92-25 (звонок по России бесплатный)

+7 (812) 575-54-07

+7 (812) 575-50-81

+7 (812) 575-55-43

+7 (812) 575-57-91

E-mail: info@christmas-plus.ru

10. ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Массовую концентрацию алюминия C , мг/дм³, для каждого из двух параллельных определений вычисляют по формуле

$$C = \frac{D - b}{a}, \quad (4)$$

где D — оптическая плотность раствора (п. 8.1);
 a и b — градуировочные коэффициенты, (п. 7.2.5);

Примечание. Вычисления проводят с помощью программного обеспечения, прилагаемого к фотоколориметру «Экотест – 2020».

10.2. Проверяют приемлемость результатов параллельных определений, проверяя выполнение условия

$$\frac{|C_1 - C_2|}{C_{\text{cp}}} \times 100 \leq r, \quad (5)$$

где C_1 и C_2 — результаты первого и второго определений, мг/дм³;
 C_{cp} — среднее значение, мг/дм³;
 $r = 10$ % — норматив контроля ($P = 0,95$)

При невыполнении условия (5) операции по пп. 9.1 повторяют.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Результаты измерений в полном формате представляют в виде

$$(C_{\text{cp}} \pm U) \text{ мг/дм}^3, \quad (6)$$

где неопределенность измерений $U = 0,22 C_{\text{cp}}$

11.2 Результаты измерений (в диапазоне от 0,15 до 0,99 мг/дм³ включительно) округляют до двух цифр после запятой.

12. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1. Контроль градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику проверяют не реже 1 раза в квартал.

Образцами для контроля являются два раствора (в начале и конце диапазона измерений) с массовой концентрацией алюминия 0,15 и 1,0 мг/дм³ (растворы 1 и 6 в табл. 1), соответственно. Контрольные растворы готовят аналогично градуировочным в соответствии с п. 7.2.1.

Выполняют операции по п. 9.1 для растворов 1 и 6 и получают среднее значение оптической плотности $D_{\text{ср}}$ для каждого из растворов.

Исходя из оптической плотности $D_{\text{ср}}$ находят по градуировочной характеристике (формула (4)) массовую концентрацию алюминия в каждом из контрольных растворов.

Результат контроля считают положительным, если выполняется условие

$$\frac{|C_{\text{н}} - C_{\text{пр}}|}{C_{\text{пр}}} \times 100 \leq K_{\text{ГХ}}, \quad (7)$$

где: $C_{\text{н}}$ — массовая концентрация алюминия в контрольном растворе — найденное значение, мг/дм³;

$C_{\text{пр}}$ — массовая концентрация алюминия в контрольном растворе — приписанное значение (последняя строка в табл. 1), мг/дм³;

$K_{\text{ГХ}}$ — норматив контроля, равный 20 % для раствора 1 и 5 % для раствора 6.

При невыполнении условия (7) градуировочную характеристику устанавливают заново.

12.2. Контроль правильности измерений методом добавок

Контроль проводят с целью оценки возможности применения методики для анализа ранее неисследованных типов вод, а также при возникновении сомнения в результатах анализа ввиду наличия в пробе мешающих компонентов.

Пробу воды, поступившую на анализ, делят на две части. Одну часть анализируют в соответствии с методикой и получают результат анализа $C_{\text{пр}}$. Во вторую часть вводят добавку — определенный объем стандартного раствора с массовой концентрацией алюминия 10 мкг/см³, п. 7.1.5.2, (для содержаний алюминия в пробе от 0,15 до 0,4 мг/дм³) или 100 мкг/дм³, п. 7.1.5.1, (для содержаний алюминия в пробе св. 0,4 мг/дм³).

В мерную колбу вместимостью 50 см³ пипеткой вносят определенный объем (V_d) стандартного раствора и доводят объем пробой воды до метки. Пробу с добавкой анализируют в соответствии с методикой и получают результат $C_{\text{пр+д}}$. Анализ исходной пробы и пробы с добавкой проводит один и тот же оператор в сходных условиях.

Объем добавки (V_d) должен быть таким, чтобы массовая концентрация алюминия в исходной пробе примерно удвоилась.

Результат проверки считают положительным, если

$$|C_{\text{пр+д}} - C_{\text{пр}} - C_d| \leq K, \quad (8)$$

где $C_{\text{пр+д}}$ — результат анализа пробы с добавкой, мг/дм³;

$C_{\text{пр}}$ — результат анализа исходной пробы, мг/дм³;

$C_d = \frac{V_d \times 10}{50}$ — изменение массовой концентрации алюминия в пробе воды, вызванное внесением добавки, мг/дм³;

где V_d — объем добавки, см³;

50 — объем мерной колбы, см³;

K — норматив, значение которого вычисляют по формуле

$$K = 0,2\sqrt{(C_{\text{пр}})^2 + (C_{\text{пр+д}})^2} \quad (9)$$

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

FEDERAL STATE
UNITARY ENTERPRISE
"D.I.MENDELEYEV INSTITUTE
FOR METROLOGY"
(VNIIM)



ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ
им. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА"

19, Moskovsky pr.,
St. Petersburg,
190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14
Phone: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

190005, Россия,
г. Санкт-Петербург
Московский пр., 19

Факс: 7 (812) 713-01-14
Телефон: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http://www.vniim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE**

об аттестации методики (метода) измерений

№ 287/242-(01.00250-2008)-2012

Методика измерений массовой концентрации алюминия в пробах питьевой и природных вод, разработанная ЗАО "Крисмас+" (191180, С.-Петербург, наб. Фонтанки, 102) и регламентированная в документе МВИ-06-151-12 "Методика измерений массовой концентрации алюминия в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта "Алюминий", Санкт-Петербург, 2012 (8 стр.), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства: 17 мая 2012 г.

Директор



Н.И. Ханов

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Диапазон измерений массовой концентрации алюминия в пробах питьевой и природных вод: от 0,15 до 1,0 мг/дм³.

Относительная расширенная неопределенность измерений в указанном диапазоне (при коэффициенте охвата $k = 2$) составляет 22 %

Примечания:

1. Указанная неопределенность соответствует границам суммарной относительной погрешности измерений ± 22 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.
2. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении к свидетельству.
3. Метрологические характеристики методики соответствуют требованиям ГОСТ 27384-2002 "Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств".

НОРМАТИВЫ

Наименование операции	№ пункта в документе на методику	Контролируемая характеристика	Норматив
Проверка приемлемости значений оптической плотности растворов в трех сериях измерений при установлении ГХ	7.2.4	Размах значений оптической плотности в ряду из трех измерений, отнесенный к среднему арифметическому	$Q_D = 15 \%$ ($P = 0,95$)
Проверка приемлемости результатов параллельных определений	10.2	Размах результатов двух параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому	$r = 10 \%$ ($P = 0,95$)
Контроль градуировочной характеристики	12.1	Модуль относительного отклонения найденного значения массовой концентрации алюминия в контрольном растворе от приписанного значения	$K_{ГХ} = 20 \%$ для раствора 1 и $K_{ГХ} = 5 \%$ для раствора 6
Контроль точности измерений методом добавок	12.2	По формуле (8) в документе на методику	По формуле (9) в документе на методику

Ведущий специалист



Р. Л. Кадис

Руководитель научно-исследовательского отдела
государственных эталонов
в области физико-химических измерений



Д. А. Конопелько

**Бюджет неопределенности измерений
массовой концентрации ионов алюминия в пробах питьевой и природных вод
фотометрическим методом на основе тест-комплекта "Алюминий"**

Источник неопределенности	Относительная стандартная неопределенность %
1. Градуировка	
- аттестованное значение ГСО ¹	0,5
- приготовление рабочего стандартного раствора	0,6
- приготовление серии градуировочных растворов	0,4
- линейная аппроксимация ГХ ²	10,7
2. Сходимость результатов измерений ³	3,0
3. Температура окружающего воздуха ⁴	0,2
Относительная суммарная стандартная неопределенность u	11,1
Относительная расширенная неопределенность U ($k = 2$), %	22

Примечания:

- Оценка неопределенности получена исходя из границ относительной погрешности аттестованного значения ГСО 8059-94 (1,0 % при $P = 0,95$).
- Неопределенность вычислена по данным градуировочного эксперимента для линейной зависимости $D = aC + b$ по отношению к началу диапазона измерений.
- Вычислено как объединенная оценка относительного стандартного отклонения среднего из двух параллельных по данным, полученным в градуировочном эксперименте ($S_r = 4,8 \%$, $f = 24$) и в эксперименте по контролю точности, выполненном при аттестации методики ($S_r = 3,6 \%$, $f = 14$).

- Вычислено по формуле $u_t = \frac{\alpha \Delta_t}{2\sqrt{3}}$ в предположении прямоугольного

распределения значений температуры в диапазоне от 10 °C до 35 °C,

где: u_t - относительная стандартная неопределенность, связанная с изменением температуры растворов;

$\alpha = 2,1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ - коэффициент объемного расширения воды и разбавленных водных растворов;

$\Delta_t = 25 \text{ } ^\circ\text{C}$ - диапазон значений температуры.

