

Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации
химических веществ
люминесцентными методами
в объектах окружающей среды

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1255—4.1.1274—03

Издание официальное

Минздрав России
МОСКВА • 2003

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации, Первый
заместитель Министра здравоохранения
Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

1 апреля 2003 г.

Дата введения: 1 сентября 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации железа общего флуориметрическим методом в пробах питьевой воды и воды поверхностных и подземных источников водопользования

Методические указания

МУК 4.1.1259—03

1. Введение

1.1. Назначение и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику выполнения измерения массовой концентрации железа общего (далее — железа) в пробах воды поверхностных и подземных источников водопользования, а также питьевой воды флуориметрическим методом.

Диапазон измеряемых концентраций без разбавления пробы 0,05—5,0 мг/дм³.

Допустимо присутствие до 1 г/дм³ аммиака, щелочных, щелочно-земельных элементов, сульфатов, хлоридов, алюминия, до 200 мг/дм³ хрома (III), фосфатов, до 100 мг/дм³ меди, до 50 мг/дм³ фторидов. Методика позволяет также проводить измерения массовой концентрации железа в пробах природной и питьевой воды.

1.2. Физико-химические и токсикологические свойства меди

Железо — серебристо-белый металл.

Физические характеристики: температура плавления 1 539 °С, температура кипения около 3 200 °С, плотность 7,87.

Химические свойства: реагирует с кислотами, с углеродом образует карбиды.

Токсическое действие: соединения Fe (II) обладают некоторым общетоксическим действием, при этом хлориды токсичнее сульфатов. Соединения Fe (III) менее токсичны, но действуют прижигательно на пищеварительный канал и вызывают рвоту. Реальную опасность острого отравления для человека при приеме внутрь представляет железо, поступающее в организм в составе лекарственных препаратов, и сульфата Fe (II). В интоксикации хлоридом и сульфатом Fe (III) на первый план выступают расстройства на уровне микроциркуляции: гиповолемия, вазоплагия и нарушение насосной деятельности сердца. Возможны конкурентные отношения с другими металлами. (Вредные вещества в промышленности: Справочник /Под общ. ред. Н. В. Лазарева. Л.: Химия, 1977. Т. III.)

Токсичность соединений железа в воде зависит от pH. В щелочной среде токсичность возрастает.

Железо относится к веществам 3-го класса опасности.

Предельно допустимые концентрации железа общего в воде хозяйственно-бытового водопользования составляют $0,3 \text{ мг/дм}^3$ (Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования. ГН 2.1.5.689—98), в питьевой воде $0,3 \text{ мг/дм}^3$ (Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. СанПиН 2.1.4.1074—01).

2. Характеристика погрешности измерений

Характеристика погрешности измерений (граница допускаемой относительной погрешности измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$) приведена в табл. 1.

Таблица 1

Характеристика погрешности измерений
для доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон концентраций железа, мг/дм^3	Значения характеристики погрешности, $\pm \delta$, %
от 0,05 до 0,1 включительно	20
свыше 0,1 до 5,0 включительно	15

3. Метод измерений

Метод измерения основан на образовании продукта взаимодействия железа (III) и о-фенилендиамина, его экстрагирования высшими спиртами (гексанол, гептанол, октанол или изоамиловый спирт) и измерении интенсивности флуоресценции экстракта.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерений массовой концентрации железа применяют следующие средства измерения, реактивы, вспомогательные устройства, материалы и растворы.

4.1. Средства измерений

Анализатор жидкости «Флюорат-02» или другой люминесцентный анализатор, флуориметр или спектрофлуориметр, удовлетворяющий требованиям указанных ТУ

ТУ 4321-001-20506233—94

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1,0 мг, любого типа
Колбы мерные 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2
Пипетки с одной отметкой 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25

ГОСТ 24104

ГОСТ 1770

ГОСТ 29169

ГОСТ 29227

Пипетки градуированные 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3
Государственный стандартный образец состава раствора ионов железа: массовая концентрация 1 мг/см^3 , границы допускаемого значения относительной погрешности $\pm 1 \%$.

Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

4.2. Реактивы

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709

о-Фенилендиамин основание

ТУ 6-09-5888—69

Кислота соляная, ос. ч.

ГОСТ 14261

Кислота азотная, ос. ч.

ГОСТ 11125

Пероксид водорода, х. ч.

ГОСТ 10929

Калий-натрий винно-кислый 4-водный

ГОСТ 5845

Калий роданистый, ч. д. а.

ГОСТ 4139

Гидроксид натрия, х. ч. или ч. д. а.

ГОСТ 4328

Гентанол

ТУ 6-09-2652—65

или гексанол,

ТУ 6-09-5532—68

или октанол,

ТУ 6-09-5533—69

или спирт изоамиловый

ГОСТ 5830

Бумага индикаторная универсальная

ТУ 6-09-1181—76

Допускается применение реактивов, изготовленных по иной нормативно-технической документацией с техническими характеристиками не хуже, чем у указанных. **Категорически запрещается использовать пероксид водорода, стабилизированный солями серной и/или фосфорной кислот.**

4.3. Вспомогательные устройства и материалы

Бидистиллятор или аппарат для перегонки воды (кварцевый или стеклянный)

ТУ 25.111-1592—81

Стаканы стеклянные лабораторные, вместимостью 1 000, 100 см³

ГОСТ 25336

Фильтры обеззоленные «синяя лента»

ТУ 6-09-1678—86

Воронки лабораторные

ГОСТ 25336

Воронки делительные, вместимостью 50 см³

ГОСТ 25336

Чашка кварцевая, вместимостью 50 см³

ГОСТ 19908

или стакан лабораторный термостойкий, вместимостью 50 см³

ГОСТ 25336

Колбы конические, вместимостью 100 см³

ГОСТ 25336

Электроплитка бытовая

ГОСТ 14919

Описание подготовки химической посуды к анализу приведено в прилож. А.

4.4. Приготовление растворов

4.4.1. Получение бидистиллированной воды

Бидистиллированную воду получают путем повторной дистилляции воды, соответствующей ГОСТ 6709, в бидистилляторе или

лабораторной установке для перегонки воды, выполненной из кварца или стекла. Все растворы готовят на бидистиллированной воде.

4.4.2. Раствор соляной кислоты, молярная концентрация 0,1 моль/дм³. В стакан вместимостью 1 000 см³ помещают 500—600 см³ бидистиллированной воды и при помешивании добавляют 8,5 см³ концентрированной соляной кислоты, а затем разбавляют до 1 000 см³ бидистиллированной водой. Срок хранения не ограничен.

4.4.3. Раствор соляной кислоты, молярная концентрация 0,01 моль/дм³. Разбавляют 100 см³ раствора соляной кислоты по п. 4.4.2 бидистиллированной водой до 1 000 см³. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена или фторопласта. Срок хранения не ограничен.

4.4.4. Раствор о-фенилендиамина, молярная концентрация 0,001 моль/дм³. Навеску 21,6 мг о-фенилендиамина основания (или 36,2 мг дигидрохлорида) помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³, растворяют в разбавленной соляной кислоте по п. 4.4.3 и доводят до метки этим же раствором.

Срок хранения раствора — не более трех дней в холодильнике. Признаком его непригодности является появление окраски.

4.4.5. Раствор винно-кислого калия-натрия, массовая доля 15 %. Растворяют 15 г винно-кислого калия-натрия в 85 см³ бидистиллированной воды и при необходимости фильтруют. Срок хранения раствора — 1 месяц. Признаком его непригодности является появление осадка или мутн.

4.4.6. Раствор гидроксида натрия, массовая доля 5 %. Растворяют 5 г гидроксида натрия в 95 см³ бидистиллированной воды. Срок хранения раствора в посуде из полиэтилена — не более 2 месяцев.

4.4.7. Раствор роданистого калия, массовая доля 5 %. Растворяют 5 г роданистого калия в 95 см³ бидистиллированной воды. Срок хранения — 1 месяц.

4.4.8. Раствор железа, массовая концентрация 50 мг/дм³. Раствор готовят разбавлением 5 см³ ГСО состава раствора ионов железа массовой концентрации 1 мг/см³ в мерной колбе вместимостью 100 см³ раствором соляной кислоты по п. 4.4.3. Срок хранения раствора — 3 месяца.

4.4.9. Раствор железа, массовая концентрация $0,5 \text{ мг/дм}^3$ в мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 исходного раствора по п. 4.4.8 и разбавляют до метки раствором соляной кислоты по п. 4.4.3. Срок хранения раствора — 2 недели.

5. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: отбор и консервирование пробы, приготовление градуировочных растворов и градуировка анализатора.

5.1. Отбор и консервирование проб воды

Общие требования к отбору проб по ГОСТ Р 51592. Отбор проб питьевой воды по ГОСТ Р 51593, из источников водоснабжения по ГОСТ 17.1.5.05.

Объем отбираемой пробы не менее 100 см^3 . Для хранения и транспортирования проб используют посуду из полиэтилена или фторопласта.

При определении железа общего пробу не фильтруют. Срок хранения незаконсервированной пробы — не более 4 ч. Для консервирования прибавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 3 см^3 на 1000 см^3 пробы. Срок хранения законсервированной пробы — 3 дня.

5.2. Приготовление растворов для градуировки анализатора «Флюорат-02»

В делительную воронку вместимостью 50 см^3 помещают 10 см^3 раствора соляной кислоты по п. 4.4.3 (раствор № 1).

Во вторую делительную воронку вместимостью 50 см^3 помещают 10 см^3 раствора железа по п. 4.4.9 с концентрацией $0,5 \text{ мг/дм}^3$ (раствор № 2).

К обоим растворам приливают по 5 см^3 раствора о-фенилендиамина по п. 4.4.4 и оставляют на 40—50 мин.

Затем к обоим растворам приливают по 5 см^3 раствора виннокислого калия-натрия по п. 4.4.5 и добавляют раствор гидроксида натрия по п. 4.4.6 до pH 8 (контроль по универсальному индикатору). Затем приливают по 5 см^3 гептанола или гексанола, или октанола, или изамилового спирта и осторожно экстрагируют, переворачивая делительную воронку, в течение 30 с. После разделения отбирают верхний (органический) слой в кювету прибора.

Примечание. Допускается проводить экстракцию в мерных цилиндрах вместимостью 50 см^3 . После расслаивания верхний слой отбирают в кювету пипеткой.

5.3. Способы установления и контроля стабильности градуировочной характеристики

Градуировку анализатора осуществляют путем измерения сигналов флуоресценции растворов, приготовленных по п. 5.2.

При градуировке прибора и всех измерениях в канале возбуждения используют светофильтр № 15, а в канале регистрации — светофильтр № 14.

5.3.1. Для модификаций «Флюорат-02-1» и «Флюорат-02-3»

Установку режима «Фон» производят при помощи раствора № 1, а установление параметра «А» в режиме «Градуировка» (нажатием клавиши «Г») — при помощи раствора № 2. Параметр «С» задается равным 0,500.

5.3.1. Для модификаций «Флюорат-02-2М» и «Флюорат-02-3М»

Входят в меню «Градуировка», устанавливают $C0 = 0$ и $C1 = 0,500$. При помощи клавиш со стрелками переводят курсор на ячейку со значением параметра «J0», в кюветное отделение прибора помещают кювету с раствором № 1 и нажимают клавишу «Ent». Затем переводят курсор на ячейку со значением параметра «J1», в кюветное отделение прибора помещают кювету с раствором № 2 и нажимают клавишу «Ent». При этом значения параметров «C2» — «C6» и «J2» — «J6» должны быть равны нулю.

Контроль стабильности градуировочной характеристики состоит в проведении измерений концентрации железа в одной или нескольких смесях (табл. 2, смеси № 3—7), подготовленных согласно п. 5.2.

Градуировка признается стабильной, если расхождение между заданным и измеренным значением концентрации железа в смеси не превышает 10 % в диапазоне концентраций $0,2—1,0 \text{ мг/дм}^3$ и 15 % при более низких концентрациях.

При несоответствии полученных результатов указанным нормативам процесс градуировки необходимо повторить.

Таблица 2

Смеси для контроля стабильности
градуировочной характеристики анализатора

№ смеси	Компоненты	Объем, см ³	Концентрация железа, мг/дм ³	Относительная погрешность (P = 0,95), %
1	Раствор железа (п. 4.4.8)		50,0	1,2
2	Смесь № 1	5		
3	Соляная кислота по п. 4.4.3	до 50	5,0	1,4
4	Смесь № 2	10		
5	Соляная кислота по п. 4.4.3	до 50	1,0	1,6
6	Смесь № 3	5		
7	Соляная кислота по п. 4.4.3	до 50	0,5	1,6
	Соляная кислота по п. 4.4.3	10		
	Соляная кислота по п. 4.4.3	до 50	0,2	1,8
	Соляная кислота по п. 4.4.3	5		
	Соляная кислота по п. 4.4.3	до 50	0,1	1,8
	Соляная кислота по п. 4.4.3	5		
	Соляная кислота по п. 4.4.3	до 100	0,05	1,8

6. Выполнение измерений

При выполнении измерений должны быть выполнены следующие работы: разрушение органических веществ, приготовление ра-
бочих растворов и измерение в них концентрации железа.

Для проведения определения отбирают не менее двух аликвот-
ных порций исследуемого образца. Объем аликвотной порции зави-
сит от предполагаемой концентрации железа (табл. 3). Одновремен-
но проводят анализ холостой пробы.

Таблица 3

Рекомендуемые аликвотные порции пробы в зависимости
от предполагаемой концентрации железа

Предполагаемая концентрация железа, мг/дм ³	Объем аликвотной порции, см ³	Коэффициент разбавления, (Q)
от 0,05 до 0,5 включительно	10	1
свыше 0,5 до 5,0 включительно	1	10

6.1. Разрушение органических веществ

Аликвотную порцию анализируемого объекта (табл. 3) поме-
щают в кварцевую чашку вместимостью 50 см³ или термостойкий
стакан вместимостью 50 см³, прибавляют 5 см³ концентрированной
азотной кислоты и 0,5 см³ пероксида водорода. Раствор упаривают
досуха и вновь обрабатывают 5 см³ концентрированной азотной ки-
слоты и 0,5 см³ пероксида водорода. После упаривания досуха (избе-
гать прокаливаний!) смесь обрабатывают при нагревании 10 см³ рас-
твора соляной кислоты по п. 4.4.3 и используют для проведения оп-
ределения по п. 6.2.

Необходимо убедиться, что по окончании разрушения органи-
ческих веществ pH пробы не превышает 3. В противном случае рас-
твор вновь упаривают досуха, избегая прокаливаний, остаток обра-
батывают раствором соляной кислоты по п. 4.4.3 и вновь контроли-
руют pH.

Одновременно приготавливают холостую пробу, для чего отби-
рают 10 или 1 см³ (в зависимости от объема пробы) бидистиллиро-
ванной воды, если проба не консервировалась. В противном случае в
качестве холостой пробы используют 10 или 1 см³ раствора азотной
кислоты, полученного разбавлением 3 см³ концентрированной азот-
ной кислоты, использовавшейся при консервации пробы, до
1 000 см³ бидистиллированной водой.

С холостой пробой проводят все операции, описанные в на-
стоящем пункте.

Примечание. Допускается не проводить разрушение органических
веществ, если при анализе серии представительных проб установлено, что
результаты измерения концентрации железа без разрушения и после разру-
шения органических веществ различаются на величину меньшую, чем ха-
рактеристика погрешности измерений (табл. 1).

Если проба была законсервирована, то 10 см³ пробы выпарива-
ют досуха, сухой остаток обрабатывают 10 см³ раствора соляной
кислоты по п. 4.4.3 (молярная концентрация 0,01 моль/дм³), слегка
нагревают и используют для проведения определения по п. 6.2.

Если пробу не консервировали, то в колбу вместимостью
100 см³ помещают 1 см³ раствора соляной кислоты (1 моль/дм³) и
разбавляют до метки пробой. Отбирают из колбы 10 см³ и исполь-
зуют для проведения определения по п. 6.2.

6.2. Приготовление рабочих растворов и измерение концентрации железа

В делительную воронку вместимостью 50 см³ переносят раствор, полученный по п. 6.1. Прибавляют 5 см³ раствора о-фенилендиамина (п. 4.4.4), оставляют на 45—50 мин, а затем вводят 5 см³ раствора винно-кислого калия-натрия по п. 4.4.5, добавляют раствор гидроксида натрия по п. 4.4.6 до pH 8. Экстрагируют в течение 30 с 5 см³ гептанола или тексанола, или октанола, или изоамилового спирта. После разделения верхний слой отбирают в кювету анализатора «Флюорат-02» и измеряют концентрацию железа, делая не менее двух последовательных отсчетов в режиме «Измерение» и вычисляя среднее арифметическое.

7. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию железа в пробе вычисляют по формуле:

$$X = (C_{\text{изм}} - C_0) \cdot Q, \text{ где} \quad (1)$$

X — концентрация железа в пробе, мг/дм³;

$C_{\text{изм}}$ — измеренная концентрация железа в рабочем растворе (п. 6.2), мг/дм³;

C_0 — измеренная концентрация железа в растворе холостой пробы, мг/дм³;

Q — коэффициент разбавления (табл. 3).

8. Оформление результатов измерений

За результат анализа ($\bar{X}$) принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений X_i и $\bar{X}$, ($\bar{X} = (X_i + X_j)/2$), расхождение между которыми не превосходит значений норматива контроля сходимости d . Значения норматива контроля сходимости приведены в прилож. Б. Значение d выбирают для среднего арифметического $\bar{X}$.

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

- результат анализа $\bar{X}$ (мг/дм³), δ (%), $P = 0,95$, где δ — характеристика погрешности (табл. 1), %;
- или $\bar{X} \pm \Delta$, мг/дм³, $P = 0,95$, где

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100} \quad (2)$$

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений регистрируют в протоколах, в которых указывают:

- ссылку на настоящий документ;
- описание пробы (номер, источник, дата отбора и анализа и т. п.);
- отклонения от текста методики при проведении измерений, если таковые имелись, и факторы, отрицательно влияющие на результаты анализа;
- результат измерения и его погрешность;
- фамилию исполнителя.

9. Контроль погрешности измерений

Контроль точности измерений (воспроизводимости и погрешности) проводят в соответствии с алгоритмом, изложенным в прилож. Б. Нормативы контроля также приведены в прилож. Б.

Приложение А
(рекомендуемое)

Подготовка химической посуды для выполнения измерений

При выполнении измерений массовой концентрации алюминия необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

1. Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную серную кислоту или концентрированную азотную кислоту. Категорически запрещается использовать для мытья соду, щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь.

2. Посуда предварительно отмывается водопроводной водой, затем в нее наливают приблизительно на $\frac{1}{2}$ объема кислоту (п. 1) и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд. Пипетки при помощи груши несколько раз заполняют кислотой выше метки. После промывания посуды дистиллированной водой (не менее 5 раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной водой (2—3 раза).

3. Для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в стаканчик и из него набирают в пипетку. Запрещается погружать пипетку во весь объем раствора во избежание загрязнения.

4. Рекомендуется иметь отдельный набор посуды, который используется только для определения алюминия.

Контроль точности измерений

1. Контроль воспроизводимости измерений

Периодичность контроля воспроизводимости измерений зависит от количества рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля.

Образцами для контроля являются пробы природных и питьевых вод. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому по методике для проведения анализа.

Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. измерения проводят либо в разных лабораториях, либо в одной лаборатории разными исполнителями или одним исполнителем, но в разное время. Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq 0,01 \cdot \bar{X} \cdot D, \text{ где} \quad (\text{Б.1})$$

$\bar{X}_1$ — результат анализа рабочей пробы, мг/дм³;

$\bar{X}_2$ — результат анализа этой же пробы, полученный другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов, мг/дм³;

$\bar{X}$ — среднее арифметическое $\bar{X}_1$ и $\bar{X}_2$, мг/дм³;

D — норматив контроля воспроизводимости измерений (табл. Б.1), %.

Значение D выбирают для среднего арифметического $\bar{X}$.

При превышении норматива контроля погрешности воспроизводимости процедуру контроля повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к не удовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Продолжение таблицы Б.1

Диапазон измерений, мг/дм ³	Нормативы контроля	
	сходности $d(n=2)$, %	воспроизводимости $D(m=2)$, %
свыше 0,02 до 25,0 включительно	10	14
<i>Цинк</i>		
от 0,005 до 0,1 включительно	28	34
свыше 0,1 до 2,0 включительно	14	20
<i>АПАВ</i>		
от 0,025 до 0,1 включительно	50	65
свыше 0,1 до 1,0 включительно	25	40
свыше 1,0 до 2,0 включительно	15	25
<i>Формальдегид</i>		
от 0,02 до 0,5 включительно	24	34

2. Контроль погрешности измерений

Периодичность контроля погрешности измерений зависит от количества рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля.

Образцами для контроля являются пробы природных и питьевых вод. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы — X , а во вторую часть делают добавку определяемого компонента и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой — X' .

Результаты анализа исходной рабочей пробы и рабочей пробы с добавкой получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от содержания алюминия в исходной пробе. Если содержание алюминия в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений (0,01 мг/дм³), то величина добавки должна в 2—3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений.

Таблица Б.1

Нормативы контроля сходности и воспроизводимости для доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений, мг/дм ³	Нормативы контроля	
	сходности $d(n=2)$, %	воспроизводимости $D(m=2)$, %
<i>Алюминий</i>		
от 0,01 до 0,05 включительно	42	55
свыше 0,05 до 0,2 включительно	20	35
свыше 0,2 до 5,0 включительно	15	25
<i>Цинк</i>		
от 0,005 до 0,1 включительно	28	34
свыше 0,1 до 2,0 включительно	14	20
<i>Бор</i>		
от 0,05 до 0,1 включительно	35	60
свыше 0,1 до 0,5 включительно	20	40
свыше 0,5 до 2,5 включительно	10	20
свыше 2,5 до 5,0 включительно	5	12
<i>Медь</i>		
от 0,005 до 0,01 включительно	25	60
свыше 0,01 до 0,1 включительно	15	30
<i>Железо общее</i>		
от 0,05 до 1,0 включительно	18	25
свыше 1,0 до 5,0 включительно	14	20
<i>Нитрит</i>		
от 0,005 до 0,01 включительно	25	50
свыше 0,01 до 0,05 включительно	15	25
свыше 0,05 до 1,0 включительно	12	20
свыше 1,0 до 5,0 включительно	7	14
<i>Фторид</i>		
от 0,1 до 0,5 включительно	15	20
свыше 0,5 до 1,0 включительно	12	17
свыше 1,0 до 2,5 включительно	8	11
<i>Фенолы</i>		
от 0,0005 до 0,001 включительно	50	80
свыше 0,001 до 0,005 включительно	35	55
свыше 0,005 до 0,02 включительно	20	34

Величину добавки (C_0 , мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$C_0 = \frac{C_o \cdot V_o}{V} \quad (\text{Б.2})$$

C_0 — концентрация алюминия в стандартном образце (аттестованной смеси), использованном для внесения добавки, мг/дм³;

V_o — объем стандартного образца (аттестованной смеси), внесенного в качестве добавки, см³;

V — объем пробы, см³.

Объем добавки не должен превышать 5 % объема пробы. Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$|X' - X - C_0| \leq K_0, \quad \text{где} \quad (\text{Б.3})$$

X — результат анализа рабочей пробы, мг/дм³;

X' — результат анализа рабочей пробы с добавкой алюминия, мг/дм³;

C_0 — значение добавки алюминия, мг/дм³;

K_0 — норматив контроля погрешности измерений, мг/дм³.

При внешнем контроле ($P = 0,95$) норматив контроля вычисляют по формуле:

$$K_0 = \sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X'}^2}, \quad \text{где} \quad (\text{Б.4})$$

Δ_X , $\Delta_{X'}$ — характеристика погрешности измерения массовой концентрации алюминия в исходной пробе и пробе с добавкой алюминия соответственно, мг/дм³:

$$\Delta_X = 0,01 \cdot \delta_X \cdot X; \quad \Delta_{X'} = 0,01 \cdot \delta_{X'} \cdot X', \quad \text{где} \quad (\text{Б.5})$$

δ_X , $\delta_{X'}$ — характеристика относительной погрешности измерения массовой концентрации алюминия в исходной пробе и пробе с добавкой алюминия соответственно (табл. 1), %.

Норматив контроля погрешности при внутрилабораторном контроле ($P = 0,90$) вычисляют по формуле:

$$K_0 = 0,84 \cdot \sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X'}^2} \quad (\text{Б.6})$$

При превышении норматива контроля погрешности процедуру контроля повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.