

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 цинка
флуориметрическим методом в пробах питьевой воды и воды
поверхностных и подземных источников водопользования**

Методические указания

МУК 4.1.1256—03

1. Введение

1.1. Назначение и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику выполнения измерения массовой концентрации цинка в пробах воды поверхностных и подземных источников водопользования, а также питьевой воды флуориметрическим методом.

Диапазон измеряемых концентраций 0,005—2,0 мг/дм³.

Допустимо присутствие до 1 г/дм³ щелочных, щелочно-земельных элементов, магния, алюминия, хлоридов, нитратов, сульфатов; до 20 мг/дм³ меди, железа; до 2 мг/дм³ свинца; до 1 мг/дм³ марганца, кобальта, никеля.

1.2. Физико-химические и токсикологические свойства цинка

Цинк — голубовато-серебристый металл.

Физические характеристики: температура плавления 419,5 °С, температура кипения 906,2 °С, плотность 7,14.

Химические свойства: растворяется в кислотах и щелочах.

Токсическое действие цинка: у рабочих, занятых в производстве цинковой пыли, обнаружены выраженные атрофические и субатрофические катары верхних дыхательных путей. При хроническом воздействии пыли цинка отмечаются желудочно-кишечные рас-

МУК 4.1.1256—03
 строителя и гипохромная анемия. Появляются жалобы на бессонницу, раздражительность, снижение памяти, потливость по ночам, шум в ушах и снижение слуха. На рентгенограмме — усиление легочного рисунка, эмфизема, начальные признаки пневмосклероза. Повышена заболеваемость верхних дыхательных путей, распространены кариес зубов. (Вредные вещества в промышленности: Справочник Под общ. ред. Н. В. Лазарева. Л.: Химия, 1977. Т. III.)

Цинк относится к веществам 3-го класса опасности. Предельно допустимые концентрации цинка в воде хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования составляют 1,0 мг/дм³ (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 5,0 мг/дм³ (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 измерения, мг/дм ³	Характеристика погрешности измерений, $\pm \delta$, %
от 0,005 до 0,1 включительно	25
свыше 0,1 до 2,0 включительно	15

3. Метод измерений
 Флуоресцентный метод измерений массовой концентрации цинка основан на образовании комплексного соединения с 8-меркаптохинолином в среде ацетатного буфера (рН 4,6—4,9), экстракции его хлороформом и измерении интенсивности флуоресценции экстракта. Для устранения мешающего влияния меди используют 8,8'-дихинолилдисульфид, а железа — 1,10-фенантролин.

4. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы
 При выполнении измерений массовой концентрации цинка применяют следующие средства измерения, реактивы, вспомогательные устройства и материалы.

4.1. Средства измерений
 Анализатор жидкости «Флюорат-02» или другой люминесцентный анализатор, флуориметр или спектрофлуориметр, удовлетворяющий требованиям указанных ТУ 4321-001-20506233—94
 Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой деления 1,0 мг, любого типа ГОСТ 24104
 Колбы мерные 2-1 000-2, 2-100-2, 2-50-2, 2-25-2 ГОСТ 1770
 Пипетки с одной отметкой 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25 ГОСТ 29169
 Пипетки градуированные 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ ГОСТ 29227
 Государственный стандартный образец состава раствора ионов цинка: массовая концентрация 1 мг/см³, границы допускаемого значения относительной погрешности ± 1 %.

4.2. Реактивы
 Вода дистиллированная ГОСТ 6709
 Натрий 8-меркаптохинолилат ТУ 6-09-4933—68
 2-водный, ч. д. а. Р.73-941-09
 Аскорбиновая кислота ТУ 6-09-1567—78
 Натрий уксусно-кислый трехводный, ос. ч. ГОСТ 4461
 Кислота азотная, х. ч. ГОСТ 61
 Кислота уксусная, х. ч. ГОСТ 10929
 Пероксид водорода, х. ч. ТУ 6-09-40-2472—87
 1,10-фенантролин ТУ 6-09-4263—76
 Хлороформ, ч. д. а. ГОСТ 3760
 Аммиак водный, х. ч. ТУ 6-09-16-907—84
 8,8'-дихинолилдисульфид, ч. д. а.

ГОСТ 18300

Спирт этиловый ректифицированный
Допускается применение реактивов, изготовленных по иной
нормативно-технической документации, с техническими характери-
стиками не хуже, чем у указанных.

4.3. Вспомогательное оборудование и материалы

Бидистиллятор или аппарат для перегонки
воды кварцевый или стеклянный ТУ 25.11-1592—81
Чашки кварцевые, вместимостью 50 и 100 см³ ГОСТ 19908
или стакан лабораторный термостойкий, ГОСТ 25336
вместимостью 50 и 100 см³
Воронки делительные, вместимостью
50 и 100 см³ ГОСТ 25336
Воронки лабораторные ГОСТ 25336
Фильтры обезоленные «красная лента» ТУ 6-09-1678—86
Бумага индикаторная универсальная ТУ 6-09-1181—76
Электроплитка бытовая ГОСТ 14919

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

5. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений должны быть прове-
дены следующие работы: отбор и консервирование пробы, приго-
товление вспомогательных растворов и растворов для градуировки,
градуировка анализатора.

5.1. Отбор и консервирование проб

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 250 см³ при предполагае-
мой концентрации цинка менее 0,2 мг/дм³ и не менее 50 см³ при бо-
лее высокой концентрации. Для хранения и транспортирования проб
используют сосуды из полиэтилена или фторопласта.

Пробы консервируют добавлением концентрированной азотной
кислоты из расчета 3 см³ на 1 дм³ пробы. Срок хранения консерви-
рованной пробы — 3 дня.

Незаконсервированную пробу необходимо проанализировать в
течение 4 ч с момента отбора. Если пробу не консервировали, то пе-

ред выполнением анализа ее подкисляют раствором азотной кислоты
по п. 5.2.7 из расчета 3 см³ на 1 дм³ пробы.

5.2. Приготовление растворов

5.2.1. Получение бидистиллированной воды

Бидистиллированную воду получают путем повторной дистил-
ляции воды, соответствующей ГОСТ 6709—72, в бидистилляторе или
лабораторной установке для перегонки воды, выполненной из кварца
или стекла. Все растворы готовят только на бидистиллированной воде.

5.2.2. Раствор 8,8'-дихинолилдисульфида в хлороформе, массовая концентрация 0,2 г/дм³

В 100 см³ хлороформа растворяют 20 мг 8,8'-дихинолилдисуль-
фида. Срок хранения раствора в холодильнике — 3 месяца.

5.2.3. Ацетатный буферный раствор с рН 4,6—4,9

В 100—150 см³ бидистиллированной воды растворяют 13,6 г
укусно-кислого натрия, переносят в мерную колбу вместимостью
1 000 см³, приливают 5,5 см³ концентрированной уксусной кислоты,
перемешивают и разбавляют до метки бидистиллированной водой.

Раствор необходимо хранить в полиэтиленовой посуде, срок
хранения — 3 месяца.

5.2.4. Раствор аскорбиновой кислоты, массовая концентрация 2 г/дм³

В 100 см³ бидистиллированной воды растворяют 200 мг аскор-
биновой кислоты. Срок хранения раствора в холодильнике — 3 дня.

5.2.5. Раствор 1,10-фенантролина в этаноле, массовая концентрация 5 г/дм³

В 50 см³ этанола растворяют 250 мг 1,10-фенантролина. Срок
хранения раствора в холодильнике — 3 месяца. Признаком его непри-
годности является появление окраски.

5.2.6. Раствор 8-меркаптохинолината натрия, массовая концентрация 1 г/дм³

В 25 см³ бидистиллированной воды растворяют 25 мг 8-меркап-
тохинолината натрия. Допускается опалесценция или помутнение
раствора. Приготовленный раствор фильтровать запрещается.

Срок хранения раствора при комнатной температуре — 1 сутки,
в холодильнике — до 3 суток.

5.2.7. Раствор азотной кислоты, объемная доля 0,7 %

Разбавляют 7 см³ концентрированной азотной кислоты до 1 000 см³ бидистиллированной водой. Раствор хранят в сосуде из полиэтилена или фторопласта. Срок хранения не ограничен.

5.2.8. Раствор цинка, массовая концентрация 100,0 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 50 см³ переносят 5 см³ ГСО состава водного раствора ионов цинка массовой концентрации 1 мг/см³, добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты по п. 5.2.7 и разбавляют до метки бидистиллированной водой. Срок хранения раствора — 3 месяца.

5.2.9. Раствор цинка, массовая концентрация 1,0 мг/дм³

Раствор готовят двукратным разбавлением раствора с концентрацией 100,0 мг/дм³ (п. 5.2.8). Для этого 10 см³ более концентрированного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты по п. 5.2.7 и разбавляют до метки бидистиллированной водой. Срок хранения раствора концентрации 10 мг/дм³ — 1 месяц, концентрации 1 мг/дм³ — 1 неделя.

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

В делительную воронку вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ бидистиллированной воды, приливают 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты по п. 5.2.4, 5 см³ ацетагного буферного раствора по п. 5.2.3, 1 см³ раствора 1,10-фенантролина по п. 5.2.5 и 1 см³ раствора 8-меркаптохинолината натрия по п. 5.2.6. *Запрещается изменять указанный порядок добавления реагентов.*

Через 2 мин приливают 5 см³ хлороформа и экстрагируют 8-меркаптохинолилат цинка в течение 1 мин. После разделения слоев нижний слой фильтруют через фильтр «красная лента» в кювету прибора «Флюорат-02» (раствор № 1).

Аналогичным образом готовят раствор № 2, используя вместо бидистиллированной воды 5 см³ раствора цинка с концентрацией 1 мг/дм³ по п. 5.2.9.

5.4. Градуировка анализатора и контроль стабильности градуировочной характеристики

Градуировку прибора осуществляют путем измерения сигналов флуоресценции растворов, приготовленных по п. 5.3. При градуи-

ровке прибора и всех измерениях в канале возбуждения используют светофильтр № 11, а в канале регистрации — светофильтр № 5.

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 1,000.

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

Входят в меню «Градуировка», устанавливают $S_0 = 0$ и $S_1 = 1,000$. Значение параметра «J0» устанавливают по раствору № 1, а «J1» — по раствору № 2. При этом значения параметров «С2» — «С6» и «J2» — «J6» должны быть равны нулю.

Контроль стабильности градуировочной характеристики состоит в проведении измерений концентрации цинка в нескольких специально приготовленных смесях (табл. 2). Приготовленные образцы для измерения производятся согласно п. 5.3. На стадии освоения методики контроль производится ежедневно перед началом измерения проб, а в дальнейшем — после замены партии реактивов, буферного раствора и стандартных образцов, но не реже 1 раза в неделю.

Таблица 2

Смеси для контроля стабильности градуировочной характеристики анализатора

№ смеси	Компоненты	Объем, см ³	Концентрация цинка, мг/дм ³	Относительная погрешность (P = 0,95), %
1	Раствор цинка по п. 5.2.9		1,0	1,6
2	Смесь № 1 Азотная кислота по п. 5.2.7 Бидистиллированная вода	50 1 до 100		1,8
3	Смесь № 1 Азотная кислота по п. 5.2.7 Бидистиллированная вода	20 1 до 100	0,2	1,8
4	Смесь № 1 Азотная кислота по п. 5.2.7 Бидистиллированная вода	10 1 до 100	0,1	1,8

Градуировка признается стабильной, если полученное значение концентрации цинка в смеси отличается от известного не более чем

К раствору в делительной воронке добавляют 1 см³ раствора аскорбиновой кислоты по п. 5.2.4, 5 см³ буферного раствора с рН 4,6—4,9 по п. 5.2.3 и 5 см³ раствора 8,8'-дихинолилдисульфида в хлороформе по п. 5.2.2. Экстрагируют в течение 2 мин комплексное соединение меди с образовавшимся 8-меркаптохинолином. После разделения слоев экстракт отделяют и отбрасывают.

К раствору в делительной воронке добавляют 1 см³ раствора 1,10-фенантролина (п. 5.2.5), 1 см³ раствора 8-меркаптохинолината натрия (п. 5.2.6) и через 2 мин 5 см³ хлороформа. **Запрещается изменять указанный порядок добавления реагентов.**

Экстрагируют 8-меркаптохинолилат цинка в течение 1 мин и после разделения слоев органический экстракт фильтруют через фильтр «красная лента» в кювету прибора «Флюорат-02». Измеряют интенсивность флуоресценции экстракта не менее двух раз и вычисляют среднее арифметическое.

Примечание. Допускается не проводить экстракцию с 8,8'-дихинолилдисульфидом, если концентрация меди в пробе не превышает 0,1 мг/дм³. В этом случае после добавления буферного раствора сразу добавляют раствор 1,10-фенантролина.

7. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию цинка в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{\text{изм}}}{K}, \quad (1)$$

X — концентрация цинка в анализируемом объекте, мг/дм³;

$C_{\text{изм}}$ — измеренная концентрация цинка в экстракте пробы, мг/дм³;

K — степень концентрирования (табл. 3).

8. Оформление результатов измерений

За результат анализа (\bar{X}) принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений X_1 и X_2 ($\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$), 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} .

на 10 % в диапазоне 0,5—2,0 мг/дм³ и на 20 % при более низких концентрациях.

При несоответствии полученных результатов указанным нормативам процесс градуировки необходимо повторить.

На стадии освоения методики контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно. В дальнейшем контроль градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в месяц, а также при смене реактивов.

Для приборов модификаций «Флюорат-02-1» и «Флюорат-02-3», не имеющих энергонезависимой памяти, контроль стабильности градуировочной характеристики проводят после каждой новой градуировки прибора.

При использовании других люминесцентных анализаторов градуировку и измерение проб производят в соответствии с руководством по эксплуатации.

6. Выполнение измерений

При выполнении измерений массовой концентрации цинка должны быть выполнены следующие работы: маскирование мешающих компонентов, приготовление экстрактов проб и измерение интенсивности их флуоресценции.

Для проведения определения отбирают не менее двух аликвотных порций исследуемого образца. Объем аликвотной порции зависит от предполагаемой концентрации цинка (табл. 3).

Таблица 3

Рекомендуемые аликвотные порции пробы в зависимости от предполагаемой концентрации цинка

Предполагаемая концентрация цинка, мг/дм ³	Объем аликвотной порции, см ³	Степень концентрирования, (K)
от 0,005 до 0,1 включительно	50	10
свыше 0,1 до 2,0 включительно	5	1

Указанный в табл. 3 объем пробы помещают в делительную воронку вместимостью 50 или 100 см³, контролируют рН при помощи универсальной индикаторной бумаги и при необходимости добавляют по каплям аммиак водный до достижения рН раствора 3—5 (не выше!).

МУК 4.1.1256—03

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 точности измерений

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

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 $1/2$ 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 недовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Продолжение таблицы Б.1

Диапазон измерений, мг/дм ³	Нормативы контроля	
	сходимости $d (n=2), \%$	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>АЛГАВ</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 сходимости и воспроизводимости для доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, мг/дм ³	Нормативы контроля	
	сходимости $d (n=2), \%$	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:

$$C_0 = \frac{C \cdot V_0}{V}, \text{ где} \quad (\text{Б.2})$$

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

V_0 — 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 условий:

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

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:

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

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

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

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.