



**АНАЛИТИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ЗАО «РОСА»**  
**Отдел физико-химических методов анализа**  
**Сектор контроля реагентов и радиометрии**



**УТВЕРЖДАЮ**

**Генеральный директор ЗАО «РОСА»**

  
**А.В. ЧАМАЕВ**

 **2016 г.**

**КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕАГЕНТОВ ДЛЯ ВОДОПОДГОТОВКИ.**  
**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ**  
**СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДОВ**  
**В ПОЛИОКСИХЛОРИДЕ АЛЮМИНИЯ**  
**ТИТРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**НДП 40.4.140-2016**

**Москва**  
**2016 г.**

Сведения об организации-разработчике:

© ЗАО «РОСА», 2016

Адрес: 119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35

Телефон: (495) 502-44-22

Факс: (495) 439-52-13

Электронный адрес: [quality@rossalab.ru](mailto:quality@rossalab.ru)

Адрес сайта: [www.rossalab.ru](http://www.rossalab.ru).

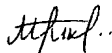
1 Настоящее издание методики действует до выхода нового издания.

2 Разработчик методики имеет право вносить изменения, которые не касаются принципа метода и диапазона измеряемых значений, а также процедур, которые могут оказывать влияние на значения показателей точности.

3 Методика подготовлена на основе методики, описанной в ТУ 2163-069-00205067-2007 ОАО «АУРАТ», совместно со специалистами лаборатории ОАО «АУРАТ»

#### РАЗРАБОТЧИКИ:

Инженер 2 категории сектора контроля реагентов и радиометрии



М.О. Тихонова

Начальник сектора контроля реагентов и радиометрии



А.Н. Русанова

#### СОГЛАСОВАНО:

Начальник отдела физико-химических методов анализа



Н.К. Куцева

Начальник отдела контроля качества



А.В. Карташова

## 1 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий нормативный документ устанавливает методику измерений массовой доли хлоридов в полиоксихлориде алюминия различной модификации (полиалюминий гидроксид хлорид, алюминий гидроксид хлорид, алюминий оксихлорид, полиалюминий хлорид, оксихлорсульфат алюминия) (далее – коагулянт) титриметрическим методом.

Диапазон измерений массовой доли хлоридов составляет от 0,5 % до 40 %.

Методика распространяется на коагулянты на основе полиоксихлорида, предназначенные для очистки и обработки воды в хозяйственно-питьевом и промышленном водоснабжении, а также используемые при очистке сточных вод в промышленности и сельском хозяйстве. В зависимости от содержания основного вещества (в пересчете на  $Al_2O_3$ ) коагулянт может представлять собой как бесцветные или с желтоватым оттенком водные растворы, так и порошок, гранулы, чешуйки кремового или желтого цвета.

**П р и м е ч а н и е** – Коагулянты на основе полиоксихлорида алюминия выпускаются под разными товарными названиями, например POLYPACS-30, Аква-Аурат, PAX-PS и др.

Блок-схема проведения анализа представлена в приложении А.

Продолжительность анализа одной пробы – 2 часа, серии из 10 проб – 4 часа.

## 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 199-78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4461-77 Кислота азотная. Технические условия.

ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе.

ГОСТ 4520-78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия.

ГОСТ 5962-2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 28311-89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

ГОСТ Р 52501-2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия.

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

ТУ 2163-069-00205067-2007 Технические условия. Полиоксихлорид алюминия марки АКВА-АУРАТ<sup>TM</sup> различных модификаций.

ТУ 6-09-5215-85 Дифенилкарбазон чистый для анализа.

**П р и м е ч а н и е** – Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### **3 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ**

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

**Т а б л и ц а 1 – Диапазон измерений массовой доли хлоридов в полиокси-хлориде алюминия, показатели точности измерений**

Диапазон измерений массовой доли хлоридов, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$ , %
от 0,5 до 5 включ	6	12	24
св. 5 до 40 включ.	2	4	8

#### 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Титриметрический метод измерения массовой доли хлоридов основан на взаимодействии хлорид-ионов с ионами ртути (II) с образованием малодиссоциированного соединения хлорида ртути.

Хлориды титруют в кислой среде раствором азотнокислой ртути (II) в присутствии дифенилкарбазона, при этом образуется растворимая хлорная ртуть. В конце титрования избыточные ионы ртути с дифенилкарбазоном образуют окрашенное в фиолетовый цвет комплексное соединение. Изменение окраски в эквивалентной точке выражено четко, в связи с этим конец титрования определяется с большой точностью.

#### 5 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА. РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

##### 5.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

5.1.1 Весы лабораторные аналитические специального или высокого класса точности с наибольшим пределом взвешивания 320 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ Р 53228.

5.1.2 Дистиллятор или установка любого типа для получения воды дистиллированной по ГОСТ 6709 или воды для лабораторного анализа 2 степени чистоты по ГОСТ Р 52501.

##### 5.2 Лабораторная посуда

5.2.1 Бюретки вместимостью 25 и 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29251, класс точности 2.

П р и м е ч а н и е – Допускается использовать автоматические титраторы.

5.2.2 Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

5.2.1 Колбы мерные вместимостью 25; 50; 100; 250; 500 и 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.2.3 Капельница по ГОСТ 25336.

5.2.4 Колбы конические вместимостью 100 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

5.2.5 Пипетки градуированные вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227, класс точности 2.

**Примечание** – Допускается использовать дозаторы, отвечающие требованиям ГОСТ 28311.

5.2.6 Пипетки с одной отметкой вместимостью 1; 2; 5; 10 и 25 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169, класс точности 2.

**Примечание** – Допускается использовать дозаторы, отвечающие требованиям ГОСТ 28311.

5.2.7 Стаканы из термически и химически стойкого стекла вместимостью 50; 100; 250 и 600 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

5.2.8 Флаконы из темного стекла вместимостью 100; 250; 500 и 1000 см<sup>3</sup> для хранения растворов реактивов.

5.2.9 Флаконы пластиковые с узким горлом вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup>.

5.2.10 Цилиндры мерные вместимостью 50; 100 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770, класс точности 2.

5.2.11 Шпатели фарфоровые длиной (150 – 200) мм по ГОСТ 9147 или медицинские металлические и пластиковые.

### **5.3 Реактивы и материалы**

5.3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501 (2-ой степени чистоты), (далее – вода дистиллированная).

5.3.2 Дифенилкарбазон, ч.д.а. по ТУ 6-09-07-5215.

5.3.3 Кислота азотная, ч.д.а. по ГОСТ 4461.

5.3.4 Кислота азотная, стандарт-титр  $C(HNO_3)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н) по ТУ 2642-001-56278322.

5.3.5 Натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233, или стандарт-титр  $C(NaCl)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н) по ТУ 2642-001-33813273.

5.3.6 Ртуть (II) азотнокислая 1-водная, х.ч. по ГОСТ 4520.

5.3.7 Спирт этиловый, 96,3 %, категория «Люкс» по ГОСТ 5962.

#### **Примечания**

1 Допускается использование средств измерений утвержденных типов других производителей, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Средства измерений должны быть поверены или калиброваны в установленные сроки.

3 Допускается использование оборудования, материалов и реактивов с характеристиками, не хуже, чем у вышеуказанных.

## **6 УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ**

6.1 При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2 При работе с оборудованием необходимо соблюдать правила электро-безопасности по ГОСТ Р 12.1.019.

6.3 Обучение работающих безопасности труда должно быть организовано в соответствии с ГОСТ 12.0.004.

6.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

## **7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ**

К выполнению измерений допускаются лица, имеющие среднее специальное или высшее образование химического профиля, владеющие техникой физико-химических методов анализа, изучившие правила эксплуатации используемого оборудования и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

## **8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	от 20 °С до 28 °С
относительная влажность воздуха	не более 80 % при 25 °С
напряжение в сети	(220 ± 22) В.

## **9 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**

9.1 Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 3885 в пластиковые или стеклянные флаконы с плотно закрывающейся крышкой вместимостью не менее 100 см<sup>3</sup>. Требуемый объем пробы должен быть не менее 100 см<sup>3</sup>.

9.2 Срок хранения проб без консервации составляет 30 суток при комнатной температуре. В случае поступления в лабораторию жидкого полиоксихлорида алюминия в замёрзшем состоянии, пробу коагулянта необходимо поместить в тёплое помещение и разморозить при комнатной температуре.

9.3 При выпадении осадка пробу перед анализом необходимо тщательно перемешать.

## **10 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**

### **10.1 Приготовление растворов**

#### *10.1.2 Раствор азотной кислоты с массовой долей 25 %*

Раствор азотной кислоты готовят согласно ГОСТ 4517.

32 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты добавляют к 68 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, раствор перемешивают. Срок хранения раствора – 2 месяца при комнатной температуре.

### 10.1.3 Раствор азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup>

Приготовление из стандарт-титра:

Содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доводят раствор до метки дистиллированной водой, перемешивают и переливают во флакон для хранения реактивов.

Приготовление из вещества гарантированной чистоты:

14 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты добавляют в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки, перемешивают и переливают во флакон для хранения реактивов.

Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

### 10.1.4 Раствор дифенилкарбазона с массовой долей 1 %

(1,00 ± 0,05) г дифенилкарбазона растворяют в (40 – 60) см<sup>3</sup> этилового спирта в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Затем доводят объем раствора в колбе спиртом до метки, тщательно перемешивают. Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

### 10.1.5 Раствор ртути (II) азотнокислой молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>

(17,00 ± 0,05) г ртути (II) азотнокислой 1-водной переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> и растворяют в 30 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты с массовой долей 25 %. Доводят раствор в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор пригоден для использования через 2 суток. Срок хранения раствора – 3 месяца во флаконе из темного стекла при комнатной температуре.

### 10.1.6 Раствор хлорида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>

Приготовление из стандарт-титра:

Содержимое одной ампулы стандарт-титра переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора в колбе до метки и перемешивают.

Приготовление из вещества гарантированной чистоты:

Навеску (5,8443 ± 0,0001) г хлористого натрия, помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора – 3 месяца при комнатной температуре.

### 10.2 Установление поправочного коэффициента к молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> раствора ртути (II) азотнокислой

В коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> раствора хлорида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, добавляют 90 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 2 капли (≈ 0,1 см<sup>3</sup>) раствора азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup> и 10 капель (≈ 0,5 см<sup>3</sup>) раствора дифенилкарбазона с массовой долей 1 %. Титруют раствором нитрата ртути молярной концентрации



0,05 моль/дм<sup>3</sup> до перехода окраски из жёлтой в сине-фиолетовую (без розового оттенка).

За результат титрования принимают среднее арифметическое значение из трех параллельных титрований, расхождение между которыми не превышает 0,05 см<sup>3</sup>.

Поправочный коэффициент (K) рассчитывают по формуле с точностью до четвертого знака

$$K = \frac{V}{V_1}, \quad (1)$$

где

V – объём раствора хлористого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, взятого для определения поправочного коэффициента (10), см<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> – объём раствора азотнокислой ртути (II) молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованного на титрование, см<sup>3</sup>.

Если поправочный коэффициент (K) раствора нитрата ртути отличается от 1,00 больше чем на ± 0,03, то раствор укрепляют или разбавляют, или готовят заново. Для укрепления раствора добавляют небольшими порциями (примерно по 0,020 г) нитрата ртути (II) 1-водной, в этом случае соль растворяют непосредственно в приготовленном растворе нитрата ртути молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>. Раствор пригоден для использования через 2 суток. После укрепления или разбавления раствора поправочный коэффициент устанавливают заново.

## 11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

### 11.1 Подготовка пробы твердых образцов коагулянта

Перед анализом пробу усредняют и сокращают. Для этого пробу переносят в пластиковую банку с широким горлом и плотно закрывающейся крышкой. Банку выбирают таким образом, чтобы проба занимала не более 2/3 её объёма.

Пробу перемешивают в закрытой банке, держа банку горизонтально и встряхивают (6 – 8) раз. После этого банку ставят на стол и оставляют в покое, выжидая несколько минут, чтобы проба «не пылила». Открывают банку и отбирают 1 шпатель (примерно (3 – 5) г коагулянта) во флакон меньшего объёма. Затем пробу снова перемешивают в банке и вновь отбирают единичную пробу в тот же флакон. Эту процедуру повторяют (5 – 7) раз, все единичные пробы перемешивают и получают усреднённую аналитическую пробу, из которой отбирают навеску для анализа.

### 11.2 Проведение анализа

Навеску порошка или жидкого коагулянта (0,1 – 0,3) г взвешивают с точностью до 0,0005 г на аналитических весах в конической колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

**П р и м е ч а н и е** – Допускается брать для анализа другую навеску коагулянта в зависимости от марки коагулянта или содержания хлоридов.

В коническую колбу с пробой коагулянта добавляют 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды добавляют 2 капли раствора азотной кислоты молярной концентрации 2 моль/дм<sup>3</sup>, 10 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором нитрата ртути (II) до перехода окраски раствора из желтой в синефиолетовую (без розового оттенка).

## 12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую долю хлоридов X (%) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,003545}{m \cdot V_3} \cdot 100, \quad (2)$$

где

V – объём раствора нитрата ртути (II) молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, пошедший на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

K – поправочный коэффициент к титру раствора нитрата ртути (II) молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>;

0,003545 – масса хлорид-иона, реагирующая с 1 см<sup>3</sup> раствора нитрата ртути молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>, г;

V<sub>3</sub> – 1 см<sup>3</sup> раствора нитрата ртути (II) молярной концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup>;

m – масса коагулянта, взятая для анализа, г.

## 13 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений в протоколах, как правило, представляют в виде:

$$X \pm \Delta, \%,$$

где Δ – характеристика абсолютной погрешности результата измерения (%), которую рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X, \quad (3)$$

где δ – значение показателя точности массовой доли хлоридов, % (таблица 2).

Результаты заносят в протокол анализа с точностью до 0,1%.

## 14 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

14.1 При получении двух результатов измерений (X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>) в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют проверку приемлемости результатов в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результаты измерений считают приемлемыми при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \leq r \quad (4)$$

Значение предела повторяемости ( $r$ ) приведены в таблице 3.

При выполнении условия (4) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используется их общее среднее арифметическое значение. При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14.2 При получении результатов измерений в двух лабораториях ( $X_{\text{лаб1}}$ ,  $X_{\text{лаб2}}$ ) проводят проверку приемлемости результатов измерений в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

Результаты измерений считают приемлемыми при выполнении условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{\text{лаб1}} - X_{\text{лаб2}}|}{X_{\text{лаб1}} + X_{\text{лаб2}}} \leq R \quad (5)$$

Значение предела воспроизводимости ( $R$ ) приведены в таблице 3.

При выполнении условия (5) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного используется их общее среднее арифметическое значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

**Т а б л и ц а 3 – Относительные значения пределов повторяемости и воспроизводимости**

Диапазон измерений массовой доли хлоридов, %	Предел повторяемости (относительное значение допус- каемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости), $r$ , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допус- каемого расхождения для двух результатов измерений, получен- ных в условиях воспроизводи- мости, $R$ , %
от 0,5 до 5 включ.	17	34
св. 5 до 40 включ.	6	11

## 15 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

При реализации методики в лаборатории рекомендуется проводить контроль внутрिलाбораторной прецизионности результатов измерений (по фактору «время» и/или по фактору «исполнитель»). Для этого из партии рабочих проб выбирают одну пробу коагулянта и делят её на две равные части. Одну часть пробы анализируют вместе с партией рабочих проб, а другую анализируют через определенный промежуток времени (1 – 2 дня) или передают на анализ другому исполнителю.

Два результата измерений признают приемлемыми, если выполняются условия:

$$200 \cdot \frac{|X_{\text{исп1}} - X_{\text{исп2}}|}{X_{\text{исп1}} + X_{\text{исп2}}} \leq R_{\text{л}} \quad (6)$$

и/или

$$200 \cdot \frac{|X_{в1} - X_{в2}|}{X_{в1} + X_{в2}} \leq R_{л}, \quad (7)$$

где

$X_{исп1}$ ,  $X_{исп2}$  – результаты измерений, полученные разными исполнителями;

$X_{в1}$ ,  $X_{в2}$  – результаты измерений, полученные в разное время;

$R_{л}$  – предел внутрилабораторной прецизионности, установленный в лаборатории при внедрении методики.

П р и м е ч а н и е – Допускается  $R_{л}$  рассчитывать по формуле

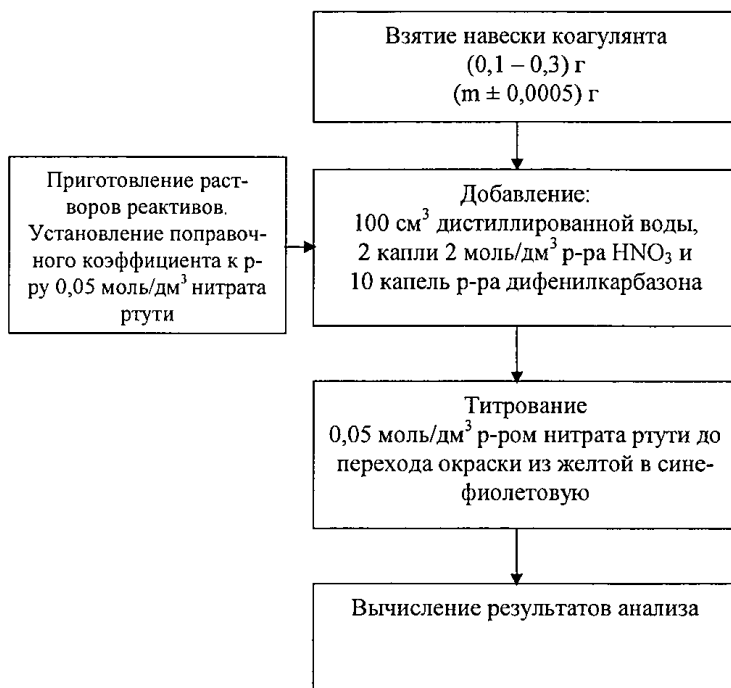
$$R_{л} = \frac{R}{1,2}, \quad (8)$$

где  $R$  – предел воспроизводимости методики.

Периодичность контроля устанавливают в лаборатории в зависимости от частоты применения настоящего метода анализа. При выполнении анализа реже одного раза в неделю контроль проводится с каждой серией проб, при регулярном выполнении анализа – не реже одного раза в неделю. Контроль проводится также при смене исполнителя анализа, при использовании новой партии любого из реактивов.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

## БЛОК-СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ АНАЛИЗА



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
АДМИНИСТРАТИВНО-ХОЗЯЙСТВЕННОЕ УПРАВЛЕНИЕ  
УРАЛЬСКОГО ОТДЕЛЕНИЯ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК  
Центр метрологии и сертификации «СЕРТИМЕТ»  
(Центр «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН)**

**СВИДЕТЕЛЬСТВО**

**ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ**

**№ 88-16207-030-RA.RU.310657-2016**

*Методика измерений массовой доли хлоридов в полиоксихлориде алюминия  
титриметрическим методом,*

разработанная ЗАО «РОСА» (119297, г. Москва, ул. Родниковая, д. 7, стр. 35),

предназначенная для контроля качества реагентов для водоподготовки

и регламентированная в документе НДП 40.4.140-2016 «Контроль качества реагентов для водоподготовки. Методика определения содержания хлоридов в полиоксихлориде алюминия титриметрическим методом», утвержденном в 2016 г., на 11 стр.

Методика измерений аттестована в соответствии с ФЗ № 102 от 26 июня 2008 г.  
«Об обеспечении единства измерений»

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает показателями точности, приведенными в приложении.

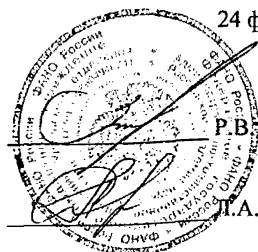
Приложение: показатели точности методики измерений на 1 листе.

Дата выдачи свидетельства

24 февраля 2016 г.

Начальник АХУ УрО РАН

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН



Р.В. Зиновьев

А.А. Игнатенкова

**ПРИЛОЖЕНИЕ**

**к свидетельству № 88-16207-030-RA.RU.310657-2016**  
**об аттестации методики (метода) измерений**  
**массовой доли хлоридов в полиоксихлориде алюминия титриметрическим методом**  
**на 1 листе**  
**(обязательное)**

Значения показателей точности измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазон измерений определяемой характеристики, значения показателей повторяемости, воспроизводимости и точности методики измерений

Диапазон измерений массовой доли хлоридов, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности 0,95), $\pm \delta$ , %
От 0,5 до 5 включ.	6	12	24
Св. 5 до 40 включ.	2	4	8

Руководитель Центра «СЕРТИМЕТ» АХУ УрО РАН



Л.А. Игнатенкова