ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54499— 2011

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Люминесцентный метод определения содержания урана

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор», группой компаний «Люмэкс» (Общество с ограниченной ответственностью «Люмэкс», Общество с ограниченной ответственностью «Люмэкс-маркетинг»), Закрытым акционерным обществом «Центр исследования и контроля воды»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 ноября 2011 г. № 554-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2012, 2019

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Отбор проб . . . 2
4 Определение содержания урана с использованием градуировочной характеристики (вариант А) . . . 2
5 Определение содержания урана с использованием добавки урана (вариант Б) . . . 9
Приложение А (обязательное) Контроль чистоты растворов . . . 14
Приложение Б (рекомендуемое) Проверка значимости влияний мешающих факторов . . . 15
Библиография . . . 16

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Люминесцентный метод определения содержания урана

Drinking water. Luminescent method for determination of uranium content

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и воду поверхностных и подземных источников питьевого водоснабжения и устанавливает метод определения массовой концентрации урана с использованием люминесценции в области длин волн от 500 до 550 нм в присутствии полисиликата натрия, возбуждаемой светом в области длин волн от 250 до 350 нм:

- для диапазона измерений массовой концентрации урана от 0,002 до 1,000 мг/дм^3 с использованием градуировочной характеристики — зависимости интенсивности люминесценции от массовой концентрации урана (вариант А);

- для диапазона измерений массовой концентрации урана от 0,0006 до 1,0000 мг/дм^3 путем внесения добавки урана в пробу анализируемой воды (вариант Б).

Вариант Б рекомендуется также использовать при наличии влияния мешающих факторов (см. 4.3.3).

Вариант Б является арбитражным.

Если содержание урана превышает верхнюю границу диапазона, то допускается разбавление пробы дистиллированной водой, но не более чем в 100 раз.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 17.1.5.05 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

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

ГОСТ 4328 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия[1)]

ГОСТ 9428 Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия

ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

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

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

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

[1)] Действует ГОСТ Р 58144—2018.

Издание официальное

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 51592 Вода. Общие требования к отбору проб[1)]

ГОСТ Р 51593 Вода питьевая. Отбор проб[1)]

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Отбор проб

3.1 Пробы воды отбирают по ГОСТ Р 51592, ГОСТ Р 51593 и ГОСТ 17.1.5.05 в емкости из полимерных материалов или боросиликатного стекла вместимостью не менее 100 $см^3$.

3.2 Если анализ проводят позднее, чем через 6 ч после отбора, то пробу воды консервируют, не фильтруя, добавлением концентрированной азотной кислоты из расчета 7 $см^3$ азотной кислоты на 1 $дм^3$ пробы (желательно на месте отбора пробы).

Срок хранения законсервированной пробы — не более 1 мес.

4 Определение содержания урана с использованием градуировочной характеристики (вариант А)

Сущность метода заключается в регистрации люминесценции уранил-ионов в присутствии полисиликата натрия в диапазонах длин волн, указанных в разделе 1, в режиме строба, смещенного по отношению к возбуждающему импульсу. Массовую концентрацию урана рассчитывают с использованием предварительно установленной градуировочной характеристики.

4.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Флуориметр, спектрофлуориметр или анализатор жидкости люминесцентный, в том числе лазерный (далее — прибор), позволяющий измерять интенсивность люминесценции в диапазоне длин волн от 500 до 550 нм при возбуждении в диапазоне длин волн от 250 до 350 нм в импульсном режиме в диапазоне времени задержки строба от 20 до 800 мкс по отношению к возбуждающему импульсу и длительности строба от 100 до 800 мкс.

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г по ГОСТ Р 53228.

Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности, исполнений 1, 1а, 2 или 2а по ГОСТ 29169.

Колбы мерные 2-го класса точности, исполнений 1, 2 или 2а по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2-го класса точности, исполнений 1, 2, 2а, 3, 4 или 4а по ГОСТ 1770.

Дозаторы пипеточные одноканальные с объемом дозирования от 200 до 1000 $мм^3$ с погрешностью объема дозирования не более ± 2 %.

Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора ионов урана (VI) с относительной погрешностью аттестованного значения не более ± 2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Электроплитка с закрытой спиралью бытовая по ГОСТ 14919.

[1)] Заменен на ГОСТ 31861—2012.

Стаканы из фторопласта вместимостью 100 и 200 $см^3$ с навинчивающейся крышкой из фторопласта.

Колбы из фторопласта вместимостью 100 $см^3$ с навинчивающейся крышкой из фторопласта.

Пробирки из полимерного материала, например из фторопласта или полиэтилена, вместимостью 10 $см^3$, снабженные пробками.

Стаканы стеклянные химические В-1 или Н-1 по ГОСТ 25336.

Фильтры мембранные с размером пор 0,45 мкм или бумажные обеззоленные «синяя лента».

Емкости из полиэтилена или боросиликатного стекла для хранения проб.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа 1-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501 (далее — дистиллированная вода).

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кремний (IV) оксид по ГОСТ 9428, ч. д. а. или аморфный, ос. ч.

Примечание — Допускается применять другие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

4.2 Подготовка к проведению измерений

4.2.1 Подготовка посуды

Стеклянную посуду моют водой с применением моющих средств, затем промывают горячим (60 °С — 70 °С) раствором азотной кислоты, разбавленной дистиллированной водой в соотношении 1 : 1 по объему, водопроводной водой и несколько раз ополаскивают дистиллированной водой.

4.2.2 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ вносят 200 $см^3$ дистиллированной воды и осторожно добавляют 7 $см^3$ азотной кислоты (см. 4.1), после чего содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора азотной кислоты — не более 3 мес.

4.2.3 Приготовление раствора полисиликата натрия

В стакан из фторопласта вместимостью 200 $см^3$ вносят 5,0 г гидроокиси натрия, добавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды (см. 4.1), затем вносят 14,3 г оксида кремния (IV).

На стенку стакана наносят метку по уровню жидкости в стакане, неплотно закрывают стакан крышкой из фторопласта и нагревают содержимое стакана при слабом кипении до полного растворения оксида кремния (IV), но не более 8 ч. В случае уменьшения объема жидкости за счет выкипания в стакан добавляют дистиллированную воду до метки.

Затем содержимое стакана отстаивают не менее 5 мин, после чего переносят (а при наличии осадка сливают надосадочную жидкость) в стакан или колбу из фторопласта вместимостью 100 $см^3$ и плотно закрывают завинчивающейся крышкой из фторопласта или пробкой из полиэтилена.

Срок хранения приготовленного раствора полисиликата натрия в емкости из полимерного материала — не более 6 мес.

Если при хранении появляется осадок, то готовят новый раствор.

Не допускается хранить раствор полисиликата натрия в емкости из стекла.

4.2.4 Приготовление исходного раствора урана массовой концентрации 100 мг/$дм^3$

Исходный раствор урана готовят разбавлением ГСО состава водного раствора ионов урана (см. 4.1) раствором азотной кислоты (см. 4.2.2), например следующим образом: в сухую чистую емкость вносят пипеткой 5 $см^3$ ГСО состава водного раствора урана массовой концентрации 300 мг/$дм^3$, добавляют пипеткой 10 $см^3$ раствора азотной кислоты и тщательно перемешивают.

Срок хранения исходного раствора урана — не более года.

4.2.5 Приготовление промежуточного раствора урана массовой концентрации 10 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ пипеткой вносят 5 $см^3$ исходного раствора урана (см. 4.2.4) и доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 4.2.2).

Срок хранения промежуточного раствора урана — не более года.

4.2.6 Приготовление рабочих растворов урана

Рабочие растворы урана готовят последовательным разбавлением в мерных колбах промежуточного раствора урана (см. 4.2.5) раствором азотной кислоты (см. 4.2.2).

Пример приготовления рабочих растворов урана в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$ приведен в таблице 1.

Таблица 1 — Пример приготовления рабочих растворов урана для измерений по варианту А

Наименование и характеристики раствора урана, использованного для приготовления рабочих растворов урана	Приготовление рабочего раствора урана, номер			
	1	2	3	4
Раствор урана, используемый для приготовления рабочего раствора	Промежуточный раствор (см. 4.2.5)	Рабочий раствор № 1	Рабочий раствор № 2	Рабочий раствор № 2
Объем раствора урана, вносимый в мерную колбу, $см^3$	10	10	10	2
Массовая концентрация урана в рабочем растворе, $мг/дм^3$	1,0	0,1	0,01	0,002

Срок хранения рабочих растворов урана № 1 — № 3 — не более 3 мес; рабочий раствор урана № 4 готовят непосредственно перед измерением.

4.2.7 Приготовление градуировочных растворов урана

Градуировочные растворы урана готовят непосредственно перед их помещением в измерительную кювету для проведения измерений (см. 4.2.10.1) следующим способом.

Градуировочный раствор № 1. В пробирку из полимерного материала вместимостью 10 $см^3$ вносят 5 $см^3$ дистиллированной воды, 0,5 $см^3$ рабочего раствора урана № 1 (см. таблицу 1), 0,5 $см^3$ раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3), после чего содержимое перемешивают.

Градуировочный раствор № 2. В пробирку из полимерного материала вместимостью 10 $см^3$ вносят 5 $см^3$ дистиллированной воды, 0,5 $см^3$ рабочего раствора урана № 2 (см. таблицу 1), 0,5 $см^3$ раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3), после чего содержимое перемешивают.

Градуировочный раствор № 3. В пробирку из полимерного материала вместимостью 10 $см^3$ вносят 5 $см^3$ дистиллированной воды, 0,5 $см^3$ рабочего раствора урана № 3 (см. таблицу 1), 0,5 $см^3$ раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3), после чего содержимое перемешивают.

Массовым концентрациям урана в полученных градуировочных растворах приписывают значения, равные значениям массовой концентрации урана в использованных для их приготовления рабочих растворах (см. таблицу 1), соответственно: для градуировочного раствора № 1 — 1,0 $мг/дм^3$, для градуировочного раствора № 2 — 0,1 $мг/дм^3$, для градуировочного раствора № 3 — 0,01 $мг/дм^3$.

Примечание — При приготовлении градуировочных растворов и подготовке проб анализируемой воды (см. 4.3.1) добавляют одинаковые объемы дистиллированной воды и раствора полисиликата натрия, что позволяет использовать приписанные значения массовой концентрации урана, не учитывая разбавление при приготовлении градуировочных растворов и проб. При необходимости допускается использовать значения массовой концентрации урана в градуировочных растворах с учетом разбавления при их приготовлении, которые составляют соответственно для градуировочного раствора № 1 — 0,17 $мг/дм^3$; для градуировочного раствора № 2 — 0,017 $мг/дм^3$; для градуировочного раствора № 3 — 0,0017 $мг/дм^3$, при этом необходимо учитывать разбавление пробы анализируемой воды.

4.2.8 Приготовление фонового раствора

Фоновый раствор готовят следующим способом: в пробирку из полимерного материала вместимостью 10 $см^3$ вносят 5 $см^3$ дистиллированной воды (см. 4.1), 0,5 $см^3$ раствора азотной кислоты (см. 4.2.2), 0,5 $см^3$ раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3) и перемешивают.

Фоновый раствор готовят непосредственно перед помещением в измерительную кювету для проведения измерений (см. 4.2.10.1).

4.2.9 Подготовка прибора к измерениям

4.2.9.1 Подготовку прибора к измерениям проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. При наличии технической возможности длины волн возбуждения и регистрации интенсивности люминесценции устанавливают в диапазоне длин волн от 500 до 550 нм при возбуждении в диапазоне длин волн от 250 до 350 нм таким образом, чтобы обеспечить достижение наибольшего значения градуировочного коэффициента при градуировке прибора (см. 4.2.10).

4.2.9.2 Устанавливают время задержки строба 300 мкс и длительность строба 400 мкс.

Примечание — Допускается в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора устанавливать другие значения времени задержки строба и длительности строба, обеспечивающие достижение наибольшего значения градуировочного коэффициента при градуировке прибора (см. 4.2.10).

4.2.10 Градуировка прибора

4.2.10.1 В кювету прибора вносят фоновый раствор (см. 4.2.8) и проводят не менее пяти измерений и регистраций значений интенсивности люминесценции фонового раствора в условиях по 4.2.9.

Затем проводят не менее пяти измерений интенсивности люминесценции каждого градуировочного раствора (см. 4.2.7), внося их в кювету прибора в следующем порядке: градуировочный раствор № 1, градуировочный раствор № 2, градуировочный раствор № 3.

Примечания

1 При проведении измерений кювету с растворами и пробами анализируемой воды устанавливают всегда одной и той же гранью по отношению к источнику излучения прибора.

2 После проведения измерений фоновый и градуировочные растворы сразу же выливают из кюветы и кювету тщательно моют дистиллированной водой (см. 4.1), поскольку остатки раствора полисиликата быстро и необратимо разрушают оптические поверхности кюветы. Между измерениями кювету ополаскивают раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (см. 4.2.2).

3 Рекомендуется использовать отдельную кювету для измерений фонового раствора.

4.2.10.2 Проверяют приемлемость полученных результатов измерений интенсивности люминесценции для фонового и каждого градуировочного раствора, используя условие

$$\frac{I_{max} - I_{min}}{I_{ср}} \le d, \qquad (1)$$

где I_{max} — наибольшее зарегистрированное значение интенсивности люминесценции конкретного раствора по 4.2.10.1, отн. ед.;

I_{min} — наименьшее зарегистрированное значение интенсивности люминесценции конкретного раствора по 4.2.10.1, отн. ед.;

$I_{ср}$ — среднеарифметическое значение из пяти зарегистрированных значений интенсивности люминесценции конкретного раствора, отн. ед.;

d — норматив приемлемости результатов измерений интенсивности люминесценции, равный 0,25 для фонового раствора и градуировочного раствора № 3 и 0,12 — для градуировочных растворов № 1 и № 2.

Если условие (1) выполняется, то результаты измерений считают приемлемыми и в качестве результата принимают среднеарифметическое пяти измерений интенсивности люминесценции конкретного раствора.

Если условие (1) не выполняется для конкретного раствора, то исключают значение, максимально отклоняющееся от среднеарифметического, и вновь проверяют выполнение условия (1) для конкретного раствора с оставшимися значениями, при этом.

- если условие (1) выполняется, то за результат измерения интенсивности люминесценции этого раствора принимают среднеарифметическое оставшихся значений;

- если условие (1) для этого раствора не выполняется, то находят и устраняют причины неудовлетворительных результатов, после чего измерения повторяют, заново приготовив данный раствор.

4.2.10.3 Устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости среднеарифметических значений интенсивности люминесценции градуировочных растворов от значения массовой концентрации урана в них и устанавливают градуировочный коэффициент b. Если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, то градуировочный коэффициент b устанавливают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора. При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации градуировочный коэффициент b, (отн. ед.) · дм^3/мг, рассчитывают для каждого градуировочного раствора по формуле

$$b = \frac{I_{гр} - I_{ф}}{C_{гр}}, \qquad (2)$$

где $I_{гр}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции соответствующего градуировочного раствора, отн. ед.;

$I_{ф}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора, отн. ед.;

$C_{гр}$ — значение массовой концентрации урана в соответствующем градуировочном растворе (см. 4.2.7), мг/дм^3.

Вычисляют среднеарифметическое полученных значений градуировочного коэффициента для каждого градуировочного раствора и проверяют выполнение условия

$$\frac{|b - b_{ср}|}{b_{ср}} \le 0{,}1, \qquad (3)$$

где b — значение градуировочного коэффициента, рассчитанное по формуле (2) для конкретного градуировочного раствора, (отн. ед.) · дм^3/мг;

$b_{ср}$ — среднеарифметическое значение из полученных значений градуировочных коэффициентов для градуировочных растворов № 1, № 2 и № 3, (отн. ед.) · дм^3/мг.

Если условие (3) выполняется, то в качестве результата определения градуировочного коэффициента принимают среднеарифметическое значение $b_{ср}$. Если условие (3) не выполняется, то находят и устраняют причины его невыполнения, после чего градуировку повторяют.

Примечания

1 Уменьшение значения градуировочного коэффициента для градуировочного раствора № 1 более чем на 10 % по сравнению со значением градуировочного коэффициента для градуировочного раствора № 2 свидетельствует о нелинейности отклика прибора при высоких концентрациях урана, в этом случае ограничивают сверху диапазон градуировочной характеристики значением 0,1 мг/дм^3.

2 При рутинных измерениях допускается проведение градуировки прибора только по градуировочному раствору № 2.

4.2.10.4 Контроль стабильности градуировочного коэффициента b проводят непосредственно перед измерениями каждой серии проб. В качестве контрольных растворов применяют не менее двух градуировочных растворов по 4.2.7, при этом рекомендуется, чтобы массовая концентрация урана в них соответствовала предполагаемой массовой концентрации урана в пробах анализируемой воды. При определении низких содержаний урана (менее 0,01 мг/дм^3) в качестве контрольного раствора используют следующий свежеприготовленный раствор: в пробирку из полимерного материала вместимостью 10 см^3 вносят 5 см^3 дистиллированной воды, 0,5 см^3 рабочего раствора урана № 4 (см. таблицу 1), 0,5 см^3 раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3), после чего содержимое перемешивают, при этом приписанное значение массовой концентрации урана в контрольном растворе соответствует 0,01 мг/дм^3.

В кювету прибора вносят контрольные растворы в порядке возрастания массовой концентрации урана в них и не менее пяти раз измеряют значение интенсивности люминесценции каждого контрольного раствора в условиях, при которых была проведена градуировка прибора с учетом условий по 4.2.9.

Используя градуировочную характеристику (см. 4.2.10.3), по измеренным значениям интенсивности люминесценции определяют массовую концентрацию урана в каждом контрольном растворе и проверяют выполнение условия

$$\frac{|C_{изм} - C_к|}{C_к} \cdot 100 \le G, \qquad (4)$$

где $C_{изм}$ — измеренное значение массовой концентрации урана в конкретном контрольном растворе, мг/дм^3;

$C_к$ — приписанное значение массовой концентрации урана в использованном конкретном контрольном растворе, мг/дм^3;

G — норматив контроля стабильности градуировочного коэффициента, равный 0,7δ, %, где δ — показатель точности измерений (см. таблицу 2), %.

Если условие (4) выполняется, то используют ранее установленный градуировочный коэффициент $b_{ср}$ (см. 4.2.10.3). Если условие (4) не выполняется только для одного контрольного раствора, то заново готовят этот контрольный раствор и проводят повторные измерения, при этом если при повторных измерениях условие (4) также не выполняется, то градуировку прибора проводят заново. Градуировку также проводят после ремонта прибора, замены реактивов и государственных стандартных образцов (см. 4.1).

Примечание — Нестабильность градуировочного коэффициента в области низких значений массовой концентрации урана (0,01 мг/дм^3 и менее) чаще всего обусловлена загрязнениями дистиллированной воды и/или реактивов.

4.2.11 Контроль вспомогательных растворов

Перед проведением измерений чистоту растворов (см. 4.2.2 и 4.2.3) контролируют в соответствии с требованиями приложения А.

4.2.12 Подготовка проб анализируемой воды к измерениям

4.2.12.1 Если пробу анализируемой воды не консервировали (см. 3.2), то перед анализом ее подкисляют концентрированной азотной кислотой из расчета 7 см^3 кислоты на 1 дм^3 пробы и выдерживают не менее 1 ч.

4.2.12.2 Законсервированную (см. 3.2) или подкисленную (см. 4.2.12.1) пробу анализируемой воды фильтруют через мембранный фильтр или бумажный обеззоленный фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата (приблизительно 10 см^3).

Допускается проводить отделение взвешенных частиц центрифугированием.

Не допускается проводить фильтрование неподкисленной пробы.

4.3 Порядок проведения измерений

4.3.1 В пробирку из полимерного материала вносят 5 см^3 дистиллированной воды (см. 4.1), вводят 0,5 см^3 подготовленной пробы анализируемой воды (см. 4.2.12) и 0,5 см^3 раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3). Содержимое пробирки перемешивают, после чего сразу помещают в кювету прибора и не менее пяти раз измеряют и регистрируют значения интенсивности люминесценции пробы воды в условиях, при которых была проведена градуировка прибора с учетом условий по 4.2.9.

4.3.2 Если измеренное значение интенсивности люминесценции пробы анализируемой воды превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, то подготовленную пробу (см. 4.2.12) объемом $V_а$ разбавляют раствором азотной кислоты (см. 4.2.2) до объема $V_к$ так, чтобы массовая концентрация урана в разбавленной пробе соответствовала диапазону градуировочной характеристики, и проводят операции, предусмотренные 4.3.1, с разбавленной пробой.

4.3.3 Если возникают предположения о наличии влияния мешающих факторов пробы (например, при анализе проб, ранее не анализировавшихся в лаборатории, или при анализе проб, для которых такое влияние ранее было установлено), то проверяют значимость такого влияния, как указано в приложении Б. Если влияние мешающих факторов устранить невозможно, проводят измерения по варианту Б.

4.4 Обработка результатов измерений

4.4.1 При наличии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массовую концентрацию урана в пробе анализируемой воды $C_{пр,i}$, мг/дм^3, рассчитывают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации для каждого измеренного значения интенсивности люминесценции I_i, отн. ед. (см. 4.3.1). Результаты регистрируют в рабочем журнале.

При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массовую концентрацию урана в пробе анализируемой воды $C_{пр,i}$, мг/дм^3, рассчитывают для каждого измеренного значения интенсивности люминесценции по формуле

$$C_{пр,i} = \frac{I_i - I_ф}{b_{ср}}, \quad (5)$$

где I_i — измеренное значение интенсивности люминесценции пробы анализируемой воды (см. 4.3.1), отн. ед.;

$I_ф$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора, полученное при градуировке прибора (см. 4.2.10.3), отн. ед.;

$b_{ср}$ — среднеарифметическое значение градуировочного коэффициента (см. 4.2.10.3), (отн. ед.)·дм^3/мг.

4.4.2 Проверяют приемлемость результатов, полученных по 4.4.1, используя условие

$$\frac{C_{max} - C_{min}}{C_{пр}} \le d_C, \quad (6)$$

где C_{max} — наибольшее значение массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды из рассчитанных по 4.4.1 значений, мг/дм^3;

C_{min} — наименьшее значение массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды из рассчитанных по 4.4.1 значений, мг/дм^3;

$C_{пр}$ — среднеарифметическое значение из рассчитанных (см. 4.4.1) значений массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды, мг/дм^3;

d_C — норматив приемлемости результатов измерений, равный:

- 0,25 — для массовой концентрации урана от 0,002 до 0,01 мг/дм^3 (включительно);
- 0,18 — для массовой концентрации урана свыше 0,01 до 0,05 мг/дм^3 (включительно);
- 0,12 — для массовой концентрации урана свыше 0,05 до 1,0 мг/дм^3 (включительно).

Если условие (6) выполняется, то за результат определения в качестве значения массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды X, мг/дм^3, принимают среднеарифметическое значение из рассчитанных (см. 4.4.1) значений.

Если условие (6) не выполняется, то исключают результат, максимально отклоняющийся от среднеарифметического, и проверяют выполнение условия (6) с оставшимися значениями. Если условие (6) с оставшимися значениями выполняется, то за результат определения массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды X, мг/дм^3, принимают среднеарифметическое оставшихся значений. При невыполнении этого условия находят и устраняют причины нестабильности, после чего измерения повторяют.

4.4.3 Если пробу анализируемой воды разбавляли (см. 4.3.2), то массовую концентрацию урана в пробе анализируемой воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = C_{пр} \cdot Q, \tag{7}$$

где $C_{пр}$ — среднеарифметическое значение массовой концентрации урана в разбавленной пробе анализируемой воды (с учетом выполнения требований по 4.4.1—4.4.2), мг/дм^3;

Q — коэффициент разбавления пробы анализируемой воды, который рассчитывают по формуле

$$Q = \frac{V_к}{V_а}, \tag{8}$$

где $V_к$ — объем разбавленной пробы по 4.3.2, см^3;

$V_а$ — объем аликвоты пробы анализируемой воды, взятый для разбавления по 4.3.2, см^3.

При этом если пробу не разбавляли, то Q принимают равным 1.

4.4.4 За результат измерений массовой концентрации урана принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 в двух аликвотах пробы анализируемой воды при выполнении условия

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \cdot 200 \le r, \tag{9}$$

где X_1 и X_2 — среднеарифметические значения массовой концентрации урана соответственно для первой и второй аликвот пробы анализируемой воды, отвечающие требованиям 4.4.2 и рассчитанные по 4.4.3, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 2), %.

При невыполнении условия (9) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (пункт 5.2) или [1].

4.5 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 2, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 2 — Метрологические характеристики результатов измерений по варианту А

Диапазон измерений массовой концентрации урана, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, %	Показатель точности (границы* допускаемой относительной погрешности при вероятности P = 0,95) ± δ, %
От 0,002 до 0,010 включ.	42	50	36
Св. 0,01 до 0,05 включ.	34	42	30
Св. 0,05 до 1,00 включ.	22	28	20

* Установленные числовые значения границ допускаемой относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2.

4.6 Контроль показателей качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 (раздел 6) или [1].

4.7 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025, при этом протокол испытаний должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результаты измерений содержания урана (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта) представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ мг/дм}^3, \text{ либо } \overline{X} \pm U, \text{ мг/дм}^3, \quad (10)$$

где $\overline{X}$ — результат измерений, полученный в соответствии с 4.4.4, мг/дм^3;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений содержания урана (P = 0,95), мг/дм^3, рассчитываемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01\delta\overline{X}, \quad (11)$$

где δ — границы относительной погрешности измерений содержания урана по таблице 2, %;

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2, мг/дм^3, рассчитываемая по формуле

$$U = 0{,}01U_{отн}\overline{X}, \quad (12)$$

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность, %, при коэффициенте охвата k = 2 по таблице 2.

Допускается результат измерений представлять в виде

$$\overline{X} \pm \Delta_{лаб}, \text{ мг/дм}^3, \quad (13)$$

при условии $\Delta_{лаб} < \Delta$, где $\Delta_{лаб}$ — значение показателя точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений для доверительной вероятности P = 0,95), установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений; или

$$\overline{X} \pm U_{лаб}, \text{ мг/дм}^3, \quad (14)$$

при условии $U_{лаб} < U$, где $U_{лаб}$ — значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории с учетом [2] или [3] и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

Численное значение окончательного результата измерений и значение погрешности (неопределенности) измерений выражают не более чем двумя значащими цифрами.

5 Определение содержания урана с использованием добавки урана (вариант Б)

Сущность метода аналогична варианту А (см. раздел 4) с учетом внесения в пробу воды добавки раствора урана.

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы — по 4.1 со следующими дополнениями.

Дозаторы пипеточные с объемом дозирования от 40 до 200 мм^3 и от 1000 до 5000 мм^3 с допускаемой погрешностью объема дозирования ± 2 %.

Палочка из стекла, полиэтилена или фторопласта длиной от 60 до 110 мм, диаметром от 2 до 3 мм с оплавленными (закругленными) концами.

5.2 Подготовка к проведению измерений

5.2.1 Приготовление раствора азотной кислоты (1 : 1)

Смешивают равные объемы концентрированной азотной кислоты и дистиллированной воды путем осторожного добавления концентрированной азотной кислоты к воде при перемешивании.

Срок хранения раствора азотной кислоты — не более года.

5.2.2 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 200 см^3 дистиллированной воды и осторожно добавляют 14 см^3 раствора азотной кислоты (см. 5.2.1), после чего доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения приготовленного раствора азотной кислоты — не более 3 мес.

5.2.3 Приготовление исходного раствора урана массовой концентрации 100 мг/дм^3

Исходный раствор урана готовят разбавлением ГСО состава водного раствора урана (см. 4.1) раствором азотной кислоты (см. 5.2.2), например следующим образом: в сухую чистую емкость вносят пипеткой 5 см^3 ГСО состава водного раствора урана массовой концентрации 300 мг/дм^3, добавляют пипеткой 10 см^3 раствора азотной кислоты и тщательно перемешивают.

Срок хранения исходного раствора урана — не более года.

5.2.4 Приготовление промежуточного раствора урана массовой концентрации 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 пипеткой вносят 5 см^3 исходного раствора урана (см. 5.2.3) и доводят до метки раствором азотной кислоты (см. 5.2.2).

Срок хранения промежуточного раствора урана — не более года.

5.2.5 Приготовление рабочих растворов урана

Рабочие растворы урана готовят последовательным разбавлением в мерных колбах промежуточного раствора урана (см. 5.2.4) раствором азотной кислоты (см. 5.2.2).

Пример приготовления рабочих растворов урана в мерных колбах вместимостью 100 см^3 приведен в таблице 3.

Таблица 3 — Пример приготовления рабочих растворов урана для измерений по варианту Б

Наименование и характеристики раствора урана, использованного для приготовления рабочих растворов урана	Приготовление рабочего раствора урана, номер				
	1	2	3	4	5
Раствор урана, используемый для приготовления рабочего раствора	Промежуточный раствор (см. 5.2.4)	Промежуточный раствор (см. 5.2.4)	Рабочий раствор № 1	Рабочий раствор № 2	Рабочий раствор № 3
Объем раствора урана, вносимый в мерную колбу, см^3	5	2	10	10	10
Массовая концентрация урана в рабочем растворе, мг/дм^3	0,5	0,2	0,05	0,02	0,005

Срок хранения рабочих растворов урана № 1 — № 4 — не более 3 мес; рабочий раствор урана № 5 готовят непосредственно перед измерением.

5.3 Порядок проведения измерений

Измерения проводят в следующем порядке.

5.3.1 Измерение интенсивности люминесценции фонового раствора

В измерительную кювету вносят 2,5 см^3 дистиллированной воды, добавляют 0,2 см^3 раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3) и тщательно перемешивают содержимое измерительной кюветы стеклянной палочкой, затем кювету помещают в кюветное отделение прибора и не менее пяти раз измеряют значение интенсивности люминесценции полученного фонового раствора ($I_ф$).

5.3.2 Измерение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды

Извлекают измерительную кювету с фоновым раствором (см. 5.3.1) из кюветного отделения прибора, вносят в нее 0,1 см^3 пробы анализируемой воды (см. 4.2.12) и тщательно перемешивают содержимое измерительной кюветы стеклянной палочкой, затем кювету помещают в кюветное отделение прибора и не менее пяти раз измеряют значение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды ($I_{ф.п}$).

5.3.3 Измерение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды и добавкой урана

Извлекают измерительную кювету (см. 5.3.2) из кюветного отделения прибора, вносят в нее 0,05 см^3 рабочего раствора урана (см. 5.2.5) и тщательно перемешивают содержимое измерительной кюветы стеклянной палочкой, затем кювету помещают в кюветное отделение прибора и не менее пяти раз измеряют значение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды и добавкой урана ($I_{ф.п.д}$).

Рабочий раствор урана выбирают таким образом, чтобы отношение $I_{ф.п.д}/I_{ф.п}$ составило от двух до шести.

5.3.4 Измерение интенсивности люминесценции фонового раствора с добавкой урана

Измерение интенсивности люминесценции фонового раствора с добавкой урана проводят только при приготовлении заново раствора азотной кислоты по 5.2.2 или рабочего раствора урана по 5.2.5.

Измеряют значение интенсивности люминесценции фонового раствора ($I_ф$) по 5.3.1, затем извлекают измерительную кювету из кюветного отделения прибора, вносят в нее 0,05 см^3 рабочего раствора урана № 3 массовой концентрации 0,05 мг/дм^3 (см. 5.2.5) и тщательно перемешивают содержимое измерительной кюветы стеклянной палочкой, затем кювету помещают в кюветное отделение прибора и не менее пяти раз измеряют значение интенсивности люминесценции фонового раствора с добавкой урана ($I_{ф.д}$).

5.4 Обработка результатов измерений

5.4.1 По результатам пяти измерений интенсивности люминесценции фонового раствора (см. 5.3.1) рассчитывают среднеарифметическое значение, затем для каждого результата измерения интенсивности люминесценции фонового раствора вычисляют относительное отклонение от среднеарифметического, при этом если наибольшее по абсолютной величине отклонение не превышает 20 %, то за результат измерения интенсивности люминесценции фонового раствора $I_ф$ принимают полученное среднеарифметическое значение.

Если наибольшее отклонение превышает 20 %, то исключают результат, максимально отклоняющийся от среднеарифметического значения, и вновь рассчитывают среднеарифметическое значение, которое принимают за результат измерения интенсивности люминесценции фонового раствора.

5.4.2 Значения интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды $I_{ф.п}$ (см. 5.3.2), интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды и добавкой урана $I_{ф.п.д}$ (см. 5.3.3) и интенсивности люминесценции фонового раствора с добавкой урана $I_{ф.д}$ (см. 5.3.4) определяют аналогично 5.4.1.

5.4.3 Рассчитывают приращение значения интенсивности люминесценции фонового раствора (см. 5.3.4) Δ_1, отн. ед., за счет внесения добавки урана по формуле

$$\Delta_1 = I_{ф.д} - I_ф, \qquad (15)$$

где $I_{ф.д}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора с добавкой урана, отн. ед.;

$I_ф$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора, отн. ед.

Значение Δ_1 определяют только при приготовлении заново раствора азотной кислоты по 5.2.2 или рабочего раствора урана по 5.2.5. В остальных случаях используют ранее установленное значение.

Рассчитывают приращение интенсивности люминесценции Δ_2 фонового раствора с пробой анализируемой воды (см. 5.3.3), отн. ед., за счет внесения добавки урана по формуле

$$\Delta_2 = \left(I_{ф.п.д} - I_{ф.п}\right) \cdot \frac{0{,}05}{C_U}, \qquad (16)$$

где $I_{ф.п}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора с добавкой пробы анализируемой воды, отн. ед.;

$I_{ф.п.д}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора с добавкой пробы анализируемой воды и урана, отн. ед.;

0,05 — коэффициент приведения приращения интенсивности люминесценции к значению массовой концентрации рабочего раствора урана 0,05 мг/дм^3;

C_U — массовая концентрация урана в рабочем растворе (см. 5.3.3), мг/дм^3.

Если $\frac{|\Delta_2 - \Delta_1|}{\Delta_1} < 0,3$, то массовую концентрацию урана в пробе анализируемой воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C_U \cdot V_д \cdot \left(I_{ф.п} - \frac{V_ф}{V_{ф.д}} I_ф \right)}{V_п \cdot \left(\frac{V_{ф.д.п}}{V_{ф.д}} I_{ф.п.д} - I_{ф.п} \right)}, \quad (17)$$

где C_U — массовая концентрация урана в рабочем растворе, введенном в качестве добавки (см. 5.3.3), мг/дм^3;

$V_д$ — объем рабочего раствора урана по 5.2.5, введенного в качестве добавки (см. 5.3.3, равен 0,05 см^3), см^3;

$I_{ф.п}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды, отн. ед.;

$V_ф$ — объем фонового раствора (см. 5.3.1, равен 2,7 см^3), см^3;

$V_{ф.д}$ — общий объем фонового раствора и пробы анализируемой воды (см. 5.3.2, равен 2,8 см^3), см^3;

$I_ф$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора, отн. ед.;

$V_п$ — объем пробы анализируемой воды (см. 5.3.2, равен 0,1 см^3), см^3;

$V_{ф.п.д}$ — общий объем фонового раствора, пробы анализируемой воды и урана (см. 5.3.3, равен 2,85 см^3), см^3;

$I_{ф.п.д}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды и добавкой урана, отн. ед.

Если $\frac{|\Delta_2 - \Delta_1|}{\Delta_1} \geq 0,3$, то пробу анализируемой воды разбавляют раствором азотной кислоты, (см. 5.2.2) регистрируя объем разбавленной пробы $V_к$ и аликвоту исходной пробы анализируемой воды, взятой для разбавления $V_а$, проводят измерения как указано в 5.3, при этом массовую концентрацию урана в пробе анализируемой воды X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C_U \cdot V_д \cdot V_к \left(I_{ф.п} - \frac{V_ф}{V_{ф.д}} I_ф \right)}{V_п V_а \left(\frac{V_{ф.д.п}}{V_{ф.д}} I_{ф.п.д} - I_{ф.п} \right)}, \quad (18)$$

где C_U — массовая концентрация урана в рабочем растворе, введенном в качестве добавки (см. 5.2.5), мг/дм^3,

$V_д$ — объем рабочего раствора урана по 5.2.5, введенного в качестве добавки (см. 5.3.3, равен 0,05 см^3), см^3;

$V_к$ — объем разбавленной пробы анализируемой воды, см^3;

$I_{ф.п}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды, отн. ед.;

$V_ф$ — объем фонового раствора (см. 5.3.1, равен 2,7 см^3), см^3;

$V_{ф.д}$ — общий объем фонового раствора и пробы анализируемой воды (см. 5.3.2, равен 2,8 см^3), см^3;

$I_ф$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора, отн. ед.;

$V_п$ — объем пробы анализируемой воды (см. 5.3.2, равен 0,1 см^3), см^3;

$V_а$ — объем аликвоты пробы анализируемой воды, взятый для разбавления, см^3;

$V_{ф.п.д}$ — общий объем фонового раствора, пробы анализируемой воды и урана (см. 5.3.3, равен 2,85 см^3), см^3;

$I_{ф.п.д}$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора с пробой анализируемой воды и добавкой урана, отн. ед.

Рассчитанное по формуле (17) или (18) значение принимают за результат определения массовой концентрации урана в пробе воды.

5.5 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 4, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 4 — Метрологические характеристики результатов измерений по варианту Б

Диапазон измерений массовой концентрации урана, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0,95$) R, %	Показатель точности (границы* допускаемой относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$) $\pm \delta$, %
От 0,0006 до 0,0050 включ.	70	50
Св. 0,005 до 0,050 включ.	42	30
Св. 0,05 до 1,00 включ.	28	20
* Установленные числовые значения границ допускаемой относительной погрешности соответствуют числовым значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата $k = 2$.		

5.6 Контроль показателей качества результатов измерений — аналогично 4.6.

5.7 Оформление результатов измерений — аналогично 4.7 с учетом использования значений показателя точности измерений по таблице 4 и результатов определения массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды по 5.4.

Приложение А
(обязательное)

Контроль чистоты растворов

Контроль чистоты растворов (см. 4.2.2 и 4.2.3) проводят, как указано ниже.

А.1 Подготавливают прибор к измерениям в соответствии с требованиями 4.2.9.

А.2 В измерительную кювету прибора помещают дистиллированную воду и не менее пяти раз измеряют и регистрируют значение интенсивности люминесценции дистиллированной воды I_0.

А.3 Измеряют и регистрируют значение интенсивности люминесценции фонового раствора (см. 4.2.8) по 4.2.10.1 и 4.2.10.2.

А.4 Готовят контрольный раствор следующим образом: в пробирку из полимерного материала вместимостью 10 см^3 вносят 5 см^3 дистиллированной воды (см. 4.1), добавляют 0,5 см^3 рабочего раствора урана № 3 (см. 4.2.6) и 0,5 см^3 раствора полисиликата натрия (см. 4.2.3), содержимое в пробирке перемешивают и вносят в кювету прибора.

А.5 Измеряют и регистрируют значение интенсивности люминесценции $I_к$ контрольного раствора (см. А.4) аналогично измерению интенсивности люминесценции фонового раствора по 4.2.10.1 и 4.2.10.2.

А.6 Массовую концентрацию урана в фоновом растворе (см. А.3) $C_ф$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_ф = \frac{\left(I_ф - I_0\right) C_U}{\left(I_к - I_ф\right)}, \qquad \text{(А.1)}$$

где C_U — значение массовой концентрации раствора урана в контрольном растворе (см. А.4), мг/дм^3;

$I_ф$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции фонового раствора (см. А.3), отн. ед.;

I_0 — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции дистиллированной воды (см. А.2), отн. ед.;

$I_к$ — среднеарифметическое значение интенсивности люминесценции контрольного раствора (см. А.5), отн. ед.

А.7 Чистоту растворов (см. 4.2.2 и 4.2.3) признают удовлетворительной, если значение $C_ф$ не превышает 0,001 мг/дм^3.

Приложение Б
(рекомендуемое)

Проверка значимости влияний мешающих факторов

Б.1 Измеряют значение интенсивности люминесценции пробы анализируемой воды, подготовленной по 4.2.12, в соответствии с требованиями 4.3 и определяют массовую концентрацию урана в пробе анализируемой воды $C_{пр}$, мг/дм^3, как указано в 4.4.

Б.2 Готовят пробу анализируемой воды с добавкой урана следующим способом: в емкость из полимерного материала вместимостью 20—25 см^3 пипеткой вносят 10 см^3 пробы анализируемой воды (см. 4.2.12), добавляют 1 см^3 рабочего раствора урана (см. 4.2.6) массовой концентрации $C_р$, мг/дм^3.

Массовую концентрацию внесенной добавки урана $C_{доб}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C_{доб} = \frac{V_U}{V_{n.U}} C_р, \qquad (Б.1)$$

где V_U — объем рабочего раствора урана, внесенного в качестве добавки (равен 1 см^3), см^3;

$V_{n.U}$ — общий объем пробы анализируемой воды и рабочего раствора урана, внесенного в качестве добавки (равен 11 см^3), см^3;

$C_р$ — массовая концентрация рабочего раствора урана, использованного в качестве добавки, мг/дм^3.

Массовая концентрация добавки урана должна составлять от 50 % до 150 % массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды, причем предполагаемое значение массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды с добавкой урана (равное $C_{пр} + C_{доб}$) не должно выходить за границы диапазона градуировочной характеристики (см. 4.2.10).

Если пробу анализируемой воды разбавляли (см. 4.3.2), то добавку вносят в разбавленную пробу.

Примечание — При необходимости готовят дополнительные рабочие растворы урана аналогично 4.2.6.

Б.3 Измеряют по Б.1 значение интенсивности люминесценции подготовленной по Б.2 пробы и определяют массовую концентрацию урана в пробе анализируемой воды с добавкой урана $C_{п.д}$, мг/дм^3.

Б.4 Проверяют выполнение условия

$$\left| C_{п.д} - C_{пр} - C_{доб} \right| \le K_{доб}, \qquad (Б.2)$$

где $C_{п.д}$ — измеренное значение массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды с добавкой урана, мг/дм^3;

$C_{пр}$ — измеренное значение массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды (см. Б.1), мг/дм^3;

$C_{доб}$ — массовая концентрация внесенной добавки урана (см. Б.2), мг/дм^3;

$K_{доб}$ — норматив контроля, мг/дм^3, рассчитываемый по формуле

$$K_{доб} = 0{,}84 \sqrt{\Delta^2_{C_{п.д}} + \Delta^2_{C_{пр}}}, \qquad (Б.3)$$

где $\Delta_{C_{п.д}}$ — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды с добавкой урана, рассчитываемые по формуле (11), мг/дм^3;

$\Delta_{C_{пр}}$ — границы абсолютной погрешности измерений массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды, рассчитываемые по формуле (11), мг/дм^3.

Б.5 Если условие (Б.2) выполняется, то влияние мешающих факторов признается незначимым. Если условие (Б.2) не выполняется, то для уменьшения влияния мешающих факторов пробу анализируемой воды разбавляют в 5—10 раз и повторяют измерения по Б.1—Б.4 с разбавленной пробой. Коэффициент разбавления рассчитывают по 4.4.3.

Б.6 Если для разбавленной пробы условие (Б.2) выполняется, то измеренное для нее значение $C_{пр}$ (см. Б.1) используют для вычисления массовой концентрации урана в пробе анализируемой воды по 4.4.3 с учетом коэффициента разбавления по Б.5.

Если для разбавленной пробы условие (Б.2) не выполняется, то содержание урана в пробе анализируемой воды определяют по варианту Б (см. раздел 5).

Библиография

[1] РМГ 76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[2] Руководство ЕВРОХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях». Пер. с англ. 2-е изд., 2000. СПб.: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002

[3] Р 50.1.060—2006 Государственная система обеспечения единства измерений. Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений

УДК 543.63:544:632:006.354 ОКС 13.060.20

Ключевые слова: вода питьевая, методы испытаний, массовая концентрация, люминесценция, уран

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 03.06.2019. Подписано в печать 29.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,33. Уч.-изд. л.1,80.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru