ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52708— 2007

ВОДА

Метод определения химического потребления кислорода

Издание официальное

БЗ 6—2006/154

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Научно-производственной фирмой аналитического приборостроения «Люмэкс»

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 30 января 2007 г. № 6-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 15705:2002 «Качество воды. Определение химического потребления кислорода (ХПК). Метод запаянной трубки с уменьшенной шкалой» (ISO 15705:2002 «Water quality — Determination of the chemical oxygen demand index (ST-COD) — Small-scale sealed-tube method»)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2007

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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 2
6 Отбор проб 3
7 Порядок подготовки к проведению измерений 3
8 Порядок проведения измерений 5
9 Правила обработки результатов измерений 6
10 Характеристика погрешности измерений 6
11 Правила оформления результатов измерений 7
12 Контроль качества результатов измерений 7
Приложение А (обязательное) Требования безопасности 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА

Метод определения химического потребления кислорода

Water. Method for determination of chemical oxygen demand

Дата введения — 2008—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения химического потребления кислорода (далее — ХПК) в воде с использованием фотометрии. Метод распространяется на все типы воды (питьевые, природные, сточные) в диапазоне значений ХПК от 10 до 800 мгО/дм^3. Метод может быть использован для анализа проб воды с более высокими значениями ХПК при условии их разбавления, но не более чем в 100 раз.

К мешающим факторам при проведении определения относят наличие в пробе воды хлоридов при их содержании свыше 1000 мг/дм^3 и марганца (II) при его содержании свыше 50 мг/дм^3. Мешающие факторы устраняют разбавлением пробы воды.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 51592—2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593—2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения

ГОСТ 17.1.5.05—85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 27065—86 Качество вод. Термины и определения

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

Издание официальное

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30813—2002 Вода и водоподготовка. Термины и определения

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 ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 30813 и следующий термин с соответствующим определением:

3.1

химическое потребление кислорода; ХПК: Количество кислорода, потребляемое при химическом окислении содержащихся в воде органических и неорганических веществ под действием различных окислителей.

[ГОСТ 27065—86, статья 29]

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в обработке пробы воды серной кислотой и бихроматом калия при заданной температуре в присутствии сульфата серебра — катализатора окисления и сульфата ртути (II), используемого для снижения влияния хлоридов, и определении значений ХПК в заданном диапазоне концентраций путем измерения оптической плотности исследуемого раствора при заданном значении длины волны с использованием градуировочной зависимости оптической плотности раствора от значения ХПК.

Значения ХПК в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм^3 включительно определяют путем измерения оптической плотности раствора при длине волны (440 ± 20) нм.

Значения ХПК в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм^3 включительно определяют путем измерения оптической плотности раствора при длине волны (600 ± 20) нм.

Значения ХПК в диапазоне от 80 до 160 мгО/дм^3 включительно допускается определять как при длине волны (440 ± 20) нм, так и при длине волны (600 ± 20) нм.

Требования безопасности при проведении измерений приведены в приложении А.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Фотометр, спектрофотометр или фотометрический анализатор (далее — анализатор), снабженный адаптером для измерений оптической плотности воды и водных растворов, непосредственно находящихся в реакционных сосудах, в диапазоне длин волн от 400 до 700 нм.

Реакционные сосуды из термостойкого стекла (пробирки с завинчивающимися крышками вместимостью от 10 до 15 см^3), предназначенные для обработки проб воды и измерений оптической плотности воды и водных растворов.

Нагревательный блок (термореактор), предназначенный для нагревания реакционных сосудов, обеспечивающий поддержание температуры содержимого реакционных сосудов (150 ± 5) °С.

Перемешивающее устройство, например магнитная мешалка, эксикатор или ультразвуковая ванна.

Весы лабораторные общего назначения высокого или специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 или 210 г и ценой деления (дискретностью отсчета) 0,1 мг по ГОСТ 24104.

Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Стаканы химические термостойкие вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 2-го класса точности по ГОСТ 29227 или пипетки с одной отметкой 2-го класса точности по ГОСТ 29169, или дозаторы пипеточные с допускаемой предельной погрешностью дозирования ± 5 %.

Государственный стандартный образец (ГСО) бихроматной окисляемости по ГОСТ 8.315 с погрешностью аттестованного значения не более 2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Сульфат ртути (II), х.ч. или ч.д.а.

Сульфат серебра, х.ч. или ч.д.а.

Калий двухромовокислый (бихромат калия) по ГОСТ 4220, х.ч. или стандарт-титр (фиксанал).

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

6 Отбор проб

Пробы воды отбирают по ГОСТ Р 51592, ГОСТ Р 51593, ГОСТ 17.1.5.05.

Для отбора, транспортирования и хранения проб воды используют емкости из стекла или полимерных материалов с навинчивающейся или пришлифованной пробкой. Емкости из полимерных материалов используют только для хранения замороженных проб воды при температуре минус 20 °С. Объем отбираемой пробы воды — не менее 100 см³.

Отбор проб проводят в день выполнения анализа. Если пробы воды хранят до проведения анализа, то их подкисляют до pH меньше 2 разбавленной серной кислотой (см. 7.3.3), добавляя 10 см³ кислоты в расчете на 1000 см³ пробы. При этом пробы воды хранят при температуре от 2 °С до 8 °С не более 5 сут в защищенном от света месте.

Срок хранения замороженных до минус 20 °С проб воды — не более 1 мес.

Если проба содержит осадок, видимый невооруженным глазом, взвесь или нерастворенные органические вещества, например жиры, то перед отбором аликвотной порции пробы воды для обеспечения однородности пробу интенсивно перемешивают, используя любое перемешивающее устройство (например магнитную мешалку, экстрактор или ультразвуковую ванну).

7 Порядок подготовки к проведению измерений

7.1 Подготовку анализатора к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации.

7.2 Подготовка реакционных сосудов

Из новой партии реакционных сосудов отбирают методом случайной выборки от 5 % до 10 % всего количества реакционных сосудов, но не менее трех штук. В каждый сосуд помещают по 5 см³ дистиллированной воды. Реакционный сосуд закрывают крышкой и проверяют на отсутствие видимых невооруженным глазом пузырьков воздуха в дистиллированной воде. При наличии пузырьков их удаляют легким постукиванием по стенке реакционного сосуда. Измеряют оптическую плотность дистиллированной воды в реакционном сосуде при длине волны 440 или 600 нм в зависимости от предполагаемого диапазона измерения значений ХПК (см. раздел 4).

Если измеренные значения оптической плотности дистиллированной воды в каждом реакционном сосуде отличаются не более чем на 0,02 единицы оптической плотности, то всю партию реакционных сосудов используют для проведения измерений ХПК.

Если измеренные значения оптической плотности дистиллированной воды в реакционных сосудах отличаются более чем на 0,02 единицы оптической плотности, то проводят сплошной контроль всей партии реакционных сосудов, отбирая для проведения измерений ХПК те из них, которые по значению оптической плотности отличаются друг от друга не более чем на 0,02 единицы оптической плотности.

Последующие проверки пригодности реакционных сосудов для измерений проводят с периодичностью не реже одного раза в месяц аналогично проверке новой партии реакционных сосудов.

7.3 Приготовление вспомогательных растворов

7.3.1 Раствор бихромата калия для измерения значений ХПК в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм³

Бихромат калия высушивают при (105 ± 5) °С в течение 2 ч. Навеску 4,90 г высушенного бихромата калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки. Молярная концентрация эквивалента бихромата калия составляет 0,1 моль/дм³.

Допускается готовить раствор бихромата калия из стандарт-титра по прилагаемой к нему инструкции.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

7.3.2 Раствор бихромата калия для измерения значений ХПК в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм³

Бихромат калия высушивают при (105 ± 5) °С в течение 2 ч. Навеску 24,52 г высушенного бихромата калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки. Молярная концентрация эквивалента бихромата калия составляет 0,5 моль/дм³.

Допускается готовить раствор бихромата калия из стандарт-титра по прилагаемой к нему инструкции.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

7.3.3 Раствор серной кислоты молярной концентрации 4 моль/дм³

В стеклянный стакан вместимостью 1000 см³ помещают около 700 см³ дистиллированной воды, осторожно добавляют при перемешивании 220 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают и доводят объем раствора в стакане дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора — не более 12 мес.

7.3.4 Раствор серной кислоты молярной концентрации 1,8 моль/дм³

В стеклянный стакан вместимостью 1000 см³ помещают 180 см³ дистиллированной воды, осторожно добавляют при перемешивании 20 см³ концентрированной серной кислоты.

Срок хранения раствора — не более 12 мес.

7.3.5 Раствор сульфата ртути (II) в серной кислоте

Растворяют в стеклянной емкости 50 г сульфата ртути (II) в 200 см³ раствора серной кислоты (см. 7.3.4). Срок хранения раствора в стеклянной емкости — не более 12 мес.

7.3.6 Раствор сульфата серебра в серной кислоте

Растворяют в стеклянной емкости 3,25 г сульфата серебра в 250 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор перемешивают и оставляют в защищенном от света месте на 12 ч при комнатной температуре. Затем раствор вновь интенсивно перемешивают до полного растворения сульфата серебра.

Раствор хранят в емкости из темного стекла в условиях, исключающих воздействие прямых солнечных лучей, не более 12 мес.

7.3.7 Реагент для заполнения реакционных сосудов при измерении значений ХПК в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм³

Перед началом работы в реакционный сосуд пипеткой или дозатором вносят 0,5 см³ раствора бихромата калия (см. 7.3.1), осторожно добавляют 2,5 см³ раствора сульфата серебра (см. 7.3.6), затем 0,2 см³ раствора сульфата ртути (II) (см. 7.3.5). Допускается добавлять 0,05 г сухой соли сульфата ртути (II) вместо раствора сульфата ртути (II). Смесь осторожно перемешивают вращательными движениями или с использованием любого перемешивающего устройства, затем закрывают сосуд крышкой. Реакционные сосуды, заполненные реагентом, хранят в светонепроницаемой таре в защищенном от света месте при (4 ± 2) °С.

Срок хранения заполненного реагентом реакционного сосуда — не более 12 мес. Содержимое реакционного сосуда перед применением перемешивают.

7.3.8 Реагент для заполнения реакционных сосудов при измерении значений ХПК в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм³

Реагент готовят по 7.3.7, используя раствор бихромата калия (см. 7.3.2).

Условия и срок хранения заполненного реагентом реакционного сосуда по 7.3.7. Содержимое реакционного сосуда перед применением перемешивают.

7.3.9 При использовании реагентов (см. 7.3.7 и 7.3.8) допускается увеличивать объемы растворов бихромата калия и сульфата серебра в 2 раза при одновременном увеличении объема аликвотной порции пробы воды до 4 см³ (см. 8.1) при условии, что после введения пробы воды свободное пространство в реакционном сосуде над жидкостью составляет не менее 10 % — 15 % высоты сосуда.

7.4 Приготовление градуировочных растворов

7.4.1 Приготовление основного раствора со значением ХПК 1000 мгО/дм^3

Основной раствор для измерения ХПК готовят из ГСО бихроматной окисляемости в соответствии с инструкцией по применению. Например при использовании ГСО бихроматной окисляемости с аттестованным значением ХПК 10000 мгО/дм^3 , в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят мерной пипеткой 5 см^3 ГСО бихроматной окисляемости и доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки. Раствор стабилен в течение 1 мес при хранении в колбе с притертой пробкой при (4 ± 2) °С.

7.4.2 Приготовление градуировочных растворов для диапазона значений ХПК от 10 до 160 мгО/дм^3

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 мерными пипетками вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,5; 5,0; 8,0 см^3 основного раствора (см. 7.4.1) и доводят объемы в колбах дистиллированной водой до метки. Значения ХПК приготовленных растворов составляют соответственно 10; 20; 40; 70; 100; 160 мгО/дм^3. Растворы используют в день приготовления.

7.4.3 Приготовление градуировочных растворов для диапазона значений ХПК от 80 до 800 мгО/дм^3

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 мерными пипетками вносят 2; 5; 10; 20 см^3 основного раствора (см. 7.4.1) и доводят объемы в колбах дистиллированной водой до метки. Значения ХПК приготовленных растворов составляют соответственно 80; 200; 400; 800 мгО/дм^3.

Растворы используют в день приготовления.

7.5 Градуировка анализатора

Градуировку анализатора проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации с использованием градуировочных растворов (см. 7.4.2 и 7.4.3) в зависимости от диапазона измеряемых значений ХПК. В качестве нулевой пробы используют дистиллированную воду. Градуировочные растворы и нулевую пробу воды подготавливают к измерениям аналогично анализируемым пробам (см. 8.5 — 8.7), измеряют значения оптической плотности растворов в реакционных сосудах при длинах волн (см. раздел 4) и устанавливают градуировочную зависимость оптической плотности растворов от значения ХПК (градуировочная характеристика), используя программное обеспечение к анализатору и/или программное обеспечение, предназначенное для обработки градуировочных зависимостей. Градуировочную характеристику признают стабильной, если абсолютное значение коэффициента корреляции, установленное программным обеспечением, не менее 0,98. Если коэффициент корреляции менее 0,98, градуировку анализатора повторяют.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в три месяца в соответствии с периодичностью, установленной в Руководстве по качеству лаборатории, с использованием не менее двух заново приготовленных градуировочных растворов с различными значениями ХПК (см. 7.4.2 и 7.4.3). Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят также при смене партии реагента.

8 Порядок проведения измерений

8.1 Одновременно анализируют не менее двух аликвотных порций пробы воды (параллельные пробы). Объем отбираемой аликвотной порции пробы воды — 2 см^3. Допускается увеличение объема пробы воды до 4 см^3 при соблюдении условий, указанных в 7.3.9.

8.2 Заполняют реакционные сосуды реагентом (см. 7.3.7 или 7.3.8).

Если предполагаемое значение ХПК находится в диапазоне от 80 до 160 мгО/дм^3, то допускается использовать реагент как по 7.3.7, так и по 7.3.8.

8.3 Проводят визуальный осмотр реакционных сосудов и их содержимого. При обнаружении в сосуде трещин, повреждений любого типа или признаков зеленой окраски раствора реакционный сосуд не используют.

8.4 Включают нагревательный блок, нагревают его до 150 °С и выдерживают при этой температуре не менее 10 мин.

8.5 Снимают крышку с реакционного сосуда и сразу же вносят в него дозатором или мерной пипеткой пробу воды, при необходимости предварительно тщательно перемешанной (см. раздел 6).

Примечание — Рекомендуется отбирать аликвотную порцию пробы воды, содержащей взвешенные вещества, после перемешивания градуированной пипеткой вместимостью 5 см^3 с расширенным носиком или дозатором.

8.6 На реакционный сосуд плотно навинчивают крышку и перемешивают его содержимое, осторожно переворачивая несколько раз. Вытирают внешнюю поверхность реакционного сосуда фильтровальной бумагой. Помещают реакционный сосуд в нагревательный блок и выдерживают в течение (120 ± 10) мин.

8.7 Осторожно, например специальными захватами, вынимают реакционные сосуды из нагревательного блока и охлаждают при комнатной температуре до температуры не выше 60 °С. Перемешивают содержимое, переворачивая реакционные сосуды. Затем охлаждают реакционные сосуды до комнатной температуры. Реакционные сосуды, в которых произошло визуально заметное уменьшение объема содержимого, для измерений не используют. Анализ пробы воды в этом случае повторяют (см. 8.1 — 8.6).

8.8 Если раствор после охлаждения прозрачен, то измеряют оптическую плотность пробы воды при рабочей длине волны 440 нм, используя реагент (см. 7.3.7), или при 600 нм, используя реагент (см. 7.3.8).

Если раствор мутный, то ему дают отстояться, затем измеряют его оптическую плотность как описано выше. Если после отстаивания раствор остается мутным, то анализ пробы воды повторяют, предварительно разбавив ее дистиллированной водой.

9 Правила обработки результатов измерений

9.1 По значению оптической плотности раствора, измеренному по 8.8, для каждой аликвотной порции пробы воды (см. 8.1), используя градуировочную зависимость (см. 7.5), определяют значение ХПК.

Если значение ХПК выходит за пределы диапазона построения градуировочной зависимости, то испытания по разделу 8 повторяют либо разбавив пробу дистиллированной водой, либо используя реагент для работы с другим диапазоном значений ХПК.

Если проба воды подвергалась в процессе измерений разбавлению, то полученное значение ХПК умножают на коэффициент разбавления пробы воды $K_р$, который вычисляют по формуле

$$K_р = \frac{V_р}{V_а}, \quad (1)$$

где $V_р$ — объем пробы воды после разбавления, см^3;

$V_а$ — объем аликвотной порции пробы воды до разбавления (см. 8.1), см^3.

9.2 За результат измерения принимают среднеарифметическое значение не менее двух параллельных определений ХПК пробы воды $\overline{X}$, мгО/дм^3 (см. 9.1) при выполнении условия:

$$X_{max} - X_{min} \le 0{,}01\overline{X}r, \quad (2)$$

где X_{max} — максимальное значение ХПК из двух параллельных определений (см. 9.1), мгО/дм^3;

X_{min} — минимальное значение ХПК из двух параллельных определений (см. 9.1), мгО/дм^3;

r — относительное значение предела повторяемости по таблице 1, %.

9.3 При невыполнении условия (2) методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2).

10 Характеристика погрешности измерений

Относительное значение пределов повторяемости r и воспроизводимости R, а также значения доверительных границ допускаемой относительной погрешности результатов измерения значения ХПК δ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ и числе измерений $n = 2$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измеряемых значений ХПК, мгО/дм^3	Относительное значение предела повторяемости r, %	Относительное значение предела воспроизводимости R, %	Доверительные границы допускаемой относительной погрешности ± δ, %
От 10 до 50 включ.	25	36	30
Св. 50 » 200 »	17	28	20
» 200	14	19	15

11 Правила оформления результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

Результат измерения представляют в виде $X \pm \Delta$, мгО/дм^3,

где X — значение ХПК, определяемое по 9.2 или 9.3, мгО/дм^3;

Δ — доверительные границы абсолютной погрешности измерений значения ХПК, мгО/дм^3 , при доверительной вероятности P = 0,95.

Значения Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = 0{,}01 X \delta, \tag{3}$$

где δ — доверительные границы допускаемой относительной погрешности результатов измерения значения ХПК при доверительной вероятности P = 0,95 по таблице 1, %.

Допускается результат измерения представлять в виде $X \pm \Delta_{лаб}$, мгО/дм^3, при доверительной вероятности P = 0,95, при условии $\Delta_{лаб} < \Delta$, где $\Delta_{лаб}$ — значение показателя точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), мгО/дм^3 , установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

12 Контроль качества результатов измерений

12.1 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории предусматривает контроль стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, контроль стабильности стандартного отклонения промежуточной прецизионности и контроль стабильности показателей правильности рутинного анализа по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6) с использованием ГСО бихроматной окисляемости.

12.2 Проверку совместимости результатов измерений, полученных в двух лабораториях, проводят по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3). Результаты считают совместимыми при выполнении условия

$$X'_{max} - X''_{min} \le 0{,}01 X_{ср} R, \tag{4}$$

где X'_{max} — максимальное значение из двух результатов измерений ХПК, полученных в двух лабораториях по 9.2 или 9.3, мгО/дм^3;

X''_{min} — минимальное значение из двух результатов измерений ХПК, полученных в двух лабораториях по 9.2 или 9.3, мгО/дм^3;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений, полученных в двух лабораториях, мгО/дм^3;

R — относительное значение предела воспроизводимости по таблице 1, %.

Приложение А
(обязательное)

Требования безопасности

А.1 Метод настоящего стандарта предусматривает использование горячих концентрированных растворов серной кислоты и бихромата калия. Персонал должен пройти инструктаж по технике безопасности при работе с кислотой и использовать защитную одежду и теплоизолирующие перчатки. Перед нагревательным блоком устанавливают защитный экран.

А.2 При подготовке проб возможно выделение токсичных газов (сероводород, циановодород). Все операции необходимо проводить в вытяжном шкафу.

А.3 Содержимое реакционных сосудов включает токсичные сульфаты ртути (II) и серебра, а также бихромат калия. Утилизацию содержимого реакционных сосудов проводят с соблюдением правил обращения с токсичными отходами.

А.4 Реакционные сосуды, в которых полностью израсходован бихромат калия, могут содержать пары ртути. Такие сосуды следует открывать только в вытяжном шкафу.

А.5 В закрытых крышками реакционных сосудах в процессе нагревания повышается давление, поэтому они должны быть тщательно осмотрены перед использованием. Во избежание взрывов сосуды, имеющие трещины, сколы и другие дефекты, не используют.

А.6 До полного охлаждения содержимого реакционных сосудов до комнатной температуры запрещается отвинчивать крышки сосудов во избежание выброса содержимого.

УДК 663.6:006.354 ОКС 13.060.20 Н09 ОКП 01 3100
01 3300

Ключевые слова: вода, качество воды, химическое потребление кислорода, бихроматная окисляемость, метод фотометрии

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 27.02.2007. Подписано в печать 23.03.2007. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 800 экз. Зак. 239. С 3823.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru