МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34744— 2021

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Определение бромид- и йодид-ионов методом капиллярного электрофореза

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Люмэкс-маркетинг» (ООО «Люмэкс-маркетинг»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии, Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 343 «Качество воды»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2021 г. № 59)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 сентября 2021 г. № 921-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34744—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2022 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021



В Российской Федерации 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 Сущность метода 2
4 Требования безопасности 2
5 Условия проведения испытаний 2
6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3
6.1 Средства измерений 3
6.2 Вспомогательные устройства и материалы 3
6.3 Реактивы 3
7 Отбор и хранение проб 4
8 Подготовка к проведению испытаний 4
8.1 Подготовка лабораторной посуды 4
8.2 Приготовление растворов 4
8.3 Приготовление градуировочных растворов и контрольного раствора 4
8.4 Подготовка капилляра к работе 5
8.5 Градуировка прибора и контроль стабильности градуировочной характеристики 6
9 Проведение испытаний 8
9.1 Подготовка пробы 8
9.2 Регистрация и обработка электрофореграмм 8
10 Обработка результатов измерений 8
11 Метрологические характеристики 9
12 Контроль качества результатов измерений 9
13 Оформление результатов измерений 9
Приложение А (справочное) Пример электрофореграммы 11
Библиография 12

Поправка к ГОСТ 34744—2021 Вода питьевая. Определение бромид- и йодид-ионов методом капиллярного электрофореза

Дата введения — 2021—09—02

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения

(ИУС № 1 2022 г.)

Поправка к ГОСТ 34744—2021 Вода питьевая. Определение бромид- и йодид-ионов методом капиллярного электрофореза

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 8 2023 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Определение бромид- и йодид-ионов методом капиллярного электрофореза

Drinking water. Determination of bromide and iodide ions by capillary electrophoresis method

Дата введения — 2022—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевые воды (в том числе упакованные), включая природные минеральные воды, и природные (поверхностные и подземные) воды (в том числе из источников питьевого водоснабжения) и устанавливает метод определения массовой концентрации бромид- и йодид-ионов с использованием капиллярного электрофореза в следующих диапазонах измерений:

- бромид-ионов — от 0,05 до 100 мг/дм^3 включительно;
- йодид-ионов — от 0,10 до 100 мг/дм^3 включительно.

Стандарт не распространяется на определение йодид-ионов в упакованных питьевых водах, предназначенных для детского питания детей от 0 до 3 лет.

Определению бромид- и йодид-ионов не мешают сульфат-, нитрат-, нитрит-, фторид-, фосфат-ионы на уровне содержаний, допустимых для данного типа проб по техническому регламенту [1], и хлорид-ионы при соотношении массовых концентраций 4000:1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

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

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

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля[1)]

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[1)]

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ ISO 7886-1 Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного использования

ГОСТ 16317 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 23268.0 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Правила приемки и методы отбора проб

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

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

ГОСТ 31861 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862 Вода питьевая. Отбор проб[2)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в разделении компонентов вследствие различий в их электрофоретической подвижности в процессе миграции по кварцевому капилляру в электролите под действием электрического поля, с последующей регистрацией разницы оптического поглощения электролитом и компонентом в ультрафиолетовой области спектра и вычислением массовой концентрации бромид- и йодид-ионов.

4 Требования безопасности

При выполнении испытаний следует соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроприборами по ГОСТ 12.2.007.0 и ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

5 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды — от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 % при температуре 25 °С.

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 56237—2014 (ИСО 5667-5:2006) «Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах».

6 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.1 Средства измерений

6.1.1 Система капиллярного электрофореза (далее — прибор), оснащенная кварцевым капилляром общей длиной от 60 до 70 см и внутренним диаметром от 50 до 75 мкм, спектрофотометрическим детектором, позволяющим проводить измерения при длинах волн, указанных в таблице 2 (см. 8.5.2), и компьютером с программным обеспечением для регистрации и обработки электрофореграмм.

6.1.2 Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

6.1.3 Колбы мерные 2-го класса точности исполнений 1, 2, 2а вместимостью 25, 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

6.1.4 Пипетки градуированные 2-го класса точности, любого типа и исполнения, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ по ГОСТ 29227.

6.1.5 Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10—100 мкл, 100—1000 мкл, 1000—5000 мкл с относительной погрешностью дозирования не более ±3 %.

6.1.6 Стандартные образцы состава водных растворов бромид-ионов и йодид-ионов с номинальным значением массовой концентрации 1 $мг/см^3$ и относительной погрешностью аттестованного значения не более ±2 %.

Примечание — Допускается использование других средств измерений и стандартных образцов, имеющих аналогичные или лучшие метрологические характеристики.

6.2 Вспомогательные устройства и материалы

6.2.1 Дистиллятор, или бидистиллятор, или установка для получения деионизованной воды.

6.2.2 Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 5000 об/мин (83 $с^{-1}$).

6.2.3 Устройство для перемешивания проб.

6.2.4 Насос лабораторный вакуумный, мембранный или водоструйный по ГОСТ 25336.

6.2.5 Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.

6.2.6 Стаканы любого исполнения вместимостью 50 или 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

6.2.7 Колба с тубусом любого исполнения вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336.

6.2.8 Пробирки однократного применения (типа Эппендорф) вместимостью 1,5 $см^3$.

6.2.9 Шприц медицинский одноразовый вместимостью 10 (20) $см^3$ по ГОСТ ISO 7886-1.

6.2.10 Оправа для фильтра и фильтры целлюлозно-ацетатные с размером пор 0,2 или 0,22 мкм, диаметром 25 мм или фильтры одноразовые шприцевые целлюлозно-ацетатные с размером пор 0,2 или 0,22 мкм.

6.2.11 Фильтры обеззоленные «синяя лента».

6.2.12 Емкости пластиковые с завинчивающими крышками или стеклянные с притертыми крышками для хранения растворов вместимостью от 25 до 100 $см^3$.

Примечание — Допускается использование вспомогательного оборудования с аналогичными техническими характеристиками и материалов по качеству не ниже указанных.

6.3 Реактивы

6.3.1 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, или вода бидистиллированная, или вода деионизованная, или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696 1 или 2 степени чистоты (далее — вода для анализа). Критерием пригодности воды для анализа является соответствие требованиям 8.5.1.

6.3.2 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

6.3.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

6.3.4 Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х.ч.

6.3.5 Гидроксид цетилтриметиламмония (гексадецилтриметиламмония гидроксид, ЦТА-ОН), водный раствор с массовой долей от 9 % до 11 % и массовой долей бромид-ионов не более 100 мг/кг.

Примечание — Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

7 Отбор и хранение проб

Общие требования к отбору проб — по ГОСТ 31861, требования к отбору проб питьевой воды — по ГОСТ 31862, проб из источников водоснабжения — по ГОСТ 17.1.5.05. Отбор проб минеральных вод — по ГОСТ 23268.0.

Объем отбираемой пробы воды составляет не менее 100 $см^3$. Условия хранения проб — по ГОСТ 31861. Консервация проб не допускается.

8 Подготовка к проведению испытаний

8.1 Подготовка лабораторной посуды

8.1.1 Лабораторную посуду моют разбавленным раствором щелочи, например 1 %-ным раствором гидроокиси натрия, без применения других моющих средств, тщательно промывают водопроводной водой и многократно ополаскивают водой для анализа. Не рекомендуется использовать для мытья концентрированную серную или азотную кислоту. Запрещается использовать для мытья посуды хромовую смесь.

8.1.2 Все наконечники и пробирки типа Эппендорф используют однократно. Запрещается погружать наконечник во весь объем раствора.

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия для промывки капилляра

В стакан из термостойкого стекла помещают 2 г гидроокиси натрия по 6.3.2 и растворяют в 100 $см^3$ воды для анализа.

Молярная концентрация приготовленного раствора приблизительно равна 0,5 моль/$дм^3$.

Срок хранения раствора при комнатной температуре в пластиковой емкости — не более 6 месяцев.

8.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты для промывки капилляра

В стакан из термостойкого стекла помещают 100 $см^3$ воды для анализа, затем приливают 8 $см^3$ концентрированной соляной кислоты по 6.3.3 и перемешивают.

Молярная концентрация приготовленного раствора приблизительно равна 1 моль/$дм^3$.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при комнатной температуре не ограничен.

8.2.3 Приготовление раствора сернокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают (1,42 ± 0,02) г безводного сернокислого натрия, растворяют в 50—60 $см^3$ воды для анализа, затем доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при комнатной температуре — не более 1 года.

8.2.4 Приготовление раствора гидроксида цетилтриметиламмония (ЦТА-ОН) молярной концентрации 0,010 моль/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, содержащую 4—5 $см^3$ воды для анализа, помещают 0,75 $см^3$ раствора ЦТА-ОН с массовой долей 10 % (см. 6.3.5). Объем раствора в колбе доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при температуре от 2 °С до 8 °С — 6 месяцев.

8.2.5 Приготовление фонового электролита

В сухой стакан вместимостью 50 $см^3$ помещают 2,5 $см^3$ раствора сернокислого натрия по 8.2.3, 2,0 $см^3$ раствора ЦТА-ОН по 8.2.4 и 5,5 $см^3$ воды для анализа, тщательно перемешивают. Сразу после смешения раствор фильтруют через мембранный фильтр в пластиковую емкость с закрывающейся крышкой.

Фоновый электролит содержит 25 ммоль/$дм^3$ сернокислого натрия и 2 ммоль/$дм^3$ ЦТА-ОН.

Срок хранения раствора в пластиковой емкости при температуре от 2 °С до 8 °С — 1 неделя.

8.3 Приготовление градуировочных растворов и контрольного раствора

8.3.1 Общие положения

Приготовление градуировочных растворов № 2—№ 5, а также контрольного раствора проводят только после проверки чистоты воды для анализа по 8.5.1.

Все растворы следует хранить в стеклянной посуде при температуре от 2 °С до 8 °С и предохранять от прямого воздействия солнечных лучей при использовании.

8.3.2 Стандартный раствор массовой концентрации бромид-ионов 100 мг/дм^3 и йодид-ионов 200 мг/дм^3 соответственно

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 2,5 см^3 стандартного образца состава растворов бромид-ионов и 5,0 см^3 стандартного образца состава растворов йодид-ионов, доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Срок хранения раствора — 2 месяца.

8.3.3 Основной раствор массовой концентрации бромид-ионов 10 мг/дм^3 и йодид-ионов 20 мг/дм^3 соответственно

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5,0 см^3 стандартного раствора по 8.3.2, доводят до метки водой для анализа и перемешивают.

Срок хранения раствора — 1 месяц.

8.3.4 Градуировочные растворы

Градуировочные растворы № 1—№ 5 (см. таблицу 1) готовят в мерных колбах путем разбавления водой для анализа основного раствора по 8.3.3 или градуировочного раствора более высокой концентрации.

Таблица 1 — Градуировочные растворы

Наименование параметра	Значение параметра для градуировочного раствора				
	№ 1	№ 2	№ 3	№ 4	№ 5
Массовая концентрация бромид-ионов, мг/дм^3	2,00	1,00	0,50	0,20	0,05
Массовая концентрация йодид-ионов, мг/дм^3	4,00	2,00	1,00	0,40	0,10
Раствор для приготовления	Основной раствор по 8.3.3	Основной раствор по 8.3.3	Основной раствор по 8.3.3	Градуировочный раствор № 1	Градуировочный раствор № 3
Объем раствора для приготовления, см^3	5,0	5,0	2,5	5,0	5,0
Вместимость мерной колбы, см^3	25	50	50	50	50

Приведенные в таблице 1 значения массовой концентрации компонентов являются номинальными и соответствуют аттестованным значениям 1,00 мг/см^3. Если аттестованные значения отличаются от 1,00 мг/см^3, то вычисляют фактические значения массовой концентрации бромид- и йодид-ионов в градуировочных растворах исходя из аттестованных значений.

Срок хранения градуировочного раствора № 1 — 2 недели, градуировочного раствора № 2 — 1 неделя, градуировочные растворы № 3—№ 5 используют в день приготовления.

8.3.5 Контрольный раствор

Контрольный раствор используют для проверки работоспособности прибора и для контроля стабильности градуировочной характеристики по 8.5.3.

Для приготовления контрольного раствора в мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 1,0 см^3 основного раствора по 8.3.3, доводят до метки водой для анализа и перемешивают. Массовая концентрация бромид-ионов в контрольном растворе составляет 0,4 мг/дм^3, йодид-ионов — 0,8 мг/дм^3.

Раствор используют в день приготовления.

8.4 Подготовка капилляра к работе

8.4.1 Общие положения

Подготовку нового капилляра к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

Ежедневную подготовку капилляра к работе, между измерениями и в конце рабочего дня проводят по 8.4.2—8.4.3.

Все значения времени промывок капилляра указаны для давления во время операции «Промывка» 1000 мбар.

Допускается изменять процедуры подготовки капилляра по сравнению с приведенными в 8.4.2—8.4.3. Выбирают оптимальную по времени и по промывочным растворам процедуру подготовки и строго ее соблюдают. Невыполнение этого условия может привести к ухудшению стабильности времени миграции определяемых компонентов.

8.4.2 Ежедневная подготовка капилляра к работе

Перед проведением измерений капилляр последовательно промывают 2 мин водой для анализа, 5 мин раствором гидроокиси натрия по 8.2.1, 5 мин водой для анализа.

8.4.3 Подготовка капилляра между измерениями и в конце рабочего дня

Непосредственно перед проведением измерений капилляр промывают фоновым электролитом по 8.2.5 в течение 3 мин.

После анализа капилляр промывают фоновым электролитом по 8.2.5 в течение 3 мин.

При работе с подготовленными пробами на электрофореграмме могут наблюдаться дрейф базовой линии, появление ступеней, сдвиг времени миграции, что связано с возможным влиянием матричных компонентов или примесей. В этом случае рекомендуется:

- увеличить продолжительность промывания капилляра фоновым электролитом между измерениями;
- заменить фоновый электролит в пробирках на входе и на выходе другими порциями;
- промыть капилляр 2 мин водой для анализа, 3 мин раствором гидроокиси натрия по 8.2.1, 3 мин водой для анализа.

После завершения измерений капилляр промывают 3 мин водой для анализа, 5 мин раствором соляной кислоты по 8.2.2, 5 мин водой для анализа, 5 мин раствором гидроокиси натрия по 8.2.1, 5 мин водой для анализа и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с водой для анализа.

В конце рабочего дня удаляют из прибора все пробирки, кроме пробирок с водой для анализа, и оставляют концы капилляра погруженными в пробирки с водой для анализа.

8.5 Градуировка прибора и контроль стабильности градуировочной характеристики

8.5.1 Проверка качества воды для анализа

Перед градуировкой системы капиллярного электрофореза рекомендуется проанализировать холостой раствор, в качестве которого служит вода для анализа, используемая для приготовления градуировочных растворов. Для этого после подготовки капилляра к работе по 8.4.1 и 8.4.2 регистрируют по одной электрофореграмме градуировочного раствора № 1 по 8.3.4 и воды для анализа в условиях анализа, указанных в 8.5.2 (таблица 2).

Качество воды для анализа признается удовлетворительным, если на полученной электрофореграмме не обнаружены пикИСО значениями времени миграции, соответствующими значениям времени миграции определяемых компонентов.

Если на полученной электрофореграмме воды для анализа наблюдаются пики со значениями времени миграции, соответствующими значениям времени миграции бромид- или йодид-ионов, то следует заменить воду для анализа.

Если на электрофореграмме воды для анализа наблюдаются обратные пики со значениями времени миграции, соответствующими значениям времени миграции определяемых компонентов, то следует проверить чистоту посуды, используемой для анализа, или выявить загрязненные реактивы.

Проверку чистоты воды для анализа проводят при использовании свежей порции воды для приготовления растворов по 8.3.2—8.3.5.

8.5.2 Градуировка прибора

Перед проведением измерений все растворы центрифугируют в течение 5 мин при частоте вращения не менее 5000 об/мин (83 $с^{-1}$).

Непосредственно перед проведением измерений готовят капилляр в соответствии с 8.4.2. Между измерениями капилляр промывают по 8.4.3.

Через 5—7 измерений пробирки на входе и выходе заново заполняют свежими порциями фонового электролита.

Для проведения градуировки прибора регистрируют по одной электрофореграмме градуировочных растворов № 1—№ 5 (см. 8.3.4).

Рекомендуемые параметры регистрации электрофореграмм приведены в таблице 2. При необходимости оптимизируют параметры в рекомендованных интервалах таким образом, чтобы высоты пиков бромид- и йодид-ионов в градуировочных растворах были максимальными. Пример электрофореграммы градуировочного раствора и значения параметров, при которых она зарегистрирована, приведены на рисунке А.1 и в таблице А.1 приложения А.

Таблица 2 — Рекомендуемые параметры регистрации электрофореграмм

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	От 190 до 210
Температура, °С	От 20 до 25
Гидродинамический ввод пробы, мбар·с	От 450 до 600
Напряжение, кВ	От минус 20 до минус 25

Порядок выхода определяемых компонентов: бромид-ионы, йодид-ионы.

Диапазон линейности градуировочной характеристики составляет для бромид-ионов от 0,05 до 2,0 мг/дм^3, для йодид-ионов — от 0,10 до 4,0 мг/дм^3.

Обрабатывают электрофореграммы в соответствии с Руководством по эксплуатации прибора и/или Руководством пользователя программного обеспечения, используемого для сбора и обработки данных, и устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости площади пика от массовой концентрации компонента.

Градуировочная характеристика признается приемлемой при выполнении следующих условий:

- значение коэффициента корреляции, рассчитанное программой, более 0,99;
- относительное отклонение измеренного значения массовой концентрации компонентов от фактического значения в каждой точке градуировочной характеристики не превышает ±10 %.

Допускается использовать дополнительные критерии приемлемости градуировочных характеристик в соответствии с рекомендациями разработчиков программного обеспечения.

При несоблюдении указанных требований находят причины несоответствий и устраняют их, после чего градуировку прибора проводят повторно.

При замене капилляра, после проведения ремонта прибора, изменении одного из параметров проведения измерений (см. таблицу 2), а также получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики (см. 8.5.3) градуировку прибора проводят заново.

8.5.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят в начале рабочего дня перед измерениями.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики используют контрольный раствор (см. 8.3.5), который анализируют не менее двух раз в условиях, приведенных в таблице 2.

На полученных электрофореграммах проводят автоматическую идентификацию компонентов, установив ширину окна идентификации 5 %.

При помощи программного обеспечения вычисляют массовую концентрацию компонентов в контрольном растворе для каждого ввода ($C_{К,1}$ и $C_{К,2}$, мг/дм^3), используя действующую на данный момент градуировочную характеристику по 8.5.2

Градуировочная характеристика признается стабильной, если для каждого ввода (i = 1, 2) контрольного раствора выполняется условие:

$$|C_{К,i} - C_К| \le 0{,}12 \cdot C_К, \quad (1)$$

где $C_{К,i}$ — массовая концентрация соответствующего компонента в контрольном растворе, измеренная при i-м вводе (i = 1,2), мг/дм^3;

$C_К$ — массовая концентрация соответствующего компонента в контрольном растворе, мг/дм^3;

0,12 — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики.

При невыполнении условия (1) промывают капилляр по 8.4.3 и заново проводят контроль стабильности градуировочной характеристики.

При повторных отклонениях, превышающих указанные нормативы, прибор градуируют заново.

9 Проведение испытаний

9.1 Подготовка пробы

Для каждой пробы проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

Подготавливают две порции анализируемой пробы по одному из вариантов:

- фильтруют в сухую посуду через сухой фильтр «синяя лента», отбрасывая первые 10 $см^3$ фильтрата;

- фильтруют в сухую посуду через целлюлозно-ацетатный фильтр (размер пор 0,2 мкм), отбрасывая первые 2—3 $см^3$ фильтрата.

Затем фильтрат центрифугируют в течение 5 мин при частоте вращения не менее 5000 об/мин (83 $с^{-1}$).

Пробы газированных минеральных вод перед фильтрованием дегазируют. Для этого минеральную воду (объемом не менее 50 $см^3$) помещают в коническую колбу с тубусом вместимостью 100 $см^3$ и подключают к лабораторному насосу. Допускается дегазировать пробы перемешивающим устройством. Дегазируют не менее 15 мин.

9.2 Регистрация и обработка электрофореграмм

Для каждой порции подготовленной пробы регистрируют по одной электрофореграмме в условиях, при которых была проведена градуировка прибора.

Пример электрофореграммы подготовленной пробы приведен в приложении А.

На полученных электрофореграммах проверяют правильность автоматической разметки пиков и при необходимости корректируют ее. Используя программное обеспечение к прибору, проводят идентификацию компонентов по совпадению значений времени миграции в анализируемом и контрольном растворах при ширине окна идентификации не более 5 %.

Если анализируемые компоненты обнаружены, то вычисляют их массовую концентрацию $C_{изм}$ ($мг/дм^3$) с использованием градуировочной характеристики, установленной по 8.5.2.

Если измеренные значения массовой концентрации одного или обоих компонентов превышают верхний предел диапазона линейности градуировочной характеристики, то анализируемый раствор разбавляют водой для анализа так, чтобы массовая концентрация соответствующего компонента в разбавленной пробе находилась в диапазоне градуировочной характеристики, и повторяют регистрацию электрофореграммы. Коэффициент разбавления Q в этом случае вычисляют по формуле

$$Q = \frac{V_к}{V_а}, \qquad (2)$$

где $V_к$ — объем колбы, $см^3$;

$V_а$ — объем аликвоты пробы, $см^3$.

Примечания

1 Для подтверждения идентификации компонентов рекомендуется использовать метод добавок. В подготовленную пробу вводят добавку определяемого компонента таким образом, чтобы массовая концентрация добавки составила от 50 % до 150 % предварительно измеренного значения. Увеличение высоты соответствующего пика подтверждает правильность идентификации.

2 При анализе проб на электрофореграмме могут наблюдаться дополнительные пики, принадлежащие, в частности, нитрит-ионам (после пика бромид-ионов) и нитрат-ионам (после пика нитрит-ионов).

10 Обработка результатов измерений

10.1 Массовую концентрацию бромид- и йодид-ионов в пробе X, $мг/дм^3$, вычисляют по формуле

$$X = C_{изм} \cdot Q, \qquad (3)$$

где $C_{изм}$ — измеренное значение массовой концентрации бромид- (йодид-)ионов по 9.2, $мг/дм^3$;

Q — коэффициент разбавления пробы по 9.2.

10.2 За результат измерений массовой концентрации компонентов в пробе принимают среднеарифметическое значение ($\overline{X}$, мг/дм^3) результатов двух параллельных измерений (X_1, мг/дм^3 и X_2, мг/дм^3), для которых выполняется условие

$$2 \cdot |X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r \cdot (X_1 + X_2), \quad (4)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

r — значение предела повторяемости по таблице 3, %.

10.3 При невыполнении условия (4) используют методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 5.2).

10.4 При получении результатов измерений в двух лабораториях за результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов измерений, полученных в двух лабораториях ($\overline{X}_{1лаб}$ и $\overline{X}_{2лаб}$, мг/дм^3), при выполнении условия

$$2 \cdot |\overline{X}_{1лаб} - \overline{X}_{2лаб}| \le 0{,}01 \cdot CD_{0,95} \cdot (\overline{X}_{1лаб} + \overline{X}_{2лаб}), \quad (5)$$

где $CD_{0,95}$ — значение критической разности по таблице 3, %;

0,01 — коэффициент пересчета.

При невыполнении условия (5) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003, пункты 5.2.2, 5.3.2.2.

11 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 3.

Таблица 3 — Метрологические характеристики результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации компонентов, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в условиях повторяемости при P = 0,95) r, %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) $CD_{0,95}$, %	Показатель точности (относительная расширенная неопределенности при коэффициенте охвата k = 2)* $U_{отн}$, %
Бромид-ионы			
От 0,05 до 100 включ.	11	18	14
Йодид-ионы			
От 0,10 до 100 включ.	11	18	14
* Установленные численные значения относительной расширенной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2 соответствуют границам относительной погрешности измерений ±δ (%) при доверительной вероятности P = 0,95.			

12 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003, раздел 6.

13 Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе, который должен содержать ссылку на настоящий стандарт.

Результат измерений массовой концентрации бромид- и йодид-ионов, представляют в виде: $\overline{X} \pm U$, мг/дм^3, при этом U — значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность с коэффициентом охвата 2), которое вычисляют по формуле

$$U = 0{,}01 \cdot U_{отн} \cdot \overline{X}, \quad (6)$$

где 0,01 — коэффициент пересчета;

$U_{отн}$ — значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2), по таблице 3;

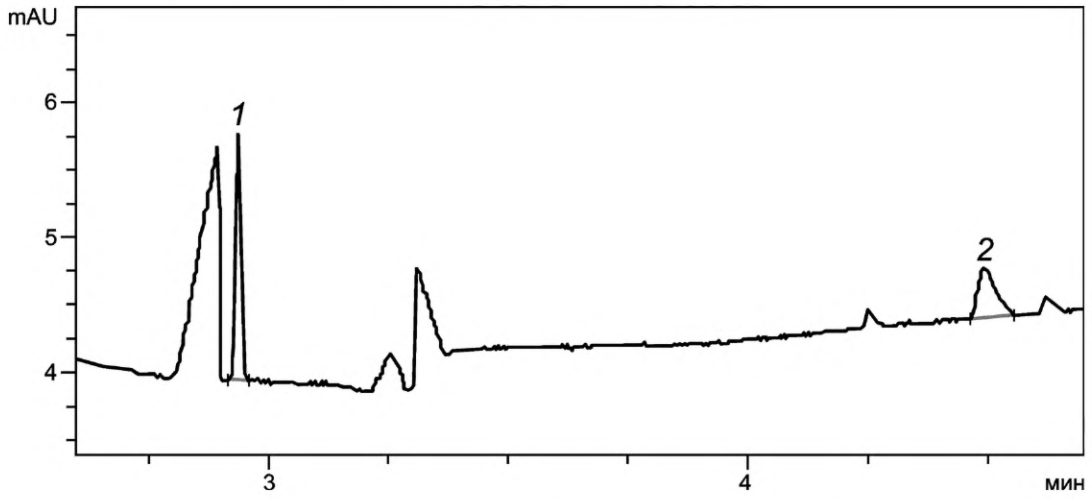
$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений массовой концентрации бромид- (йодид-)ионов, мг/дм^3.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение показателя точности измерений (мг/дм^3).

Приложение А
(справочное)

Пример электрофореграммы

Пример электрофореграммы пробы минеральной воды приведен на рисунке А.1.
Параметры регистрации электрофореграмм указаны в таблице А.1.



1 — бромид-ионы — 41,0 мг/дм^3; *2* — йодид-ионы — 19,5 мг/дм^3

Рисунок А.1 — Электрофореграмма подготовленной пробы минеральной воды, разбавленной в 50 раз

Таблица А.1 — Параметры регистрации электрофореграмм

Наименование параметра	Значение параметра
Длина волны, нм	200
Температура, °С	20
Гидродинамический ввод пробы, мбар·с	600
Напряжение, кВ	Минус 20

Библиография

[1] Технический регламент Евразийского экономического союза ТР ЕАЭС 044/2017 — О безопасности упакованной питьевой воды, включая природную минеральную воду

УДК 628.1.033:006.354 МКС 13.060.50 ТН ВЭД ЕАЭС 220100000 220110000

Ключевые слова: питьевая вода, природная вода, минеральная вода, бромид-ионы, йодид-ионы, капиллярный электрофорез

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.09.2021. Подписано в печать 22.09.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 34744—2021 Вода питьевая. Определение бромид- и йодид-ионов методом капиллярного электрофореза

Дата введения — 2021—09—02

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения

(ИУС № 1 2022 г.)

Поправка к ГОСТ 34744—2021 Вода питьевая. Определение бромид- и йодид-ионов методом капиллярного электрофореза

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 8 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru