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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34781— 2021

ВОДА ПИТЬЕВАЯ. ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ

Определение содержания кремния фотометрическим методом в виде молибдокремниевой кислоты

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в 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 Закрытым акционерным обществом «РОСА» (ЗАО «РОСА»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2021 г. № 143-П)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 октября 2021 г. № 1058-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34781—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 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 Отбор и хранение проб 2
4 Условия проведения измерений 2
5 Спектрофотометрический метод определения кремния в виде восстановленной формы молибдокремниевой гетерополикислоты (синий комплекс) (метод А) 2
6 Спектрофотометрический метод определения кремния в виде желтой формы молибдокремниевой гетерополикислоты (желтый комплекс) (метод Б) 6
7 Обработка результатов измерений 8
8 Оформление результатов измерений 9
9 Контроль качества результатов измерений 9
Библиография 10

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ. ВОДА ПОДГОТОВЛЕННАЯ (ИСПРАВЛЕННАЯ) ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ АЛКОГОЛЬНОЙПРОДУКЦИИ

Определение содержания кремния фотометрическим методом в виде молибдокремниевой кислоты

Drinkingwater. Prepared conditioned water for alcoholic beverages.Determination of the silicon concentration by the photometric method in the form of molybdosilicic acid

Дата введения — 2022—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду, в том числе воду, подготовленную для изготовления алкогольной продукции и других напитков, и устанавливает следующие спектрофотометрические методы определения кремния:

- в виде восстановленной формы молибдокремниевой гетерополикислоты (синий комплекс) в диапазоне измерений от 0,05 до 50,0 мг/дм^3 (метод А);
- в виде желтой формы молибдокремниевой гетерополикислоты (желтый комплекс) в диапазоне измерений от 0,5 до 16,0 мг/дм^3 (метод Б).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

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 3765 Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 5817 Реактивы. Кислота винная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 20478 Реактивы. Аммоний надсернокислый. Технические условия

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

ГОСТ 25664 Метол (4-метиламинофенол сульфат). Технические условия

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

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

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[1)] Вода питьевая. Отбор проб

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 56237—2014 «Вода питьевая. Отбор проб на станциях водоподготовки и в трубопроводных распределительных системах».

Издание официальное

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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 Отбор и хранение проб

3.1 Отбор проб воды осуществляют в соответствии с ГОСТ 31861 и ГОСТ 31862 в пластиковые флаконы. Объем отбираемой пробы должен быть не менее 100 $см^3$.

3.2 Если к анализу приступают в течение 24 ч с момента отбора, дополнительное охлаждение пробы не требуется. Допускается хранить пробы при температуре от 2 °С до 10 °С не более 5 сут с момента отбора.

4 Условия проведения измерений

4.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать условия, установленные в руководствах по эксплуатации или в паспортах средств измерений и вспомогательного оборудования.

4.2 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха — от 15 °С до 28 °С;
- относительная влажность воздуха — не более 80 %.

4.3 Растворы следует хранить при комнатной температуре, если условия хранения не оговорены отдельно.

4.4 К проведению измерений допускаются лица, владеющие техникой работы на используемых приборах и изучившие инструкции по эксплуатации используемого оборудования.

5 Спектрофотометрический метод определения кремния в виде восстановленной формы молибдокремниевой гетерополикислоты (синий комплекс) (метод А)

5.1 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии соединений кремния с молибдатом аммония в кислой среде с образованием молибдокремниевой гетерополикислоты, восстановленная форма которой окрашена в синий цвет. Измерение оптической плотности проводят при длине волны 815 нм. Интенсивность окраски (оптическая плотность) пропорциональна массовой концентрации кремния.

5.2 Факторы, влияющие на определение

Определению мешают мутность и фосфаты. Мутность устраняют предварительным фильтрованием пробы. Влияние фосфатов устраняют добавлением раствора винной кислоты.

5.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

Спектрофотометр, или фотоэлектроколориметр, или фотометрический анализатор (далее — прибор), позволяющий измерять оптическую плотность раствора в диапазоне длин волн от 330

до 1000 нм при допускаемой абсолютной погрешности измерения спектрального коэффициента пропускания не более ±2 % в оптических кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

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

Холодильник бытовой любого типа, обеспечивающий хранение проб при температуре от 2 °С до 10 °С.

Мешалка магнитная с нагревом.

Часы или таймер любого типа.

Воронка фильтрующая (фильтр Шотта) ВФ-1-40(60)-ПОР 100 ТХС по ГОСТ 25336.

Дозаторы пипеточные переменного объема по ГОСТ 28311.

Колбы мерные 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2; 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-5; 1-1-2-10 или других типов и исполнений по ГОС 29227.

Пипетки градуированные с одной отметкой 1-2-5; 1-2-10; 1-2-25 или других типов и исполнений по ГОСТ 29169.

Плитка электрическая любого типа с закрытой спиралью и регулятором температуры.

Стаканы пластиковые вместимостью 500 и 1000 см^3.

Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм (например, производства фирмы Владипор или Миллипор).

Фильтры бумажные обеззоленные (синяя лента).

Флаконы пластиковые вместимостью 100; 250; 500 и 1000 см^3 (для отбора проб и хранения растворов реактивов).

Цилиндры мерные 2-100-2; 2-250-2; 2-500-2; 2-1000-2 или другого исполнения по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммоний молибденовокислый (молибдат аммония) по ГОСТ 3765, ч.д.а.

Аммоний надсернокислый по ГОСТ 20478.

Кислота винная по ГОСТ 5817, ч.д.а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч. или ч.д.а.

Метол (4-метиламинофенол сульфат) по ГОСТ 25664.

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный по ГОСТ 195, ч.д.а.

Межгосударственный стандартный образец (МСО) или государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора кремния массовой концентрации 1 мг/см^3 (1 г/дм^3) с погрешностью аттестованного значения не более ± 3 %.

Допускается применять средства измерений любых производителей, обеспечивающие измерения с установленной точностью, вспомогательное оборудование с техническими характеристиками не хуже указанных и использовать реактивы более высокой степени чистоты и материалы с характеристиками не хуже, чем у вышеуказанных, или импортные аналоги.

5.4 Подготовка к проведению измерений

5.4.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

5.4.2 Приготовление растворов

5.4.2.1 Приготовление 5 %-ного раствора молибдата аммония

(5,0 ± 0,1) г молибдата аммония растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды. При необходимости раствор можно слегка подогреть и после охлаждения отфильтровать через фильтр Шотта.

Раствор хранят в пластиковом флаконе не более 1 мес.

5.4.2.2 Приготовление 10 %-ного раствора винной кислоты

(10,0 ± 0,1) г винной кислоты растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды. Раствор фильтруют через фильтр Шотта.

Раствор хранят в пластиковом флаконе не более 3 мес.

5.4.2.3 Приготовление раствора-восстановителя (метол-сульфитная смесь)

(13,0 ± 0,1) г сульфита натрия и (20,0 ± 0,1) г метола помещают в пластиковый стакан или мензурку вместимостью 1000 см^3. Добавляют 1000 см^3 дистиллированной воды и растворяют при перемешивании и небольшом нагреве на магнитной мешалке. После полного растворения веществ раствор фильтруют через фильтр Шотта.

Раствор хранят в пластиковом флаконе при температуре (2—10) °С не более 14 дней.

5.4.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм^3

К 58,0 см^3 дистиллированной воды приливают 42,0 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ = = 1,18 г/см^3).

Раствор хранят в пластиковом флаконе не более 6 мес.

5.4.2.5 Приготовление рабочего раствора кремния массовой концентрации 10 мг/дм^3

5,00 см^3 ГСО кремния массовой концентрации 1 мг/см^3 пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в пластиковом флаконе не более 3 мес.

5.4.2.6 Приготовление градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0; 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см^3 рабочего раствора кремния (5.4.2.5). Далее в каждую колбу прибавляют 10—15 см^3 дистиллированной воды, 1,0 см^3 раствора соляной кислоты (5.4.2.4) и 2,5 см^3 раствора молибдата аммония (5.4.2.1). Содержимое колб перемешивают и оставляют на 15—20 мин. Прибавляют в каждую колбу 2,5 см^3 раствора винной кислоты (5.4.2.2), перемешивают и через 2 мин приливают 10 см^3 метол-сульфитной смеси (5.4.2.3). Объем растворов доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Массовая концентрация кремния в полученных растворах составляет соответственно 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00 мг/дм^3 .

Градуировочный раствор, не содержащий кремния, является холостой пробой (раствором сравнения).

Примечание — Допускается готовить растворы других номинальных объемов при условии соблюдения соотношений между объемами растворов и аликвот или массами навесок реагентов, регламентированных в настоящем стандарте.

5.5 Установление градуировочной характеристики

5.5.1 Через 10—15 мин после приготовления градуировочных растворов (5.4.2.6) три раза измеряют оптическую плотность каждого из растворов относительно холостой пробы при длине волны 815 нм в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Окрашенный раствор устойчив в течение 12 ч при хранении в темноте.

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднее арифметическое полученных значений оптической плотности.

5.5.2 Устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости среднеарифметических значений оптической плотности градуировочных растворов от массовой концентрации кремния.

5.5.3 Градуировочную характеристику устанавливают заново при получении неудовлетворительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики, а также при смене партии любого из реактивов, после ремонта или юстировки прибора.

5.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$|X_{гр} - C| \le K_{гр} \cdot C, \quad (1)$$

где $X_{гр}$ — массовая концентрация кремния в градуировочном растворе, полученная при контрольном измерении, мг/дм^3;

C — массовая концентрация кремния в градуировочном растворе, полученная по процедуре приготовления, мг/дм^3;

$K_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, равный 0,1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо провести повторное измерение для этого заново приготовленного градуировочного раствора с целью исключения результата измерения, содержащего грубый промах.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием не менее двух других градуировочных растворов, пред-

усмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результата градуировочную характеристику устанавливают заново.

5.7 Проведение измерений

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 25,0 см^3 пробы, предварительно профильтрованной через фильтр (синяя лента) или мембранный фильтр, и прибавляют реактивы также, как в 5.4.2.6. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, раствор перемешивают и через 10—15 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 815 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно холостой пробы.

Окрашенный раствор устойчив в течение 12 ч при хранении в темноте.

Если оптическая плотность пробы выше значения оптической плотности наибольшего градуировочного раствора, отбирают объем пробы менее 25,0 см^3 и дополнительно добавляют дистиллированную воду так, чтобы общий объем составлял 20—25 см^3.

Примечание — Если проба окрашена, слегка мутная или опалесцирует, то измеряют оптическую плотность фона пробы. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят такой же объем пробы, что и при проведении анализа, дистиллированной водой доводят объем в колбе до метки (не прибавляя реактивы) и измеряют оптическую плотность в тех же условиях как описано выше. Значение оптической плотности анализируемой пробы рассчитывают как разность между значениями оптической плотности пробы с реактивами и без реактивов.

5.8 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблицах 1 и 2, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 1— Метрологические характеристики результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации кремния, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности) $\pm\delta$, %
От 0,05 до 0,1 включ.	13	16	32
Св. 0,1 до 1,0 включ.	8	11	21
Св. 1,0 до 50,0 включ.	5	6	12
* Установленные значения границ относительной погрешности численно соответствуют значениям расширенной неопределенности в относительных единицах $U_{отн.}$ при коэффициенте охвата $k = 2$.			

Таблица 2 — Значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости), R, %
От 0,05 до 0,1 включ.	36	45
Св. 0,1 до 1,0 включ.	22	31
Св. 1,0 до 50,0 включ.	14	17

6 Спектрофотометрический метод определения кремния в виде желтой формы молибдокремниевой гетерополикислоты (желтый комплекс) (метод Б)

6.1 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии соединений кремния с молибдатом аммония в кислой среде с образованием молибдокремниевой гетерополикислоты, окрашенной в желтый цвет. Измерение оптической плотности проводят при длине волны 410 нм. Интенсивность окраски (оптическая плотность) пропорциональна массовой концентрации кремния.

6.2 Факторы, влияющие на определение

Определению мешают фосфаты и железо (III) в концентрациях свыше 20 мг/дм^3, что маловероятно для питьевых и подготовленных (кондиционированных) вод, восстановители [железо (II) и др.] и мутность.

Мешающее влияние железа (II) устраняют добавлением нескольких кристалликов надсернокислого аммония. Влияние фосфатов устраняют добавлением раствора винной кислоты.

Мутность устраняют предварительным фильтрованием пробы через бумажный фильтр «синяя лента» или мембранный фильтр или учитывают в ходе выполнения анализа.

6.3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

Используют средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, реактивы и материалы, указанные в 5.3, за исключением метола и натрия сернистокислого.

6.4 Подготовка к проведению измерений

6.4.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4.2 Приготовление растворов

6.4.2.1 Приготовление 5 %-ного раствора молибдата аммония

Раствор готовят по 5.4.2.1.

6.4.2.2 Приготовление 10 %-ного раствора винной кислоты

Раствор готовят по 5.4.2.2.

6.4.2.3 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 5 моль/дм^3

Раствор готовят по 5.4.2.4.

6.4.2.4 Приготовление рабочего раствора кремния массовой концентрации 50 мг/дм^3

5,00 см^3 ГСО кремния массовой концентрации 1 мг/см^3 пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в пластиковом флаконе не более 3 мес.

6.4.2.5 Приготовление градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см^3 вносят 0; 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 4,00; 6,00; 8,00 см^3 рабочего раствора кремния (6.4.2.4). Далее в каждую колбу прибавляют 10—15 см^3 дистиллированной воды, 1,0 см^3 раствора соляной кислоты (5.4.2.4) и 2,5 см^3 раствора молибдата аммония (5.4.2.1). Содержимое колб перемешивают и оставляют на 10 мин. Прибавляют в каждую колбу 2,5 см^3 раствора винной кислоты (5.4.2.2), объем растворов доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают.

Массовая концентрация кремния в полученных растворах составляет соответственно 0; 0,25; 0,50; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 мг/дм^3.

Градуировочный раствор, не содержащий кремния, является холостой пробой.

6.5 Установление градуировочной характеристики

Через 15 мин после приготовления градуировочных растворов (6.4.2.5) три раза измеряют оптическую плотность каждого из растворов относительно холостой пробы при длине волны 410 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Для каждого градуировочного раствора рассчитывают среднеарифметическое полученных значений оптической плотности.

Устанавливают градуировочную характеристику в виде зависимости среднеарифметических значений оптической плотности градуировочных растворов от массовой концентрации кремния по 5.5.2, 5.5.3.

6.6 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по одному градуировочному раствору перед выполнением серии анализов по 5.6.

Норматив контроля стабильности градуировочной характеристики $K_{гр}$ = 15 %.

6.7 Проведение измерений

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 25,0 см^3 пробы, предварительно профильтрованной через фильтр (синяя лента) или мембранный фильтр, и прибавляют реактивы так же, как в 6.4.2.5.Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, раствор перемешивают и измеряют оптическую плотность при длине волны 410 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно холостой пробы.

Если оптическая плотность пробы выше значения оптической плотности наибольшего градуировочного раствора, отбирают объем пробы менее 25,0 см^3 и дополнительно добавляют 5—15 см^3 дистиллированной воды так, чтобы общий объем составлял 20—25 см^3.

Примечание — Если проба окрашена, слегка мутная или опалесцирует, то измеряют оптическую плотность фона пробы. Для этого в мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят такой же объем пробы, что и при проведении анализа, дистиллированной водой доводят объем в колбе до метки (не прибавляя реактивы) и измеряют оптическую плотность в тех же условиях, как указано выше. Значение оптической плотности анализируемой пробы рассчитывают как разность между значениями оптической плотности пробы с реактивами и без реактивов.

6.8 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблицах 3 и 4, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 3 — Метрологические характеристики результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации кремния, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное значение среднеквадратического отклонения повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости σ_R, %	Показатель точности (границы* относительной погрешности) $\pm\delta$, %
Св. 0,5 до 1,0 включ.	9	11	24
Св. 1,0 до 16,0 включ.	8	10	20
* Установленные значения границ относительной погрешности численно соответствуют значениям расширенной неопределенности в относительных единицах $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k=2.			

Таблица 4 — Значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости) R, %
Св. 0,5 до 1,0 включ.	25	31
Св. 1,0 до 16,0 включ.	22	28

7 Обработка результатов измерений

7.1 При наличии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки данных порядок обработки результатов определяется руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

7.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки данных массовую концентрацию кремния в пробе C, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$C = A_{гг} \ K_р, \tag{2}$$

где $A_{гг}$ — массовая концентрация кремния, найденная по градуировочному графику, мг/дм^3;

$K_р$ — коэффициент разбавления пробы (при анализе 25 см^3 пробы $K_р$ = 2).

За результат анализа принимают единичный результат измерения.

Примечания

1 Пересчет результата анализа по кремнию (Si) на содержание SiO_2 проводят по формуле

$$C_{SiO_2} = C \cdot 2{,}139, \tag{3}$$

где C_{SiO_2} — массовая концентрация кремния (по SiO_2), мг/дм^3;

C — массовая концентрация кремния (по Si), мг/дм^3.

Пересчет результата по кремнию (Si) на содержание H_2SiO_3 проводят по формуле

$$C_{H_2SiO_3} = C \cdot 2{,}72, \tag{4}$$

где $C_{H_2SiO_3}$ — массовая концентрация кремния в мг/дм^3 (по H_2SiO_3);

C — массовая концентрация кремния в мг/дм^3 (по Si).

2 В случае выполнения параллельных измерений проводят проверку приемлемости результатов измерений. Результаты измерений C_1 и C_2, полученные в условиях повторяемости, признают приемлемыми, если выполняется условие

$$\frac{200 \cdot |C_1 - C_2|}{(C_1 + C_2)} \le r, \tag{5}$$

где r — предел повторяемости.

Если условие (5) выполняется, то по значениям C_1 и C_2 рассчитывают среднеарифметическое значение, которое представляют в качестве результата измерений.

При невыполнении условия (5) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, и установления окончательного результата.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях C_1 и C_2, не должно превышать предела воспроизводимости

$$\frac{200 \cdot |C_1 - C_2|}{(C_1 + C_2)} \le R, \tag{6}$$

где R — предел воспроизводимости.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение.

Если условие (6) не выполняется, используют методы проверки приемлемости результатов параллельных измерений и установления окончательного результата измерений.

8 Оформление результатов измерений

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

Результат измерений массовой концентрации кремния C представляют в виде

$$C \pm \Delta \text{ или } C \pm U, \quad (7)$$

где Δ — абсолютная погрешность измерений массовой концентрации кремния (при P = 0,95), мг/дм^3, вычисляемая по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot C, \quad (8)$$

где δ — относительная погрешность измерений массовой концентрации кремния по таблице 1 или таблице 3, %;

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

$$U = 0{,}01 \cdot U_{отн} \cdot C, \quad (9)$$

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность, %, при коэффициенте охвата k = 2 по таблице 1 или таблице 3.

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение характеристики погрешности, округленное до двух значащих цифр.

9 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований [1].

Периодичность и способ контроля регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Библиография

[1] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

УДК 663.6:543.354 ОКС 67.160.01

Ключевые слова: вода питьевая, вода подготовленная, кремний, фотометрический метод

Редактор *З.Н. Киселева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.10.2021. Подписано в печать 26.10.2021. Формат 60×84½. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

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

gost.e-ecolog.ru