

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ

Құрамындағы формальдегидтің мөлшерін флуориметрлік әдіспен анықтау

ВОДА

Определение содержания формальдегида флуориметрическим методом

ҚР СТ 2392-2013

(ISO 5725-6-1994 «Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлдігі). 6-бөлім. Дәлдік мәндерін тәжірибеде қолдану», NEQ)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

СУ

Құрамындағы формальдегидтің мөлшерін флуориметрлік әдіспен анықтау

ҚР СТ 2392-2013

(ISO 5725-6-1994 «Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлдігі). 6-бөлім. Дәлдік мәндерін тәжірибеде қолдану», NEQ)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Техникалық ретету және метрология комитетінің «Қазақстан метрология институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны, «Люмэкс-маркетинг» ЖШБ (Санкт-Петербург қаласы, Ресей) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 22 қарашадағы № 538-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт 1 Cor.1:2001 техникалық түзетуімен қоса, ISO 5725-6-1994 «Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлдігі). 6-бөлім. Дәлдік мәндерін тәжірибеде қолдану» негізінде әзірленді.

Сәйкестік деңгейі – балама емес (NEQ).

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2018 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні - ай сайын басып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесіне жарияланады. Осы стандарт қайта қаралған немесе ауыстырылған (жойылған) жағдайда, тиісті ақпарат ай сайын басып шығарылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады.

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай және бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

Мазмұны

1 Қолданылу саласы	1
2 Нормативтік сілтемелер	1
3 Терминдер мен анықтамалар	3
4 Әдістің мәні	3
5 Өлшеу құралдары, қосымша құрылғылар, реактивтер мен материалдар	3
5.1 Өлшеу құралдары	3
5.2 Реактивтер	4
5.3 Қосымша құрылғылар	4
6 Өлшеу дәлдігінің көрсеткіштері	5
7 Қауіпсіздік талаптары	5
8 Оператор біліктілігіне қойылатын талап	5
9 Өлшеуді орындау шарттары	6
10 Өлшеуді орындауға дайындық	6
11 Өлшеуді орындау	8
12 Өлшеу нәтижелерін өңдеу	9
13 Өлшеу нәтижелерін рәсімдері	10
14 Жаңғыртушылық жағдайларында алынған нәтижелердің үйлесімділігін тексеру	10
15 Зертханаларда әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау	12
А қосымшасы (ақпараттық) Өлшеу белгісіздігінің бюджеті	14
Б қосымшасы (ақпараттық) Формальдегидті айдауға арналған құрылғы сызбасы	16
В қосымшасы (ақпараттық) Өлшеуді орындауға арналған химиялық ыдысты дайындау	17

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТТЫ

СУ

Құрамындағы формальдегидтің мәлшерін флуориметрлік әдіспен анықтау

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт ауыз су, сондай-ақ табиғи және ағын су сынамалары құрамындағы формальдегид концентрациясының мөлшерін флуориметрлік әдіспен анықтау әдісін белгілейді.

Салмақтық концентрацияның өлшенетін мәндерінің ауқымы сынаманы араластырусыз 0,02 мг/дм^3 -тан 0,5 мг/дм^3 –қа дейін құрайды. Егер сынама құрамындағы формальдегидтің салмақтық концентрациясы 0,5 мг/дм^3 –тан асатын болса, сынаманы жоғарыда көрсетілген тазартылған судың салмақтық концентрациясы мәніне дейін араластыруға болады, бірақ 100 еседен аспауға тиіс.

5 мг/дм^3 дейін көмір, 10 мг/дм^3 дейін фосфад, мыс, 2 мг/дм^3 дейін сульфид, фенол, 100 мг/дм^3 дейін несепнәр, сілтілі, сілтілі-жер элементтер, магний, аммоний, мұнай өнімдері, алюминий, мырыш, қорғасын, кадмий, сульфат, хлоридтің болуына рұқсат етіледі. Сонымен қатар ацетальдегид, басқа алифат альдегидтерінің 150-еселік мөлшерінің болуына рұқсат етіледі. Көрсетілген шамаларды арттыру кезінде басқа талдау әдісін қолдану қажет.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет:

Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 жылғы 16 қаңтардағы № 14 қаулысымен бекітілген «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар» техникалық регламенті.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 жылғы 16 қаңтардағы № 16 қаулысымен бекітілген «Объектілерді қорғауға арналған өрт техникасы қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламенті.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2008 жылғы 29 тамыздағы № 796 қаулысымен бекітілген «Ғимараттарды, үй-жайларды және имараттарды автоматты өрт сөндіру және автоматты өрт сөндіру дабылы, өрт кезінде адамдарға хабарлау және шығаруды басқару жүйелерімен жабдықтау жөніндегі талаптар» техникалық регламенті.

ҚР СТ 2.1-2009 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлікті қамтамасыз ету жүйесі. Терминдер мен анықтамалар.

ҚР СТ 2.18-2009 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшем бірлікті қамтамасыз ету жүйесі. Өлшемдерді жүргізу әдістемелері. Әзірлеу, метрологиялық аттестаттау, тіркеу және қолдану тәртібі.

ҚР СТ 1174-2003 Объектілерді қорғауға арналған өрт техникасы. Негізгі түрлері, орналастыру және қызмет көрсету.

ҚР СТ ГОСТ Р 51232 - 2003 Ауыз су. Сапаны бақылау ұйымдары мен әдістеріне қойылатын жалпы талаптар.

ҚР СТ ГОСТ Р 51592-2003 Су. Сынамаларды іріктеуге қойылатын жалпы талаптар.

ҚР СТ ГОСТ Р 51593-2003 Ауыз су. Сынамаларды іріктеу.

ГОСТ 12.01.004-91 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Өрт қауіпсіздігі. Жалпы талаптар.

ГОСТ 12.1.007-76 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Зиянды заттар. Жіктелім және жалпы қауіпсіздік талаптары.

ГОСТ 12.01.019-79 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Қорғау түрлеріне қойылатын жалпы талаптар және номенклатура.

ГОСТ 17.1.5.05-85 Табиғатты қорғау. Гидросфера. Беткі және теңіз суы, мұзы және атмосфералық жауын-шашын сынамаларын іріктеуге қойылатын жалпы талаптар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс пен жабдық. Типтері, негізгі параметрлер мен өлшемдер.

ГОСТ 3117-78 Реактивтер. Сірке қышқылының аммонийі. Техникалық шарттар.

ГОСТ 3118-77 Реактивтер. Тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлдігі). 6-бөлім. Дәлдік мәндерін тәжірибеде қолдану.

ГОСТ 6709-72 тазартылған су. Техникалық шарттар.

РМГ 76-2004 Мемлекеттік өлшемді қамтамасыз ету жүйесі. Сандық химиялық талдау нәтижелері сапасының ішкі бақылауы.

ЕСКЕРТПЕ Осы стандартты пайдалану кезінде жыл сайын шығарылатын ағымдағы жылдағы жағдайға «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» және ағымдағы жылы жарияланған, ай сайын шығарылатын ақпараттық көрсеткіштерге сәйкес келетін ақпараттық көрсеткіш бойынша сілтемелік стандарттардың және классификаторлардың әрекеттерін тексерген дұрыс болады. Егер сілтеме құжаты ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдалану кезінде ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алу керек. Егер сілтеме құжаты ауыстырусыз күшін жойған болса, онда оған сілтеме берілген ереже осы сілтемеге әсер етпейтін бөлікте пайдаланылады.

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта ҚР СТ 2.1, ҚР СТ 2.18, ГОСТ ИСО 5725-6 бойынша терминдер қолданылады.

4 Әлшеу дәлдігінің кәрсеткіштері

4.1 Өлшеу дәлдігі көрсеткішінің мәндері – 2-қамту коэффиценті кезіндегі осы әдістеме бойынша салыстырмалы кеңейтілген өлшеу белгісіздігі - 1-кестеде келтірілген.

Әдістеме дәлдігі көрсеткіштерінің мәндерін мына жағдайларда қолданады:

- зертхана беретін өлшеу нәтижелерін рәсімдеу;
- зертханада сынақ жүргізу сапасын бағалау;
-нақты зертханада өлшеу нәтижелерін пайдалану мүмкіндігін бағалау.

1-кесте – Әлшеу дәлдігі кәрсеткіштерінің мәндері

Өлшеу ауқымы, мг/дм^3	Бір рет өлшеу нәтижесі үшін $k = 2$ қамту коэффиценті кезіндегі кеңейтілген салыстырмалы белгісіздік, $U_{салыст.}(X)$, %	Екі параллель анықтамалардың орташа арифметикалық нәтижесі үшін $k = 2$ қамту коэффиценті кезіндегі кеңейтілген салыстырмалы белгісіздік, $U_{салыст.}(\overline{X})$, %
Ауыз су		
0,02-ден 0,5-ті қоса алғанға дейінгі	25	22
Табиғи және ағын сулары		
0,02-ден 0,5-ті қоса алғанға дейін	34	30
1-ЕСКЕРТПЕ $U_{салыст.}(X)$ және $U_{салыст.}(\overline{X})$ мәндер өлшеу қателігінің сипаттамаларына сәйкес келеді ($P = 0,95$ сенімділік мүмкіндігі үшін салыстырмалы өлшеу қателігінің сенімді шектері және параллель қосулардың тиісті саны). 2-ЕСКЕРТПЕ $U_{салыст.}(X)$ және $U_{салыст.}(\overline{X})$ үшін метрологиялық аттестаттау туралы куәліктің қосымшасында сәйкесінше U_1 және U_2 белгілері қолданылған		

5 Әлшеу құралдары, қосымша құрылғылар, реактивтер мен материалдар

5.1 Әлшеу құралдары

Құрамындағы формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшеу кезінде мынадай өлшеу құралдарын қолданады:

– 0,1 мг бөлігі және 210 г ең үлкен өлшеу шегі бар арнайы дәлдік класының зертханалық таразысы;

– 2-2-5 $см^3$ және 2-2-10 $см^3$ бір белгісі бар тамшуырлар;

– сыйымдылығы 1-2-5 $см^3$ 2-ші дәлдігік класты градуирленген тамшуырлар;

– 2-100-2 $см^3$, 2-500-2 $см^3$, 2-50-2 $см^3$ өлшегіш колбалар;

– 1 мг/$см^3$ салмақтық концентрациялары бар формальдегид ерітіндісінің мемлекеттік стандартты үлгісі, Р = 0,95 ықтималдық үшін ± 1 % салыстырмалы қателік;

– өлшеу құралдары белгіленген мерзімде салыстырып тексерілуге тиіс.

Ұқсас немесе біршама жоғары метрологиялық сипаттамалары бар өлшеу құралдары мен стандартты үлгілерді пайдалануға болады.

5.2 Реактивтер

Құрамындағы формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшеу кезінде мынадай реактивтер қолданылады:

Тазартылған су	ГОСТ 6709
Сірке қышқылды аммоний, х.т	ГОСТ 3117
1,3-Циклогексадион, Тұз қышқылы, х.т.	ГОСТ 3118
Күкірт қышқылы, х.т.	ГОСТ 4204

Ұқсас немесе басқа нормативтік-техникалық құжаттама бойынша әзірленген біршама жоғары біліктілікті, соның ішінде импорттық реактивтерді қолдануға болады.

5.3 Қосымша құрылғылар

Құрамындағы формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшеу кезінде мынадай қосымша құралдар, материалдар мен ерітінділер қолданылады:

±5°С дейінгі дәлдікті 50 °С-ден 100 °С-ге дейін ауқымдағы температураның ұсталуын қамтамасыз ететі құрылғы, мысалы температураны реттегіші бар су моншас немесе термореактор	
Кез келген маркалы тұрмыстық тоңазытқыш	
Тұрмыстық электр плитка	
Бұрандалы қақпағы бар қызуға төзімді шыны виалалар (сыртқы диаметрі 15 мм, сыйымдылығы 10 $см^3$), сыйымдылығы 5 немесе 10 см3 тегістелген тығындары бар шыны түтік	ГОСТ 25336
Сыйымдылығы 250 $см^3$ конус тәрізді колбалар	ГОСТ 25336
Зертханалық құйғыштар	ГОСТ 25336

«Көк бау» күлсіздендірілген сүзгілер
Сынаманы айдауға арналған шыны аппарат
(Б қосымшасы, Б.1 суреті)
Сынамаларды іріктеу және сақтауға арналған сыйымдылығы 100 $см^3$-тан 500 $см^3$-қа дейінгі бұрандалы қақпағы бар қою қара шыныдан жасалған үлкен шөлмектер.

ЕСКЕРТПЕ Шыны ыдысты дайындау ережесі В қосымшасында келтірілген.

6 Әлшеу әдісі

Өлшеу әдісі аммоний ондары болған жағдайда формальдегидтің 1,3-циклогександионмен өзара әрекеттесуі кезінде люминесценциялайтын қосылудың пайда болу реакциясын жүргізуге негізделген. Формальдегидті сынаманың араластыратын құрауыштарын бөлу үшін оны айдайды.

7 Қауіпсіздік талаптары

Құрамындағы формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшеу кезінде ГОСТ 12.1.007 бойынша химиялық реактивтермен жұмыс кезіндегі қауіпсіздік техника талаптары, ГОСТ 12.01.019 бойынша электр құрылғыларымен жұмыс істеу кезіндегі электр қауіпсіздігінің талаптары сақталуға тиіс.

Үй-жайлар «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар» техникалық регламенті мен ГОСТ 12.1.004 бойынша талаптарға сәйкес келуге тиіс. Сонымен қатар, «Ғимараттарды, үй-жайларды және имараттарды автоматты өрт сөндіру және автоматты өрт сөндіру дабылы, өрт кезінде адамдарға хабарлау және шығаруды басқару жүйелерімен жабдықтау жөніндегі талаптар» техникалық регламентіне сәйкес өрт автоматикасы жүйелерімен жабдықталуға тиіс.

Өрт сөндіру құралдары «Объектілерді қорғауға арналған өрт техникасының қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентіне және ҚР СТ 1174-ке сәйкес орналастырылуға және қызмет көрсетілуге тиіс.

8 Оператор біліктілігіне қойылатын талаптар

Өлшеу және олардың нәтижелерін өңдеуге жоғары және орташа арнайы химиялық білімі немесе химиялық зертханада жұмыс тәжірибесі бар, тиісті нұсқаулықтан өткен, үйрену процесінде әдісті игерген және өлшеу нәтижелері сапасын бақылау процедураларын орындау кезінде оң нәтижелер көрсеткен мамандарды жіберуге рұқсат етіледі.

9 Әлшемдерді орындау шарттары

Өлшеудің қажетті дәлдігі қамтамасыз етілетін қоршаған орта шарттары мыналар:

- ауа температурасы	(20 ± 5) °С
- атмосфералық қысым	84,0 кПа-дан 106,7 кПа-ға дейін 630 мм сын. бағ.-нан 800 мм сын. бағ. дейін;
- ауаның ылғалдылығы	25 °С температурада 80 % артық емес,
- желі кернеуі	(220 ± 22) В
- ауыспалы ток жиілігі	(50 ± 1) Гц

10 Әлшемдерді орындауға дайындау

10.1 Сынамаларды іріктеу және дайындау

Ауыз су сынамасын іріктеу ҚР СТ ГОСТ Р 51593, беткі су - ГОСТ 17.1.5.05, ағынды су – ҚР СТ ГОСТ Р 51592 бойынша жүргізіледі.

Сынамаларды іріктеу алдын ала іріктелетін сумен шайылған қою қара шыныдан жасалған үлкен шөлмекте жүргізіледі.

Іріктелетін сынама көлемі кемінде 100 $см^3$ құрайды. Сынама талдауын сынаманы іріктеген сәттен бастап 24 сағат ішінде орындау қажет. Шөгіндісі бар сынамаларды алғашқы 25 $см^3$ сүзгіні алып тастай отырып, «көк бау» сүзгісі арқылы сүзу қажет.

Су сынамасы күннің тура сәулесіне тап болмауға тиіс. Зертханаға жеткізу үшін сынамалары бар ыдыстарды олардың сақталуын қамтамасыз ететін және температураның күрт түсуінен сақтайтын арнайы ыдыспен қаптайды.

10.2 Анализаторды жұмысқа дайындау Пайдалану жөніндегі нұсқауға сәйкес жүргізіледі. Қозу каналына № 13, тіркеу каналына - № 9 жарықсүзгісін оранластырады.

10.3 Қосымша ерітінділерді дайындау

10.3.1 тазартылған суды дайындау

1,3-циклогександион (10.3.2-т.) мен формальдегид (10.3.3 – 10.3.5 т.) ерітінділерін дайындау үшін, сондай-ақ фон ерітіндісін дайындау үшін (10.4-т.) және сынама сынамасын айдау үшін (11-т.) тазартылған суды қайнату, салқындату және жабық шыны ыдыста бір тәуліктен асырмай сақтау қажет.

10.3.2 Аммиак-ацетонды буферлік ерітіндідегі 1,3-циклогександион ерітіндісі

10 г сірке аммонийін 50 – 60 $см^3$ тазартылған суда ерітеді де, пайдаланар алдында 12 сағат бойы ұстайды. Ерітіндіні сақтау мерзімі тоңазытқышта – 2 ай.

1-ЕСКЕРТПЕ Формальдегид ерітіндісі мен 1,3-циклогександион ерітіндісін бірге сақтауға болмайды.

2-ЕСКЕРТПЕ Аммиак-ацетон буферлік ерітіндіде 1,3-циклогександион ерітіндісін

дайындау кезінде реактивтерді араластыру тәртібін өзгертуге болмайды.

10.3.3 Салмақтық концентрациясы 100 мг/дм^3 формальдегид ерітіндісі

Формальдегид ерітіндісінің 5 см^3 ГСО құрамын сыйымдылығы 50 см^3 өлшеуіш колбаға салады да, 10.3.1-т. бойынша белгіге дейін тазартылған сумен араластырады. Ерітінді 1 ай бойы тұрақты болады.

10.3.4 Салмақтық концентрациясы 10 мг/дм^3 формальдегид ерітіндісі

100 мг/дм^3 салмақтық концентрациясы бар 5 см^3 формальдегид ерітіндісін 10.3.3-т. бойынша сыйымдылығы 50 см^3 өлшегіш колбаға орналастырады да, 10.3.1-т. бойынша белгіге дейін тазартылған сумен араластырады. Ерітінді 1 ай бойы тұрақты болады.

10.3.5 Салмақтық концентрациясы 0,5 мг/дм^3 талдауышты градуирлеуге арналған формальдегид ерітіндісі.

10.3.4 бойынша 10 мг/дм^3 салмақтық концентрациясы бар 5 см^3 формальдегид ерітіндісін іріктеп алады да, сыйымдылығы 100 см^3 өлшегіш колбада 10.3.1-т. бойынша белгіге дейін тазартылған сумен араластырады. Ерітіндіні тура қолданар алдында дайындайды.

10.4 Градуирлеуге арналған ерітінділерді дайындау

Градуирлеуге арналған ерітінділерді бұралатын қақпақпен ыдыстарда (виалаларда) дайындайды. Бұрандалы қақпағы бар екі ыдысты 2 см^3 –тан 10.3.2 т. бойынша реагент ерітіндісі. Содан соң бірінші ыдысқа 10.3.1 т. бойынша 3,0 см^3 тазартылған суды, екінші ыдысқа 0,5 мг/дм^3 салмақтық концентрациясы бар 3,0 см^3 формальдегид ерітіндісін құяды (№ 1 және сәйкесінше № 2 ерітінділері). Ыдыстардың қақпақтарын бұрайды да, оларды су моншасына орналастырып, 100 °С-де 10 минут қыздырады.

Ерітінділерді суық суы бар стаканға салып салқындатады да, 10.5 т. бойынша анализаторды градуирлейді. Дайындалған ерітінділерді жарықта ұзақ уақыт қалдыруға болмайды.

1-ЕСКЕРТПЕ Виала болмаған жағдайда, тығыз кептелген тығыны бар пробирканы пайдалануға болады. Бұл ретте мыналарды назарға алған жөн:

а) Құрамында формальдегиді бар гардуирлеу ерітіндісімен пробирканы, сонымен қатар құрамында формальдегидтің жоғары мөлшері бар жұмыс ерітіндісін төменгі концентрациялы ерітінділер мен фон ерітінділері бар пробиркалардан барынша алыстау етіп су моншасына қою қажет;

б) Барлық пробиркалар мен тығындарды градиурлеу ерітінділері мен сынамаларының әр жаңа топтамасын дайындар алдында міндетті түрде кептіру қажет;

в) Әдістемеде көрсетілген салмақтық концентрацияның анықталатын мәнінің төменгі шегіне көрсетілген талаптар мұқият сақталған жағдайда ғана қол жеткізіледі.

2-ЕСКЕРТПЕ Өлшеу дәлдігін бақылаудың оң нәтижелер болған жағдайда, реакцияны жүргізудің басқа температуралық режимін (мысалы, 45 минут бойы 60 °С қыздыру) пайдалануға рұқсат етіледі.

10.5 Анализаторды градуирлеу және градуирлеу сипаттамасының қолайлылығын тексеру.

Градуирлеуді 10.4-т. бойынша дайындалған № 1 және № 2

флуоресценция ерітінділерінің сигналын өлшеу жолымен сынамаларды әр топтамадан талдау кезінде іске асырады.

Градуирлеу сипаттамасының қолайлылығын тексеруді анализаторды әр градуирлеуден кейін жүргізеді. Ол бір немесе бірнеше қоспалардағы (2-кесте, № 1-5 қоспалар) формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшеуден тұрады. Үлгіні дайындау 10.4 т. бойынша градуирлеу ерітінділері мен сынама ерітінділерін бір уақытта дайындау арқылы жүргізіледі. Ерітінділерді тура қолданар алдында дайындайды.

Орнатылған градуирлеу сипаттамасын қолдана отырып, «Өлшеу» режимінде бақылауға арналған үлгідегі формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшейді. Егер тиісті қоспадағы формальдегиттің салмақтық концентрациясынан алынған мәннің нақты мәннен ауытқуы формальдегидтің салмақтық концентрациясы мәнінің барлық ауқымында 15 % аспайтын болса, анализаторды градуирлеу қанағаттанарлық деп саналады.

2-кесте – Градуирлеу сипаттамасының қолайлылығын тексеруге арналған қоспалар

Қоспа №	Құрауыштар	Көлемі, $см^3$	Салмақтық концентрация, $мг/дм^3$
1	10.3.4 т. бойынша ерітінді	5-тен 100-ге	
	Тазартылған су	дейін	0,5
2	10.3.4 т. бойынша ерітінді	2,5-тен 100-ге	
	Тазартылған су	дейін	0,25
3	№ 1 қоспа	20-дан 100-ге	
	Тазартылған су	дейін	0,1
4	№ 1 қоспа	10-нан 100-ге	
	Тазартылған су	дейін	0,05
5	№ 1 қоспа	5-тен 100-ге	
	Тазартылған су	дейін	0,025

11 Әлшеуді орындау

Бір уақытта кемінде екі параллель сынаманы талдайды. Керітартпалыққа негізделген талдауларды орындау кезінде тек бір параллель сынаманы ғана талдауға болады.

Айдау құрылғысының колбасына (Б қосымшасы, Б.1 суреті) 25 $см^3$ сынаманы енгізеді де, 2 $см^3$ концентрацияланған күкірт қышқылын қосады да, 10 $см^3$ –тан 12 $см^3$ –қа дейінгі дистилятты айдайды. Содан соң айдау құрылғысының колбасына 10.3.1 т. (10 – 12 $см^3$ көлем) бойынша тазартылған су қосады да, 20 – 22 $см^3$ дистиллят алғанша айдауды жалғастырады. Дистиллятты 10.3.1 т. бойынша тазартылған сумен сыйымдылығы 25 $см^3$

өлшегіш колбаға белгіге дейін жеткізеді.

Бұрандалы қақпағы бар ыдысқа (виала) алынған ерітіндіні 3 $см^3$-тан іріктейді де, 10.3.2 т. бойынша 2 $см^3$-тан реагент ерітіндісін қосады. Виалаларды су моншасына салып, 100 °С кезінде 10 минут бойы анализаторды градуирлеуге арналған ерітінділермен бір уақытта қыздырады. Ерітінділерді салқындатады да, «Өлшеу» режимінде сынамадағы формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшейді. Дайындалған ерітінділерді жарықта ұзақ уақыт қалдыруға болмайды.

ЕСКЕРТПЕ Сынаманы айдау үшін іріктелетін көлемді өзгертуге, сонымен қатар, егер осы жұмыс сынамасы типі үшін өзгертілген процедураны қолданумен (15 т.) өлшеу сапасын бақылаудың оң нәтижелері алынса, формальдегидті айдау сатысын алып тастауға болады. Егер сынаманы айдамаса, онда 3$см^3$ бастапқы сынаманы үйкелген тығыны бар пробиркаға іріктеп алады да, осы тармақта қарастырылған барлық операцияларды жүргізеді.

12 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

Сынама құрамындағы формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшеу нәтижесі ретінде 11-тарауда сипатталған өлшеу нәтижелері бойынша орындалған бір реттік өлшеу нәтижелері немесе төмендегі шарт орындалатын параллель анықтаулардың $n = 2$ нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні алынады:

$$X_{max} - X_{min} \leq 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot r, \qquad (1)$$

мұнда, X_{max} – параллель анықтаудың ең үлкен нәтижесі, мг/$дм^3$;

X_{min} - параллель анықтаудың ең кіші нәтижесі, мг/$дм^3$;

$\overline{X}$ - параллель анықтау нәтижелерінің орташа арифметикалығы, мг/$дм^3$;

r – қайталанғыштық шегінің мәні (3-кесте), %.

(1) шарттар орындалмаған жағдайда, параллель анықтау қолайлылығын тексеру және ГОСТ ИСО 5725-6-2003 (7-бөлім) сәйкес соңғы нәтижені белгілеу әдістері қолданылуы мүмкін.

3-кесте – $P = 0.95$ сенімділік ықтималдығы үшін қайталанғыштық шегінің мәні

Өлшем ауқымы, мг/$дм^3$	Қайталанғыштық шегі (екі параллель анықтаулар арасындағы рұқсат етілетін айырмашылықтардың салыстырмалы мәні), *r*, %
Ауыз су	
0,02-ден 0,5-ке дейінді қосқанға дейін	22
Табиғи және ағынды сулар	
0,02-ден 0,5-ті қосы алғанға дейін	31

13 Әлшеу нәтижелерін рәсімдеу

Қолданылуы қарастырылатын құжаттардағы өлшеу нәтижелері мына түрде ұсынылуы мүмкін:

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

мұнда $\overline{X}$ - екі параллель анықтау нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні, мг/дм^3;

$U(\overline{X})$ – өлшеу дәлдігі көрсеткішінің мәні (екі параллель анықтаудың орташа арифметикалық мәні үшін 2 қамту коэффицентімен кеңейтілген өлшеу белгісіздігі), мг/дм^3:

$$U(\overline{X}) = 0{,}01 \cdot U_{салыст.}(\overline{X}) \cdot \overline{X} \qquad (2)$$

$U_{салыст.}(\overline{X})$ мәндері 1-кестеде келтірілген.

2. $X \pm U(X)$, мг/дм^3,

мұнда X - бір өлшем нәтижесі, мг/дм^3;

$U(X)$ – өлшеу дәлдігі көрсеткішінің мәні (бір өлшем нәтижесі үшін 2 қамту коэффицентімен кеңейтілген өлшеу белгісіздігі), мг/дм^3:

$$U(X) = 0{,}01 \cdot U_{салыст.}(X) \cdot X \qquad (3)$$

$U_{салыст.}(X)$ мәндері 1-кестеде келтірілген.

Зертхана беретін құжаттарда өлшеу нәтижелерін мына түрде ұсынуға рұқсат етіледі: $X \pm U_n$, мг/дм^3

мұнда, X – әдістемеде жазылғанға дәл сәйкестікте алынған өлшеу нәтижелері (бір реттік нәтиже немесе параллель анықтаудың орташа (орташа арифметикалық немесе медиана) нәтижелері), мг/дм^3;

U_n – бір реттік нәтиже немесе параллель анықтаудың орташа арифметикалығы үшін зертханаларда әдістемені іске асыру кезінде белгіленген және өлшеу нәтижелері тұрақтылығын бақылаумен қамтамасыз етілетін өлшеу дәлдігі көрсеткішінің мәні (2 қамту коэффиценті бар кеңейтілген өлшеу белгісіздігі), мг/дм^3.

ЕСКЕРТПЕ Зертхана беретін құжаттардағы өлшеу нәтижелерін ұсыну кезінде өлшеу нәтижесін есептеу үшін қолданылған параллель анықтау нәтижелерінің санын, сонымен қатар өлшеу нәтижелерін (орташа арифметикалық мәнді немесе медианаы) анықтау тәсілін көрсетеді.

14 Жаңғыртушылық жағдайларында алынатын нәтижелердің үйлесімділігін тексеру

Екі зертханада алынған бірдей өлшеу нәтижелері арасындағы айырмашылық жаңғыртушылық шегінен аспауға тиіс:

$$X_{1,\ зерт.} - X_{2,\ зерт.} \le 0{,}01 \cdot X_{орт.} \cdot R \qquad (4)$$

мұнда, $X_{1,\ зерт.}$ – бірінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$X_{2,\ зерт.}$ – екінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$X_{орт.}$ – екі зертханада өлшеу нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні,

мг/дм^3;

R – жаңғыртушылық шегінің мәні (4-кесте), %.

Егер екі зертхананың әрқайсысында параллель анықтаудың екі нәтижесі алынса, зертханаларда алынған орташа арифметикалық мәндердің арасындағы айырмашылық $CD_{0,95}$ сыни айырмашылықтан (4-кесте) аспауға тиіс:

$$\overline{X}_{1,\ зерт.} - \overline{X}_{2,\ зерт} \le 0,01 \cdot \overline{X}_{орт.} \cdot CD_{0,95} \qquad (5)$$

мұнда, $\overline{X}_{1,\ зерт.}$ – бірінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$\overline{X}_{2,\ зерт.}$ – екінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/дм^3;

$\overline{X}_{орт.}$ – екі зертханадағы өлшеу нәтижесінің орташа арифметикалық мәні, мг/дм^3.

4-кесте – Жаңғыртушылық шектері мен $P = 0,95$ сенімділік ықтималдығына арналған сыни түрлілік мәндері

Өлшеу ауқымы, мг/дм^3	Жаңғыртушылық шегі (түрлі зертханаларда алынған екі бірдей нәтижелер арасындағы рұқсат етілетін айырмашылықтың салыстырмалы мәні), R, %	Сыни түрлілік (түрлі зертханаларда алынған екі орташа арифметикалық өлшеу нәтижелері арасындағы рұқсат етілетін айырмашылықтың салыстырмалы мәні), $CD_{0,95}$, %
Ауыз су		
0,02-ден 0,5-ке дейінгі қоса	35	31
Табиғи және ағын су		
0,02-ден 0,5-ке дейінгіні қоса	48	43
ЕСКЕРТПЕ РМГ 76 ұсыныстарындағы сыни түрліліктің екі талдау нәтижесі үшін жаңғыртушылық шегі деп аталады және ол үшін R белгісі қолданылады.		

(4) және (5) шарттары орындалмаған жағдайда, екі өлшеу нәтижесі де қолайлы және соңғысы ретінде олардың жалпы орташа мәні қолданылуы мүмкін. Жаңғыртушылық шегін арттыру кезінде ГОСТ ИСО 5725-6 (5-тарау) сәйкес өлшеу нәтижелерінің қолайлылығын бағалау әдістерін қолдануға болады.

ЕСКЕРТПЕ Зертханааралық салыстыруларды жүргізу кезінде сынамаларды сақтау және тасымалдау шарттары, сондай-ақ оларды сақтау мерзімі (10.1 т.) қатаң сақталуға тиіс. Осы ереженің сақталмауы салыстырудың теріс нәтижелерінің себебі болуы мүмкін.

15 Зертханаларда әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау

Зертханаларда әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау мыналарды қарастырады:

- өлшеу процедураларын жедел бақылау;
- қайталанғыштық, дәлдік пен дұрыстық көрсеткіштерінің орташа квадраттық ауытқу тұрақтылығын бақылау негізінде өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылау.

Өлшем жүргізуді процедураларын жедел бақылауды бақылау нормативімен $К_д$ жеке алынған бақылау процедураларының нәтижесін салыстыру жолымен жүргізеді. Бақылауға арналған үлгілер табиғи, ағынды және ауыз судың жұмыс сынамасы болып табылады. Бақылау үшін іріктелген сынама көлемі әдістеме бойынша талдау жүргізу үшін қажетті екі еселенген көлемге сәйкес келуге тиіс. Бақылау процедурасының нәтижесін $К_к$ мына формула бойынша есептейді:

$$К_к = X' - X - C_д \quad (6)$$

мұнда, X – жұмыс сынамасындағы формальдегид салмақты концентрациясының бақылау өлшеуінің нәтижесі (12 т.), мг/дм^3;

X' – белгілі қоспасы бар (12 т.) сынама құрамындағы формальдегидтің салыстырмалы концентрациясының бақылау өлшемінің нәтижесі, мг/дм^3;

$C_д$ - формальдегид қоспасының шамасы, мг/дм^3.

Қосу шамасы бастапқы сынама құрамындағы формальдегид мөлшері 50-ден 150 % -ға дейін құрауға тиіс. Қоспа көлемі сынама көлемінен 5 % аспауға тиіс. Егер бастапқы сынамадағы формальдегид мөлшері өлшеу ауқымының төменгі шегінен кем болса, қоспа шамасы өлшеу ауқымының төменгі шегінен 2 – 3 есе асуға тиіс.

Қоспа шамасын ($C_д$, мг/дм^3) мына формула бойынша есептейді:

$$C_д = \frac{C_o \cdot V_o}{V}, \quad (7)$$

мұнда, C_o – қоспаны енгізуге арналған стандартты үлгідегі (аттестатталған қоспа) формальдегидтің салмақты концентрациясы, мг/дм^3;

V_o – қоспа реніде енгізілген стандартты үлгі (аттестатталған қоспа) көлемі, см^3;

V – сынама көлемі, см^3.

Бақылау нормативін $К_д$ мына формула бойынша есептейді:

$$К_д = \sqrt{U^2_{л,X} + U^2_{л,X'}} \quad (8)$$

мұнда, $U_{л,\ X}$ және $U_{л,\ X'}$ - жұмыс сынамасында және тиісті қоспасы бар сынамада формальдегидтің салмақтық концентрациясына сәйкес келетін әдістемені іске асыру кезінде зертханада белгіленген өлшеу нәтижесі

дәлдігінің көрсеткіштері (2 қамту коэффиценті бар кеңейтілген белгісіздік), мг/дм^3.

Егер зертханада кеңейтілген салыстырмалы белгісіздік мәндері белгіленсе ($\tilde{U}_{л,X}$ және $\tilde{U}_{л,X'}$), онда $U_{л,X}$ және $\tilde{U}_{л,X'}$ мына формула бойынша есептейді:

$$U_{л,X} = 0{,}01 \cdot \tilde{U}_{л,X} \cdot X \; ; \tilde{U}_{л,X'} = 0{,}01 \cdot \tilde{U}_{л,X'} \cdot X \qquad (9)$$

Бақылау процедурасының сапасын мына шарттар орындалған жағдайда қанағаттанарлық деп таниды:

$$K_к \le K_д \qquad (10)$$

Егер (10) орындалмаса, бақылау процедурасын қайталайды. Осы шарт қайта орындалмаған жағдайда, теріс нәтижелерге әкеліп соқтыратын себептер анықталып, оларды жою бойынша шаралар қолданылады.

Өлшеу процедурасын орындаушының бақылау кезеңділігі, сондай-ақ өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылаудың жүзеге асырылатын процедуралары Зертхананың сапасы жөніндегі нұсқауда регламенттеледі.

ЕСКЕРТПЕ Зертханада әдістемені енгізу кезінде өлшеу дәлдігінің рұқсат етілетін көрсеткіштерін төмендегі формула негізінде белгілейді:

$U_л$ = 0,84 · U (X) немесе $U_л$ = 0,84 · U ($\overline{X}$) орындалатын параллель анықтаулар санына байланысты (U (X) және U ($\overline{X}$) мәндерін сәйкесінше (2) және (3) формулалар бойынша есептейді), кейін өлшеу нәтижелері тұрақтылығын бақылау процесінде ақпараттың жиналу шамасын нақтылайды.

А қосымшасы

(ақпараттық)

Әлшеу белгісіздігінің бюджеті

Өлшеу белгісіздігінің бюджеті А.1 және А.2 кестелерде келтірілген.

А.1 кестесі - Әлшеу белгісіздігінің бюджеті (ауыз су)

Белгісіздік көзі	Типті бағалау	Стандартты салыстырмалы белгісіздік, %
Қоспа шамасының тірек мәні u_1, %	В	1,5
Қосу әдісімен жылжу шамасын белгілеу u_2, %	А	4,8
Қайталанғыштық жағдайларында өлшеу нәтижелерінің стандартты ауытқуы * u_r, %	А	8,0
Аралық дәлдік жағдайларында өлшеу нәтижелерінің стандартты ауытқуы ** $u_{1(O,E)}$, %	А	11,5
Жиынтық стандартты салыстырмалы белгісіздік, u_c, %		12,5
Бір өлшем нәтижесінің кеңейтілген салыстырмалы белгісіздігі $U_{салыст.}(X)$ ($k = 2$ қамту коэффициенті), %		25
Екі параллель анықтаудың орташа арифметикалық нәтижесінің кеңейтілген салыстырмалы белгісіздігі $U_{салыст.}(\overline{X})$ ($k = 2$ қамту коэффициенті), %		22
1-ЕСКЕРТПЕ (*) Аралық дәлдік шарттарында алынған өлшеу нәтижелерінің стандартты ауытқуын есептеу кезінде есепке алынды 2-ЕСКЕРТПЕ (**) «Оператор» және «жабдық» факторлары		

А.2 кестесі – Әлшеу белгісіздігінің бюджеті (табиғи және ағынды су)

Белгісіздік көзі	Типті бағалау	Стандартты салыстырмалы белгісіздік, %
Қоспа шамасының тірек мәні u_1, %	В	1,5
Қосу әдісімен жылжу шамасын белгілеу u_2, %	А	7,5
Қайталанғыштық жағдайларында өлшеу нәтижелерінің стандартты ауытқуы* u_r, %	А	11,0
Аралық дәлдік жағдайларында өлшеу нәтижелерінің стандартты ауытқуы** $u_{1(O,\ E)}$, %	А	15,0
Жиынтық стандартты салыстырмалы белгісіздік, u_c, %		17
Бір өлшем нәтижесінің кеңейтілген салыстырмалы белгісіздігі $U_{салыст.}$ (X) ($k = 2$ қамту коэффициенті), %		34
Екі параллель анықтау орташа арифметикалық нәтижесінің кеңейтілген салыстырмалы белгісіздігі $U_{салыст.}$ ($\overline{X}$) ($k = 2$ қамту коэффициенті), %		30

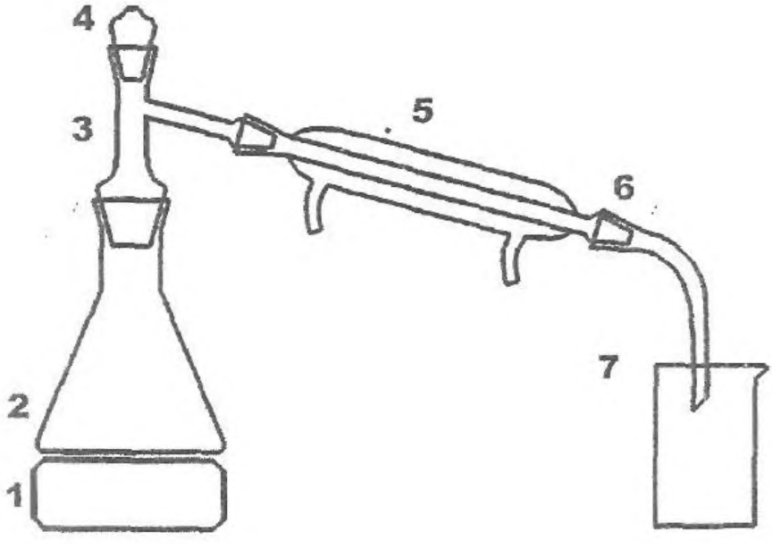
1-ЕСКЕРТПЕ (*) Аралық дәлдік шарттарында алынған өлшеу нәтижелерінің стандартты ауытқуын есептеу кезінде есепке алынды

2-ЕСКЕРТПЕ (**) «Оператор» және «жабдық» факторлары

Б қосымшасы

(ақпараттық)

Формальдегидті айдауға арналған құрылғы сызбасы



Б.1 суреті – Формальдегидті айдауға арналған құрылғы сызбасы

1 – электр плитка, 2 – түбі тегіс колба, 3 – сабы, 4 – тығын,
5 – тоңазытқыш, 6 – аллонж, 7 - қабылдағыш

В қосымшасы

(ақпараттық)

Әлшеуге арналған химиялық ыдысты дайындау

Формальдегидтің салмақтық концентрациясын өлшеу үшін төмендегі ережелерді басшылыққа ала отырып, ыдыс тазалығын мұқият сақтаған жөн.

В.1 Химиялық ыдыстарды жуу үшін концентрацияланған күкірт қышқылын немесе концентрацияланған азот қышқылын пайдалануға болады. Жуу үшін соданы, сілтіні, барлық синтетикалық жуғыш зат түрлерін, хром қоспаларын пайдалануға, сонымен қатар шлифтерге кез келген майлағыштарды жағуға ҚАТАҢ ТЫЙЫМ САЛЫНАДЫ.

В.2 Ыдыс алдын ала құбыр суымен жуылады, содан соң оған шамамен ½ қышқыл (В.1 т.) мөлшерін құяды да, онымен барлық ішкі бетін мұқият шаяды, содан кейін арнайы ыдысқа құяды. Тамшуырларды белгіден жоғары қышқылмен толтырады. Содан соң кемінде 5 рет тазартылған сумен жуады.

В.3 Әр ерітінді үшін өз тамшуырын қолдану қажет. Колбадан ерітіндіні стақанға құяды да, одан тамшуырға сорып алады. Тамшуырды ерітіндіге толық батыруға ТЫЙЫМ САЛЫНАДЫ.

В.4 Формальдегидті анықтауға арналған жеке ыдыс жинағы болуы қажет.

ӘӘЖ 621.3.089.6 **МСЖ 17.020**

Түйінді сөздер: флуориметрлік әдіс, формальдегидтің салмақтық концентрациясы, өлшеу әдістемесі



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА

Определение содержания формальдегида флуориметрическим методом

СТ РК 2392-2013

(ISO 5725-6-1994 «Точность (правильность и прецензионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике», NEQ)

Издание официальное

Комитет технического регулирования и метрологии
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии» Комитета технического регулирования и метрологии, ООО «Люмэкс-маркетинг» (г. Санкт-Петербург, Россия)

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от «22» ноября 2013 г. № 538-од

3 Настоящий стандарт разработан на основе ISO 5725-6-1994 «Точность (правильность и прецензионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике», включая техническую поправку 1 Cor.1:2001.

Степень соответствия – неэквивалентная (NEQ).

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2018 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений – в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты».

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода	3
5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы	3
5.1 Средства измерений	3
5.2 Реактивы	4
5.3 Вспомогательные устройства	4
6 Показатели точности измерений	5
7 Требования безопасности	5
8 Требование к квалификации оператора	5
9 Условия выполнения измерений	5
10 Подготовка к выполнению измерений	6
11 Выполнение измерений	8
12 Обработка результатов измерений	9
13 Оформление результатов измерений	9
14 Проверка совместимости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости	10
15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лабораториях	12
Приложение А (информационное) Бюджет неопределённости измерений	14
Приложение Б (информационное) Схема установки для отгонки формальдегида	16
Приложение В (информационное) Подготовка химической посуды для выполнения измерений	17

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА

Определение содержания формальдегида флуориметрическим методом

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания концентрации формальдегида в пробах питьевой воды, а также природных и сточных вод флуориметрическим методом.

Диапазон измеряемых значений массовой концентрации составляет от 0,02 мг/дм^3 до 0,5 мг/дм^3 без разбавления пробы. Если массовая концентрация формальдегида в пробе превышает 0,5 мг/дм^3, то допускается разбавления проб до указанных выше значений массовой концентрации дистиллированной водой, но не более чем в 100 раз.

Допускается присутствие до 5 мг/дм^3 железа, до 10 мг/дм^3 фосфата, меди, до 2 мг/дм^3 сульфида, фенолов, до 100 мг/дм^3 мочевины, щелочных, щелочноземельных элементов, магния, аммония, нефтепродуктов, алюминия, цинка, свинца, кадмия, сульфата, хлорида. Допустимо также присутствие 150-кратных количеств ацетальдегида, других алифатических альдегидов. При повышении указанных величин необходимо использовать другой метод анализа.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

Технический регламент «Общие требования к пожарной безопасности» утвержденный Постановлением Правительства Республики Казахстан от 16.01.2009 г. № 14.

Технический регламент «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» утвержденный Постановлением Правительства Республики Казахстан от 16.01.2009 г №16.

Технический регламент «Требования по оборудованию зданий, помещений и сооружений системами автоматического пожаротушения и автоматической пожарной сигнализации, оповещения и управления эвакуацией людей при пожаре» утвержденный Постановлением Правительства Республики Казахстан от 29.08.2008 г №796.

СТ РК 2.1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Термины и определения.

СТ РК 2.18-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения

СТ РК 1174-2003 Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды, размещение и обслуживание.

СТ РК ГОСТ Р 51232 - 2003 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества.

СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 Вода. Общие требования к отбору проб.

СТ РК ГОСТ Р 51593-2003 Вода питьевая. Отбор проб.

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

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

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

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

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

ГОСТ 3117-78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

РМГ 76-2004 Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ 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 применяются термины по СТ РК 2.1, СТ РК 2.18, ГОСТ ИСО 5725-6.

4 Показатели точности измерений

4.1 Значения показателя точности измерения – относительной расширенной неопределённости измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 – приведены в Таблице 1.

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования результатов измерений в конкретной лаборатории.

Таблица 1 – Значения показателей точности измерений

Диапазон измерений, мг/дм^3	Расширенная относительная неопределённость, $U_{отн.}(X)$, при коэффициенте охвата $k = 2$ для единичного результата измерения, %	Расширенная относительная неопределённость, $U_{отн.}(\overline{X})$, при коэффициенте охвата $k = 2$ для среднего арифметического результата двух параллельных определений, %
Питьевые воды		
От 0,02 до 0,5 вкл.	25	22
Природные и сточные воды		
От 0,02 до 0,5 вкл.	34	30
ПРИМЕЧАНИЕ 1 Значения $U_{отн.}(X)$ и $U_{отн.}(\overline{X})$ соответствует характеристиками погрешности измерений (доверительным границам относительной погрешности измерений для доверительной вероятности $P = 0,95$ и соответствующего числа параллельных соединений). ПРИМЕЧАНИЕ 2 В приложении к свидетельству о метрологической аттестации для $U_{отн.}(X)$ и $U_{отн.}(\overline{X})$использованы обозначения U_1 и U_2 соответственно		

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

При выполнении измерений массовой концентрации формальдегида применяют следующие средства измерения:

- весы лабораторные специального класса точности с ценной деления 0,1 мг и наибольшим пределом взвешивания 210 г;
- пипетки с одной меткой 2-2-5 см^{3}и 2-2-10 см^3;
- пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1-2-5 см^3;
- колбы мерные 2-100-2 см^3, 2-500-2 см^3, 2-50-2 см^3;

– государственный стандартный образец состава раствора формальдегида с массовой концентрацией 1 мг/см^3, относительная погрешность ± 1 % для вероятности Р = 0,95;

– средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

Допускается использование средств измерения и стандартных образцов, имеющих аналогичные или более высокие метрологические характеристики.

5.2 Реактивы

При выполнении измерений массовой концентрации формальдегида применяют следующие реактивы:

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Аммоний уксуснокислый, х.ч	ГОСТ 3117
1,3-Циклогексадион, Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204

Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

5.3 Вспомогательные устройства

При выполнении измерений массовой концентрации формальдегида применяют следующие вспомогательные устройства, материалы и растворы:

Устройство, обеспечивающее поддержание температуры диапазоне от 50 °С до 100 °С с точностью до ±5°С, наприме баня водяная с регулятором температуры или термореактор	
Холодильник бытовой любой марки	
Электроплитка бытовая	
Виалы стеклянные термостойкие с завинчивающейся крышкой (наружный диаметр 15 мм, вместимость 10 см^3), или пробирки стеклянные с пришлифованными пробками вместимостью 5 или 10 см^3	ГОСТ 25336
Колбы конические вместимостью 250 см^3	ГОСТ 25336
Воронки лабораторные	ГОСТ 25336
Фильтры обеззоленные «синяя лента»	
Аппарат для перегонки пробы, стеклянные (Приложение Б, Рисунок Б.1)	
Бутыли из тёмного стекла с винтовыми пробками вместимостью от 100 см^3 до 500 см^3 для отбора и хранения проб.	

ПРИМЕЧАНИЕ Правила подготовки стеклянной посуды приведены в Приложении В.

6 Метод измерения

Метод измерения основан на проведении реакции образования люминесцирующего соединения при взаимодействия формальдегида с 1,3-циклогександионом в присутствии ионов аммония. Для отделения формальдегида от мешающих компонентов пробы его отгоняют.

7 Требования безопасности

При выполнении измерений массовой концентрации формальдегида необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

Помещения должны соответствовать требованиям Технического регламента «Общие требования к пожарной безопасности» и ГОСТ 12.1.004. Также оборудованы системами пожарной автоматики в соответствии с Техническим регламентом «Требования по оборудованию зданий, помещений и сооружений системами автоматического пожаротушения и автоматической пожарной сигнализации, оповещения и управления эвакуацией людей при пожаре».

Средства пожаротушения должны быть размещены и обслуживаться в соответствии с Техническим регламентом «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» и СТ РК 1174.

8 Требование к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработки их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и показавшего удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля качества результатов измерений.

9 Условия выполнения измерений

Условия окружающей среды, при которых обеспечивается требуемая точность измерений, следующие:

- температура воздуха	(20 ± 5) °С
- атмосферное давление	от 84,0 кПа до 106,7 кПа от 630 мм рт. ст. до 800 мм рт. ст.;
- влажность воздуха	не более 80 % ,при температуре 25 °С
- напряжение сети	(220 ± 22) В
- частота переменного тока	(50 ± 1) Гц

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Отбор и подготовка проб

Отбор проб питьевых вод производиться по СТ РК ГОСТ Р 51593, поверхностных вод – по ГОСТ 17.1.5.05, сточных вод – согласно СТ РК ГОСТ Р 51592.

Отбор проб производится в бутыли из тёмного стекла, предварительно ополоснутые отбираемой водой.

Объём отбираемой пробы составляет не менее 100 $см^3$. Анализ пробы необходимо выполнить в течение 24 часов с момента отбора пробы. Пробы, содержащие осадок взвесь, необходимо профильтровать через фильтр «синяя лента», отбрасывая первые 25 $см^3$ фильтрата.

Проба воды не должна подвергаться прямому воздействию солнечного света. Для доставки в лабораторию сосуды с пробами упаковывают в специальную тару, которая обеспечивает их сохранность и предохраняет от резких перепадов температуры.

10.2 Подготовка анализатора к работе производят в соответствии с Руководством по эксплуатации. В канал возбуждения помещают светофильтр № 13, в канал регистрации - № 9.

10.3 Приготовление вспомогательных растворов

10.3.1 Подготовка дистиллированной воды

Дистиллированную воду для приготовления растворов 1,3-циклогександиона (п. 10.3.2) и формальдегида (п. 10.3.3 – 10.3.5), а также для приготовления фонового раствора (п. 10.4) и для отгонки проб воды (п. 11) необходимо прокипятит, охладить и хранить в закрытой стеклянной таре не более суток.

10.3.2 Раствор 1,3-циклогександиона в аммиачно-ацетатном буферном растворе

10 г уксусного аммония растворяют в 50 – 60 $см^3$ дистиллированной воды и выдерживают перед использованием в течение 12 часов. Срок хранения раствора в холодильнике – 2 месяца.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Недопустимо совместное хранение растворов формальдегида и раствора1,3-циклогександиона.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Нельзя изменять порядок смешивания реактивов при приготовлении раствора 1,3-циклогександиона в аммиачно-ацетатном буферном растворе.

10.3.3 Раствор формальдегида массовой концентрации 100 $мг/дм^3$

5 $см^3$ ГСО состава раствора формальдегида помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют до метки дистиллированной водой по п. 10.3.1. Раствор устойчив в течение 1 месяца.

10.3.4 Раствор формальдегида массовой концентрации 10 $мг/дм^3$

5 $см^3$ раствора формальдегида массовой концентрации 100 $мг/дм^3$ по п. 10.3.3 помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и разбавляют до

метки дистиллированной водой по п. 10.3.1. Раствор устойчив в течении 1 месяца.

10.3.5 Раствор формальдегида для градуировки анализатора массовой концентрации 0,5 мг/дм^3

Отбирают 5 см^3 раствора формальдегида по п. 10.3.4 массовой концентрации
10 мг/дм^3 и разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 дистиллированной водой по п. 10.3.1 до метки. Раствор готовят непосредственно перед употреблением.

10.4 Приготовления растворов для градуировки

Растворы для градуировки готовят в сосудах с завинчивающейся крышкой (виалах). В два сосуда с завинчивающейся крышкой по 2 см^3 раствора реагента по п. 10.3.2. Затем в первый сосуд помещают 3,0 см^3 дистиллированной воды по п. 10.3.1, а во второй 3,0 см^3 раствора формальдегида массовой концентрации 0,5 мг/дм^3 (растворы № 1 и № 2 соответственно). Завинчивают крышки сосудов, помещают их на водяную баню и нагревают 10 минут при 100 °С.

Растворы охлаждают, поместив в стакан с холодной водой, и приступают к градуировке анализатора по п. 10.5. Запрещается оставлять на длительное время приготовленные растворы на свету.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 При отсутствии виал допускается использовать пробирки с плотно притёртыми пробками. При этом необходимо иметь в виду следующее:

а) Пробирку с градуировочным раствором, содержащим формальдегид, а также рабочие растворы проб с высоким содержания формальдегида устанавливать в водяной бане как можно дальше от пробирок с растворами низких концентраций и фоновым раствором;

б) Все пробирки и пробки необходимо обязательно высушить перед приготовлением каждой новой серии градуировочных растворов и проб;

в) Нижняя граница определяемых значений массовой концентрации, указанная в методике, достигается только при тщательном соблюдении указанных требований.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Допускается использование иного температурного режима проведения реакции (например, нагревание 60 °С в течение 45 минут) при условии положительных результатов контроля точности измерений.

10.5 Градуировка анализатора и проверка приемлемости градуировочной характеристики

Градуировку осуществляют при анализе каждой партии проб путём измерения сигналов флуоресценции растворов № 1 и № 2, приготовленных по п. 10.4.

Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят после каждой градуировке анализатора. Она состоит в измерении массовой концентрации формальдегида в одной или нескольких смесях (Таблица 2, смеси № 1-5). Приготовление образца проводиться по п. 10.4 одновременно с приготовлением градуировочных растворов и растворов проб. Растворы

готовят непосредственно перед использованием.

Измеряют массовую концентрацию формальдегида в образце для контроля в режиме «Измерение», используя построенную градуировочную характеристику. Градуировка анализатора признаётся удовлетворительной, если отклонение полученных значений массовой концентрации формальдегида в соответствующей смеси от действительных значений не превышает 15 % во всём диапазоне значений массовой концентрации формальдегида.

Таблица 2 – Смеси для проверки приемлемости градуировочной характеристики

№ смеси	Компоненты	Объём, $см^3$	Массовая концентрация, $мг/дм^3$
1	Раствор по п. 10.3.4	5	
	Вода дистиллированная	до 100	0,5
2	Раствор по п. 10.3.4	2,5	
	Вода дистиллированная	до 100	0,25
3	Смесь № 1	20	
	Вода дистиллированная	до 100	0,1
4	Смесь № 1	10	
	Вода дистиллированная	до 100	0,05
5	Смесь № 1	5	
	Вода дистиллированная	до 100	0,025

11 Выполнение измерений

Одновременно анализирует не менее двух параллельных проб. При выполнении рутинных анализов допускается анализировать только одну параллельную пробу.

В колбу перегонного устройства (Приложение Б, Рисунок Б.1) помещают 25 $см^3$ пробы, добавляют 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты и отгоняют от 10 $см^3$ до 12 $см^3$ дистиллята. Затем колбу перегонного устройства добавляют дистиллированную воду по п. 10.3.1 (объём 10 – 12 $см^3$) и продолжают отгонку до получения 20 – 22 $см^3$ дистиллята. Дистиллят доводят до метки в мерной колбе вместимостью 25 $см^3$ дистиллированной водой по п. 10.3.1.

В сосуде с завинчивающейся крышкой (виалы) отбирают по 3 $см^3$ полученных растворов и добавляют по 2 $см^3$ раствора реагента по п. 10.3.2. Виалы помещают на водяную баню и нагревают 10 минут при 100 °С одновременно с растворами для градуировки анализатора. Растворы охлаждают и измеряют массовую концентрацию формальдегида в пробе в режиме «Измерение». Запрещается оставлять на длительное время

приготовленные растворы на свету.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается изменять объём отбираемой для отгонки пробы, а также исключить стадию отгонки формальдегида, если для данного типа рабочих проб получены положительные результаты контроля качества измерений (п. 15) с применением изменённой процедуры. Если пробу не перегоняют, то отбирают 3см^3 исходной пробы в пробирку с притёртой пробкой и проводят все операции, предусмотренные настоящем пунктом.

12 Обработка результатов измерений

За результат измерения массовой концентрации формальдегида в пробе принимают результат единичного измерения, выполненного по результатам измерений описанных в разделе 11, или среднее арифметическое значение результатов $n = 2$ параллельных определений, для которых выполняется условие:

$$X_{max} - X_{min} \leq 0{,}01 \cdot \overline{X} \cdot r, \qquad (1)$$

где, X_{max} - больший результат параллельного определения, мг/дм^3;

X_{min} - меньший результат параллельного определения, мг/дм^3;

$\overline{X}$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений, мг/дм^3;

r - значение предела повторяемости (Таблица 3), %.

При невыполнения условия (1) могут использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно ГОСТ ИСО 5725-6-2003 (Раздел 7).

Таблица 3 –Значения пределов повторяемости для доверительной вероятности $P = 0.95$

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
Питьевые воды	
от 0,02 до 0,5 включительно	22
Природные и сточные воды	
от 0,02 до 0,5 включительно	31

13 Оформление результатов измерений

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

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

где $\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов двух

параллельных определений, мг/дм^3;

$U(\overline{X})$ – значение показателя точности измерения (расширенная неопределённость измерений с коэффициентом охвата 2 для среднего арифметического двух параллельных определений), мг/дм^3:

$$U(\overline{X}) = 0{,}01 \cdot U_{отн.}(\overline{X}) \cdot \overline{X} \quad (2)$$

Значения $U_{отн.}(\overline{X})$ приведены в Таблице 1.

2. $X \pm U(X)$, мг/дм^3,

где $\overline{X}$ - единичный результат измерений, мг/дм^3;

$U(X)$ - значение показателя точности измерения (расширенная неопределённость измерений с коэффициентом охвата 2 для единичного результата измерений), мг/дм^3:

$$U(X) = 0{,}01 \cdot U_{отн.}(X) \cdot X \quad (3)$$

Значения $U_{отн.}(X)$ приведены в Таблице 1.

Допускается результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm U_n$, мг/дм^3

где, X – результат измерений, полученный в точном соответствии с прописью методики (единичный результат или среднее (среднее арифметическое или медиана) результатов параллельных определений), мг/дм^3;

U_n - значение показателя точности измерения (расширенная неопределённость измерений с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории для единичного результата или среднего арифметического параллельных определений, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/дм^3.

ПРИМЕЧАНИЕ При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают число результатов параллельных определений, использованных для расчёта результата измерений, а также способ определения результата измерений (среднее арифметическое значение или медиана).

14 Проверка совместимости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами единичных измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$X_{1,\,лаб.} - X_{2,\,лаб.} \le 0{,}01 \cdot X_{ср.} \cdot R \quad (4)$$

где, $X_{1,\,лаб.}$ – результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм^3;

$X_{2,\,лаб.}$ – результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм^3;

$X_{ср.}$ – среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм^3;

R – значение предела воспроизводимости (Таблица 4), %.

Если в каждой из двух лабораторий получено два результата параллельных определений то расхождение между средними арифметическими значениями, полученными в лабораториях, не должно превышать критической разницы $CD_{0,95}$ (Таблица 4):

$$\overline{X}_{1,\,лаб.} - \overline{X}_{2,\,лаб} \le 0{,}01 \cdot \overline{X}_{ср.} \cdot CD_{0,95} \qquad (5)$$

где, $\overline{X}_{1,\,лаб.}$ - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/дм^3;

$\overline{X}_{2,\,лаб.}$ - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/дм^3;

$\overline{X}_{ср.}$ - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/дм^3.

Таблица 4 – Значения пределов воспроизводимости и критической разности для доверительной вероятности *P = 0,95*

Диапазон измерений, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя единичными результатами, полученными в разных лабораториях), R, %	Критическая разность (относительное значение допускаемого расхождения между двумя средними арифметическими результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $CD_{0,95}$, %
Питьевые воды		
от 0,02 до 0,5 включительно	35	31
Природные и сточные воды		
от 0,02 до 0,5 включительно	48	43
ПРИМЕЧАНИЕ В рекомендациях РМГ 76 критическая разность называется пределом воспроизводимости для двух результатов анализа, и для неё используется обозначение R		

При невыполнении условий (4) и (5) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 5).

ПРИМЕЧАНИЕ При проведении межлабораторных сравнений необходимо строго соблюдать условия хранения и транспортирования проб, а также сроки их хранения (п. 10.1). Несоблюдения этого правила может быть причиной отрицательных результатов сличений.

15 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лабораториях

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лабораториях предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, прецизионности и показателей правильности.

Оперативный контроль процедуры выполнения измерений проводят путём сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ нормативом контроля $K_д$. Образцами для контроля являются рабочие пробы природных, сточных и питьевых вод. Объём отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объёму, необходимому для проведения анализа по методике. Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X' - X - C_д \quad (6)$$

где, X – результат контрольного измерения массовой концентрации формальдегида в рабочей пробе (п. 12), мг/дм^3;

X' - результат контрольного измерения массовой концентрации формальдегида в пробе с известной добавкой (п. 12), мг/дм^3;

$C_д$ - величина добавки формальдегида, мг/дм^3.

Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от содержания формальдегида в исходной пробе. Объём добавки не должен превышать 5 % объёма пробы. Если содержание формальдегида в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений, то величина добавки должна в 2 – 3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений.

Величину добавки ($C_д$, мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$C_д = \frac{C_o \cdot V_o}{V}, \quad (7)$$

где, C_o – массовая концентрация формальдегида в стандартном образце (аттестованной смеси), использованном для внесения добавки, мг/дм^3;

V_o – объём стандартного образца (аттестованной смеси), внесённого в качестве добавки, см^3;

V – объём пробы, см^3.

Норматив контроля $K_д$ рассчитывают по формуле:

$$K_д = \sqrt{U_{л,X}^2 + U_{л,X'}^2} \quad (8)$$

где, $U_{л,\ X}$ и $U_{л,\ X'}$ - показатели точности результатов измерений (расширенная неопределённость с коэффициентом охвата 2), установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации формальдегида в рабочей пробе и в пробе с добавкой

соответственно, мг/дм^3.

Если в лаборатории установлены значения расширенной относительной неопределённости

($\tilde{U}_{л,X}$ и $\tilde{U}_{л,X'}$), то значение $U_{л,X}$ и $\tilde{U}_{л,X'}$ вычисляют по формулам:

$$U_{л,X} = 0{,}01 \cdot \tilde{U}_{л,X} \cdot X \; ; \tilde{U}_{л,X'} = 0{,}01 \cdot \tilde{U}_{л,X'} \cdot X \qquad (9)$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \le K_д \qquad (10)$$

Если (10) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность контроля исполнителем процедуры измерений, а также реализуем процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ПРИМЕЧАНИЕ Допустимо показатели точности измерений при внедрений методики в лаборатории устанавливают на основе выражений:

$U_л$ = 0,84 · U (X) или $U_л$ = 0,84 · U ($\overline{X}$) в зависимости от числа выполняемых параллельных определений (значения U (X) и U ($\overline{X}$) вычисляют по формулам (2) и (3) соответственно), с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Приложение А

(*информационное*)

Бюджет неопределѐнности измерений

Бюджет неопределённости измерений приведён в таблицах А.1 и А.2.

Таблица А.1 - Бюджет неопределѐнности измерений (питьевые воды)

Источник неопределённости	Оценка типа	Стандартная относительная неопределённость, %
Опорное значение величины добавки u_1, %	В	1,5
Установления величины смещения методом добавок u_2, %	А	4,8
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях повторяемости* u_r, %	А	8,0
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности** $u_{I(O,E)}$), %	А	11,5
Суммарная стандартная относительная неопределённость, u_c, %		12,5
Расширенная относительная неопределённость $U_{отн.}$ (X) (коэффициент охвата $k = 2$) результата единичного измерения, %		25
Расширенная относительная неопределённость $U_{отн.}$ ($\overline{X}$) (коэффициент охвата $k = 2$) среднего арифметического результата двух параллельных определений, %		22
ПРИМЕЧАНИЕ 1 (*) Учтено при расчёте стандартного отклонения результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности ПРИМЕЧАНИЕ 2 (**) Факторы «оператор» и «оборудование»		

Таблица А.2 - Бюджет неопределѐнности измерений (природные и сточные воды)

Источник неопределённости	Оценка типа	Стандартная относительная неопределённость, %
Опорное значение величины добавки u_1, %	В	1,5
Установления величины смещения методом добавок u_2, %	А	7,5
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях повторяемости* u_r, %	А	11,0
Стандартное отклонение результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности** $u_{1(O,E)}$), %	А	15,0
Суммарная стандартная относительная неопределён-ность, u_c, %		17
Расширенная относительная неопределённость $U_{отн.}$ (X) (коэффициент охвата k = 2) результата единичного измерения, %		34
Расширенная относительная неопределённость $U_{отн.}$ ($\overline{X}$) (коэффициент охвата k = 2) среднего арифметического результата двух параллельных определений, %		30
ПРИМЕЧАНИЕ 1 (*) Учтено при расчёте стандартного отклонения результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности ПРИМЕЧАНИЕ 2 (**) Факторы «оператор» и «оборудование»		

Приложение Б

(информационное)

Схема установки для отгонки формальдегида

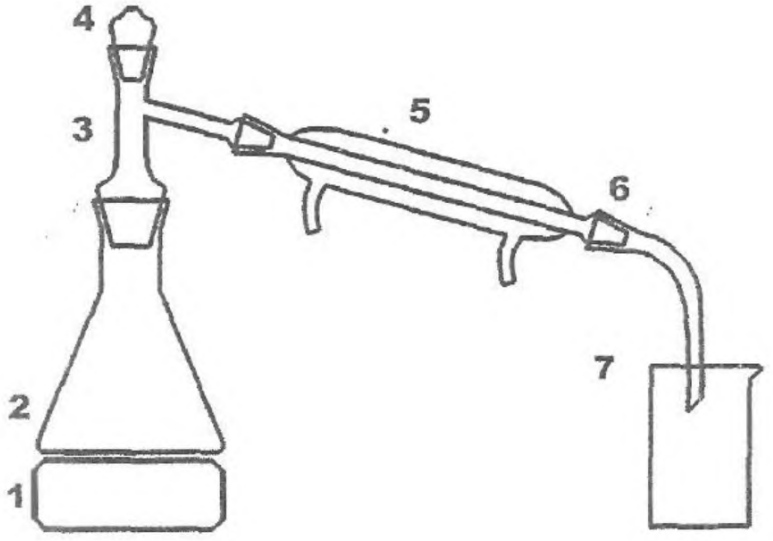


Рисунок Б.1 – Схема установки для отгонки формальдегида

1 – электроплитка, 2 – плоскодонная колба, 3 – насадка, 4 – пробка, 5 – холодильник, 6 – аллонж, 7 - приёмник

Приложение В

(информационное)

Подготовка химической посуды для выполнения измерений

При выполнении измерений массовой концентрации формальдегида необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

В.1 Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную серную кислоту или концентрированную азотную кислоту. КАТЕГОРИЧЕСКИ ЗАПРЕЩАЕТСЯ использовать для мытья соду, щёлочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь, а также смазывать шлифы любыми смазками.

В.2 Посуда предварительно отмывается водопроводной водой, затем в неё наливают приблизительно на ½ объёма кислоту (п.В.1) и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд. Пипетки заполняют кислотой выше метки. Затем посуду промывают дистиллированной водой не менее 5 раз.

В.3 Для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в стаканчик и из него набирают в пипетку. ЗАПРЕЩАЕТСЯ погружать пипетку во весь объём раствора.

В.4 Необходимо иметь отдельный набор посуды для определения формальдегида.

УДК 621.3.089.6 **МКС 17.020**

Ключевые слова: флуориметрический метод, массовой концентрации формальдегида, методика выполнения измерений

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 79 33 24

gost.e-ecolog.ru