ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55683— 2013

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания остаточного активного (общего) хлора на месте отбора проб

ISO 7393-3:1990
(NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор» и Закрытым акционерным обществом «Центр исследования и контроля воды»

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 октября 2013 г. № 1319-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 7393-3:1990 «Качество воды. Определение содержания свободного и общего хлора. Часть 3. Метод йодометрического титрования для определения содержания общего хлора» (ISO 7393-3:1990 «Water quality — Determination of free chlorine and total chlorine — Part 3: Iodometric titration method for the determination of total chlorine», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Отбор проб 2
5 Сущность метода 2
6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 2
7 Подготовка к проведению измерений 3
8 Порядок проведения измерений 6
9 Обработка результатов измерений 6
10 Метрологические характеристики 6
11 Контроль качества результатов измерений 7
12 Оформление результатов измерений 7
Библиография 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания остаточного активного (общего) хлора на месте отбора проб

Drinking water. Method for the determination of total chlorine in situ

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду (в том числе воду бассейнов) и устанавливает титриметрический метод определения массовой концентрации остаточного активного (общего) хлора от 0,15 до 2,0 мг/дм^3 на месте отбора проб.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый 5-водный. Технические условия

ГОСТ 28311—89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 31861—2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862—2012 Вода питьевая. Отбор проб

Издание официальное

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **остаточный свободный хлор** (free chlorine): Хлор, представленный в форме хлорноватистой кислоты, гипохлорит–ионов или элементарного растворенного хлора.

3.2 **остаточный связанный хлор** (combined chlorine): Хлор, представленный в форме хлораминов (монохлорамина, дихлорамина и трихлорида азота) и хлорированных органических азотсодержащих производных.

3.3 **остаточный активный (общий) хлор** (total chlorine, *synonym* — total residual chlorine): Суммарное содержание остаточного свободного и остаточного связанного хлора.

4 Отбор проб

Отбор проб воды проводят по ГОСТ 31861 и ГОСТ 31862. Объем отобранной пробы должен быть не менее 500 $см^3$ воды.

Пробы воды для определения массовой концентрации остаточного активного хлора не консервируют, определение следует проводить как можно скорее.

5 Сущность метода

Метод основан на количественном окислении иодида калия активным хлором до иода, который титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала в кислой среде (pH 4,5—6,2).

Мешающее влияние окислителей, в частности озона, перекиси водорода, диоксида хлора, устраняют соблюдением указанного диапазона pH среды.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Весы, обеспечивающие точность взвешивания со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,3 мг, и с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,6 мг и весы с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ± 10,0 мг по ГОСТ Р 53228.

pH-метр любого типа, обеспечивающий измерение pH с погрешностью не более ± 0,1 pH

Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-10-2, 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 или любого другого исполнения по ГОСТ 1770.

Пипетки градуированные 1-1-2-5, 1-1-2-10 или других типов и исполнений по ГОСТ 29227.

Дозаторы пипеточные переменного объема от 1 до 5 $см^3$ и от 2 до 10 $см^3$ с погрешностью дозирования не более ± 1 % по ГОСТ 28311.

Секундомер механический 2 класса точности.

Пипетка из полиэтилена высокого давления с замкнутым резервуаром (встроенной грушей) и со стандартным размером капли, длиной 150—200 мм, вместимостью до 3—5 $см^3$, например пипетка Пастера или Liquipette, калиброванная по 7.3.

Бюретка 1-1-2-10-0,02 или 1-1-2-10-0,05 по ГОСТ 29251 номинальной вместимостью 10 $см^3$ 2 класса точности.

Стандартный образец (далее — СО) массовой концентрации активного хлора или имитирующий его стандартный образец состава водного раствора иодата калия, например ГСО 7105—94, с относительной погрешностью аттестованного значения не более ±3 %.

Мензурки вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 1770 или стаканы (кружки) мерные вместимостью 100 и 500 см^3 из полипропилена.

Стаканы химические вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью 250 см^3 и 750 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы плоскодонные вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Электроплитки одноконфорочные по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий иодистый (далее — иодид калия) по ГОСТ 4232, х. ч.

Калий двухромовокислый (далее — бихромат калия) по ГОСТ 4220, ч. д. а. или стандарт-титр (фиксанал) калия двухромовокислого.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ос. ч

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а.

Натрий серноватистокислый 5-водный (далее — тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, х. ч. или стандарт-титр (фиксанал) тиосульфата натрия.

Натрий уксуснокислый 3-водный (далее — тригидрат ацетат натрия) по ГОСТ 199, ч. д. а.

Кислота салициловая, со значением массовой доли (содержания) основного вещества не менее 98 %.

Натрий углекислый (далее — карбонат натрия) по ГОСТ 83, х. ч.

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

7 Подготовка к проведению измерений

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

7.1 Приготовление растворов

7.1.1 Приготовление основного раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 0,1 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 25,0 г тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) в 200 см^3 дистиллированной воды, добавляют 0,2 г карбоната натрия и доводят до метки дистиллированной водой. В случае применения стандарт-титра (фиксанала) раствор готовят в соответствии с инструкцией по приготовлению.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла в защищенном от прямых солнечных лучей месте — не более 3 мес.

7.1.2 Приготовление рабочего раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 0,01 моль/дм^3

Раствор готовят разбавлением раствора по 7.1.1. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 100 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 (см. 7.1.1), добавляют 0,2 г карбоната натрия и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла — не более 3 мес.

7.1.3 Приготовление раствора бихромата калия молярной концентрации с (1/6 $K_2Cr_2O_7$) 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра (фиксанала) бихромата калия в соответствии с инструкцией по применению, разбавляя его до требуемой концентрации дистиллированной водой.

При отсутствии стандарт-титра (фиксанала) бихромата калия раствор готовят следующим способом: в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 4,90 г бихромата калия ($K_2Cr_2O_7$) в 200 см^3 дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла — не более 6 мес.

7.1.4 Приготовление раствора бихромата калия молярной концентрации с ($1/6\ K_2Cr_2O_7$) 0,01 моль/дм^3

Раствор готовят разбавлением в десять раз раствора, приготовленного по 7.1.3, дистиллированной водой. Например, в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 100 см^3 раствора бихромата калия (см. 7.1.3) и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла — не более 3 мес.

7.1.5 Приготовление раствора иодида калия с массовой долей 25 %

250 г иодида калия, проверенного по 7.4, растворяют в 750 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла — не более 3 мес.

7.1.6 Приготовление раствора иодида калия с массовой долей 10 %

Раствор готовят путем растворения 10,00 г иодида калия, проверенного по 7.4, в 90 см^3 дистиллированной воды или разбавлением в 2,5 раза раствора по 7.1.5. Например, в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 400 см^3 раствора иодида калия по 7.1.5 и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в емкости из темного стекла — не более 3 мес.

7.1.7 Приготовление раствора крахмала

В стакане смешивают 5,0 г растворимого крахмала и 100 см^3 холодной дистиллированной воды.

В плоскодонную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 900 см^3 дистиллированной воды и доводят ее до кипения, затем вливают подготовленный растворимый крахмал и кипятят 2—3 мин. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры и консервируют добавлением 1,0 г салициловой кислоты.

Срок хранения раствора в полиэтиленовой или стеклянной емкости при комнатной температуре — не более 5 сут, при температуре от 0 °С до 5 °С — не более 14 сут.

7.1.8 Приготовление раствора уксусной кислоты молярной концентрации с (CH_3COOH) 1 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 57 см^3 ледяной уксусной кислоты в 600—700 см^3 дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в стеклянной емкости — не более 6 мес.

7.1.9 Приготовление ацетатного буферного раствора pH (4,5 ± 0,1)

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 102 см^3 раствора уксусной кислоты, приготовленного по 7.1.8, добавляют 13,35 г тригидрата ацетата натрия ($CH_3COONa \cdot 3H_2O$) и доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора в стеклянной емкости — не более 3 мес. Рекомендуется периодически в период хранения и перед применением раствора проверять pH с использованием pH-метра. Если значение pH изменилось более чем на 0,2 единицы pH, то готовят новый буферный раствор.

7.1.10 Приготовление раствора серной кислоты, разбавленной 1:4

Прибавляют при перемешивании 1 объем концентрированной серной кислоты к 4 объемам дистиллированной воды. Например, в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 800 см^3 дистиллированной воды и осторожно при перемешивании добавляют 200 см^3 концентрированной серной кислоты.

Срок хранения раствора в стеклянной емкости — не более года.

7.2 Установление коэффициента поправки раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 0,01 моль/дм^3

7.2.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3, снабженную пришлифованной пробкой, градуированной пипеткой вносят 5 см^3 раствора иодида калия с массовой долей 10 % (см. 7.1.6) (или 0,5 г иодида калия и 2 см^3 дистиллированной воды), 5 см^3 раствора серной кислоты (см. 7.1.10), прибавляют градуированной пипеткой 9 см^3 раствора бихромата калия (см. 7.1.4), затем добавляют 80 см^3 дистиллированной воды. Колбу закрывают крышкой, перемешивают и ставят в темное место на 5 мин, после чего выделившийся иод титруют с использованием бюретки раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 (см. 7.1.2) до появления бледно-соломенного окрашивания, затем прибавляют 1 см^3 раствора крахмала, приготовленного по 7.1.7, и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Контроль исчезновения синей окраски проводят на фоне листа белой бумаги.

7.2.2 Коэффициент поправки раствора тиосульфата натрия K рассчитывают по формуле

$$K = \frac{V_1}{V}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора бихромата калия (в данном случае равен 9 см^3, см. 7.2.1), см^3;

V — объем раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование бихромата калия, см^3.

7.2.3 Титрование по процедуре 7.2.1 повторяют не менее трех раз и рассчитывают среднее арифметическое значение. При этом должно выполняться следующее условие

$$|K_{max} - K_{min}| \cdot 100\ \% \le r_к \cdot K_{ср}, \quad (2)$$

где K_{max}, K_{min} — наибольшее и наименьшее значения коэффициента поправки;

$r_к$ — значение предела повторяемости, равное 7 %;

$K_{ср}$ — среднее арифметическое значение коэффициента поправки.

Значение коэффициента поправки должно быть в пределах 0,97—1,03. Если значение коэффициента поправки выходит из указанных пределов, то раствор соответственно укрепляют (добавлением основного раствора тиосульфата натрия по 7.1.1) или разбавляют (добавлением дистиллированной воды). Коэффициент поправки определяют при приготовлении свежего раствора тиосульфата натрия, а также периодически в процессе его хранения — но не реже одного раза в месяц.

Примечание — После добавления в рабочий раствор тиосульфата натрия (см. 7.1.2) основного раствора (см. 7.1.1) или дистиллированной воды перед повторным определением коэффициента поправки, рабочий раствор необходимо выдержать не менее суток.

7.3 Калибровка пипеток, используемых для титрования при определении остаточного активного (общего) хлора на месте отбора проб

Калибровку пипеток проводят для установления объема капли. Объем капли устанавливают для новой пипетки, а также в случае получения неудовлетворительных результатов при проведении контроля качества результатов измерений по разделу 11.

Объем капли устанавливают индивидуально для каждого оператора и для конкретной пипетки. Для этого в мерный цилиндр номинальной вместимостью 10 см^3 капают 100 капель раствора тиосульфата натрия (см. 7.1.2), операцию повторяют не менее трех раз. Средний объем капли V_0, см^3, рассчитывают по формуле

$$V_0 = \frac{V_к}{n}, \quad (3)$$

где $V_к$ — суммарный объем капель, см^3;

n — количество капель.

По полученному значению среднего объема капли рассчитывают коэффициент пипетки $K_п$, мг, значение которого численно равно содержанию остаточного активного (общего) хлора, соответствующему одной капле раствора тиосульфата натрия (см. 7.1.2), по формуле

$$K_п = V_0 \cdot 0{,}3545 \cdot K, \quad (4)$$

где V_0 — средний объем капли, рассчитанный по формуле (3), см^3;

0,3545 — содержание остаточного активного (общего) хлора, соответствующее 1 см^3 раствора тиосульфата натрия (см. 7.1.2), мг/см^3;

K — коэффициент поправки раствора тиосульфата натрия (см. 7.1.2), установленный по 7.2.

7.4 Контроль качества иодида калия

Иодид калия проверяют по ГОСТ 4232 (подраздел 3.5) на соответствие требованиям и нормам, предъявляемым к данному реактиву.

7.5 Установление объема буферного раствора, достаточного для достижения требуемого значения pH в анализируемой пробе

Объем буферного раствора, необходимый для достижения требуемого интервала pH, устанавливают экспериментально для каждого типа источника водоснабжения. Для этого в стакан помещают 500 см^3 пробы анализируемой воды, электроды pH-метра и включают перемешивание, затем прибавляют 10 см^3 раствора иодида калия (см. 7.1.5) и градуированной пипеткой постепенно вводят буферный раствор (см. 7.1.9) до достижения значения pH от 4,5 до 6,2. Фиксируют добавленный объем буферного

раствора. При последующем определении остаточного активного (общего) хлора в пробе буферный раствор добавляют в объеме не меньше установленного значения.

8 Порядок проведения измерений

В коническую колбу вместимостью не менее 750 см^3 вносят мензуркой или мерной кружкой 500 см^3 пробы анализируемой воды, пипеточным дозатором добавляют 10 см^3 раствора иодида калия (см. 7.1.5), буферный раствор (см. 7.1.9), в количестве, установленном ранее по 7.5, и перемешивают, затем вносят 1 см^3 раствора крахмала (см. 7.1.7) и титруют выделившийся иод раствором тиосульфата натрия (см. 7.1.2) с использованием откалиброванной по 7.3 пипетки до исчезновения синей окраски. Контроль исчезновения синей окраски проводят на фоне чистого листа белой бумаги. Фиксируют общее количество капель раствора тиосульфата натрия, израсходованных на титрование.

Примечание — При определении остаточного активного хлора в пробе неизвестного состава допускается контролировать соответствие pH требуемому интервалу значений (см. 7.5) с помощью индикаторной бумаги.

9 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию остаточного активного (общего) хлора в пробе анализируемой воды на месте отбора $X_{мо}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_{мо} = \frac{K_п \cdot n \cdot 1000}{V}, \quad (5)$$

где $K_п$ — коэффициент пипетки, рассчитанный по 7.3, мг;

n — количество капель раствора тиосульфата натрия, израсходованных на титрование (см. раздел 8);

1000 — коэффициент объемного пересчета;

V — объем пробы анализируемой воды, взятый для анализа, см^3.

За окончательный результат определения массовой концентрации остаточного активного (общего) хлора в пробе воды принимают значение, вычисленное по формуле (5).

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и абсолютное значение характеристики погрешности, вычисленное в мг/дм^3 и округленное до двух значащих цифр.

10 Метрологические характеристики

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1 при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 1 — Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации остаточного активного (общего) хлора, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение расхождения между двумя результатами параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение расхождения между двумя единичными результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P = 0,95) ± δ, %
От 0,15 до 0,40 включ.	20	39	30
Св. 0,40 » 1,5 »	14	34	25
» 1,5 » 2,0 »	8	25	20

Примечания

1 Значение предела повторяемости используют для внутреннего контроля качества результатов измерений.

2 Установленные численные значения границ допускаемой относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2.

11 Контроль качества результатов измерений

11.1 Контроль стабильности результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6) или [1], используя методы контроля стабильности стандартного отклонения повторяемости и (или) воспроизводимости и контроля стабильности правильности рутинного анализа.

Средство контроля готовят из СО и анализируют в соответствии с требованиями раздела 8.

При построении контрольных карт для расчета пределов действия и предупреждения используют значения относительного стандартного отклонения повторяемости, ч, и относительного стандартного отклонения воспроизводимости, R, приведенные в таблице 2.

При неудовлетворительных результатах контроля, например превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов и проверяют работу оператора.

Периодичность проведения контроля стабильности результатов измерений устанавливают индивидуально для каждой лаборатории в соответствии с рекомендациями, приведенными в [1], раздел 6.

Таблица 2 — Характеристики стабильности результатов анализа

Диапазон измерений массовой концентрации остаточного активного (общего) хлора, мг/дм^3	Относительное стандартное отклонение повторяемости ч, %	Относительное стандартное отклонение воспроизводимости R, %
От 0,15 до 0,40 включ.	7	14
Св. 0,40 » 1,5 »	5	12
» 1,5 » 2,0 »	3	9

11.2 Оперативный контроль точности результатов измерений

При внедрении методики в практику работы лаборатории проводят контроль точности результатов измерений массовой концентрации остаточного активного (общего) хлора.

Образец для контроля точности готовят из СО (см. раздел 6) и анализируют в соответствии с требованиями раздела 8.

Полученный результат измерений массовой концентрации остаточного активного (общего) хлора X, мг/дм^3, не должен отличаться от значения массовой концентрации активного хлора в образце для контроля, рассчитанного по процедуре приготовления, μ, мг/дм^3, на величину норматива оперативного контроля точности K:

$$|X - \mu| \cdot 100\ \% < K \cdot \mu. \qquad (6)$$

Значения норматива оперативного контроля точности:

K = 30 % в диапазоне от 0,15 до 0,40 мг/дм^3 включительно;

K = 25 % в диапазоне св. 0,40 до 1,5 мг/дм^3 включительно;

K = 20 % в диапазоне св. 1,5 до 2,0 мг/дм^3 включительно.

При превышении норматива оперативного контроля точности эксперимент повторяют. В случае повторного превышения норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и принимают меры для их устранения.

12 Оформление результатов измерений

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

Результаты измерений массовой концентрации остаточного активного (общего) хлора X, мг/дм^3, представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта)

$$X \pm \Delta \text{ либо } X \pm U, \qquad (7)$$

где Δ — абсолютная погрешность измерений массовой концентрации остаточного активного хлора (P = 0,95), мг/дм^3, рассчитываемая по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \qquad (8)$$

где δ — относительная погрешность измерения массовой концентрации остаточного активного хлора по таблице 1, %;

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

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

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность (в процентах) при коэффициенте охвата $k = 2$ по таблице 1.

Допускается результат измерений представлять в виде

$$X \pm \Delta_{лаб}, \text{ мг/дм}^3, \quad (10)$$

при условии $\Delta_{лаб} < \Delta$, где $\Delta_{лаб}$ — значение показателя точности измерений (границы абсолютной погрешности измерений), установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений;

$$X \pm U_{лаб}, \text{ мг/дм}^3, \quad (11)$$

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

Библиография

[1] РМГ 76—2004 Рекомендации по межгосударственной стандартизации «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

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

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

УДК 543.63:544:632:006.354 ОКС 13.060.20 ОКП 01 3100

Ключевые слова: вода питьевая, методы испытаний, остаточный хлор, активный хлор, общий хлор, массовая концентрация, определение на месте отбора

Редактор *Д.М. Кульчицкий*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 30.06.2014. Подписано в печать 21.07.2014. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,25. Тираж 124 экз. Зак. 2721.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru