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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31859— 2012

ВОДА

Метод определения химического потребления кислорода

(ISO 15705:2002, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор» совместно с группой компаний «Люмэкс»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Техническим комитетом по стандартизации ТК 343 «Качество воды»)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Агентство «Армстандарт»
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ISO 15705:2002 Water quality — Determination of the chemical oxygen demand index (ST-COD) — Small-scale sealed-tube method (Качество воды. Определение индекса химического потребления кислорода. Маломасштабный метод герметичных пробирок).

Степень соответствия — неэквивалентная (NEQ).

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52708—2007 «Вода. Метод определения химического потребления кислорода»

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1618-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31859—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы 2
6 Отбор проб 3
7 Порядок подготовки к проведению измерений 3
8 Порядок проведения измерений 5
9 Правила обработки результатов измерений 6
10 Метрологические характеристики 6
11 Правила оформления результатов измерений 7
12 Контроль показателей качества результатов измерений 7
Приложение А (обязательное) Требования безопасности 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА

Метод определения химического потребления кислорода

Water. Method for determination of chemical oxygen demand

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

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

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования**

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

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

---

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

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

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

ГОСТ 30813—2002 Вода и водоподготовка. Термины и определения

ГОСТ 31861—2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862—2012 Вода питьевая. Отбору проб

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 ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

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

3.1

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

[ГОСТ 27065—86, статья 29]

4 Сущность метода

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

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

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

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

Требования безопасности при проведении измерений приведены в приложении А.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

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

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

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

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

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 высокого или специального класса точности с ценой деления (дискретностью отсчета) 0,1 мг и наибольшим пределом взвешивания 220 г.

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

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 2-го класса точности.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 $см^3$.

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

Государственный (межгосударственный) стандартный образец (ГСО) бихроматной окисляемости с погрешностью аттестованного значения не более ± 2 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Сульфат ртути (II), х. ч. или ч. д. а.

Сульфат серебра, х. ч. или ч. д. а.

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

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

6 Отбор проб

Пробы воды отбирают по ГОСТ 31861, ГОСТ 31862, ГОСТ 17.1.5.05.

Для отбора, транспортирования и хранения проб воды используют емкости из стекла или полимерных материалов с навинчивающейся или пришлифованной пробкой. Емкости из полимерных материалов используют только для хранения замороженных проб воды при температуре минус 20 °С. Объем отбираемой пробы воды — не менее 100 $см^3$.

Отбор проб проводят в день выполнения анализа. Если пробы воды хранят до проведения анализа, то их подкисляют до pH меньше 2 разбавленной серной кислотой (см. 7.3.3), добавляя 10 $см^3$ кислоты в расчете на 1000 $см^3$ пробы. При этом пробы воды хранят при температуре от 2 °С до 8 °С не более 5 сут в защищенном от света месте.

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

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

7 Порядок подготовки к проведению измерений

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

7.2 Подготовка реакционных сосудов

Из новой партии реакционных сосудов отбирают методом случайной выборки от 5 % до 10 % всего количества реакционных сосудов, но не менее трех штук. В каждый сосуд помещают по 5 $см^3$ дистиллированной воды. Реакционный сосуд закрывают крышкой и проверяют на отсутствие видимых невооруженным глазом пузырьков воздуха в дистиллированной воде. При наличии пузырьков их удаляют легким постукиванием по стенке реакционного сосуда. Измеряют оптическую плотность дистиллированной воды в реакционном сосуде при длине волны 440 или 600 нм в зависимости от предполагаемого диапазона измерения значений ХПК (см. раздел 4).

Если измеренные значения оптической плотности дистиллированной воды в каждом реакционном сосуде отличаются не более чем на 0,01 единицы оптической плотности, то всю партию реакционных сосудов используют для проведения измерений ХПК.

Если измеренные значения оптической плотности дистиллированной воды в реакционных сосудах отличаются более чем на 0,01 единицы оптической плотности, то проводят сплошной контроль всей партии реакционных сосудов, отбирая для проведения измерений ХПК те из них, которые по значению оптической плотности отличаются друг от друга не более чем на 0,01 единицы оптической плотности.

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

7.3 Приготовление вспомогательных растворов

7.3.1 Раствор бихромата калия для измерения значений ХПК в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм^3

Бихромат калия высушивают при (105 ± 5) °С в течение 2 ч. Навеску 4,90 г высушенного бихромата калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки. Молярная концентрация эквивалента бихромата калия составляет 0,1 моль/дм^3.

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

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

7.3.2 Раствор бихромата калия для измерения значений ХПК в диапазоне от 80 до 800 мг О/дм^3

Бихромат калия высушивают при (105 ± 5) °С в течение 2 ч. Навеску 24,52 г высушенного бихромата калия, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки. Молярная концентрация эквивалента бихромата калия составляет 0,5 моль/дм^3.

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

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

7.3.3 Раствор серной кислоты молярной концентрации 4 моль/дм^3

В стеклянный стакан вместимостью 1000 см^3 помещают около 700 см^3 дистиллированной воды, осторожно добавляют при перемешивании 220 см^3 концентрированной серной кислоты, охлаждают и доводят объем раствора в стакане дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора — не более 12 мес.

7.3.4 Раствор серной кислоты молярной концентрации 1,8 моль/дм^3

В стеклянный стакан вместимостью 1000 см^3 помещают 180 см^3 дистиллированной воды, осторожно добавляют при перемешивании 20 см^3 концентрированной серной кислоты.

Срок хранения раствора — не более 12 мес.

7.3.5 Раствор сульфата ртути (II) в серной кислоте

Растворяют в стеклянной емкости 50 г сульфата ртути (II) в 200 см^3 раствора серной кислоты (см. 7.3.4). Срок хранения раствора в стеклянной емкости — не более 12 мес.

7.3.6 Раствор сульфата серебра в серной кислоте

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

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

7.3.7 Реагент для заполнения реакционных сосудов при измерении значений ХПК в диапазоне от 10 до 160 мгО/дм^3

Перед началом работы в реакционный сосуд пипеткой или дозатором вносят 0,5 см^3 раствора бихромата калия (см. 7.3.1), осторожно добавляют 2,5 см^3 раствора сульфата серебра (см. 7.3.6), затем 0,2 см^3 раствора сульфата ртути (II) (см. 7.3.5). Допускается добавлять 0,05 г сухой соли сульфата ртути (II) вместо раствора сульфата ртути (II). Смесь осторожно перемешивают вращательными движениями или с использованием любого перемешивающего устройства, затем закрывают сосуд крышкой. Реакционные сосуды, заполненные реагентом, хранят в светонепроницаемой таре в защищенном от света месте при температуре от 2 °С до 8 °С.

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

7.3.8 Реагент для заполнения реакционных сосудов при измерении значений ХПК в диапазоне от 80 до 800 мгО/дм^3

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

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

7.3.9 При использовании реагентов (см. 7.3.7 и 7.3.8) допускается увеличивать объемы растворов бихромата калия и сульфата серебра в 2 раза при одновременном увеличении объема аликвотной порции пробы воды до 4 $см^3$ (см. 8.1) при условии, что после введения пробы воды свободное пространство в реакционном сосуде над жидкостью составляет не менее 10 %—15 % высоты сосуда.

7.4 Приготовление градуировочных растворов

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

Основной раствор для измерения ХПК готовят из ГСО бихроматной окисляемости в соответствии с инструкцией по применению. Например при использовании ГСО бихроматной окисляемости с аттестованным значением ХПК 10000 мгО/$дм^3$, в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят мерной пипеткой 5 $см^3$ ГСО бихроматной окисляемости и доводят объем в колбе дистиллированной водой до метки. Раствор стабилен в течение 1 мес при хранении в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С.

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

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

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

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

Растворы используют в день приготовления.

7.5 Градуировка анализатора

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

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

8 Порядок проведения измерений

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

9 Правила обработки результатов измерений

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

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

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

$$K_р = \frac{V_р}{V_а}, \quad (1)$$

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Диапазон измеряемых значений ХПК, мгО/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, %	Показатель точности (границы* допускаемой относительной погрешности при вероятности P = 0,95) ± δ, %
От 10 до 50 включ.	25	36	30
Св. 50 » 200 »	17	28	20
» 200	14	19	15

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

11 Правила оформления результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025. Результат измерения представляют в виде

$$X \pm \Delta, \text{ мгО/дм}^3, \quad (3)$$

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

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

Значения Δ вычисляют по формуле

$$\Delta = 0{,}01X\delta, \quad (4)$$

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

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

12 Контроль показателей качества результатов измерений

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

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

$$X'_{max} - X''_{min} \le 0{,}01X_{ср}R, \quad (5)$$

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

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

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

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

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

Приложение А
(обязательное)

Требования безопасности

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

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

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

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

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

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

УДК 663.6:006.354 МКС 13.060.50 ТН ВЭД 220100000 220110000 NEQ

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

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

Сдано в набор 11.02.2014. Подписано в печать 18.02.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,15. Тираж 158 экз. Зак. 248.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru