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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31857— 2012

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания поверхностно-активных веществ

(ISO 7875-1:1996, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной 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», Закрытым акционерным обществом «Центр исследования и контроля воды»

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ISO 7875-1:1996 Water quality — Determination of surfactants — Part 1: Determination of anionic surfactants by measurement of the methylene blue index (MBAS) (Качество воды. Определение поверхностно-активных веществ. Часть 1. Определение анионных поверхностно-активных веществ измерением индекса метиленового синего).

Степень соответствия — неэквивалентная (NEQ).

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51211—98 «Вода питьевая. Методы определения содержания поверхностно-активных веществ»

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1615-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31857—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 Метод 1 2
4 Метод 2 7
5 Метод 3 10
Приложение А (обязательное) Подготовка хлороформа для измерений по методам 1 и 2 13
Библиография 14

Поправка к ГОСТ 31857—2012 Вода питьевая. Методы определения содержания поверхностно-активных веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 3. Таблица согласования	—	Узбекистан | UZ | Узстандарт

(ИУС № 7 2015 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения содержания поверхностно-активных веществ

Drinking water. Methods for determination of surfactants content

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду, в том числе расфасованную в емкости, природные (поверхностные и подземные) воды, в том числе источники питьевого водоснабжения (далее — питьевая вода) и устанавливает следующие методы определения массовой концентрации поверхностно-активных веществ:

- флуориметрический метод определения содержания анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ) в питьевой воде в диапазоне массовой концентрации 0,025—2,0 мг/дм^3 без разбавления пробы (метод 1). Метод может применяться для определения более высоких содержаний АПАВ после разбавления анализируемой пробы воды, но не более, чем в 100 раз;
- флуориметрический метод определения содержания катионных поверхностно-активных веществ (КПАВ) в питьевой воде в диапазоне массовой концентрации 0,01—2,0 мг/дм^3 без разбавления пробы (метод 2);
- спектрофотометрический метод определения содержания анионных поверхностно-активных веществ в питьевой воде в диапазоне массовой концентрации 0,015—0,25 мг/дм^3 (метод 3). Метод может применяться для определения более высоких содержаний АПАВ после разбавления анализируемой пробы воды, но не более чем в 100 раз.

Метод 3 является арбитражным при определении АПАВ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Реактивы. Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

* 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».

Издание официальное

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

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

ГОСТ 31861—2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862—2012 Вода питьевая. Отбор 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 Метод 1

3.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции из пробы воды хлороформом ионных пар анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ) с красителем акридиновый желтый и определении концентрации АПАВ по интенсивности флуоресценции полученного экстракта.

3.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы

Флуориметр, спектрофлуориметр или анализатор жидкости флуоресцентный (далее — прибор), позволяющий регистрировать флуоресценцию в области спектра 500—550 нм при возбуждении в области 430—470 нм с допускаемой погрешностью измерения ±10 %.

Государственный (межгосударственный) стандартный образец (ГСО) состава анионных поверхностно-активных веществ, содержащий 0,1 г додецилсульфата натрия.

Весы лабораторные* с наибольшим пределом взвешивания 220 г, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,75 мг.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 25, 100 и 1000 $см^3$, 2-го класса точности.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$, 2-го класса точности, исполнений 1, 2 и 6.

Стаканы лабораторные термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 500 и 1000 $см^3$.

Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 $см^3$.

Воронки делительные по ГОСТ 25336 вместимостью 50 $см^3$.

Фильтры обеззоленные «красная лента».

Бумага индикаторная универсальная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хлороформ, х. ч. или ч. д. а. При необходимости (приложение А) хлороформ очищают.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 (плотность 1,19 $г/см^3$), х. ч.

Краситель акридиновый желтый, ч.

3.3 Отбор проб

Пробы питьевой воды отбирают по ГОСТ 31862 и ГОСТ 31861 в емкости из стекла.

Объем пробы воды для определения массовой концентрации АПАВ должен быть не менее 100 $см^3$.

Срок хранения пробы от момента отбора пробы до проведения измерений не должен превышать одних суток при комнатной температуре.

Фильтровать пробу не допускается.

---

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

Для воды, расфасованной в емкости, сроки и температурные условия хранения должны соответствовать требованиям, указанным в нормативном документе* на готовую продукцию.

3.4 Порядок подготовки к проведению измерений

3.4.1 Стеклянную посуду моют без применения составов, содержащих поверхностно-активные вещества.

3.4.2 Приготовление раствора красителя массовой концентрации 0,1 г/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят навеску 10,0 мг акридинового желтого, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор при наличии осадка следует отфильтровать через фильтр «красная лента». Раствор пригоден для использования в течение 1 мес при хранении в стеклянной емкости в темноте при комнатной температуре.

3.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты с объемной долей 1 %

В стакан из термостойкого стекла вносят 250 см^3 дистиллированной воды и медленно, при перемешивании, добавляют 5 см^3 соляной кислоты и затем разбавляют дистиллированной водой до 500 см^3. Срок хранения — не более 6 мес.

3.4.4 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 5 %

В стакан вносят 250 см^3 дистиллированной воды и медленно добавляют 25 г гидроокиси натрия при тщательном перемешивании. После полного растворения гидроокиси натрия добавляют еще 225 см^3 дистиллированной воды. Раствор пригоден для использования в течение 3 мес при хранении в емкости из полимерного материала при комнатной температуре.

3.4.5 Приготовление растворов АПАВ

3.4.5.1 Раствор АПАВ массовой концентрации 100 мг/дм^3 готовят из государственного стандартного образца состава АПАВ путем растворения содержимого ампулы (0,1 г) в 1000 см^3 дистиллированной воды. Раствор пригоден для использования в течение 1 мес при хранении при комнатной температуре.

3.4.5.2 Градуировочный раствор АПАВ массовой концентрации 1,0 мг/дм^3 готовят разбавлением 1,0 см^3 раствора АПАВ концентрации 100 мг/дм^3 в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводя объем до метки дистиллированной водой.

Раствор используют в день приготовления.

3.4.6 Подготовка прибора к измерениям и его градуировка

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

Возбуждение флуоресценции проводится в интервале длин волн 430—470 нм, регистрация флуоресценции — в интервале 500—550 нм. При наличии технической возможности длины волн возбуждения и регистрации флуоресценции выбирают в указанном диапазоне таким образом, чтобы обеспечить достижение наибольшего значения градуировочного коэффициента при градуировке прибора (см. 3.4.6.6).

3.4.6.2 Градуировку прибора осуществляют измерением интенсивности флуоресценции экстрактов градуировочного раствора и холостой пробы.

3.4.6.3 Для приготовления экстракта градуировочного раствора в делительную воронку вместимостью 50 см^3 помещают 5,0 см^3 раствора АПАВ массовой концентрации 1,0 мг/дм^3 по 3.4.5.2, добавляют 4,0 см^3 дистиллированной воды, 1,0 см^3 раствора соляной кислоты по 3.4.3, 1,0 см^3 раствора красителя по 3.4.2, 5,0 см^3 хлороформа и проводят экстракцию в течение 1 мин путем интенсивного встряхивания делительной воронки. После разделения фаз 2,5—3,0 см^3 экстракта (нижнего слоя) помещают в кювету прибора и измеряют интенсивность флуоресценции градуировочного раствора $I_{1,\,гр}$ или используют приготовленный экстракт для градуировки по 3.4.6.5.

Следует избегать попадания водной фазы в экстракт.

3.4.6.4 Экстракт холостой пробы готовят, используя вместо стандартного раствора АПАВ дистиллированную воду. В делительную воронку помещают 9,0 см^3 дистиллированной воды, 1,0 см^3 раствора соляной кислоты по 3.4.3, 1,0 см^3 раствора красителя и 5,0 см^3 хлороформа. После разделения фаз 2,5—3,0 см^3 экстракта (нижнего слоя) помещают в кювету прибора и измеряют интенсивность флуоресценции $I_{1,0}$ или используют приготовленный экстракт для градуировки по 3.4.6.5.

Следует избегать попадания водной фазы в экстракт.

---

* В Российской Федерации — требованиям ГОСТ Р 52109—2003 «Вода питьевая, расфасованная в емкости. Общие технические условия», который переоформляется в межгосударственный стандарт.

3.4.6.5 Если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, то градуировочную характеристику устанавливают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора, используя экстракт градуировочного раствора по 3.4.6.3 и экстракт холостой пробы по 3.4.6.4.

3.4.6.6 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации рассчитывают градуировочный коэффициент f_1 по формуле

$$f_1 = \frac{c_{1,\,гр}}{I_{1,\,гр} - I_{1,0}}, \qquad (1)$$

где $c_{1,\,гр}$ — массовая концентрация АПАВ в градуировочном растворе ($c_{гр}$ = 1 мг/дм^3);

$I_{1,\,гр}$ — интенсивность флуоресценции экстракта градуировочного раствора по 3.4.6.3, отн. ед.;

$I_{1,0}$ — интенсивность флуоресценции экстракта холостой пробы по 3.4.6.4, отн. ед.

3.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с каждой серией измерений (испытаний) с использованием контрольного образца. Контрольным образцом является свежеприготовленный раствор АПАВ массовой концентрации от 0,025 до 2 мг/дм^3, полученный путем разбавления государственного стандартного образца или раствора АПАВ по 3.4.5.1. Подготовку контрольного образца к измерениям проводят по 3.4.6.3. Измеряют интенсивность флуоресценции экстракта контрольного образца по 3.4.6.3 и, используя установленную по 3.4.6.5 или 3.4.6.6 градуировочную характеристику, по измеренному значению интенсивности флуоресценции находят массовую концентрацию АПАВ в контрольном образце согласно 3.7.1 или 3.7.2. Градуировочную характеристику признают стабильной, если выполняется условие

$$100\,\frac{|C_{к,\,изм} - C_к|}{C_к} \le 0{,}7\delta, \qquad (2)$$

где $C_{к,\,изм}$ — измеренное значение массовой концентрации АПАВ в контрольном образце, мг/дм^3;

$C_к$ — действительное значение массовой концентрации АПАВ в контрольном образце, мг/дм^3;

δ — границы интервала, в которых погрешность измерений АПАВ находятся с доверительной вероятностью P = 0,95, по таблице 1.

Если условие стабильности не выполняется, то проводят повторное измерение этого контрольного образца, заново подготовив его к измерениям по 3.4.6.3. Результаты повторных измерений считают окончательными.

При этом если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется, то градуировку прибора проводят заново. Градуировку также проводят после ремонта или долгого простоя прибора и смене партий реактивов.

3.6 Порядок проведения измерений

3.6.1 Используя универсальную индикаторную бумагу, определяют pH пробы воды, отобранной по 3.3. pH пробы должен быть в пределах 3—8 ед. Если pH отличается от указанного значения, его корректируют добавлением раствора гидроокиси натрия по 3.4.4 или раствора соляной кислоты по 3.4.3. Помещают 5,0 см^3 пробы воды и 4,0 см^3 дистиллированной воды в делительную воронку вместимостью 50 см^3. Затем в делительную воронку с пробой добавляют 1,0 см^3 раствора соляной кислоты по 3.4.3, 1,0 см^3 раствора красителя по 3.4.2, 5,0 см^3 хлороформа и проводят экстракцию в течение 1 мин путем интенсивного встряхивания делительной воронки. После разделения фаз отбирают в кювету 2,5—3,0 см^3 экстракта (нижнего слоя) и измеряют интенсивность флуоресценции $I_{1,\,изм}$ или массовую концентрацию АПАВ $c_{1,\,изм}$ при помощи прибора.

3.6.2 При ожидаемом содержании АПАВ менее 0,1 мг/дм^3 рекомендуется увеличение объема пробы до 20 см^3. В этом случае пробу помещают в делительную воронку вместимостью 50 см^3, устанавливают значение pH в пределах 3—8 ед. по 3.6.1, добавляют 2,0 см^3 раствора соляной кислоты по 3.4.3, после чего пробу обрабатывают по 3.6.1, начиная с добавления 1,0 см^3 раствора красителя.

3.6.3 Если измеренная массовая концентрация АПАВ превышает 2 мг/дм^3, то пробу воды разбавляют дистиллированной водой таким образом, чтобы массовая концентрация АПАВ в экстракте разбавленной пробы составляла от 0,1 до 2,0 мг/дм^3, и повторяют определение по 3.6.1 с разбавленной пробой.

3.7 Обработка результатов измерений

3.7.1 При использовании прибора, снабженного компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, массовую концентрацию АПАВ в экстракте $c_{изм}$, мг/дм^3, определяют на приборе в процессе измерения.

3.7.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массовую концентрацию АПАВ в экстракте $c_{1,\,изм}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$c_{1,\,изм} = f_1(I_{1,\,изм} - I_{1,0}), \qquad (3)$$

где f_1 — градуировочный коэффициент, рассчитанный по 3.4.6.6;

$I_{1,\,изм}$ — интенсивность флуоресценции экстракта пробы, измеренная прибором по 3.6.1, отн. ед.;

$I_{1,0}$ — интенсивность флуоресценции экстракта холостой пробы, измеренная прибором по 3.4.6.4, отн. ед.

3.7.3 Массовую концентрацию АПАВ в пробе воды $c_А$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$c_А = c_{1,\,изм}\, K_р\, K_э, \qquad (4)$$

где $c_{1,\,изм}$ — массовая концентрация АПАВ в экстракте, измеренная по 3.7.1 или рассчитанная по 3.7.2, мг/дм^3;

$K_р$ — коэффициент разбавления пробы по 3.6.3, который рассчитывают по формуле

$$K_р = \frac{V_к}{V_а}, \qquad (5)$$

где $V_к$ — объем разбавленной пробы по 3.6.3, см^3;

$V_а$ — объем аликвоты пробы анализируемой воды, взятый для разбавления по 3.6.3, см^3.

Если пробу не разбавляют, то $K_р = 1$.

$K_э$ — коэффициент концентрирования пробы при экстракции. Если объем пробы 5 см^3, то $K_э = 1$; при объеме пробы 20 см^3 $K_э = 0{,}25$ (см. 3.6.2).

3.7.4 За результат определения массовой концентрации АПАВ X, мг/дм^3, принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений $c_{1,1}$ и $c_{1,2}$ в двух аликвотах пробы воды. Приемлемость результатов определения оценивают исходя из условия

$$200\,\frac{|c_{1,1} - c_{1,2}|}{(c_{1,1} + c_{1,2})} \le r, \qquad (6)$$

где r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1). Для разбавленной по 3.6.3 пробы значение r выбирают в соответствии со значением массовой концентрации АПАВ в разбавленной пробе.

При невыполнении условия (6) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2) и рекомендации [1].

Примечание — При получении результатов измерений в двух лабораториях $c_{1,1лаб}$ и $c_{1,2лаб}$ результат измерений считают удовлетворительным при выполнении условия

$$200\,\frac{|c_{1,1\,лаб} - c_{1,2\,лаб}|}{(c_{1,1\,лаб} + c_{1,2\,лаб})} \le R, \qquad (7)$$

где R — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 1). Для разбавленной по 3.6.3 пробы значение R выбирают в соответствии со значением массовой концентрации АПАВ в разбавленной пробе.

При невыполнении условия (7) для проверки прецизионности в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.2.2; 5.3.2.2) и рекомендации [1].

3.8 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Диапазон измеряемой массовой концентрации АПАВ, мг/дм^3	Показатель точности (границы* интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P = 0,95) ± δ, %	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, %
От 0,025 до 0,1 включ.	36	31	50
Св. 0,1 » 1,0 »	26	22	36
» 1,0 » 2,0 »	20	17	28

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

3.9 Контроль показателей качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 6) или рекомендаций [2].

3.10 Оформление результатов измерений

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

Результаты измерений содержания АПАВ в анализируемой пробе X, мг/дм^3, представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта)

$$\overline{C} \pm \Delta, \text{ либо } \overline{C} \pm U, \tag{8}$$

где $\overline{C}$ — результат измерений, полученный в соответствии с процедурой по 3.7, мг/дм^3;

Δ — границы интервала, в которых абсолютная погрешность измерений АПАВ находится с доверительной вероятностью P = 0,95, рассчитываемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01\delta\overline{C}, \tag{9}$$

где δ — границы интервала, в которых погрешность измерений АПАВ находится с доверительной вероятностью P = 0,95 (см. таблицу 1), %. При этом для разбавленной по 3.6.3 пробы значение δ выбирают в соответствии со значением массовой концентрации АПАВ в разбавленной пробе;

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

$$U = 0{,}01\, U_{отн}\, \overline{C}, \tag{10}$$

где $U_{отн}$ — расширенная неопределенность (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2 по таблице 1. При этом для разбавленной по 3.6.3 пробы значение $U_{отн}$ выбирают в соответствии со значением массовой концентрации АПАВ в разбавленной пробе.

Допускается результат измерений представлять в виде

$$\overline{C} \pm \Delta_{лаб}, \text{ мг/дм}^3 \tag{11}$$

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

$$\overline{C} \pm U_{лаб}, \text{ мг/дм}^3 \tag{12}$$

при условии $U_{лаб} < U$, где $U_{лаб}$ — значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории с учетом [3] или [4] и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

Примечание — При необходимости (в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2) для результата измерения $\overline{C}$ указывается количество параллельных определений и способ установления результата измерений.

4 Метод 2

4.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции из пробы воды хлороформом ионных пар катионных поверхностно-активных веществ (КПАВ) с красителем (эозин) и определении массовой концентрации КПАВ по интенсивности флуоресценции полученного экстракта.

4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы — по 3.2 со следующими уточнениями:

флуориметр, спектрофлуориметр или анализатор жидкости флуоресцентный (далее — прибор), позволяющий регистрировать флуоресценцию в области спектра 545—570 нм при возбуждении в области 500—530 нм с допускаемой погрешностью измерения ±10 %;

ГСО состава катионных поверхностно-активных веществ, содержащий 0,1 г цетилпиридиния;

пробирки мерные по ГОСТ 1770 с делениями Г2-10-0,1 ХС;

ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.;

натрий тетраборнокислый, 10-водный по ГОСТ 4199, ч. д. а.;

краситель эозин, ч. д. а.

4.3 Отбор проб — по 3.3.

4.4 Порядок подготовки к проведению измерений

4.4.1 Подготовка посуды — по 3.4.1.

4.4.2 Приготовление раствора красителя массовой концентрации 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят точную навеску 10,0 мг эозина, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор при наличии осадка следует отфильтровать через фильтр «красная лента». Раствор пригоден для использования в течение 2 мес при хранении в стеклянной емкости в темноте при комнатной температуре.

Приготовление раствора красителя массовой концентрации 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 5,0 см^3 раствора эозина массовой концентрации 100 мг/дм^3 и доводят объем до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 7 сут при хранении в стеклянной емкости в темноте при комнатной температуре.

4.4.3 Приготовление раствора соляной кислоты с объемной долей 1 % — по 3.4.3.

4.4.4 Приготовление раствора натрия тетраборнокислого молярной концентрации 0,05 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 вносят навеску 3,8 г натрия тетраборнокислого 10-водного, растворяют в дистиллированной воде и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 2 мес при хранении в емкости из полимерного материала при комнатной температуре.

4.4.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 5 % — по 3.4.4.

4.4.6 Приготовление растворов КПАВ

4.4.6.1 Раствор КПАВ массовой концентрации 100 мг/дм^3 готовят из государственного стандартного образца состава КПАВ путем растворения содержимого ампулы (0,1 г) в 1000 см^3 дистиллированной воды. Раствор пригоден для использования в течение 1 мес при хранении при комнатной температуре.

4.4.6.2 Градуировочный раствор КПАВ массовой концентрации 1,0 мг/дм^3 готовят разбавлением 1,0 см^3 раствора КПАВ массовой концентрации 100 мг/дм^3 в мерной колбе вместимостью 100 см^3, доводя объем до метки дистиллированной водой.

Раствор используют в день приготовления.

4.4.7 Подготовка прибора к измерениям и его градуировка

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

Возбуждение флуоресценции проводится в интервале длин волн интервале 500—530 нм, регистрация флуоресценции — в интервале 545—570 нм. При наличии технической возможности длины волн возбуждения и регистрации флуоресценции выбирают в указанном диапазоне таким образом, чтобы обеспечить достижение наибольшего значения градуировочного коэффициента при градуировке прибора (см. 4.4.7.6).

4.4.7.2 Градуировку прибора осуществляют измерением интенсивности флуоресценции экстрактов градуировочного раствора и холостой пробы.

4.4.7.3 Для приготовления экстракта градуировочного раствора в делительную воронку вместимостью 50 см^3 помещают 5,0 см^3 раствора КПАВ массовой концентрации 1,0 мг/дм^3 по 4.4.6.2, добавляют

2,0 см^3 раствора натрия тетраборнокислого по 4.4.4, 0,5 см^3 раствора красителя массовой концентрации 10 мг/дм^3 по 4.4.2, 5,0 см^3 хлороформа и проводят экстракцию в течение 30 с путем интенсивного встряхивания делительной воронки. После разделения фаз отбирают 4,0 см^3 экстракта (нижнего слоя) в пробирку, смешивают с 1,0 см^3 ацетона и 2,5—3,0 см^3 смеси помещают в кювету прибора. Измеряют интенсивность флуоресценции экстракта градуировочного раствора $I_{2,\,гр}$ или используют приготовленный экстракт для градуировки по 4.4.7.5.

Следует избегать попадания водной фазы в смесь хлороформа и ацетона.

4.4.7.4 Экстракт холостой пробы готовят, используя вместо стандартного раствора КПАВ дистиллированную воду. В делительную воронку помещают 5,0 см^3 дистиллированной воды, 0,5 см^3 раствора красителя массовой концентрации 10 мг/дм^3 по 4.4.2, 2,0 см^3 раствора натрия тетраборнокислого по 4.4.4 и 5,0 см^3 хлороформа, проводят экстракцию в течение 30 с путем интенсивного встряхивания делительной воронки. После разделения фаз отбирают 4,0 см^3 экстракта (нижнего слоя) в пробирку, смешивают с 1,0 см^3 ацетона и 2,5—3,0 см^3 смеси помещают в кювету прибора. Измеряют интенсивность фоновой флуоресценции $I_{2,0}$ или используют этот экстракт для градуировки по 4.4.7.5.

4.4.7.5 Если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, то градуировочную характеристику устанавливают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора, используя экстракт градуировочного раствора по 4.4.7.3 и экстракт холостой пробы по 4.4.7.4.

4.4.7.6 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации рассчитывают градуировочный коэффициент f_2 по формуле

$$f_2 = \frac{c_{2,\,гр}}{I_{2,\,гр} - I_{2,0}}, \qquad (13)$$

где $c_{2,\,гр}$ — массовая концентрация КПАВ в градуировочном растворе ($c_{2,\,гр}$ = 1 мг/дм^3);

$I_{2,\,гр}$ — интенсивность флуоресценции экстракта градуировочного раствора, измеренная по 4.4.7.3, отн. ед.;

$I_{2,0}$ — интенсивность флуоресценции экстракта холостой пробы, измеренная по 4.4.7.4, отн. ед.

4.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики — аналогично 3.5 с использованием контрольного раствора КПАВ массовой концентрации от 0,04 до 2,0 мг/дм^3 и значений границ относительной погрешности измерений по таблице 2.

4.6 Порядок проведения измерений

4.6.1 Используя универсальную индикаторную бумагу, определяют pH пробы воды, отобранной по 4.3. pH должен быть в пределах 5—9 ед. Если pH пробы отличается от указанного значения, его корректируют добавлением раствора гидроокиси натрия по 4.4.5 или раствора соляной кислоты по 4.4.3. Пробу воды объемом 5 см^3 (ожидаемая массовая концентрация КПАВ не менее 0,1 мг/дм^3) или 20 см^3 (ожидаемая массовая концентрация КПАВ менее 0,1 мг/дм^3) помещают в делительную воронку вместимостью 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 раствора красителя массовой концентрации 10 мг/дм^3 по 4.4.2, 2,0 см^3 раствора натрия тетраборнокислого по 4.4.4, 5,0 см^3 хлороформа и проводят экстракцию в течение 30 с путем интенсивного встряхивания делительной воронки. После разделения фаз отбирают 4 см^3 экстракта (нижнего слоя) в пробирку, смешивают с 1,0 см^3 ацетона и, отбирая в кювету 2,0—3,0 см^3 полученного раствора, измеряют интенсивность флуоресценции $I_{2,\,изм}$ или массовую концентрацию КПАВ $c_{к,\,изм}$ при помощи приборов.

4.6.2 Если измеренная массовая концентрация КПАВ превышает 2 мг/дм^3, то экстракт (5,0 см^3) разбавляют хлороформом до метки в мерной колбе вместимостью 25 см^3 и повторно проводят измерение. Если после экстракции водный слой не окрашен, определение необходимо повторить с новой порцией пробы воды, добавляя больший объем красителя (2,0—5,0 см^3).

4.7 Обработка результатов измерений

4.7.1 При использовании прибора, снабженного компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации массовую концентрацию КПАВ в экстракте $c_{2,\,изм}$, мг/дм^3, определяют на приборе в процессе измерения.

4.7.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массовую концентрацию КПАВ в экстракте $c_{2,\,изм}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$c_{2,\,изм} = f_2(I_{2,\,изм} - I_{2,0}), \qquad (14)$$

где f_2 — градуировочный коэффициент, рассчитанный по 4.4.7.6;

$I_{2,\,изм}$ — интенсивность флуоресценции экстракта пробы, измеренная прибором по 4.6.1, отн. ед.;

$I_{2,0}$ — интенсивность флуоресценции экстракта холостой пробы, измеренная прибором по 4.4.7.4, отн. ед.

4.7.3 Массовую концентрацию КПАВ в пробе воды c_2, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$c_2 = c_{2,\text{изм}} K_\text{р} K_\text{э}, \quad (15)$$

где $c_{2,\text{изм}}$ — массовая концентрация КПАВ в экстракте, измеренная по 4.7.1 или рассчитанная по 4.7.2, мг/дм^3;

$K_\text{р}$ — коэффициент разбавления экстракта. Если экстракт не разбавляют, то $K_\text{р}$ = 1; при разбавлении экстракта до 25 см^3 $K_\text{р}$ = 5;

$K_\text{э}$ — коэффициент концентрирования пробы при экстракции. Если объем пробы 5 см^3, то $K_\text{э}$ = 1; при объеме пробы 20 см^3 $K_\text{э}$ = 0,25.

4.7.4 За результат определения массовой концентрации КПАВ X, мг/дм^3, принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений $c_{2,1}$ и $c_{2,2}$ в двух аликвотах пробы воды. Приемлемость результатов определения оценивают исходя из условия

$$200\,\frac{|c_{2,1} - c_{2,2}|}{(c_{2,1} + c_{2,2})} \le r, \quad (16)$$

где r — значение предела повторяемости (см. таблицу 2).

При невыполнении условия (16) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 и рекомендации [1].

Примечание — При получении результатов измерений в двух лабораториях $c_{2,1\text{лаб}}$ и $c_{2,2\text{лаб}}$ результат измерений считают удовлетворительным при выполнении условия

$$200\,\frac{|c_{2,1\,\text{лаб}} - c_{2,2\,\text{лаб}}|}{(c_{2,1\,\text{лаб}} + c_{2,2\,\text{лаб}})} \le R, \quad (17)$$

где R — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 2).

При невыполнении условия (17) для проверки прецизионности в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.2.2; 5.3.2.2) и рекомендации [1].

4.8 Метрологические характеристики

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

Таблица 2

Диапазон измеряемой массовой концентрации КПАВ, мг/дм^3	Показатель точности (границы* интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P = 0,95) $\pm\,\delta$, %	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, %
От 0,01 до 0,1 включ.	30	25	42
Св. 0,1 » 1,0 »	25	19	35
» 1,0 » 2,0 »	20	14	28
* Установленные численные значения границ интервала для погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности $U_\text{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2.			

4.9 Контроль показателей качества результатов измерений — по 3.9.

4.10 Оформление результатов измерений — аналогично 3.10, при этом используют результаты по 4.7 и метрологические характеристики по таблице 2.

5 Метод 3

5.1 Сущность метода

Метод основан на образовании в щелочной среде ионных пар анионных поверхностно-активных веществ (АПАВ) с метиленовым синим, экстракции этих ионных пар хлороформом с последующей обработкой полученного экстракта кислотой для устранения мешающих факторов и измерении оптической плотности полученного экстракта при длине волны 650 нм.

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы — по 3.2 со следующими уточнениями:

спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий проводить измерения оптической плотности при длине волны 650 нм с допускаемой погрешностью измерения не более ±2 %;

pH-метр лабораторный с пределом допускаемых значений погрешности измерений ±0,1 ед. pH;

дозаторы медицинские лабораторные по ГОСТ 28311;

колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 25, 50,100 и 1000 см^3, 2-го класса точности;

цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 5, 10, 100 и 1000 см^3, 2-го класса точности;

стаканы химические по ГОСТ 25336 вместимостью 1000 и 2000 см^3;

кислота серная по ГОСТ 4204 (плотность 1,83 г/см^3), х. ч.;

калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198, ч. д. а.;

метиленовый синий, ч.

5.3 Отбор проб — по 3.3, при этом объем пробы воды должен быть не менее 200 см^3.

При необходимости пробу консервируют добавлением 2—4 см^3 хлороформа на 1 дм^3 пробы. Срок хранения законсервированной пробы — не более 1 сут при температуре от 2 °С до 5 °С.

5.4 Порядок подготовки к проведению измерений

5.4.1 Подготовка посуды — по 3.4.1.

5.4.2 Приготовление нейтрального раствора метиленового синего

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 0,35 г метиленового синего, добавляют 500 см^3 дистиллированной воды и оставляют на 24 ч до полного растворения навески. Содержимое колбы перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 6 мес при хранении при комнатной температуре.

5.4.3 Приготовление кислого раствора метиленового синего

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 0,35 г метиленового синего, растворяют его в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют к раствору 6,5 см^3 серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят за 24 ч до использования. Раствор пригоден для использования в течение 6 мес при хранении при комнатной температуре.

5.4.4 Приготовление фосфатного буферного раствора

16,33 г калия фосфорнокислого помещают в стакан вместимостью 2000 см^3 и растворяют его в 1200 см^3 дистиллированной воды, отмеривая воду цилиндром. Затем помещают в стакан вместимостью 1000 см^3 5,04 г гидроокиси натрия и растворяют ее в 630 см^3 дистиллированной воды, отмеривая воду цилиндром. Оба раствора смешивают в стакане вместимостью 2000 см^3, доливая водный раствор гидроокиси натрия в раствор фосфорнокислого калия, и выдерживают в течение суток. Измеряют pH-метром значение pH полученного буферного раствора. pH раствора должен быть равен (10 ± 0,1) ед. pH. При необходимости доводят значение pH до указанного, прибавляя небольшими порциями раствор фосфорнокислого калия или раствор гидроокиси натрия.

Раствор хранят при температуре 2 °С—8 °С в емкости из темного стекла не более 1 мес.

5.4.5 Готовят растворы АПАВ по 3.4.5.1 и 3.4.5.2.

5.4.6 Приготовление градуировочных растворов АПАВ

Для приготовления градуировочных растворов АПАВ в шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают, отмеривая пипетками соответствующей вместимости, 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 25,0 см^3 раствора АПАВ массовой концентрации 1 мг/дм^3 по 5.4.5 и доводят объемы растворов в каждой колбе до метки дистиллированной водой. Одну колбу наполняют до метки дистиллированной водой, раствор АПАВ не помещают (холостая проба). Массовая концентрация додецилсульфата натрия в приготовленных градуировочных растворах $c_{гр}$ (мг/дм^3) составляет соответственно 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1 и 0,25 мг/дм^3. Градуировочные растворы используют в день приготовления.

5.4.7 Подготовку спектрофотометра (фотоколориметра) к измерениям проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

5.5 Порядок проведения измерений

5.5.1 Обработка проб воды, градуировочных растворов и холостой пробы

5.5.1.1 Каждую пробу, включая градуировочные растворы и холостую пробу (100 см^3 дистиллированной воды), обрабатывают следующим образом: 100 см^3 каждого испытуемого раствора помещают в делительную воронку вместимостью 250 см^3, пипеткой или дозатором добавляют 10 см^3 фосфатного буферного раствора по 5.4.4 и 5 см^3 нейтрального раствора метиленового синего по 5.4.2. Содержимое воронки перемешивают и добавляют 10 см^3 хлороформа. Смесь интенсивно встряхивают в течение 2 мин и после расслоения фаз нижний слой сливают в другую делительную воронку, содержащую 100 см^3 дистиллированной воды и 5 см^3 кислого раствора метиленового синего по 5.4.3. Содержимое второй воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин и оставляют для расслоения фаз, затем нижний слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см^3 через воронку с ватой, смоченной хлороформом.

5.5.1.2 В первую делительную воронку вновь наливают 10 см^3 хлороформа и повторяют операции экстрагирования по 5.5.1.1. Нижний слой сливают в одну и ту же мерную колбу.

5.5.1.3 В первую делительную воронку добавляют 5 см^3 хлороформа и повторяют операции экстрагирования по 5.5.1.1. Объединенные в мерной колбе три порции экстракта доводят до метки хлороформом, содержимое колбы перемешивают и измеряют оптическую плотность экстракта D относительно хлороформа на спектрофотометре или фотоколориметре при длине волны 650 нм в кюветах толщиной слоя 30 мм.

Значение оптической плотности экстракта холостой пробы D_0 относительно хлороформа не должно превышать 0,060 единиц оптической плотности.

Значение оптической плотности D анализируемого раствора рассчитывают по формуле

$$D = D_{изм} - D_{о}. \quad (18)$$

5.5.2 Рассчитывают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений D.

5.5.3 Устанавливают градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от массовой концентрации АПАВ $c_{гр}$, мг/дм^3, используя программное обеспечение к прибору или рассчитывают градуировочный коэффициент f_3 по формуле

$$f_3 = \frac{\sum_{i=1}^{n}(c_i - \bar{c})(D_i - \bar{D})}{\sum_{i=1}^{n}(D_i - \bar{D})^2}, \quad (19)$$

где c_i — массовая концентрация АПАВ i-го градуировочного раствора по 5.4.6, мг/дм^3;

$\bar{c}$ — среднеарифметическое значение массовых концентраций АПАВ градуировочных растворов по 5.4.6, мг/дм^3;

D_i — оптическая плотность экстракта i-го градуировочного раствора по 5.5.1.3, рассчитанная по 5.5.2;

$\bar{D}$ — среднеарифметическое значение оптических плотностей экстрактов градуировочных растворов по 5.5.1.3.

5.5.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят с каждой серией измерений (испытаний) с использованием контрольного образца. Контрольным образцом является один из свежеприготовленных градуировочных растворов (см. 5.4.6). Подготовку контрольного образца к измерениям проводят по 5.5.1.1—5.5.1.3. Измеряют оптическую плотность экстракта контрольного образца по 5.5.2 и, используя установленную по 5.5.3 градуировочную характеристику, по измеренному значению оптической плотности находят массовую концентрацию АПАВ в контрольном образце по 5.6.1.

Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия (2).

Если условие стабильности не выполняется, то проводят повторное измерение заново приготовленного этого же контрольного образца. При этом если условие стабильности градуировочной характеристики вновь не выполняется, то выявляют причину появления нестабильности и устраняют ее, после чего проводят проверку стабильности еще раз не менее чем по двум градуировочным растворам. При повторении нестабильности заново устанавливают градуировочную характеристику. Градуировку прибора проводят также после ремонта прибора и при смене партий реактивов.

5.6 Обработка результатов измерений

5.6.1 Массовую концентрацию АПАВ в пробе воды c_3, мг/дм^3, рассчитывают с использованием программного обеспечения к прибору или по формуле

$$c_3 = f_3 D, \quad (20)$$

где f_3 — градуировочный коэффициент, рассчитанный по 5.5.3;

D — оптическая плотность экстракта исследуемой пробы воды, рассчитанная по формуле (18) (см. 5.5.1.3).

5.6.2 За результат определения массовой концентрации АПАВ X, мг/дм^3, принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений $c_{3,1}$ и $c_{3,2}$ в двух аликвотах пробы воды. Приемлемость результатов определения оценивают, исходя из условия

$$|c_{3,1} - c_{3,2}| \le r, \quad (21)$$

где r — значение предела повторяемости (см. таблицу 3).

При невыполнении условия (21) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2) и рекомендации [1].

Примечание — При получении результатов измерений в двух лабораториях $c_{3,1\,лаб}$ и $c_{3,2\,лаб}$ результат измерений считают удовлетворительным при выполнении условия

$$|c_{3,1\,лаб} - c_{3,2\,лаб}| \le R, \quad (22)$$

где R — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 3).

При невыполнении условия (22) для проверки прецизионности в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.2.2; 5.3.2.2) и рекомендации [1].

5.7 Метрологические характеристики

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

Таблица 3

Диапазон измеряемой массовой концентрации АПАВ, мг/дм^3	Показатель точности (границы* интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью P = 0,95), ± Δ, мг/дм^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, мг/дм^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, мг/дм^3
От 0,015 до 0,1 включ.	$0{,}003 + 0{,}18c_3$	$0{,}002 + 0{,}22c_3$	$0{,}003 + 0{,}31c_3$
Св. 0,1 » 0,25 »	$0{,}01 + 0{,}11c_3$	$0{,}014 + 0{,}06c_3$	$0{,}02 + 0{,}09c_3$
* Установленные численные значения границ интервала для погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности $U_{отн}$ (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2.			

5.8 Контроль показателей качества результатов измерений — по 3.9.

5.9 Оформление результатов измерений — аналогично 3.10, при этом используют результаты по 5.6 и метрологические характеристики по таблице 3.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка хлороформа для измерений по методам 1 и 2

А.1 Некоторые партии хлороформа могут содержать примеси, приводящие к нестабильности интенсивности люминесценции экстрактов градуировочных растворов и проб, приготовленных по 3.4.6.3 и 3.6.1 (метод 1) или 4.4.7.3 и 4.6.1 (метод 2). Признаком этого является не прекращающийся более 2 мин дрейф значений интенсивности люминесценции, как правило, в сторону меньших значений.

А.2 Для очистки хлороформ помещают в делительную воронку соответствующей вместимости и 2—3 раза промывают дистиллированной водой из расчета 50—60 $см^3$ на 1000 $см^3$ хлороформа. Водные слои отбрасывают.

Хлороформ переносят в емкость из темного стекла и выдерживают 12 ч над слоем безводного хлористого кальция.

А.3 Высушенный (см. А.2) хлороформ перегоняют, собирая фракцию, кипящую при температуре 60 °С—62 °С.

Срок хранения перегнанного хлороформа — не более 14 сут. Для длительного хранения хлороформ стабилизируют, добавляя в него перегнанный этиловый спирт (этанол) из расчета 5 $см^3$ на 1000 $см^3$ хлороформа.

Библиография

[1] Рекомендация МИ 2881—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа», ФГУП «УНИИМ», г. Екатеринбург, 2004 г.

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

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

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

* Действуют в Российской Федерации.

УДК 663.6:006.354 МКС 13.060.50 ТН ВЭД 220100000 220110000 NEQ

Ключевые слова: питьевая вода, методы определения, анионные поверхностно-активные вещества, катионные поверхностно-активные вещества, флуориметрия, фотометрия, спектрофотомерия, испытания

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

Сдано в набор 06.02.2014. Подписано в печать 21.02.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 168 экз. Зак. 309.

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

gost.e-ecolog.ru