ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52991— 2008

ВОДА

Методы определения содержания общего и растворенного органического углерода

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН рабочей группой специалистов Закрытого акционерного общества «РОСА» и филиала Открытого акционерного общества «Территориальная генерирующая компания № 9» — «Инженерно-технический центр Свердловской области»

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 29 октября 2008 г. № 272-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений международного стандарта ИСО 8245:1999 «Качество воды. Руководство по определению общего органического углерода (TOC) и растворенного органического углерода (DOC)» (ISO 8245:1999 «Water quality — Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)»)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2009

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 2
3 Термины, определения и сокращения 3
4 Отбор проб 3
5 Метод 1 3
6 Метод 2 11
Приложение А (справочное) Информация о соответствии терминов по настоящему стандарту терминам, установленным ИСО 8245:1999 13
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОДА

Методы определения содержания общего и растворенного органического углерода

Water. Methods for determination of total and dissolved organic carbon

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все типы воды, в том числе питьевую, расфасованную в емкости, и устанавливает методы определения содержания общего и растворенного органического углерода в диапазоне от 1 до 1000 мг/дм^3 с использованием анализаторов углерода, принцип действия которых основан на высокотемпературном каталитическом окислении соединений углерода, находящихся в пробе воды, и обеспечивает:

- раздельное определение содержания общего углерода и общего неорганического углерода с последующим вычислением содержания общего органического углерода по разности между содержанием общего углерода и содержанием общего неорганического углерода (метод 1);

- предварительное полное удаление общего неорганического углерода из пробы воды с последующим определением содержания общего органического углерода (метод 2). Метод 2 применяют, когда предполагаемое содержание общего неорганического углерода в пробе воды выше или сопоставимо с содержанием общего органического углерода.

Если содержание общего или растворенного органического углерода превышает верхнюю границу указанного диапазона, допускается разбавление пробы, но не более чем в 100 раз.

Примечания

1 Легколетучие органические вещества, например бензол, толуол, циклогексан и хлороформ, частично теряются вместе с диоксидом углерода при его удалении путем продувания воздухом после окисления пробы.

2 Методы настоящего стандарта не предназначены для получения информации о природе органических соединений, присутствующих в воде.

Издание официальное

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 51592—2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593—2000 Вода питьевая. Отбор проб

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

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Реактивы. Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

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

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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, определения и сокращения

В настоящем стандарте применены термины с соответствующими определениями:

3.1 **общий углерод;** ОУ: Углерод, присутствующий в воде в виде органических и неорганических соединений, включая элементарный углерод.

3.2 **общий неорганический углерод;** ОНУ: Углерод, присутствующий в воде в виде неорганических соединений: карбонатов, гидрокарбонатов, элементарного углерода, диоксида углерода (IV), оксида углерода (II), цианатов, цианидов и тиоцианатов.

Примечание — Анализаторы углерода обычно определяют содержание неорганического углерода в виде диоксида углерода (IV), находящегося в пробе газированной воды и/или выделяющегося при разложении гидрокарбонатов и карбонатов из пробы газированной и негазированной воды.

3.3 **общий органический углерод;** ООУ: Углерод, присутствующий в воде в виде органических соединений в растворенном и нерастворенном состоянии.

3.4 **растворенный органический углерод;** РОУ: Углерод, присутствующий в воде в виде органических соединений, проходящих при фильтровании через мембранный фильтр с порами диаметром 0,45 мкм.

3.5 **растворенный неорганический углерод;** РНУ: Углерод, присутствующий в воде в растворенном состоянии, в основном в виде карбонатов и гидрокарбонатов.

3.6 **общий растворенный углерод;** ОРУ: Углерод, присутствующий в воде в виде растворенного органического углерода и растворенного неорганического углерода.

Примечание — Информация о соответствии терминов по настоящему стандарту терминам, установленным в [1], приведена в приложении А.

4 Отбор проб

Пробу воды отбирают в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51592, ГОСТ Р 51593 и ГОСТ 17.1.5.05 в стеклянные герметично закрывающиеся емкости, заполняя их доверху.

Объем отбираемой пробы — не менее 100 $см^3$. Отобранную пробу воды анализируют, как правило, в течение одних суток.

Если нет возможности проанализировать воду в течение суток с момента отбора, то пробу консервируют, добавляя 0,1 $см^3$ ортофосфорной кислоты на 100 $см^3$ пробы, и хранят при температуре 2 °С — 8 °С не более 30 сут.

5 Метод 1

5.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в окислении соединений углерода, находящихся в пробе воды, при температуре от 550 °С до 1000 °С в присутствии кислорода или кислородсодержащего газа и катализатора до диоксида углерода (IV) и

последующем определении общего и неорганического углерода с использованием детектора инфракрасного излучения.

Допускается определять содержание общего и неорганического углерода в пробе воды путем восстановления диоксида углерода (IV) до метана с использованием пламенно-ионизационного детектора.

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Анализатор углерода любого типа, снабженный высокотемпературным окислительным реактором, обеспечивающим окисление соединений углерода, находящихся в пробе воды, кислородом или кислородсодержащим газом в присутствии катализатора при температуре от 550 °С до 1000 °С; детектором инфракрасного излучения или пламенно-ионизационным; устройствами для автоматизированного окисления пробы воды и регистрации и обработки результатов испытаний.

Весы лабораторные общего назначения, высокого или специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 или 210 г и ценой деления (дискретностью отсчета) 0,1 мг по ГОСТ 24104.

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 5 $см^3$ по ГОСТ 29227 или ГОСТ 29228.

Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 0,1; 1; 2; 5; 10; 20; 25 $см^3$ по ГОСТ 29169.

Колбы мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Устройство для перемешивания (например, магнитная мешалка с подогревом, ультразвуковая ванна, встряхиватель).

Установка для деионизации воды или бидистиллятор.

Установка для фильтрования, снабженная водоструйным или формвакуумным насосом.

Компрессор сжатого воздуха любого типа.

Фильтры мембранные с порами диаметром 0,45 мкм.

Бумажные фильтры «белая лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или деионизированная.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Калий фталевокислый кислый фиксанал или калий фталевокислый кислый безводный, х.ч.

Натрий углекислый кислый (гидрокарбонат натрия $NaHCO_3$) по ГОСТ 4201, х.ч.

Натрий углекислый (карбонат натрия Na_2CO_3) по ГОСТ 83, х.ч.

Кислота соляная (фиксанал) или кислота соляная концентрированная по ГОСТ 14261, о.с.ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч.д.а.

Силикагель технический по ГОСТ 3956.

Бумага индикаторная универсальная.

Кислород газообразный особой чистоты с объемной долей кислорода не менее 99,999 % или воздух нулевой степени загрязнения, получаемый с помощью компрессора и установки дополнительной очистки, или синтетический воздух (с

содержанием углеводородов менее 0,1 мг/кг и диоксида углерода (IV) менее 1 мг/кг).

Примечание — Допускается применять другие средства измерений (в том числе типы детекторов), оборудование и материалы с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

5.3 Порядок подготовки к проведению измерений

5.3.1 Подготовка воды для лабораторного анализа

Для промывания анализатора, разбавления проб и приготовления градуировочных и других растворов используют дистиллированную или деионизованную воду, в которой содержание общего органического углерода не превышает: 0,3 мг/дм^3 при концентрациях менее 10 мг/дм^3; 0,5 мг/дм^3 — в диапазоне от 10 до 100 мг/дм^3; 1,0 мг/дм^3 — более 100 мг/дм^3.

Подготовку воды, соответствующей установленным требованиям, проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора углерода.

5.3.2 Приготовление основного раствора калия фталевокислого кислого с массовой концентрацией общего углерода 1000 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 1,078 г калия фталевокислого кислого, растворяют в воде (см. 5.3.1) и доводят объем раствора до метки этой же водой.

Раствор хранят в плотно закрытой емкости при температуре 2 °С — 8 °С не более 6 мес.

5.3.3 Приготовление рабочего раствора калия фталевокислого кислого с массовой концентрацией общего углерода 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 основного раствора калия фталевокислого кислого (см. 5.3.2), доводят объем раствора до метки водой (см. 5.3.1) и перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой емкости при температуре 2 °С — 8 °С не более 3 мес.

5.3.4 Приготовление основного раствора карбоната и гидрокарбоната натрия с массовой концентрацией неорганического углерода 1000 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 4,41 г высушенного карбоната натрия и растворяют в 500 см^3 воды (см. 5.3.1). Затем добавляют 3,5 г высушенного гидрокарбоната натрия, доводят объем раствора до метки этой же водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в плотно закрытой емкости при комнатной температуре не более 6 мес.

Примечание — Карбонат натрия (Na_2CO_3) высушивают при температуре 285 °С в течение 1 ч; гидрокарбонат натрия ($NaHCO_3$) высушивают при комнатной температуре в эксикаторе над силикагелем в течение не менее 24 ч.

5.3.5 Приготовление рабочего раствора ортофосфорной кислоты

Для приготовления рабочего раствора ортофосфорной кислоты необходимо к одному объему воды по 5.3.1 добавить один объем ортофосфорной кислоты и перемешать.

Раствор готовят по мере необходимости заполнения реактора анализатора.

5.3.6 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

Раствор соляной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 готовят из фиксанала соляной кислоты (или стандарт-титра хлористоводородной кислоты) в соответствии с инструкцией по приготовлению.

Допускается раствор соляной кислоты готовить из концентрированной соляной кислоты следующим образом: в мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 4,6 см^3 кислоты и доводят водой по 5.3.1 до метки.

Раствор хранят при температуре окружающей среды не более 6 мес.

5.3.7 Приготовление градуировочных растворов массовой концентрации неорганического углерода в диапазоне от 1,0 до 50 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 основного раствора карбоната и гидрокарбоната натрия с массовой концентрацией неорганического углерода 1000 мг/дм^3 (см. 5.3.4), доводят объем раствора до метки водой по 5.3.1 и перемешивают. Массовая концентрация неорганического углерода в полученных градуировочных растворах составляет соответственно 1,0; 5,0; 10; 20; 30; 40; 50 мг/дм^3.

Растворы хранят в плотно закрытой емкости при температуре 2 °С — 8 °С не более 3 мес.

5.3.8 Приготовление градуировочных растворов массовой концентрации общего углерода в диапазоне от 10 до 250 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 10,0; 20,0; 25,0 см^3 основного раствора калия фталевокислого кислого с массовой концентрацией общего углерода 1000 мг/дм^3 (см. 5.3.2), доводят объем раствора до метки водой по 5.3.1 и перемешивают. Массовая концентрация общего углерода в градуировочных растворах составляет соответственно 10, 20, 40, 50, 100, 200, 250 мг/дм^3.

Растворы хранят в плотно закрытой емкости при температуре 2 °С — 8 °С не более 3 мес.

5.3.9 Приготовление градуировочных растворов массовой концентрации общего углерода в диапазоне от 1 до 10 мг/дм^3

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0;10,0 см^3 рабочего раствора калия фталевокислого кислого с массовой концентрацией общего углерода 100 мг/дм^3 (см. 5.3.3) , доводят объем раствора до метки водой по 5.3.1 и перемешивают. Массовая концентрация общего углерода в градуировочных растворах составляет соответственно 1, 2, 4, 5, 6, 8, 10 мг/дм^3.

Растворы хранят в плотно закрытой емкости при температуре 2 °С — 8 °С не более 1 мес.

5.4 Подготовка анализатора углерода

Подготовку анализатора углерода осуществляют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

5.5 Установление градуировочной характеристики анализатора углерода и контроль стабильности градуировочной характеристики

5.5.1 Установление градуировочной характеристики анализатора углерода, выражающей зависимость площади или высоты выходного сигнала от содержания углерода в пробе воды, проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора углерода.

В качестве холостой пробы используют воду по 5.3.1.

Устанавливают градуировочные характеристики во всем диапазоне измерения массовых концентраций общего и неорганического углерода.

5.5.2 Каждый градуировочный раствор анализируют отдельно в порядке возрастания содержания углерода (в зависимости от предполагаемого содержания общего углерода — см. 5.3.8 или 5.3.9) и неорганического углерода (см. 5.3.7). Устанавливают две градуировочные характеристики, выражающие зависимости площадей (высот) выходного сигнала от содержания общего и неорганического углерода соответственно.

Каждый градуировочный раствор анализируют не менее двух раз.

5.5.3 Контроль стабильности градуировочных характеристик

Проверку стабильности каждой из градуировочных характеристик по 5.5.2 проводят по результатам анализа одного из градуировочных растворов по 5.3.7, 5.3.8 или 5.3.9 соответственно с каждой серией (или через 20 — 30 анализов пробы воды) дважды: в начале и в конце серии анализов.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении условия

$$100\,\frac{|X_{гр} - C|}{C} \le K_{гр}, \qquad (1)$$

где $X_{гр}$ — массовая концентрация углерода (общего или неорганического) в градуировочном растворе, полученная при контрольном измерении, мг/дм^3;

C — массовая концентрация углерода (общего или неорганического) в градуировочном растворе по 5.3.7, 5.3.8 или 5.3.9 соответственно, мг/дм^3;

$K_{гр}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, установленный в лаборатории при реализации метода, %. Допускается использовать значение $K_{гр} = 0{,}84\delta$, где δ — значение показателя точности (см. таблицу 1).

Если условие (1) не выполняется, то проводят повторное измерение для этого градуировочного раствора (свежеприготовленного). Если градуировочная характеристика вновь нестабильна, выясняют причины нестабильности, устраняют их и повторяют контроль с использованием не менее двух других свежеприготовленных градуировочных растворов. При повторном обнаружении нестабильности устанавливают новую градуировочную характеристику.

5.6 Подготовка пробы анализируемой воды

5.6.1 Если анализируемая проба сточной воды содержит осадок или взвешенные вещества, то ее фильтруют через бумажный фильтр «белая лента», предварительно промытый горячей водой по 5.3.1. Питьевую воду и воду природных источников при наличии в ней взвешенных веществ отстаивают в холодильнике при температуре 2 °С — 8 °С в течение 6 — 10 ч.

Если возможности анализатора углерода позволяют анализировать воду, содержащую крупные частицы или взвешенные вещества, то при определении общего органического углерода неоднородную по составу пробу гомогенизируют в ультразвуковой ванне или путем интенсивного встряхивания с помощью других устройств. Чтобы убедиться в том, что проба воды является гомогенной, сравнивают результаты анализа после нескольких способов гомогенизации пробы воды с различной продолжительностью гомогенизации.

5.6.2 При испытаниях газированной воды проводят предварительное удаление диоксида углерода, например, продувая пробу воды воздухом, или кипячени-

ем с перемешиванием, или с использованием ультразвуковой ванны. В случае большого количества карбонатов и гидрокарбонатов к пробе воды добавляют соляную кислоту до pH = 2 (контроль по индикаторной бумаге) и удаляют образующийся диоксид углерода продуванием воздуха.

5.6.3 При определении содержания в пробе воды растворенного органического углерода пробу воды пропускают через мембранный фильтр с порами размером 0,45 мкм, предварительно промытый 0,1 моль/дм^3 раствором соляной кислоты (см. 5.3.6), а затем пробой воды.

5.6.4 Если предполагаемое содержание общего органического углерода в пробе выше 250 мг/дм^3, исходную пробу воды V разбавляют водой по 5.3.1 до объема $V_р$.

5.7 Порядок проведения измерений

5.7.1 Проводят проверку стабильности градуировочных характеристик по 5.5.3.

5.7.2 Пробы воды, подготовленные по 5.6, анализируют в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации анализатора углерода, проводя измерение площади или высоты выходного сигнала.

5.7.3 По соответствующей градуировочной характеристике и результатам измерений площадей или высот выходного сигнала по 5.7.2 устанавливают содержание общего углерода ($X_{О.У}$) и общего неорганического углерода ($X_{О.Н.У}$) в пробе, используя программное обеспечение к анализатору углерода.

5.7.4 Пробу воды, подготовленную по 5.6.3, анализируют по 5.7.2 и определяют содержание общего растворенного углерода ($X_{О.Р.У}$) и растворенного неорганического углерода ($X_{Р.Н.У}$) по 5.7.3.

5.8 Правила обработки результатов измерений

5.8.1 Содержание общего органического углерода $X_{О.О.У}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_{О.О.У} = X_{О.У} — X_{О.Н.У}, \quad (2)$$

где $X_{О.У}$ — содержание общего углерода, полученное по 5.7.2, мг/дм^3;

$X_{О.Н.У}$ — содержание общего неорганического углерода, полученное по 5.7.2, мг/дм^3.

5.8.2 Содержание растворенного органического углерода $X_{Р.О.У}$, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X_{Р.О.У} = X_{О.Р.У} — X_{Р.Н.У}, \quad (3)$$

где $X_{О.Р.У}$ — содержание общего растворенного углерода, полученное по 5.7.4, мг/дм^3;

$X_{Р.Н.У}$ — содержание растворенного неорганического углерода, полученное по 5.7.4, мг/дм^3.

5.8.3 Содержание органического углерода (общего или растворенного) в пробе воды, разбавленной по 5.6.4, X, мг/дм^3, рассчитывают по формуле

$$X = X_р\, Q_р, \quad (4)$$

где $X_р$ — содержание органического углерода (общего или растворенного) в разбавленной пробе воды, полученное по 5.8.1 или 5.8.2, мг/дм^3;

$Q_р$ — коэффициент разбавления пробы воды.

Коэффициент разбавления пробы $Q_р$ рассчитывают по формуле

$$Q_р = \frac{V}{V_р}, \quad (5)$$

где V — объем исходной пробы, см^3;

$V_р$ — объем разбавленной пробы, см^3.

Если пробу не разбавляют, то принимают $Q_р = 1$.

Расчет содержания органического углерода (общего или растворенного) в пробе воды в соответствии с формулой (4) допускается проводить с помощью программного обеспечения анализатора углерода.

5.8.4 За результат измерения содержания органического углерода (общего или растворенного) в пробе воды $\overline{X}$ принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений X_1 и X_2, мг/дм^3.

Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия:

$$200\frac{|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)} \le r, \quad (6)$$

где r — предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при $P = 0{,}95$) по таблице 2, %.

При невыполнении условия (6) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно [2].

Примечание — При получении результатов измерений в двух лабораториях за результат принимают среднеарифметическое значение результатов определения органического углерода (общего или растворенного), полученных в двух лабораториях $X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$. Результат измерений считают приемлемым при выполнении условия

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

где R — предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при $P = 0{,}95$) по таблице 2, %.

При невыполнении условия (7) для проверки прецизионности в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно [2].

5.9 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Диапазон измеряемой массовой концентрации общего органического углерода, мг/дм^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратичное отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы* допустимой относительной погрешности при вероятности P = 0,95) $\pm\delta$, %
От 1 до 5 включ.	11	14	28
Св. 5 » 50 »	8	10	20
» 50 » 250 »	6	7	14
» 250 » 1000 »	3	4	8

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

Таблица 2

Диапазон измеряемой массовой концентрации органического углерода, мг/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, %
От 1 до 5 включ.	31	39
Св. 5 » 50 »	22	28
» 50 » 250 »	17	20
» 250 » 1000 »	8	11

5.10 Контроль показателей качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.5.3) или [3].

5.11 Оформления результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- ссылку на настоящий стандарт;
- точную идентификацию пробы воды;
- результат определения в мг/дм^3;
- метод определения (метод 1, метод 2);
- любые отклонения от метода или любые обстоятельства, которые могли бы повлиять на результат определений.

Результат измерения содержания органического углерода (общего или растворенного) в пробе воды, мг/дм^3, представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta, \text{ или } \overline{X} \pm U, \quad (8)$$

где $\overline{X}$ — значение содержания органического углерода (общего или растворенного), определяемое по 5.8.1, 5.8.2 или 5.8.3, мг/дм^3;

Δ — доверительные границы абсолютной погрешности измерений содержания органического углерода (общего или растворенного), мг/дм^3, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, рассчитываемые по формуле

$$\Delta = 0{,}01\overline{X}\delta, \quad (9)$$

где δ — значение показателя точности по таблице 1, %.

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

$$U = 0{,}01\overline{X}U_{отн}, \quad (10)$$

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

Результат измерений допускается представлять в виде

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

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

$$\text{или } \overline{X} \pm U_{лаб}, \text{ мг/дм}^3, \quad (12)$$

при условии $U_{лаб} < U$ ($U_{лаб}$ — значение расширенной неопределенности, установленное в лаборатории по [4] в условиях по [5], и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории).

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

6 Метод 2

6.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в предварительной обработке пробы воды соляной кислотой, удалении диоксида углерода, образующегося при этом из карбонатов и гидрокарбонатов, окислении органических соединений углерода, находящихся в пробе, при температуре от 550 °С до 1000 °С в присутствии кислорода или кислородсодержащего газа и катализатора до диоксида углерода (IV) и последующем определении общего углерода с использованием детектора инфракрасного излучения.

Допускается определять содержание общего углерода в пробе воды путем восстановления диоксида углерода (IV) до метана с использованием пламенно-ионизационного детектора.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы — по 5.2 со следующим дополнением:

Анализатор углерода должен быть снабжен устройством для удаления неорганического углерода путем продувания воздухом.

6.3 Порядок подготовки к проведению измерений — по 5.3 со следующими уточнениями:

6.3.1 Установление градуировочной характеристики анализатора углерода и контроль стабильности градуировочной характеристики — по 5.5, за исключением процедур для неорганического углерода.

6.3.2 Подготовка пробы анализируемой воды — по 5.6, при этом, если проба воды имеет щелочную реакцию, в пробу воды необходимо добавить соляную кислоту в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора углерода до установления нейтральной или слабокислой реакции, что контролируется по индикаторной бумаге.

6.4 Порядок проведения измерений — по 5.7, при этом перед измерением проводят обработку пробы воды соляной кислотой (см. 5.3.6), в соответствии с инструкцией по эксплуатации анализатора углерода с удалением неорганического углерода путем продувания воздухом.

6.5 Правила обработки результатов измерений

6.5.1 Содержание общего органического углерода $X_{О.О.У}$, мг/дм^3, и растворенного органического углерода $X_{Р.О.У}$, мг/дм^3, в пробе воды (в том числе в разбавленной пробе) определяют по 5.8.

6.6 Метрологические характеристики — по 5.9.

6.7 Контроль показателей качества результатов измерений — по 5.10.

6.8 Правила оформления результатов измерений — по 5.11.

Приложение А
(справочное)

Информация о соответствии терминов по настоящему стандарту терминам, установленным ИСО 8245:1999

А.1 Информация о соответствии терминов и сокращений, используемых в настоящем стандарте, терминам и сокращениям, установленным ИСО 8245 [1], приведена в таблице А.1.

Таблица А.1

По настоящему стандарту		По ИСО 8245	
термин	сокращение	термин	сокращение
Общий углерод	ОУ	total carbon	TC
Общий неорганический углерод	ОНУ	total inorganic carbon	TIC
Общий органический углерод	ООУ	total organic carbon	TOC
Растворенный органический углерод	РОУ	dissolved organic carbon	DOC

Библиография

[1] ИСО 8245:1999 — Качество воды. Руководство по определению общего органического углерода (TOC) и растворенного органического углерода (DOC)

(ISO 8245:1999) — Water quality — Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)

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

[3] РМГ 76—2004 — Рекомендации по межгосударственной стандартизации «Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа». Приняты Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 26 от 08.12.2004 г.)

[4] — Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях», Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (2-е издание, 2000 г.)/пер. с англ. — СПб, ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002 г.

[5] ИСО/ТС 21748—2004 — Руководство по применению оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценивании неопределенности измерения/пер. с англ. — Ассоциация аналитических центров «Аналитика», 2004 г.

УДК 663.6:006.354 ОКС 13.060.45 Н09 ОКП 01 3100 01 3300 91 8540

Ключевые слова: вода, качество воды, общий органический углерод, общий углерод, общий неорганический углерод, растворенный органический углерод, анализатор углерода, измерения

gost.e-ecolog.ru