



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Определение мутности

СТ РК ИСО 7027 - 2007
(ISO 7027:1999 «Water quality. Determination of turbidity», IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 28 мая 2007 г. № 284

3 Настоящий стандарт является идентичным по отношению к международному стандарту ИСО 7027:1999 «Качество воды – Определение мутности» («Water quality. Determination of turbidity»), IDT, с дополнительными требованиями, которые выделены курсивом.

**4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2012 год
5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КАЧЕСТВО ВОДЫ
Определение мутности

Дата введения 2008.07.01.

1 Область применения

В настоящем стандарте описаны пять методов определения мутности воды.

Два полуколичественных метода, для применения, например, в полевых условиях, описаны далее как:

а) измерение мутности с использованием пробирки для проверки прозрачности (применяется для чистой и слегка загрязненной воды);

б) измерение мутности с использованием диска для проверки прозрачности (применяется главным образом для поверхностных вод).

Три количественных метода с использованием оптических турбидиметров и калориметров:

в) измерение рассеянного излучения, которое применяется для воды с низкой степенью мутности (например, питьевая вода);

Результат измерения мутности по этому методу выражается в нефелометрических единицах по формазину (FNU), результаты обычно находятся в пределах от 0 до 40 FNU. В зависимости от конструкции прибора данный метод может также применяться для воды с высокой степенью мутности.

г) измерение ослабления потока излучения, этот метод более применим для воды с высокой степенью мутности (например, сточные или загрязненные воды).

Результат измерения мутности по этому методу выражается в единицах ослабления по формазину (FAU), результаты обычно находятся в пределах от 40 FAU до 4000 FAU.

д) *фотометрический метод – измерение светопропускаемости в виде мнимой экстинкции.*

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.9 – 2003 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Порядок применения международных, региональных и национальных стандартов и нормативных документов по стандартизации, сертификации и аккредитации.

Издание официальное

СТ РК ИСО 7027-2007

ГОСТ 27065-1986 Качество вод. Термины и определения.

*ИСО 3864 – 1:2002 *Символы графические. Цвета сигнальные и знаки безопасности. Часть 1. Принципы разработки знаков безопасности для производственных помещений и общественных мест.*

*ИСО 5667-3: 2003 *Качество воды. Отбор проб – Часть 3: Руководство по хранению и обращению с пробами воды.*

ГОСТ 3351-1974 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины и определения в соответствии с ГОСТ 27065.

4 Требования к отбору и хранению проб

Все контейнеры, контактирующие с пробами, должны содержаться в безупречно чистом состоянии. Контейнеры промываются соляной кислотой или раствором чистящего поверхностно-активного вещества.

Пробы отбираются в стеклянные или пластмассовые флаконы, и определение мутности проводится немедленно после отбора проб. Если хранение неизбежно, пробы хранятся в прохладном темном помещении не более 24 часов. Если пробы находились на хранении в прохладном помещении, то перед проведением измерения температура проб доводится до уровня температуры внутри помещения. Не допускается контакт проб с воздухом и необоснованные изменения температуры пробы.

5 Полуколичественные методы измерения мутности

5.1 Мешающее влияние

Интенсивная окраска воды мешает измерению. В этом случае стандартную суспензию формазина добавляют не к дистиллированной воде, а к пробе воды после центрифугирования. Если проба после центрифугирования не становится прозрачной, следует употреблять дистиллированную воду, окрашенную в такой же цвет, как и проба.

* Применяется в соответствии с СТ РК 1.9

5.2. Измерение с использованием пробирки для проверки прозрачности

5.2.1 Оборудование

5.2.1.1 Пробирка для проверки прозрачности в виде пробирки из бесцветного стекла длиной $600 \text{ мм} \pm 10 \text{ мм}$, внутренним диаметром $25 \text{ мм} \pm 1 \text{ мм}$, градуированная делениями по 10 мм.

5.2.1.2 Защитная ширма, плотно облегающая пробирку для защиты ее от попадания бокового света.

5.2.1.3 Образец шрифта для помещения под пробирку (5.2.1.1), состоящий из черного шрифта на белом фоне (высота знаков 3,5 мм, ширина линии 0,35 мм), или юстировочная метка (например, черный крест на белой бумаге), входящий в комплект поставки оборудования.

5.2.1.4 Источник постоянного света, вольфрамовая лампа накаливания низкого напряжения мощностью 3 Вт для освещения образца шрифта или юстировочной метки (5.2.1.3).

5.3 Метод

Абсолютным требованием является соблюдение того условия, что испытание по данному стандарту может проводиться только персоналом, обладающим должной квалификацией.

Проба тщательно перемешивается и помещается в пробирку для определения прозрачности (5.2.1.1). Уровень пробы равномерно уменьшается пипеткой до тех пор, пока образец шрифта или юстировочная метка (5.1.1.3) не станет четко различимой при рассмотрении сверху. Значение уровня жидкости снимается со шкалы делений на пробирке.

5.3.1 Оформление результатов

В отчет заносится измеренный уровень жидкости с точностью до 10 мм, а также наименование использованного оборудования (название производителя).

5.3.2 Измерение с использованием диска для проверки прозрачности

Примечание - Данный метод используется в основном для анализа проб воды в полевых условиях.

5.3.3 Оборудование

5.3.3.1 Диск для проверки прозрачности, отлитый из бронзы и покрытый белым (см. ИСО 3864-1) пластиком, прикрепленный к цепи или стерженью.

Примечание - Типичная конструкция представляет собой диск диаметром 200 мм с шестью отверстиями, каждое диаметром 55 мм, расположенными по окружности диаметром 120 мм.

5.4 Метод

Абсолютным требованием является соблюдение того условия, что испытание по данному стандарту может проводиться только персоналом, обладающим должной квалификацией.

Диск, подвешенный к цепи или стержню, опускается в воду до глубины, пока он не станет едва заметен при рассматривании сверху. Длина погруженной в воду цепи или стержня измеряется ручным способом. Испытание повторяется несколько раз.

Не допускаются искажения, вызванные отражением от водной поверхности.

Оформление результатов

Глубина погружения регистрируется.

При получении значений менее 1 м, результат регистрируется с точностью до 10 мм. При получении значений свыше 1 м, результат регистрируется с точностью до 0,1 м.

6 Количественные методы измерения мутности с использованием оптических турбидиметров

6.1 Общие принципы

Абсолютным требованием является соблюдение того условия, что испытание по данному стандарту может проводиться только персоналом, обладающим должной квалификацией.

Проба воды, окрашенная растворенным веществом, представляет собой однородную систему, которая ослабляет излучение, проходящее через пробу. Проба воды, содержащая нерастворенные вещества ослабляет падающее излучение, и, кроме того, содержащиеся в воде нерастворимые частицы неравномерно рассеивают излучение во всех направлениях. Рассеивание излучения частицами в прямом направлении воздействует на эффект ослабления таким образом, что общий коэффициент спектрального ослабления $\mu(\lambda)$ представляет собой сумму коэффициента спектрального рассеивания $s(\lambda)$ и коэффициента спектрального поглощения $\alpha(\lambda)$:

$$\mu(\lambda) = s(\lambda) + \alpha(\lambda) \quad (1)$$

Чтобы получить отдельно коэффициент спектрального рассеивания $s(\lambda)$, необходимо знать коэффициент спектрального поглощения $\alpha(\lambda)$. Чтобы определить коэффициент спектрального поглощения растворенного вещества, нерастворенное вещество может быть в некоторых случаях удалено путем фильтрования, но при этом возможно искажение результатов исследования. Поэтому необходимо регистрировать результаты определения мутности в сравнении с калибровочным эталоном.

Интенсивность рассеянного излучения зависит от длины волны падающего излучения, угла измерения, а также формы, оптических характеристик и гранулометрического состава частиц, находящихся в воде во взвешенном состоянии.

При измерении ослабления проходящего излучения полученный результат зависит от апертурного угла Ω_0 энергетического КПД, проходящего на приемное устройство.

При измерении рассеянного излучения полученный результат зависит от угла θ и апертурного угла Ω_θ . Угол θ представляет собой угол между направлением падающего излучения и направлением измеряемого рассеянного излучения (рисунок 1).

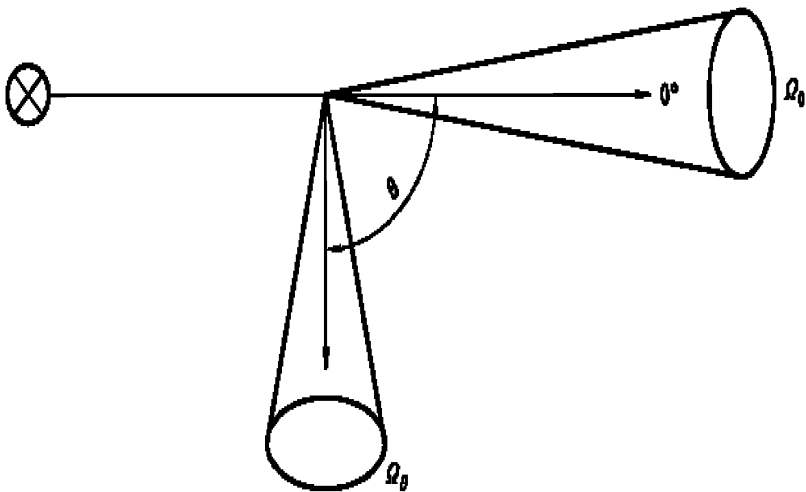


Рисунок 1

Применение данного метода для измерения концентрации нерастворенных веществ возможно только в том случае, если известны все вышеуказанные параметры. Как правило, данная информация отсутствует, поэтому вывести массовую концентрацию взвешенных частиц из значения мутности невозможно.

Примечание - Сравнение значений измерений, полученных при использовании различных измерительных приборов, возможно только в том случае, если оборудование

СТ РК ИСО 7027-2007

используется в соответствии с данным стандартом и применяется один и тот же принцип измерения.

6.2 Реактивы

Используются только реактивы признанного аналитического качества, которые хранятся во флаконах из твердого тугоплавкого стекла. Все реактивы изготавливаются в соответствии с настоящим стандартом.

6.2.1 Вода, для приготовления суспензий формазина для калибровки

Мембранный фильтр с размером пор 0,1 μm (тип, используемый для бактериологических исследований) вымачивается в течение 1 часа в 100 мл дистиллированной воды. Затем через него фильтруется 250 мл дистиллированной воды, которая после этого сливается в канализацию. Затем берется двухлитровый объем дистиллированной воды и дважды пропускается через мембрану, после чего эта вода используется для приготовления суспензий формазина.

6.2.2 Готовая суспензия I формазина ($\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_2$) (4000 FAU)

Навеска 5,0 г гексаметилентетрамина ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$) растворяется в воде объемом около 40 мл (6.2.1).

Навеска 0,5 г сульфата гидразина ($\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$) растворяется в воде объемом около 40 мл (6.2.1).

ОСТОРОЖНО: Сульфат гидразина ядовит и может вызвать канцерогенный эффект.

Оба раствора по количеству переливаются в мерную колбу на 100 cm^3 , объем доводится водой (6.2.1) до метки и хорошо перемешивается. Раствор выдерживается в течение 24 часов при температуре $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$.

Данная суспензия обладает стабильностью в течение около четырех недель при хранении в темном месте при температуре $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.2.3 Готовая суспензия II формазина ($\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_2$) (400 FAU)

10,00 cm^3 готовой суспензии I формазина (6.2.2) помещается с помощью пипетки в мерную колбу на 100 cm^3 , объем доводится водой (6.2.1) до метки.

Данная суспензия обладает стабильностью в течение около четырех недель при хранении в темном месте при температуре $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.2.4 Суспензии для калибровки рассеянного излучения (от 0 FNU до 40 FNU).

Готовая суспензия II формазина разводится водой с помощью пипеток и мерных колб для получения калибровочных суспензий с различными уровнями мутности в необходимых пределах для измерения рассеянного излучения. Эти суспензии хранятся в течение одного дня.

6.2.5 Суспензии для калибровки ослабленного излучения (от 40 FAU до 4000 FAU).

Готовая суспензия I формазина (см. 6.2.2) разводится водой (6.2.1) с помощью пипеток и мерных колб для получения калибровочных суспензий с различными уровнями мутности в необходимых пределах для измерения ослабленного излучения (см. 6.4.2). Суспензии со значениями от 40 FAU до 400 FAU стабильны в течение примерно одной недели, а суспензии со значениями от 400 FAU до 4000 FAU стабильны в течение около четырех недель при хранении в темном месте при температуре $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

6.3 Измерение рассеянного излучения

6.3.1 Оборудование

6.3.1.1 Турбидиметр, соответствующий следующим требованиям:

а) длина волны, λ , падающего излучения должна составлять 860 нм; при использовании некоторого оборудования влияние прямого света или уровня помех (фоновое излучение) препятствует проведению измерения очень малых степеней мутности, поэтому предпочтительно использовать длину волны 55 нм с полосой пропускания 30 нм. В таких случаях проба воды должна быть бесцветной. Результаты исследований, полученные на различных значениях длины волны, не могут сравниваться с результатами, полученными на длине волны 860 нм.

б) спектральная полоса пропускания, $\Delta\lambda$, падающего излучения должна быть меньше или равна 60 нм;

в) не должно быть отклонения параллельности падающего излучения, значение схождения (при наличии) не должно превышать $1,5^{\circ}$.

г) измерительный угол θ между оптической осью падающего излучения и оптической осью рассеянного излучения должен составлять $90 \pm 2,5^{\circ}$;

д) значение апертурного угла Ω_{θ} должно находиться в пределах между 20° и 30° в пробе воды.

6.3.2 Калибровка

Прибор настраивается в соответствии с указаниями производителя по калибровке.

После настройки прибора выполняется методическая калибровка с использованием очищенной воды (6.2.1) в качестве холостой пробы и не менее чем пяти эталонных калибровочных суспензий формазина (6.2.4), значения мутности которых равномерно распределены в пределах нужного диапазона.

СТ РК ИСО 7027-2007

При отсутствии предкалиброванной шкалы или если предкалиброванная шкала имеет расхождения с калибровочными значениями, подготавливается калибровочная кривая.

6.3.3 Метод

Измерение проводится согласно указаниям производителя на хорошо перемешанной пробе воды. Значение мутности считается с подготовленной калибровочной кривой или непосредственно со шкалы прибора, если шкала была признана калиброванной (см. 6.3.2).

6.3.4 Оформление результатов

Результаты в нефелометрических единицах по формазину регистрируются следующим образом:

- а) если значение мутности составляет менее 0,99 FNU, с точностью до 0,01 FNU;
- б) если значение мутности составляет от 1,0 FNU до 9,9 FNU, с точностью до 0,1 FNU;
- в) если значение мутности составляет от 10 FNU до 40 FNU, с точностью до 1 FNU.

6.3.5 Оформление протокола в соответствии с СТ РК ИСО 17025

Отчет об анализе должен содержать следующую информацию:

- а) ссылку на данный стандарт;
- б) результат, оформленный в соответствии с п. 6.3.4;
- в) сведения о всех обстоятельствах, которые могли оказать влияние на результаты анализа.

6.4 Измерение ослабленного излучения

6.4.1 Оборудование

6.4.1.1 Турбидиметр, соответствующий следующим требованиям:

- а) длина волны, λ , падающего излучения ²⁾ должна составлять 860 нм ³⁾;
- б) спектральная полоса пропускания, $\Delta\lambda$, падающего излучения должна быть меньше или равна 60 нм;
- в) не должно быть отклонения параллельности падающего излучения, значение схождения (при наличии) не должно превышать $2,5^\circ$.
- г) измерительный угол (допустимый предел отклонения оптической оси) падающего излучения и измерительный угол рассеянного излучения должен составлять $0^\circ \pm 2,5^\circ$;
- д) значение апертурного угла Ω_θ должно находиться в пределах между 10° и 20° в пробе воды.

6.4.2 Калибровка

Прибор настраивается в соответствии с указаниями производителя по калибровке.

После настройки прибора выполняется методическая калибровка с использованием очищенной воды (6.2.1) в качестве холостой пробы и не менее чем пяти эталонных калибровочных суспензий формазина (6.2.5), значения мутности которых равномерно распределены в пределах нужного диапазона.

При отсутствии предкалиброванной шкалы или если предкалибровочная шкала имеет расхождения с калибровочными значениями, подготавливается калибровочная кривая.

6.4.3 Метод

Измерение проводится согласно указаниям производителя на хорошо перемешанной пробе воды. Значение мутности считывается с подготовленной калибровочной кривой или непосредственно со шкалы прибора, если шкала была признана калиброванной (см. 6.4.2).

6.4.4 Оформление результатов

Результаты в единицах ослабления по формазину регистрируются следующим образом:

- а) если значение мутности составляет от 40 FAU до 99 FAU, с точностью до 1 FAU;
- б) если значение мутности составляет свыше 100 FAU, с точностью до 10 FAU.

6.4.5 Оформление протокола

Должен содержать следующую информацию:

- а) ссылку на данный стандарт;
- б) результат, оформленный в соответствии с п. 6.4.4;
- в) сведения о всех обстоятельствах, которые могли оказать влияние на результаты анализа.

6.5 Метод

6.5.1 Измерение проводится путем сравнения проб исследуемой воды со стандартными суспензиями.

6.5.2 Мешающие сияния

Желтый цвет пробы воды почти не оказывает влияния, так как измерение мутности производится при $\lambda = 520$ нм. Окраску воды в других тонах определяют после удаления мутности центрифугированием и вычитают эту величину из общей измеренной величины

6.5.3 Аппаратура, материалы и реактивы

СТ РК ИСО 7027-2007

Для проведения испытания применяют следующую аппаратуру, материалы, реактивы:

Фотоэлектроколориметр любой марки с зеленым светофильтром $\lambda = 530$ нм;

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 и 100 мм;

Весы лабораторные по ГОСТ 24104, класс точности 1,2;

Шкаф сушильный;

Центрифуга;

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;

Прибор для фильтрования через мембранные фильтры с водоструйным насосом;

Пипетки мерные по ГОСТ 20292, вместимостью 25, 100 см³;

Пипетки мерные по ГОСТ 20292, вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ с делениями на 0,1 см³;

Цилиндры мерные по ГОСТ 20292, вместимостью 500 и 1000 см³;

Каолин обогащенный для парфюмерной промышленности по ГОСТ 21285 или для кабельной промышленности по ГОСТ 21288;

Калия пирофосфат ($K_4P_2O_7 \cdot 3H_2O$) или натрия пирофосфат $Na_2P_2O_7 \cdot 2H_2O$;

Гидрозинсульфат $(NH_2)_2 \cdot H_2SO_4$ по ГОСТ 5841;

Гексаметилентетрамин для монокристаллов $(CH_2)_6N_4$;

Формалин по ГОСТ 1625;

Хлороформ по ГОСТ 20015;

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 и бидистиллированная;

Фильтр мембранный с диаметром пор 0,5-0,8 мкм, который должен быть подготовлен к анализу в соответствии с указаниями завода-изготовителя.

Фильтры мембранные (нитроцеллюлозные) проверяют на отсутствие трещин, отверстий и т.п., помещают по одному на поверхность дистиллированной воды, нагретой до 80°C в стакане (чашке для выпаривания, эмалированной кастрюле), медленно доводят до кипения на слабом огне, после чего воду заменяют и кипятят 10 мин. Смену воды и последующее кипячение повторяют три-пять раз до полного удаления остатков растворителей из фильтров.

Фильтрующие мембраны «Владипор» типа МФА-МА, визуально проверенные на отсутствие трещин, отверстий, пузырей, во избежание скручивания мембран. Кипятят однократно, соблюдая следующие правила:

В небольшом объеме дистиллированной воды, нагретой до 80-90°C в сосуде, на дне которого вкладывают сторож для молока или нержавеющей сетку (для ограничения бурного кипения), помещают мембраны и кипятят на слабом огне 15 мин.

После чего мембраны готовы к употреблению.

6.5.4 Подготовка к испытанию

6.5.4.1 Стандартные суспензии могут быть из каолина или формазина.

Приготовление основной стандартной суспензии из каолина

25-30 г каолина хорошо взбалтывают с 3-4 дм³ дистиллированной воды и оставляют стоять 24 часа. Через 24 часа сифоном отбирают неосветлившуюся часть жидкости. К оставшейся части вновь приливают воду, сильно взбалтывают, снова оставляют в покое на 24 часа и вновь отбирают среднюю неосветлившуюся часть. Эту операцию повторяют трижды, каждый раз присоединяя неосветлившуюся в течении суток суспензию к ранее собранной. Накопленную суспензию хорошо взбалтывают и через трое суток сливают жидкость над осадком, как содержащую слишком мелкие частицы.

К полученному осадку добавляют 100 см³ дистиллированной воды, взбалтывают и получают основную стандартную суспензию.

Концентрацию основной суспензии определяют весовым методом (не менее чем из двух параллельных проб): 5 см³ суспензии помещают в тигель, доведенный до постоянной массы, высушивают при температуре 105°C до постоянной массы, взвешивают и рассчитывают содержание каолина на 1 дм³ суспензии.

Затем основную стандартную суспензию стабилизируют пирофосфатом калия или натрия (200 мг на 1 дм³) и консервируют насыщенным раствором хлорной ртути (1 см³ на 1 дм³), формалином (10 см³ на 1 дм³) или хлороформом (1 см³ на 1 дм³).

Основная стандартная суспензия хранится в течении 6 месяцев. Эта основная стандартная суспензия должна содержать около 4 г/дм³ каолина.

6.5.4.2 Приготовление рабочих стандартных суспензий из каолина

Для приготовления рабочих стандартных суспензий мутности основную стандартную суспензию взбалтывают и готовят из нее суспензию, содержащую 100 мг/дм³ каолина. Из промежуточной суспензии готовят рабочие суспензии концентрацией 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мг/дм³. Промежуточная суспензия и все рабочие суспензии готовятся на бидистиллированной воде и хранятся не более суток.

6.5.4.3 Приготовление основной стандартной суспензии из формазина

6.5.4.3.1 Приготовление основной стандартной суспензии формазина I, содержащей 0,4 ЕМ в 1 см³ раствора.

Раствор А. 0,5 г гидразинсульфата (NH₂)₂H₂SO₄ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 50 см³.

Раствор Б. 2,5 г гексаметилентетрамина (CH₂)₆N₄ разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см³ в 25 см³ дистиллированной воды.

СТ РК ИСО 7027-2007

25 см³ раствора А добавляют к раствору Б и выдерживают (24±2) часа при температуре (25±5)°С. Затем добавляют дистиллированную воду до метки. Основная стандартная суспензия формазина хранится 2 месяца и не требует консервации и стабилизации.

6.5.4.3.2 Приготовление стандартной суспензии формазина 2, содержащей 0,04 ЕМ в 1 см³ раствора.

50 см³ тщательно перемешанной основной стандартной суспензии формазина 1 разбавляют дистиллированной водой до объема 500 см³. Стандартная суспензия формазина 2 хранится две недели.

6.5.4.4 Приготовление рабочих стандартных суспензий из формазина 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 см³ предварительно перемешанной стандартной суспензии формазина 2 доводят до объема 100 см³ бидистиллированной водой и получают рабочие стандартные суспензии концентрации 1; 2; 4; 8 ем/дм³.

6.5.4.5 Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят по стандартным рабочим суспензиям. Полученные значения оптических плотностей и соответствующие им концентрации стандартных суспензий (мг/дм³; ем/дм³) наносят на график.

6.5.5 Проведение испытания

Перед проведением испытания во избежание ошибок, производят калибровку фотокolorиметров по жидким стандартным суспензиям мутности или по набору твердых стандартных суспензий мутности с известной оптической плотностью.

В кювету с толщиной поглощающего свет слоя 100 мм вносят хорошо взболтанную испытуемую пробу и измеряют оптическую плотность в зеленой части спектра ($\lambda=530$ нм). Если цветность измеряемой воды ниже 10°С по Ст-Со шкале, то контрольной жидкостью служит испытуемая вода, из которой удалены взвешенные вещества центрифугированием (центрифугируют 5 мин при 3000 мин⁻¹) или фильтрованием через мембранный фильтр с диаметром пор 0,5-0,8 мкм.

Содержание мутности в мг/дм³ или ЕМ/дм³ определяют по соответствующему градуировочному графику.

В кювету с толщиной поглощающего свет слоя 5-10 см вносят хорошо взболтанную испытуемую пробу, измеряют оптическую плотность в зеленой части спектра ($\lambda=530$ нм). Контрольной жидкостью служит испытуемая вода, из которой удалены взвешенные вещества путем центрифугирования или фильтрования через мембранные фильтры № 4 (обработанные кипячением).

Содержание мутности в мг/дм³ определяют по градуировочному графику.

Окончательный результат определения выражают в мг/дм³ по каолину.

7 Выражение результатов

Результаты измерений выражают в мг/дм³ (при использовании основной стандартной суспензии каолина) или в ЕМ/дм³ (единицы мутности на дм³) (при использовании основной стандартной суспензии формазина). Переход от мг/дм³ к ЕМ/дм³ осуществляется, исходя из соотношения: 1,5 мг/дм³ каолина соответствует 2,6 ЕМ/дм³ формазина или 1 ЕМ/дм³ соответствует 0,58 мг/дм³.

8 Оценка точности измерения результатов

Оценка точности измерений производится по ГОСТ ИСО 5725.

Пример расчетов дан по четырем измерениям, проведенным одним оператором, на одном оборудовании, в одинаковых условиях.

Вода питьевая

Теоретическое значение: не более 1,5 мг/дм³

Источник неопределенности общего процесса: фотометрическое сравнение.

Проведено четыре испытания:

Таблица 1

№ испытания	x_i	$x_i - \bar{x}$	$(x_i - \bar{x})^2$
1	0,852	0,000	0,000000
2	0,850	- 0,002	0,000004
3	0,852	0,000	0,000000
4	0,854	0,002	0,000004
	$\bar{x} = 0,852$		

Стандартное отклонение: $Sr = 0,0016$

Стандартная неопределенность методики (U_m):

Допустимые расхождения между параллельными определениями в процентах не должны превышать 0,5 % при $P=0,95$

$$U_m = 0,003$$

СТ РК ИСО 7027-2007

Неопределенность процесса (U_c):

$$U_c = \sqrt{0,0016^2 + 0,003^2} = 0,0034$$

Нормальное распределение $P = 0,95$ и коэффициент обхвата $K=2$.

Расширенная неопределенность метода оставляет:

$$U = \pm 0,0068 \text{ мг/дм}^3$$

8.1 Результаты межлабораторных исследований даны в приложении А.

Приложение А (справочное)

Результаты совместных межлабораторных исследований для оценки пригодности искусственного полимера для использования в качестве вторичного эталона формазина при измерении мутности

А.1 Общие положения

Совместные межлабораторные исследования были проведены в 1996 г. тридцатью тремя участниками. Задачей исследования была оценка пригодности искусственного полимера для использования в качестве вторичного эталона формазина. Исследования были проведены в соответствии с критериями, указанными в ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

Исследование было построено таким образом, что формазин и искусственный полимер и оценивались одновременно и в условиях повторяемости. Для формазина и для искусственного полимера были определены пять уровней концентрации. Концентраты суспензии формазина были приготовлены и разосланы участвующим в исследовании лабораториям вместе с документированными указаниями по разведению перед использованием. Искусственный полимер был разослан по лабораториям в заранее определенных уровнях концентрации.

Все суспензии были обозначены шифрами в произвольном порядке. Участвующие лаборатории должны были провести трехкратные анализы суспензий. Результаты исследований представлены в Таблице А.1.

Таблица А. 1 – Результаты межлабораторных исследований

	Формазин					АЕРА-1				
	Уровень					Уровень				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
Количество лабораторий	26	27	31	31	31	32	32	32	32	32
Количество резко выделяющихся значений	3	1	4	4	2	6	1	3	1	3
Теоретические значения (FNU)	0,8	3,2	8,0	16,0	32,0	0,8	4,0	8,0	15,0	35,0

СТ РК ИСО 7027-2007

Окончание таблицы А. 1

Среднее значение (FNU)	0,825	3,304	7,918	16,697	33,255	0,824	4,147	8,374	16,052	36,916
Повторяемость	0,008	0,067	0,056	0,094	0,21	0,007	0,038	0,043	0,237	0,226
Стандартное отклонение повторяемости (s_r)	$s_r = 0,006 x + 0,018$					$s_r = 0,007 x + 0,024$				
Воспроизводимость	0,065	0,065	0,224	0,445	0,866	0,065	0,264	0,500	0,939	2,630
Стандартное отклонение воспроизводимости (s_R)	$s_R = 0,047 x + 0,057$					$s_R = 0,071 x - 0,067$				
Систематическая ошибка	0,025	0,104	-0,082	0,697	1,255	0,024	0,147	0,374	1,052	1,916
% систематической ошибки	+3,1%	+3,2%	-1,0%	+4,4%	+3,9%	+3,0%	+3,7%	+4,7%	+7,0%	+5,5%
Значимый при $\alpha=5\%$	Нет	Да	Нет	Да	Да	Нет	Да	Да	Да	Да

В результате проведенных исследований было доказано, что значения систематических ошибок и точности при использовании полимера не имели значительных отличий от таковых значений при использовании эталонов формазина. Период стабильности полимера был определен в 18 месяцев с даты производства в диапазоне значений мутности от 0,8 FNU до 40 FNU.

А.2 Метод подтверждения соответствия признанного вторичного эталона

- Приготавливаются в трех экземплярах пять суспензий с различными уровнями мутности в необходимом диапазоне значений.

- Суспензии разупорядочиваются в соответствии с методами ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

- Уровни мутности измеряются с помощью прибора, калиброванного в соответствии с п. 6.3.2 настоящего стандарта.

- Данные сравниваются и определяются среднее и стандартное отклонение по каждому уровню суспензии.
- Определяется процент систематической ошибки от ожидаемого значения по каждому уровню суспензии.
- Проверяется, что средний процент систематической ошибки по всем уровням не превышает средний процент систематической ошибки признанного эталона (4,8%), и что стандартное отклонение, полученное по каждому уровню, не превышает значения s_r , подсчитанного для каждого уровня.

УДК 658.562. 613.31/.34. 409.678.019.174

МКС 13.060.20

Ключевые слова: мутность, отбор проб, прозрачность, уровень жидкости.

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы _____ дана. Тапсырыс _____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы
Есіл өзенінің сол жақ жағалауы, № 35 көше, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074