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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
31949—
2012

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Метод определения содержания бора

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2013

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»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 54 от 3 декабря 2012 г.)

За принятие стандарта 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
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51210—98

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2012 г. № 1900-ст межгосударственный стандарт 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

© Стандартиформ, 2013

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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы	2
4 Отбор проб	2
5 Порядок подготовки к проведению определения	2
6 Порядок проведения определения	4
7 Правила обработки результатов определения	4
8 Метрологические характеристики	4
9 Контроль показателей качества результатов измерений	5
10 Правила оформления результатов	5
Приложение А (обязательное) Подготовка химической посуды для выполнения определений	6
Библиография	7

ВОДА ПИТЬЕВАЯ**Метод определения содержания бора**

Drinking water. Method for determination of boron content

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и воду источников хозяйственно-питьевого водоснабжения и устанавливает флуориметрический метод определения содержания бора (ионов бората) в диапазоне массовой концентрации от 0,05 до 5,0 мг/дм³.

Метод основан на взаимодействии ионов бората с хромотроповой кислотой в присутствии трилона Б (маскирующего ионы металлов) с образованием флуоресцирующего комплекса и последующим измерением интенсивности его флуоресценции. Присутствие в воде до 1 г/дм³ аммония, щелочных, щелочноземельных элементов, магния, алюминия, до 100 мг/дм³ фосфата, до 10 мг/дм³ фторида, цинка, свинца, меди, железа не оказывает влияния на результат определения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамина-N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

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

ГОСТ 24104—2001* Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 31861—2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 31862—2012 Вода питьевая. Отбор проб

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 I. Общие требования

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

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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Флуориметр, спектрофлуориметр или анализатор жидкости флуоресцентный (далее — прибор), позволяющий регистрировать флуоресценцию в области спектра 350—375 нм при возбуждении в области 310—340 нм.

Государственный (межгосударственный) стандартный образец (ГСО) состава водного раствора бора массовой концентрации бора 1 мг/см³ (далее — ГСО состава раствора бора) или ГСО состава водного раствора ионов бората массовой концентрации ионов бората 1 мг/см³ (далее — ГСО состава раствора ионов бората) допускаемой погрешностью аттестованного значения не более $\pm 2\%$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2-го класса точности, вместимостью 25, 50, 100, 200 и 500 см³.

Пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169, 2-го класса точности, исполнения 2, вместимостью 5, 10, 20 см³.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227, 2-го класса точности, вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336, типа П-1, вместимостью 500 см³.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336, типа В-36 или В-75.

Стаканы химические по ГОСТ 25336, вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см³.

Стаканы термостойкие по ГОСТ 25336, типа В-1, вместимостью 50, 100 см³.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х. ч.

Соль динатриевая этилендиамина-N,N,N',N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х. ч.

Динатриевая соль хромотроповой кислоты, 2-водная.

Примечание — Подготовку посуды проводят в соответствии с требованиями приложения А.

4 Отбор проб

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

Пробу воды не менее 100 см³ отбирают в емкость из полиэтилена или стекла, не содержащего бор.

Срок хранения пробы от момента отбора пробы до проведения анализа не должен превышать 3 сут.

5 Порядок подготовки к проведению определения

5.1 Приготовление раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты молярной концентрации 0,0025 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 54,6 мг динатриевой соли хромотроповой кислоты, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 1 мес при хранении в емкости из стекла, не содержащего бора, или полиэтилена в темноте при комнатной температуре.

5.2 Приготовление смешанного реагента

Для приготовления раствора в колбу помещают 5,6 г трилона Б, растворяют в 50 см³ горячей дистиллированной воды и, после охлаждения, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют

10 см³ раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты по 5.1 и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

5.3 Приготовление раствора гидроксида натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 200—300 см³ дистиллированной воды, растворяют в ней 4 г гидроксида натрия и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 2 мес при хранении в емкости из полиэтилена при комнатной температуре.

5.4 Приготовление раствора бора

5.4.1 Приготовление раствора бора массовой концентрации 100 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 5 см³ ГСО состава раствора бора массовой концентрации 1 мг/см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 1 мес при хранении в емкости из полиэтилена при комнатной температуре.

5.4.2 Приготовление раствора бора массовой концентрации 5 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 5 см³ раствора бора массовой концентрации 100 мг/дм³ по 5.4.1 и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор пригоден для использования в течение 7 сут при хранении в емкости из полиэтилена при комнатной температуре.

5.5 Приготовление растворов ионов бората

5.5.1 Приготовление раствора ионов бората массовой концентрации 200 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 25 см³ вносят 5 см³ ГСО состава раствора ионов бората массовой концентрации 1 мг/см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Концентрация бора в данном растворе составляет 36,7 мг/дм³.

Раствор пригоден для использования в течение 14 сут при хранении в емкости из полиэтилена при комнатной температуре.

5.5.2 Приготовление раствора ионов бората массовой концентрации 20 мг/дм³

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят 5 см³ раствора бора массовой концентрации 200 мг/дм³ по 5.5.1 и доводят до метки дистиллированной водой. Концентрация бора в данном растворе составляет 3,67 мг/дм³.

Раствор пригоден для использования в течение 7 сут при хранении в емкости из полиэтилена при комнатной температуре.

5.6 Подготовка прибора к измерениям и его градуировка

5.6.1 Подготовка прибора к работе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

Возбуждение флуоресценции проводится в интервале длин волн 310—340 нм, регистрация флуоресценции — в интервале 350—375 нм. При наличии технической возможности длины волн возбуждения и регистрации люминесценции выбирают в указанном диапазоне таким образом, чтобы обеспечить достижение наибольшего значения градуировочного коэффициента при градуировке прибора (см. 5.6.6).

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

5.6.3 Для приготовления градуировочного раствора в мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 5 см³ раствора бора по 5.4.2 массовой концентрации 5 мг/дм³ или раствора ионов бората массовой концентрации 20 мг/дм³ по 5.5.2, добавляют 5 см³ смешанного реагента по 5.2. Содержимое колбы доводят до метки раствором гидроксида натрия по 5.3, перемешивают и сразу же измеряют интенсивность флуоресценции $I_{гр}$ или используют для автоматической градуировки по 5.6.5.

5.6.4 Для приготовления холостой пробы в мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 5 см³ дистиллированной воды, добавляют 5 см³ смешанного реагента по 5.2. Содержимое колбы доводят до метки раствором гидроксида натрия по 5.3, перемешивают и сразу же измеряют интенсивность флуоресценции I_0 или используют для автоматической градуировки по 5.6.5.

5.6.5 Если прибор снабжен компьютерной (микропроцессорной) системой сбора и обработки информации, то градуировочную характеристику устанавливают в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора, используя градуировочный раствор по 5.6.3 и холостую пробу по 5.6.4.

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

$$f = \frac{c_{гр}}{I_{гр} - I_0} \quad (1)$$

где $c_{гр}$ — массовая концентрация бора в градуировочном растворе ($c_{гр} = 1$ мг/дм³ при использовании раствора бора по 5.4.2 или 0,73 мг/дм³ при использовании раствора ионов бората по 5.5.2);

$I_{гр}$ — интенсивность флуоресценции градуировочного раствора по 5.6.3, отн. ед.;

I_0 — интенсивность флуоресценции холостой пробы по 5.6.4, отн. ед.

6 Порядок проведения определения

В мерную колбу вместимостью 25 см³ помещают 5 см³ пробы воды, добавляют 5 см³ смешанного реагента по 5.2, содержимое колбы доводят до метки раствором гидроксида натрия по 5.3, перемешивают и сразу же измеряют интенсивность флуоресценции $I_{изм}$ или массовую концентрацию бора $c_{изм}$ при помощи прибора.

7 Правила обработки результатов определения

7.1 При использовании прибора, допускающего автоматическую градуировку, массовую концентрацию бора в пробе $c_{изм}$, мг/дм³, определяют в процессе измерения по разделу 6.

7.2 При отсутствии компьютерной (микропроцессорной) системы сбора и обработки информации массовую концентрацию бора в пробе $c_{изм}$, мг/дм³, рассчитывают по формуле

$$c_{изм} = f(I_{изм} - I_0), \quad (2)$$

где f — градуировочный коэффициент, рассчитанный по 5.6.6;

$I_{изм}$ — интенсивность флуоресценции пробы, измеренная прибором по разделу 6, отн. ед.;

I_0 — интенсивность флуоресценции холостой пробы, измеренная прибором по 5.6.4, отн. ед.

Для расчета массовой концентрации ионов бората в пробе воды полученные значения концентрации бора необходимо умножить на коэффициент 5,4.

7.3 За результат определения массовой концентрации бора (ионов бората) X , мг/дм³, принимают среднеарифметическое значение результатов параллельных определений c_1 и c_2 . Приемлемость результатов определения оценивают исходя из условия

$$200 \cdot \frac{|c_1 - c_2|}{(c_1 + c_2)} \leq r, \quad (3)$$

где r — значение предела повторяемости (см. таблицу 1).

При невыполнении условия (3) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно [1, подраздел 5.2] и [2].

П р и м е ч а н и е — При получении результатов измерений в двух лабораториях $c_{А1лаб}$ и $c_{А2лаб}$ результат измерений считают удовлетворительным при выполнении условия

$$200 \frac{|c_{1лаб} - c_{2лаб}|}{(c_{1лаб} + c_{2лаб})} \leq R, \quad (4)$$

где R — значение предела воспроизводимости (см. таблицу 1).

При невыполнении условия (4) для проверки прецизионности в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно [1, пункты 5.2.2, 5.3.2.2] и [2].

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 бора, 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 0,05 до 0,25 включ.	30	31	42
Св. 0,25 » 5,0 »	20	20	28

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

9 Контроль показателей качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований [1, раздел 6] или [3].

10 Правила оформления результатов

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

Результаты измерений содержания элемента в анализируемой пробе X , мг/дм³, представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта)

$$\bar{X} \pm \Delta, \text{ либо } \bar{X} \pm U, \quad (5)$$

где \bar{X} — результат измерений, полученный в соответствии с процедурой по 7.3, мг/дм³;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений (доверительная вероятность $P = 0,95$) массовой концентрации бора, мг/дм³, рассчитываемая по формуле

$$U = 0,01 \delta \bar{X},$$

где δ — границы относительной погрешности измерений (доверительная вероятность $P = 0,95$) массовой концентрации бора по таблице 1, %;

U — расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k = 2$, мг/дм³, рассчитываемая по формуле

$$U = 0,01 U_{отн} \bar{X},$$

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

Допускается результат измерений представлять в виде

$$\bar{X} \pm \Delta_{\text{лаб}}, \text{ мг/дм}^3 \quad (6)$$

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

$$\bar{X} \pm U_{\text{лаб}}, \text{ мг/дм}^3 \quad (7)$$

при условии $U_{\text{лаб}} < U$, где $U_{\text{лаб}}$ — значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории с учетом [4] или [5] и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

Примечание — При необходимости (в соответствии с требованиями [1, подраздел 5.2]) для результата измерения \bar{X} указывается количество параллельных определений и способ установления результата измерений.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка химической посуды для выполнения определений

При выполнении определений необходимо соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами:

А.1 Для мытья химической посуды необходимо использовать концентрированную серную или концентрированную азотную кислоту. Не допускается использовать соду, щелочи, синтетические моющие средства всех видов, хромовую смесь.

Посуду предварительно моют водопроводной водой, затем наливают на $1/2$ объема кислоту, тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд.

Пипетки с использованием груши не менее трех раз промывают кислотой, заполняя ею пипетки выше отметки.

Посуду промывают дистиллированной водой не менее трех раз.

А.2 Для отбора каждого раствора необходимо иметь отдельный набор посуды, который используют только для определения бора.

А.3 Для испытаний необходимо иметь отдельный набор посуды, который используют только для определения бора.

А.4 Для хранения растворов, за исключением приготавливаемых непосредственно перед выполнением анализа, необходимо использовать посуду из полиэтилена, кварца или стекла, не содержащего бор.

Библиография

- | | |
|---|---|
| [1] Международный стандарт ISO 5725-6:1994* | Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике) |
| [2] Рекомендация МИ 2881—2004 | Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа |
| [3] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76—2004 | Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа |
| [4] | Руководство ЕВРОХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях». 2-е издание, 2000, пер. с англ. — СПб, ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002 г. |
| [5] 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 |

* 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». До принятия межгосударственного стандарта используют аналогичные национальные стандарты, если они идентичны международному стандарту ISO 5725-6:1994.

** Действуют в Российской Федерации.

Ключевые слова: вода питьевая, бор, борат, методы определения, массовая концентрация, флуориметрия, испытания

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

Сдано в набор 27.09.2013. Подписано в печать 15.10.2013. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 153 экз. Зак. 1160.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.