Изображение Государственного Герба Республики Казахстан

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

**ИЗМЕНЕНИЕ № 1 к**

**СТ РК 3041-2017**

**Вода**

**МАНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БИОХИМИЧЕСКОГО ПОТРЕБЛЕНИЯ КИСЛОРОДА**

*Настоящий проект изменения*

*не подлежит применению до его утверждения*

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Астана**

**Изменение № 1 к СТ РК 3041-2017 «Вода. Манометрический метод определения биохимического потребления кислорода»**

**Утверждено и введено в действие** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции от «\_\_» \_\_\_\_\_\_\_\_\_ 20\_\_ года №\_\_\_\_.

**Дата введения 20\_\_.\_\_.\_\_**

1 раздел «Нормативные ссылки»

СТ РК 2.1-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Термины и определения» заменить на СТ РК 2.1-2018 «Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Метрология. Термины и определения».

СТ РК 2.18-2009 «Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения» заменить на СТ РК 2.18-2019 «Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Методики выполнения измерений. Порядок разработки, метрологической аттестации, регистрации и применения».

Дополнить следующими ссылочными документами по стандартизации:

ГОСТ 450-77 «Кальций хлористый технический. Технические условия».

ГОСТ 2493-75 «Реактивы. Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный. Технические условия».

ГОСТ 3773-72 «Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия».

ГОСТ 4172-76 «Реактивы. Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия».

ГОСТ 4198-75 «Реактивы. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия».

ГОСТ 4147-74 «Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия».

ГОСТ 4523-77 «Реактивы. Магний сернокислый 7-водный. Технические условия».

ГОСТС 6038-79 «Реактивы. D-глюкоза. Технические условия».

2 раздел «Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы»

6 перечисление 1 абзаца дополнить объемом «500».

13 перечисление изложить в следующей редакции: - термостат жидкостной лабораторный с диапазоном температур от 0 °C до 50 °C, обеспечивающий поддержание температуры (20 ± 1) °C и оснащенный устройством перемешивания;

14 перечисление изложить в следующей редакции: - ГСО 8048-94 (МСО 0621:2003) «Вода. Стандартный образец химического и биохимического потребления кислорода»;

Дополнить следующим:

Для солевого раствора:

- Калий фосфорнокислый двузамещенный 3-водный по ГОСТ 2493;

- Калий фосфорнокислый однозамещенный по ГОСТ 4198;

- Натрий фосфорнокислый двузамещенный 7-водный;

- Железо (III) хлористое 6-водное по ГОСТ 4147;

- Кальций хлористый по ГОСТ 450;

- Магний сернокислый по ГОСТ 4523;

- Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Для контрольного образца:

- Глюкоза по ГОСТ 6038, ч.д.а.;

- Глютаминовая кислота по действующей нормативной технической документации, ч.д.а

Допускается использовать готовые солевые растворы. Приготовление по инструкции от производителя.

3 Дополнить следующим разделом:

**«6 Приготовление растворов**

6.1 Фосфатный буферный раствор. Растворяют 8,5 г однозамещенного фосфорнокислого калия, 21,75 г двузамещенного фосфорнокислого калия, 33,4 г двузамещенного фосфорнокислого натрия 7-водного и 1,7 г хлорида аммония в 1 дм3 дистиллированной воды. Показатель pH раствора должна быть в пределах 7,00-7,200.

6.2 Сульфат магния (22,5 г/дм3). Растворяют в дистиллированной воде 22,5 г сульфата магния и переносят в мерную колбу вместимостью в 1000 см3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

6.3 Хлорид кальций (27,5 г/дм3). Растворяют в дистиллированной воде 27,5 г безводного хлорида кальция и переносят в мерную колбу вместимостью в 1000 см3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

6.4 Гексагидрат хлорида железа (0,25 г/дм3). Растворяют в дистиллированной воде 0,25 г гексагидрата хлорида железа и переносят в мерную колбу вместимостью в
1000 см3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

6.5 Солевой раствор. Вышеуказанные растворы солей (пункты 6.1, 6.2, 6.3 и 6.4 настоящего стандарта) по 1 см3 добавляют в мерную колбу вместимостью 500 см3 и доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Допускается готовить концентрат солевого раствора 10:1.

Все вышеуказанные растворы стабильны в течение 6 месяцев при хранении в стеклянной посуде в темноте. При первых признаках появления осадка или бактериального роста следует утилизировать.».

4 Установить следующую нумерацию разделов:

«7 Сущность метода анализа»

8 Требования безопасности, охраны окружающей среды

9 Требования к квалификации персонала, выполняющего измерения

10 Условия измерений

11 Подготовка к выполнению измерений

12 Выполнение измерений

13 Обработка результатов измерений.

14 Контроль качества результатов измерений при реализации МВИ в лаборатории

15 Оформление результатов анализа».

5 После 1 абзаца раздела «Сущность метода» дополнить следующим абзацем:

Измеренное значение индицируется на дисплее измерительной головки анализатора ОхіТор или OxiTop контролера, в мг/дм3, БПК. В случае, если единица измерения «digits», то согласно инструкции самого прибора OxiTop измеренное значение пересчитывается с помощью коэффициента пересчета в значение массовой концентрации, мг/дм3, БПК.

6 Последнее предложение 6 абзаца раздела «Сущность метода» изложить в следующей редакции:

Для подавления процесса нитрификации в пробу воды вводят ингибитор нитрификации – тиомочевину в количестве 0,005 г на 1000 см³ пробы.

7 Пункт 10.2 изложить в следующей редакции:

«Выбор объема проб зависит от ожидаемого результата БПК и от предварительного результата ХПК. Оценка БПК по результатам ХПК может быть произведена с использованием эмпирического коэффициента корреляции, где БПК составляет примерно 40-80% от значения ХПК в зависимости от типа воды.

Для хозяйственно бытовых стоков с показаниями ХПК не ниже 250-300 мг/дм3 предварительная подготовка проб не требуется, и проба может быть проанализирована без разбавления. Для других промышленных сточных вод, загрязненных токсичными и тяжелыми органическим веществами, требуется разбавление и добавление посевного материала и солевого раствора. В качестве посевного материала может быть использована сточная вода из хозяйственно бытовых стоков со значением ХПК не ниже 350-400 мг/дм3.

Объем пробы, необходимый для анализа, определяется в зависимости от ожидаемого значения БПК в соответствии с Таблицей 2.

Если значение ХПК ниже 100 мг/дм3, требуется добавление посевного материала и солевого раствора. Для этого выбирается диапазон от 1 до 40 мг/дм3 или от 40 до 80 мг/дм3, в мерный цилиндр добавляется 30 см3 солевого раствора и 20 см3 посевного материала и доводится до нужного объёма пробой. Параллельно ставится холостая проба на тот же диапазон (таблица 2).

***Пример:*** Диапазон от 1 до 40 мг/дм3

1. Проба, полученная путем разбавления = Проба 382 см3 + 20 см3 посевного материала + 30 см3 солевого раствора = Общий объем 432 см3.

2. Холостая проба = Дистиллированная вода 382 см3 + 20 см3 посевного материала + 30 см3 солевого раствора = Общий объем 432 см3. При обработке конечного результата значение холостой пробы отнимается от основного результата.».

Расчет коэффициента:

$V\_{2}= V\_{1}- (Х\_{1}+Х\_{2})$ (1)

К= $V\_{1}$/$V\_{2}$ (2)

где, $V\_{1}$ - Объем пробы, полученной путем разбавления,

$V\_{2}$- Фактический объем анализируемой пробы,

$Х\_{1}$ - объем солевого раствора,

$Х\_{2}$ - объем посевного материала

***Пример:***

К = 432 / $V\_{2}$,

$V\_{2}$= 432 - (30+20) = 382, К = 432/ 382 = 1,13.

В некоторые промышленные стоки можно добавить солевой раствор и посевной материал, при этом важно учитывать холостую пробу.

8 Таблицу 2 заменить следующим:

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений БПК5, мг/дм3 | Объем пробы, полученной путем разбавления, см3 | Объем солевого раствора и посевного материала | Коэффициент разбавления, К |
| От 1 до 40 вкл | 432 | 30 см3 и 20 см3 | 1,13 |
| От 40 до 80 вкл | 365 | 30 см3 и 20 см3 | 1,16 |
| От 80 до 200 вкл | 250 | 30 см3 и 20 см3 | 1,25 |
| От 200 до 400 вкл | 164 | Зависит от значения ХПК и от типа воды. Можно добавить от 20 до 30 см3 солевого раствора | По ниже приведенной формуле |
| От 400 до 800 вкл | 97 |
| Св. 800 до 2000 вкл | 43,5 |
| Св. 2000 до 4000 вкл | 22,7 |

9 1 абзац раздела «Выполнение измерений» изложить в следующей редакции:

«Запускают процесс измерения согласно руководству по эксплуатации «ОхіТор».».

10 4, 6, 7 абзацы раздела «Выполнение измерений» исключить.

11 Раздел «Обработка результатов измерений» изложить в следующей редакции:

«Значение БПК5, мг/дм3, вычисляют по формуле (3):

БПК5 = М ‧ К, (3)

где, М - индицируемое показание измерительной головки;

К- коэффициент пересчета (согласно Таблице 2).

При измерении БПКn с помощью системы OxiTop результаты определяются путем суммирования показаний прибора, полученных за предыдущие 5 суток, с показаниями, полученными за последующие 5 (n) суток.

За результат измерений принимают среднее арифметическое значение (*X*, мг/дм3), из результатов двух параллельных определений, расхождение которых не превышает значений предела повторяемости, приведенного в Таблице 1, т.е., если выполняется условие приемлемости (4)

$\frac{200\*\left|X\_{1}-X\_{2}\right|}{X\_{1}+X\_{2}}\leq r$ *(4)*

где, $X\_{1}$, $X\_{2}$ – результаты двух параллельных результатов единичных определений БПК в пробе воды

r = 2.77 × σr - значение предела повторяемости для уровня вероятности Р = 0,95 и числа определений равного двум.

Если условие (4) не выполняется, выполняется повторный отбор пробы.».

12 Наименование раздела 13 изложить в следующей редакции: «Контроль качества результатов измерений».

13 5-8 абзацы раздела «Контроль качества результатов измерений» изложить в следующей редакции:

Результат контрольной процедуры вычисляют по формуле (5):

$K\_{K}=\frac{100×\left|X-X\_{amm}\right|}{X\_{amm}}$ (5)

где, $X\_{amm}$- аттестованное содержание БПК в аттестованной смеси;

X - результат определения БПК по данного стандарта.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле (6):

$K=δ\_{Л}$ (6)

где, $δ\_{Л}$, - значение характеристики погрешности при реализации данного стандарта (таблица 1).

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

 $K\_{K}\leq K$ (7)

При невыполнении Условия (7) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении Условия (7) процесс анализа приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14 В 3 перечислении пункта А.3 «Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы» исключить слова «годен до ноября 2013 г.»

15 Раздел А.4 Приложения А изложить в следующей редакции:

**А.4.1 Приготовление аттестованной смеси биохимического потребления кислорода с массовой концентрацией 1600 мг/дм³ (АС-00)**

В коническую колбу вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336 взвешивают (72,50 ± 0,02) г дистиллированной воды по ГОСТ 6709. Помещают в воду вскрытую ампулу стандартного образца ГСО 8048-94 (МСО 0621:2003) «Вода. Стандартный образец химического и биохимического потребления кислорода». Перемешивают на магнитной мешалке до полного растворения навески. Полученный раствор используют в качестве аттестованной смеси АС-00.

**А.4.2 Приготовление аттестованной смеси биохимического потребления кислорода с массовой концентрацией 160 мг/дм³ (АС-01)**

В коническую колбу вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 25336 взвешивают (725,00 ± 0,02) г дистиллированной воды по ГОСТ 6709. Помещают в воду вскрытую ампулу стандартного образца ГСО 8048-94 (МСО 0621:2003) «Вода. Стандартный образец химического и биохимического потребления кислорода». Перемешивают на магнитной мешалке до полного растворения навески. Полученный раствор используют в качестве аттестованной смеси АС-01.

**А.4.3 Приготовление аттестованной смеси биохимического потребления кислорода с массовой концентрацией 116 мг/дм³ (АС-02)**

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770 помещают вскрытую ампулу стандартного образца ГСО 8048-94 (МСО 0621:2003) «Вода. Стандартный образец химического и биохимического потребления кислорода». Растворяют содержимое ампулы в небольшом количестве дистиллированной воды по ГОСТ 6709. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают не менее 10 раз путем переворачивания и встряхивания закрытой колбы для обеспечения однородности. Полученный раствор используют в качестве аттестованной смеси АС-02.

**А.4.4 Приготовление аттестованной смеси биохимического потребления кислорода с массовой концентрацией 20 мг/дм³ (АС-03)**

В мерную колбу вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770 взвешивают (86,20 ± 0,02) г аттестованной смеси АС-02 биохимического потребления кислорода. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709 и тщательно перемешивают не менее 10 раз путем переворачивания и встряхивания закрытой колбы для обеспечения однородности. Полученный раствор используют в качестве аттестованной смеси АС-03.

**А.4.5 Приготовление аттестованной смеси биохимического потребления кислорода с массовой концентрацией 7,0 мг/дм³ (АС-04)**

В мерную колбу вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770 взвешивают (30,20 ± 0,02) г аттестованной смеси АС-02 биохимического потребления кислорода. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709 и тщательно перемешивают не менее 10 раз путем переворачивания и встряхивания закрытой колбы для обеспечения однородности. Полученный раствор используют в качестве аттестованной смеси АС-04.

**А.4.6 Приготовление аттестованной смеси биохимического потребления кислорода с массовой концентрацией 3,0 мг/дм³ (АС-05)**

В мерную колбу вместимостью 500 см³ по ГОСТ 1770 взвешивают (12,90 ± 0,02) г аттестованной смеси АС-02 биохимического потребления кислорода. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709 и тщательно перемешивают не менее 10 раз путем переворачивания и встряхивания закрытой колбы для обеспечения однородности. Полученный раствор используют в качестве аттестованной смеси АС-05.

|  |
| --- |
| **МКС 13.060.50****Ключевые слова:** аттестованная смесь, проба, раствор, анализатор |

**РАЗРАБОТЧИК:**

**РГП «Казахстанский институт стандартизации и метрологии»**

**Руководитель Департамента разработки**

**стандартов и фонда НТД А. Сопбеков**

**Заместитель руководителя**

**Департамента разработки**

**стандартов и фонда НТД Е. Ялынская**

**Ведущий специалист Департамента разработки**

**стандартов и фонда НТД А. Зиятаева**