

---

---

**Качество воды. Определение  
содержания растворенного кислорода.  
Метод с применением оптического  
датчика**

*Water quality — Determination of dissolved oxygen — Optical sensor  
method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17289:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b79b1825-a85f-4d88-a351-10f34c61c803/iso-17289-2014>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 17289:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17289:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b79b1825-a85f-4d88-a351-10f34c61c803/iso-17289-2014>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не задано иначе, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия офиса ISO по адресу, указанному ниже, или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
<b>1 Область применения.....</b>	<b>1</b>
<b>2 Нормативные ссылки .....</b>	<b>1</b>
<b>3 Сущность метода.....</b>	<b>2</b>
<b>4 Помехи .....</b>	<b>2</b>
<b>5 Реактивы.....</b>	<b>2</b>
<b>6 Оборудование.....</b>	<b>2</b>
<b>7 Процедура .....</b>	<b>3</b>
7.1 Отбор проб.....	3
7.2 Техника измерения и меры предосторожности .....	3
7.3 Калибровка .....	4
7.4 Определение .....	5
<b>8 Вычисление и выражение результатов .....</b>	<b>5</b>
8.1 Концентрация растворенного кислорода.....	5
8.2 Растворенный кислород, выраженный как степень насыщения .....	5
<b>9 Протокол испытания.....</b>	<b>6</b>
<b>Приложение А (информативное) Физико-химические характеристики кислорода в воде .....</b>	<b>7</b>
<b>Приложение В (информативное) Результаты измерений .....</b>	<b>13</b>
<b>Библиография .....</b>	<b>14</b>

ISO 17289:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b79b1825-a85f-4d88-a351-10f34c61c803/iso-17289-2014>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является Всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Процедуры, используемые для разработки этого документа и для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, следует отметить различные критерии, необходимые для одобрения различных типов документов ISO. Настоящий документ был подготовлен в соответствии с редакционными правилами, указанными в Директивах ISO/IEC, Часть 2 (см. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Обращается внимание на то, что некоторые элементы данного документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за идентификацию какого-либо одного или всех таких патентных прав. Детали любых патентных прав, идентифицированных при разработке настоящего документа, будут указаны во введении и/или в списке патентных заявок, полученных ISO (см. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Любое фирменное название, используемое в этом документе, указывается только как информация для удобства пользователей и не является рекомендацией.

Объяснение значения специфических терминов ISO и выражений, относящихся к оценке соответствия, а также информацию о строгом соблюдении ISO принципов WTO относительно Технических барьеров в торговле (ТБТ) см. по URL: Foreword – Supplementary information (Предисловие. Дополнительная информация)

ISO 17289 был разработан Техническим Комитетом ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитетом SC 2, *Физические, химические и биохимические методы*.

# Качество воды. Определение содержания растворенного кислорода. Метод с применением оптического датчика

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Лица, использующие этот международный стандарт, должны быть знакомы с нормальной лабораторной практикой. В настоящем международном стандарте не предусматривается рассмотрение всех проблем безопасности, если таковые имеются, связанных с его использованием. Пользователь сам должен установить надлежащие нормативы по технике безопасности и защите здоровья и обеспечить их соответствие условиям национального регулирования.

**ВАЖНО** — Необходимо, чтобы испытания согласно этому документу проводились соответственно обученным персоналом.

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает оптический метод для определения растворенного кислорода в воде с использованием датчика, действующего на основе тушения флуоресценции.

Измерение можно проводить, определяя концентрацию кислорода в миллиграммах на литр или степень насыщения (% растворенного кислорода), или то и другое. В зависимости от применяемого прибора могут быть достигнуты пределы обнаружения 0,1 мг/л или 0,2 мг/л согласно инструкциям изготовителя. Большинство приборов допускают измерение величин выше 100 %, т.е. перенасыщение.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Перенасыщение возможно, когда парциальное давление кислорода выше, чем в воздухе. Особенно в случае интенсивного роста водорослей перенасыщение возможно вплоть до 200 % и больше.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b79b1825-a85f-4d88-a351->

Если измеряются воды с насыщением выше 100 %, необходимо принимать меры для предотвращения газовой выделенной во время перемещений и измерений пробы. Также необходимо предотвращать перенос кислорода в пробу, если насыщение ниже 100 %.

Данный метод является подходящим для полевых измерений, для непрерывного мониторинга растворенного кислорода, а также для лабораторных измерений. Это один из предпочтительных методов для интенсивно окрашенных и мутных вод и также для анализа вод, не подходящих для метода титрования Винклера из-за веществ, связывающих железо и йод, которые могут создавать помехи для йодометрического метода, установленного в ISO 5813.

Данный метод применим для питьевых, природных, сточных и минерализованных вод. При использовании метода для минерализованных вод, таких как морская или эстуарная, важно делать поправку на соленость при измерении концентрации кислорода.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы целиком или частично являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

### 3 Сущность метода

Оптические датчики, которые измеряют время или фазовый сдвиг люминесценции/флуоресценции, обычно состоят из люминофора или флуоресцентного красителя, помещенного в сенсорный наконечник, источника света [например, светоизлучающий диод (LED)] и фотодетектора. Импульсный или модулированный свет от источника вызывает возбуждение люминофора, который затухает в присутствии кислорода. Фотодетектор преобразует результирующее излучение света в электрический сигнал, который может быть дискретизирован и обработан для вычисления фазового сдвига или времени флуоресценции или люминесценции. Этот фазовый сдвиг или продолжительность возбужденного состояния используется для вычисления концентраций кислорода.

Температура влияет двояким образом. Первое влияние относится к вариациям процесса затухания мембраны в зависимости от температуры. Поэтому первичный сигнал зонда должен быть компенсирован встроенным температурным датчиком. Современные счетчики могут это делать автоматически. Второе влияние обусловлено пробой и температурной зависимостью растворимости кислорода в ней. Минерализация также может оказывать значительное воздействие.

Для вычисления процента насыщения проб, находящихся в контакте с атмосферой, необходимо учитывать атмосферное давление. Это можно делать вручную или путем настройки датчика давления на автоматическую компенсацию.

Большинство датчиков имеют второй LED, чтобы использовать его в качестве внутреннего эталона для целей компенсации.

### 4 Помехи

Отсутствие помех в водах согласно описанию в Разделе 1.

### 5 Реактивы

Для анализа (т.е. для калибровки) используются только реактивы аналитической чистоты.

- 5.1 **Вода**, класс 2, как установлено в ISO 3696.
- 5.2 **Сульфит натрия**, безводный,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , или гептагидрат,  $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .
- 5.3 **Соль кобальта(II)**, например кобальт(II) хлорид гексагидрат,  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ .
- 5.4 **Аскорбиновая кислота**.
- 5.5 **Раствор гидроксида натрия**, NaOH,  $c = 1$  моль/л.
- 5.6 **Азотный газ**,  $\text{N}_2$ , чистота 99,995 % или выше.

### 6 Оборудование

6.1 **Измерительный прибор**, состоящий из следующих компонентов.

6.1.1 **Измерительный зонд**.

Конструкции зонда различаются по длинам волн света возбуждения и по люминофору или флуоресцентному красителю.

6.1.2 **Счетчик**, для непосредственных показаний массовых концентраций растворенного кислорода и/или степени насыщения кислородом.

**6.2 Термометр**, градуированный с ценой деления не менее 0,5 °С.

ПРИМЕЧАНИЕ Обычно температурный датчик встроен в прибор.

**6.3 Барометр**, градуированный с ценой деления 1 гПа.

ПРИМЕЧАНИЕ Обычно барометр встроен в прибор.

## 7 Процедура

### 7.1 Отбор проб

#### 7.1.1 Общие вопросы

Обычно концентрацию кислорода следует измерять непосредственно на месте, в водном объекте, который подлежит анализу.

Если непосредственное измерение в данном водном объекте невозможно, его можно также проводить в газонепроницаемом присоединенном проточном устройстве или сразу после соответствующей подготовки объекта для взятия разовой пробы.

При любой процедуре отбора разовых проб результат измерения будет иметь более высокую погрешность.

При наполнении емкости для проб в процессе пробоотбора поглощение или удаление кислорода должны быть минимизированы. Перенос пробы следует проводить, без турбулентности, т.е. поддерживая плавное течение.

#### 7.1.2 Отбор проб зачерпыванием (т.е. с поверхностных вод)

Пробу следует брать путем осторожного и медленного погружения пробоотборника.

#### 7.1.3 Отбор проб с использованием водопроводных кранов

Присоединяют инертную газонепроницаемую пробоотборную трубку к водопроводному крану и полностью вставляют до дна пробоотборника. Допускают предварительный слив избытка воды в количестве, превышающем вместимость пробоотборной емкости как минимум в три раза.

ПРИМЕЧАНИЕ Пробоотборную емкость можно наполнять водой перед измерением концентрации кислорода при условии предотвращения турбулентности.

#### 7.1.4 Отбор проб с использованием насосов

Следует использовать только водозамещающие погружные насосы. Насосы, которые работают на основе принципа замещения воздуха, не подходят. Заполняют пробоотборник, начиная со дна, используя пробоотборную трубку, и спускают воду посредством перелива избытка. Во время переноса пробы объемная скорость течения должна регулироваться для обеспечения в основном спокойного течения. Допускают слив воды в количестве, превышающем вместимость пробоотборной емкости как минимум в три раза.

### 7.2 Техника измерения и меры предосторожности

Измерительная система должна быть в надлежащем состоянии, как указано в инструкциях изготовителя. Например:

- сенсорный наконечник не должен иметь повреждений; мелкие царапины по большей части не имеют значения (см. инструкцию);
- система должна калиброваться при необходимости (см. инструкцию).

При проведении измерения должна быть обеспечена достаточная скорость обтекания сенсорного наконечника для получения однородной пробы и быстрого считывания. Это может быть достигнуто естественным течением, движением датчика или перемешиванием, например посредством магнитной мешалки (см. инструкцию).

Нужно соблюдать осторожность для предотвращения взаимодействия кислородом между газовым резервуаром и пробой. Поэтому не следует допускать образования воздушных пузырьков в пробах, которые измеряются в емкости. При измерении на месте, также следует предотвращать образование воздушных пузырьков, так как они могут влиять на сигнал.

Для хранения и поддержания пробы следует руководствоваться инструкцией изготовителя.

## 7.3 Калибровка

### 7.3.1 Общие вопросы

Эта процедура описана в 7.3.2 до 7.3.3, но также необходимо консультироваться с инструкциями изготовителя.

Калибровку при насыщении воздуха следует проводить ежедневно и после значительных изменений окружающих условий (т.е. температуры или давления).

### 7.3.2 Проверка установки на нуль

При необходимости проверяют установку прибора на нуль и, если возможно, корректируют путем погружения зонда в 1 л воды, в которую добавляют эквивалент 1 г или больше сульфата натрия (5.2) (раствор пригоден для использования после адекватного времени реакции, когда достигается стабильное показание). Для увеличения скорости реакции можно добавить около 1 мг соли кобальта(II) (5.3). Или же можно использовать 100 мл щелочного раствора аскорбиновой кислоты. Щелочной раствор аскорбиновой кислоты готовят, растворяя 2 г аскорбиновой кислоты (5.4) и 25 мл 1 моль/л NaOH (5.5) в 85 мл деионизированной воды в подходящей емкости с пробкой (для всего объема 110 мл). Начинают с медленного помешивания; ждут 3 мин перед использованием. Реактив, применимый для проверки нуля, используют согласно инструкции изготовителя.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Водорастворимые соли кобальта(II) токсичны для человека и водных организмов. Обращаться с ними надо с осторожностью.**

**ПРИМЕЧАНИЕ 1** Типичное время реакции без кобальта(II) составляет 20 мин, с кобальтом(II) 5 мин и с щелочной аскорбиновой кислотой 30 мин.

Если возможно, проверку и установку нуля можно также проводить, используя среду чистого азота (5.6).

**ПРИМЕЧАНИЕ 2** Возможны сухие условия согласно некоторым инструкциям изготовителя.

Современные зонды обычно достигают стабильной ответной реакции в течение нескольких минут. Однако различные зонды могут иметь разную быстроту отклика, поэтому следует обращаться к инструкции изготовителя. Если по инструкции требуется помешивание, его проводят таким образом, чтобы

- а) быстрота отклика была минимизирована и
- б) не примешивался кислород из окружающей атмосферы.



### 7.3.3 Калибровка при насыщении

Выполняют калибровку в применяемом контейнере согласно инструкции изготовителя. Простая и эффективная калибровка возможна в воздухе, насыщенном водяным паром.

Сенсорный наконечник заменяют, когда прибор больше не поддается калибровке, когда программа счетчика не принимает отклика сенсорного наконечника или когда отклик становится нестабильным либо медленным (см. инструкции изготовителя).

ПРИМЕЧАНИЕ Значения могут быть проверены титрованием Ринклера (см. ISO 5813).

### 7.4 Определение

Определение концентрации кислорода выполняют для воды, подлежащей анализу, согласно инструкциям изготовителя.

Пробу мягко взбалтывают, например, путем перемешивания (см. 7.2), если это рекомендовано изготовителем. Проверяют влияющие переменные, такие как температура пробы, атмосферное давление и минерализация пробы.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Информацию о зависимости концентрации кислорода от температуры, давления и минерализации, см. в Приложении А.

Погружают измерительный сенсорный зонд в пробу, обеспечивая интенсивный контакт сенсорного наконечника и температурного датчика с водой.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Большинство приборов компенсируют температурное поведение. Атмосферное давление учитывается в приборах в %-отношении для вычисления окончательного показания. Когда используются приборы без этих автоматических функций, влияние температуры и давления должно учитываться пользователем (см. Приложение А).

## 8 Вычисление и выражение результатов

### 8.1 Концентрация растворенного кислорода

Выражают концентрацию растворенного кислорода, в миллиграммах на литр, и представляют результат с точностью до первого десятичного знака.

ПРИМЕР 1  $\rho(O_2) = 1,5$  мг/л.

ПРИМЕР 2  $\rho(O_2) = 18,2$  мг/л.

### 8.2 Растворенный кислород, выраженный как степень насыщения

Большинство приборов оснащено средствами автоматического вычисления. Если требуется, вычисляют степень насыщения растворенного кислорода в воде по формуле

$$w(O_2) = \frac{\rho(O_2)}{\rho(O_2)_{th}} \times 100 \quad (1)$$

где

$w(O_2)$  степень насыщения растворенного кислорода в воде, выраженная в процентах, %;

$\rho(O_2)$  фактическая концентрация, выраженная в миллиграммах на литр, мг/л, растворенного кислорода, определенная в водной пробе при барометрическом давлении  $p$ , при температуре воды  $\theta$ ;

$\rho(\text{O}_2)_{\text{th}}$  теоретическая концентрация, выраженная в миллиграммах на литр, мг/л, кислорода для этой пробы при барометрическом давлении  $p$  и температуре  $\theta$ , если бы проба была насыщена влажным воздухом (см. Приложение А).

Результат представляют с точностью до ближайшего целого числа. Температура воды  $\theta$  и барометрическое давление  $p$  при измерении, а также минерализация  $S$  пробы, если необходимо, должны быть указаны (см. Раздел 9).

ПРИМЕР 1  $w(\text{O}_2) = 3 \%$

$p = 1\,115$  гПа;  $\theta = 19,5$  °C;  $S = 35$

ПРИМЕР 2  $w(\text{O}_2) = 104 \%$

$p = 1\,005$  гПа;  $\theta = 22,1$  °C;  $S = 3$

## 9 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать как минимум следующую информацию:

- a) используемый метод испытания со ссылкой на этот международный стандарт (т.е. ISO 17289:2014);
- b) идентичность водных проб;
- c) условия измерения (если необходимо):
  - температуру воды в момент взятия пробы и проведения измерения;
  - атмосферное давление в момент взятия проба и проведения измерения;
  - минерализацию воды;
- d) результат согласно Разделу 8;
- e) все обстоятельства, которые могли бы повлиять на результат.

## Приложение А (информативное)

### Физико-химические характеристики кислорода в воде

#### А.1 Минерализация и удельная электропроводность

Если применяемый кондуктометр не измеряет минерализацию, то берут значения из Таблицы А.1. Кондуктометр для определения удельной электропроводности используется при номинальной температуре (20 °С), затем по Таблице А.1 оценивают минерализацию до ближайшего целого числа.

Если кондуктометр может показывать электропроводность только при другой исходной температуре, тогда ее значение при 20 °С нужно вычислять с помощью поправочного коэффициента (см. ISO 7888).

Данные в Таблице А.1 были рассчитаны вплоть до электропроводности 5,4 См/м по Международным Океанографическим Таблицам.<sup>[7]</sup>

**Таблица А.1 — Корреляция электропроводность — минерализация**

Электропроводность См/м <sup>b</sup>	Значение минерализации <sup>a</sup>	Электропроводность См/м <sup>b</sup>	Значение минерализации <sup>a</sup>	Электропроводность См/м <sup>b</sup>	Значение минерализации <sup>a</sup>
0,5	3	2,0	13	3,5	25
0,6	4	2,1	14	3,6	25
0,7	4	2,2	15	3,7	26
0,8	5	2,3	15	3,8	27
0,9	6	2,4	16	3,9	28
1,0	6	2,5	17	4,0	29
1,1	7	2,6	18	4,2	30
1,2	8	2,7	18	4,4	32
1,3	8	2,8	19	4,6	33
1,4	9	2,9	20	4,8	35
1,5	10	3,0	21	5,0	37
1,6	10	3,1	22	5,2	38
1,7	11	3,2	22	5,4	40
1,8	12	3,3	23	—	—
1,9	13	3,4	24	—	—

<sup>a</sup> Минерализация, определенная из электропроводности при 20 °С.  
<sup>b</sup> 1 См/м = 10 mmhos/cm.

#### А.2 Барометрическое давление и высота над уровнем моря

Таблица А.2 используется для оценки истинного барометрического давления на определенных высотах. Соответствие основано на допущении, что на уровне моря барометрическое давление составляет 1 013 гПа. Значение барометрического давления в зависимости от высоты берут из Таблицы А.2 или более точное в местной метеорологической службе и затем вводят в прибор.