

**Измерение массовой концентрации кальция и его соединений,
магния и его соединений в воздухе рабочей зоны, атмосферном
воздухе, воздухе закрытых помещений и промышленных выбросах
титриметрическим методом**

Выдержка из текста методики

**33.1 Требования к средствам измерений и вспомогательному
оборудованию, расходным материалам и реактивам**

33.1.1 При выполнении измерений температуры применяются следующие средства измерений^{1,3,4}:

33.1.1.1 Средство измерений температуры воздуха – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений температуры воздуха от минус 30 °С до плюс 40 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 1,0$ °С.

Примечание - Диапазон измерений температуры воздуха СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по 33.1.1.4 – 33.1.1.10 настоящего документа (если применимо), а также требования 33.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже $\pm 1,0$ °С.

33.1.1.2 Средство измерений относительной влажности воздуха, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 90 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности ± 5 %.

Примечание - Диапазон измерений относительной влажности воздуха СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по 33.1.1.4 – 33.1.1.10 настоящего документа (если применимо), а также требования 33.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже ± 5 %.

33.1.1.3 Средство измерений атмосферного давления, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления $\pm 0,3$ кПа.

Примечание - Диапазон измерений атмосферного давления СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по 33.1.1.4 –

33.1.1.10 настоящего документа (если применимо), а также требования 33.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже $\pm 0,3$ кПа.

33.1.1.4 Средство измерений массы – весы лабораторные со следующими метрологическими характеристиками: класс точности «высокий» или «специальный», действительная цена деления (цена деления) не более 1 мг максимальная нагрузка (наибольший предел взвешивания) не более 300 г.

33.1.1.5 Средство измерений объемного расхода воздуха или объема отобранного воздуха – аспиратор по ГОСТ Р 51945, обеспечивающий при заданном значении объемного расхода воздуха (10.7 настоящего документа) характеристику приведенной погрешности объемного расхода воздуха (объема отобранного воздуха) $\pm 5\%$ (при отборе проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов).

Примечания:

1 Пределы приведенной погрешности аспираторов $\pm 5\%$, широко встречающихся в испытательных лабораториях (испытательных лабораторных центрах), обычно приведены к нормирующему значению – верхнему пределу измерений расхода, подробнее в 5.2.7.4.2 и 8.6.3.5.1 ГОСТ Р 51945.

2 При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылку на ГОСТ Р 51945 допустимо не применять.

33.1.1.6 Для контроля длительности установленных временных интервалов¹ используют часы (часы с таймером) по ГОСТ 233502 или секундомер утвержденного типа [6]3.

Примечания:

1 СИ измерения временных интервалов не требуется иметь в наличии отдельно при отборе проб (образцов), если измерение времени предусмотрено конструкцией аспиратора по 33.1.1.6 настоящего документа.

2 При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылку на ГОСТ 23350 допустимо не применять.

3 При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации применяются требования национального законодательства страны к СИ, где осуществляется применение настоящего документа, если они установлены.

33.1.1.7 Для контроля линейных размеров используют рулетки утвержденного типа с классом точности по ГОСТ 7502 не ниже 3 или лазерный измеритель расстояния с точностью ± 5 мм в диапазоне измерений

от 0,05 до 5 м включительно (необходимо, если измерения проводят в воздухе рабочей зоны, а также при измерении приземной концентрации примеси в атмосферном воздухе).

Примечание - При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылку на ГОСТ 7502 допустимо не применять.

33.1.1.8 Средство измерений температуры газа – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений температуры от 0 °С до плюс 100 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 1,0$ °С (при отборе проб промышленных выбросов).

33.1.1.9 Микроманометр по ТУ 4212-002-40001819-98 (при отборе проб промышленных выбросов).

Примечание – не требуется, если применяется аспиратор типа ПУ.

33.1.1.10 рН-метр со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений показателя активности ионов водорода рН от 9 до 11 рН, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН $\pm 0,1$ рН.

Примечание – рН-метр применяется для измерения массовой концентрации магния и его соединений, для измерения кальция и его соединений не требуется.

33.1.1.11 Бюретка I-1-2-25-0,1 или I-1-2-25-0,05 по ГОСТ 29251.

33.1.1.12 Колбы 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2 ГОСТ 1770.

33.1.1.13 Пипетка 1-1-2-10 (ГОСТ 29227 или микродозатор или несколько микродозаторов механических переменного (постоянного) объема, позволяющие дозировать жидкости согласно требованиям настоящего документа, с допускаемым относительным отклонением среднего объема дозы от номинального ± 2 %.

Примечание – Значения дозируемого объема по настоящему документу находятся в диапазоне от 1000 до 10000 мм³ (мкл), однако большие значения объема также могут быть дозированы с помощью пипеток 33.1.1.13 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки и микродозаторы различного объема.

33.1.1.14 Цилиндры 1-100-2 ГОСТ 1770.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылки на ГОСТ 1770, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227, ТУ 4212-002-40001819-98 допустимо не применять. Если ИЛ (ИЛЦ) не заявляет о применении методики в отношении какого-либо объекта или использует не все

способы пробоподготовки либо приготовления растворов, то требования о наличии средств измерений, необходимых для измерения такого объекта, пробоподготовки или приготовления раствора не предъявляются.

2 Средства измерений по 33.1.1.1 - 33.1.1.3 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по 33.1.1.1 - 33.1.1.3 настоящего документа могут быть конструктивно объединены в одно средство измерений, например: термогигрометр, термогигрометр с каналом измерения атмосферного давления, прибор контроля параметров воздушной среды.

3 Все средства измерения должны быть утвержденного типа и поверены в установленном порядке [7]. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации к средствам измерений применяются требования национального законодательства страны, где осуществляется применение настоящего документа, если они установлены.

4 Эксплуатация и хранение средств измерений должны осуществляться в соответствии с эксплуатационной документацией из комплекта поставки.

33.1.2 При выполнении измерений применяется следующее вспомогательное оборудование^{1,2}:

33.1.2.1 Холодильник любого типа, обеспечивающий поддержание любой температуры в диапазоне от плюс 2 °С до плюс 8 °С (при реализации ИЛ (ИЛЦ) хранения основного раствора для контроля точности).

33.1.2.2 Пылезаборная трубка внешней фильтрации, или универсальная с необходимыми фильтрующими материалами и набором наконечников для отбора проб (образцов) промышленных выбросов.

33.1.2.3 Электроплитка бытовая любого типа или песчаная баня любого типа.

33.1.2.4 Щипцы тигельные любого типа.

33.1.2.5 Муфельная печь любого типа с возможностью нагрева в диапазоне (400 – 450) °С.

33.1.2.6 Магнитная мешалка любого типа.

Примечания

1 Допускается использование другого вспомогательного оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками. Если ИЛ (ИЛЦ) не заявляет о применении методики в отношении какого-либо объекта или использует не все способы пробоподготовки, то требования о наличии вспомогательного оборудования, необходимого для измерения такого объекта, пробоподготовки или приготовления раствора не предъявляются.

2 Эксплуатация и хранение вспомогательного оборудования должны осуществляться в соответствии с эксплуатационной документацией из комплекта поставки.

33.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы:

33.1.3.1 Трубки силиконовые по ТУ 9398-003-001521106-2003.

33.1.3.2 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

33.1.3.3 Фильтры аэрозольные АФА-ХП-20 или АФА-ВП-20 по ТУ 95-1892-89.

33.1.3.4 Фильтродержатель по ТУ 95-1021-82.

33.1.3.5 Пинцет любого исполнения.

33.1.3.6 Пакеты из полимерных пленок любого исполнения.

33.1.3.7 Посуда любого типа для хранения растворов (для отдельных растворов допускается посуда из полимера или стекла).

33.1.3.8 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.

33.1.3.9 Колбы конические вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

33.1.3.10 Фарфоровая ступка любого исполнения по ГОСТ 9147.

33.1.3.11 Фарфоровый пестик любого исполнения по ГОСТ 9147.

33.1.3.12 Стаканы Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-1000 ХС (ТХС), по ГОСТ 25336.

33.1.3.13 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 09-1181-76.

33.1.3.14 Тигли фарфоровые любого исполнения по ГОСТ 9147 или тигли стеклоуглеродные, или тигли платиновые любого типа по ГОСТ 9147.

33.1.3.15 Колонка для устранения мешающего влияния (например, бюретка с краном).

П р и м е ч а н и е - Допускается использование других расходных материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылки на национальные стандарты и технические условия допустимо не применять. Если ИЛ (ИЛЦ) не заявляет о применении методики в отношении какого-либо объекта или использует не все способы пробоподготовки либо приготовления растворов, то требования о наличии расходных материалов, необходимых для измерения такого объекта, пробоподготовки или приготовления раствора не предъявляются.

33.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

33.1.4.1 Стандартный образец состава раствора ионов кальция с интервалом аттестованного значения массовой концентрации ионов кальция (0,95 - 1,05) г/дм³ с границами относительной погрешности аттестованного значения при доверительной вероятности $P=0,95 \pm 1,0 \%$.

33.1.4.2 Стандартный образец состава раствора ионов магния с интервалом аттестованного значения массовой концентрации ионов магния (0,95 - 1,05) г/дм³ с границами относительной погрешности аттестованного значения при доверительной вероятности $P=0,95 \pm 1,0 \%$.

П р и м е ч а н и е - Допускается использование стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

33.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы¹:

33.1.5.1 Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, х.ч.

33.1.5.2 Аммоний хлористый по ГОСТ 37732, ч.д.а.

33.1.5.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

33.1.5.4 Кислотный хром темно-синий по ТУ 6-09-3870-84, ч.д.а.

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

33.1.5.6 Магний сернокислый (стандарт-титры) по ТУ 6-09-2540-87 или по ТУ 2642-001-33813273-97.

33.1.5.7 Активированный уголь на древесной основе любого качества.

33.1.5.8 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

33.1.5.9 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

33.1.5.10 Водорода перекись по ГОСТ 10929, ч.д.а.

П р и м е ч а н и я

1 Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных. При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылки на национальные стандарты и технические условия допустимо не применять, необходимо учитывать требования к квалификации реактива, если они установлены. Если ИЛ (ИЛЦ) не заявляет о применении методики в отношении какого-либо объекта или использует не все способы пробоподготовки либо приготовления растворов, то требования о наличии реактивов, необходимых для измерения такого объекта, пробоподготовки или приготовления раствора не предъявляются.

2 Применяется для измерения массовой концентрации магния и его соединений.