

**Измерение массовой концентрации кальция и его соединений,
магния и его соединений в почвенном типе титриметрическим
методом**

Выдержка из текста методики

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

36.1.1 При выполнении измерений температуры применяются следующие средства измерений¹:

36.1.1.1 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 36.1.1.4 – 36.1.1.5 настоящего документа (если применимо), а также требования 36.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже $\pm 1,0$ °С.

36.1.1.2 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 36.1.1.4 – 36.1.1.5 настоящего документа (если применимо), а также требования 36.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже ± 5 %.

36.1.1.3 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 36.1.1.4 – 36.1.1.5 настоящего документа (если применимо), а также требования 36.5 настоящего

документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже $\pm 0,3$ кПа.

36.1.1.4 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.

36.1.1.5 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.

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

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

36.1.1.8 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 36.1.1.8 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки и микродозаторы различного объема.

36.1.1.9 Цилиндры 1-100-2, 1-250-2 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 36.1.1.1 - 36.1.1.3 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по 36.1.1.1 - 36.1.1.3 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.

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

36.1.2.1 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).

36.1.2.2 Сито капроновое с диаметром отверстий размером примерно 1 мм.

36.1.2.3 Электроплитка бытовая любого типа или водяная баня любого типа, или песчаная баня любого типа.

36.1.2.4 Щипцы тигельные³ любого типа.

36.1.2.5 Муфельная печь любого типа³ с возможностью нагрева в диапазоне (400 – 450) °С.

36.1.2.6 Аналитический автоклав любого типа⁴.

36.1.2.7 СВЧ-минерализатор любого типа⁵.

36.1.2.8 Установка для фильтрования любого типа (при использовании мембранного фильтра с размером пор 0,45 мкм).

36.1.2.9 Магнитная мешалка любого типа.

П р и м е ч а н и я

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.

3 Применяется при минерализации проб почвенного типа открытым способом.

4 Применяется при минерализации проб почвенного типа в микроволновой печи.

5 Применяется при минерализации проб почвенного типа в автоклаве.

36.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы¹:

36.1.3.1 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

36.1.3.2 Посуда любого типа для хранения растворов.

36.1.3.3 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.

36.1.3.4 Колбы конические² вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

36.1.3.5 Колбы конические вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

36.1.3.6 Фарфоровая ступка любого исполнения по ГОСТ 9147.

36.1.3.7 Фарфоровый пестик любого исполнения по ГОСТ 9147.

36.1.3.8 Стаканчики для взвешивания (бюксы)³ любого исполнения и типа, изготовленные из стекла любого качества.

36.1.3.9 Фильтры «белая лента» по ТУ 6-09-1678-95 или мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм.

36.1.3.10 Воронки для фильтрования стеклянные любого исполнения по ГОСТ 25336.

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

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

36.1.3.13 Полиэтиленовый флакон любого типа и исполнения вместимостью не менее 100 см³.

36.1.3.14 Тигли фарфоровые любого исполнения³ по ГОСТ 9147 или тигель стеклоглеродный любого типа³, или тигель платиновый любого типа³.

36.1.3.15 Чашки фарфоровые любого исполнения³ по ГОСТ 9147 или чашки стеклоглеродные любого типа³, или чашки платиновые любого типа³.

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

Примечания

¹ 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.

2 Применяется при подготовке проб почвенного типа кислоторастворимой формы.

3 Применяется при минерализации проб почвенного типа открытым способом.

36.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

36.1.4.1 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 $P=0,95 \pm 1,0 \%$.

36.1.4.2 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.

36.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы:

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

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

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

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

36.1.5.5 Активированный уголь на древесной основе любого качества.

36.1.5.6 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

36.1.5.7 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

П р и м е ч а н и е - Для приготовления 0,1 М раствора гидроксида натрия допускается применение стандарт-титра 0,1 Н натрия гидроокиси по ТУ 2642-001-33813273-97.

36.1.5.8 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

П р и м е ч а н и е - Для приготовления 0,1 М раствора соляной кислоты допускается применение стандарт-титр 0,1 Н раствора соляной кислоты по ТУ 2642-001-33813273-97.

36.1.5.9 Азотная кислота по ГОСТ 4461, х.ч.

36.1.5.10 Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, ч.

36.1.5.11 Хлорная кислота³ по ТУ 6-09-2878-84, х.ч.

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.

3 Применяется при минерализации проб почвенного типа открытым способом.