

Измерение массовой концентрации цинка и его соединений во всех типах вод спектрофотометрическим методом

Выдержка из текста методики

14.1 Требования к средствам измерений и вспомогательному оборудованию, расходным материалам и реактивам

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

14.1.1.1 Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со следующими метрологическими характеристиками: спектральный диапазон от 530 до 550 нм; диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания от 1 до 99; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания $\pm 1,0$ %.

Примечание – Справочная информация о некоторых соответствующих требованиям к спектрофотометрам утвержденного типа приведена в Приложении Б настоящего документа.

14.1.1.2 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 14.1.1.1, 14.1.1.5 – 14.1.1.7 настоящего документа (если применимо), а также требования 14.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже $\pm 1,0$ °С.

14.1.1.3 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 14.1.1.1, 14.1.1.5 – 14.1.1.7 настоящего документа (если применимо), а также требования 14.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже ± 5 %.

14.1.1.4 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 14.1.1.1, 14.1.1.5 – 14.1.1.7 настоящего документа (если применимо), а также требования 14.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже $\pm 0,3$ кПа.

14.1.1.5 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.

14.1.1.6 рН-метр со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений показателя активности ионов водорода рН от 3 до 7 рН, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений рН $\pm 0,1$ рН.

14.1.1.7 Средство измерения температуры воды – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений температуры от 75 °С до 95 °С, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры $\pm 2,0$ °С [для определения кислото-экстрагируемых форм металла в воде загрязненной].

14.1.1.8 Колбы 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2 ГОСТ 1770.

14.1.1.9 Цилиндры 1-100-2 и 1-1000-25 или 1-2000-25 ГОСТ 1770.

14.1.1.10 Пипетки 1-1-2-2, 1-1-2-5, 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 500 до 10000 мм³ (мкл), однако большие значения объема также могут быть дозированы с помощью пипеток 14.1.1.7 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки и микродозаторы различного объема.

14.1.1.11 Пипетки с одной отметкой 1-2-5, 1-2-10 ГОСТ 29169 для приготовления градуировочных растворов № 1 и № 2.

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 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 14.1.1.2 - 14.1.1.4 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по 14.1.1.2 - 14.1.1.4 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.

5 Применяется при подготовке проб воды условно чистой для концентрирования пробы.

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

14.1.2.1 Холодильник любого типа, обеспечивающий поддержание любой температуры в диапазоне от плюс 2 °С до плюс 8 °С (при реализации ИЛ (ИЛЦ) хранения градуировочного раствора № 1 и № 2, растворов реактивов, где установлены условия хранения в холодильнике).

14.1.2.2 Электроплитка³ бытовая любого типа или водяная баня³ любого типа, или песчаная баня³ любого типа.

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

14.1.2.4 Аналитический автоклав любого типа⁴.

14.1.2.5 СВЧ-минерализатор любого типа⁵.

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.

3 Применяется при подготовке проб воды любого типа, когда проводится концентрирование пробы или минерализация открытым способом.

4 Применяется при минерализации воды загрязненной в микроволновой печи.

5 Применяется при минерализации воды загрязненной в автоклаве.

14.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы:

14.1.3.1 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

14.1.3.2 Кювета из оптического стекла или кварцевые кюветы с толщиной оптического слоя 50 мм любого типа.

14.1.3.3 Посуда любого типа для хранения растворов.

14.1.3.4 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.

14.1.3.5 Фильтры «белая лента» по ТУ 6-09-1678-95 или мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм (применяется при консервации и подготовке пробы воды).

14.1.3.6 Стаканы Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-20002 ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

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 воды условно чистой, когда проводится концентрирование пробы.

14.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

14.1.4.1 Стандартный образец состава раствора ионов цинка с интервалом аттестованного значения массовой концентрации ионов цинка

(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.

14.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы¹:

14.1.5.1 Сульфарсазен по ТУ 6-09-4681-83, ч.д.а.

14.1.5.2 Натрий сернокислый (сульфат) по ГОСТ 4166, ч.д.а.

14.1.5.3 Кислота сульфосалициловая, 2-водная по ГОСТ 4478, ч.д.а.

14.1.5.4 Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

14.1.5.5 Тиомочевина по ГОСТ 6344, ч.д.а.

14.1.5.6 Натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199, ч.д.а. или стандарт-титр 0,1 М натрия тетраборнокислого по ТУ 2642-004-33813273-2006.

14.1.5.7 Аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.

14.1.5.8 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

14.1.5.9 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

14.1.5.10 Водорода перекись² 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 при минерализации воды загрязненной открытым способом.