

**Измерение массовой концентрации молибдена и его соединений в
жидких и твердых отходах производства и потребления
спектрофотометрическим методом**

Выдержка из текста методики

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

19.1.1 При выполнении измерений температуры применяются следующие средства измерений¹:

19.1.1.1 Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со следующими метрологическими характеристиками: спектральный диапазон от 460 до 480 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.

19.1.1.2 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 19.1.1.1, 19.1.1.5 – 19.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования 19.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже $\pm 1,0$ °С.

19.1.1.3 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 19.1.1.1, 19.1.1.5 – 19.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования

19.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже $\pm 5\%$.

19.1.1.4 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 19.1.1.1, 19.1.1.5 – 19.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования 19.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже $\pm 0,3$ кПа.

19.1.1.5 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.

19.1.1.6 Средство измерений массы – весы лабораторные со следующими метрологическими характеристиками: средний (III) или обычный (III) класс точности для взвешивания пробы жидких и твердых отходов производства и потребления массой более 200 г.

19.1.1.7 Колбы 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2 ГОСТ 1770.

19.1.1.8 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 $\pm 2\%$.

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

19.1.1.9 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, 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 19.1.1.2 - 19.1.1.4 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по 19.1.1.2 - 19.1.1.4 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.

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

19.1.2.1 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).

19.1.2.2 Сито капроновое с диаметром отверстий размером примерно 1 мм (применяется при подготовке проб способом просеивания).

19.1.2.3 Электроплитка бытовая любого типа или водяная баня любого типа, или песчаная баня любого типа (подготовка пробы способом механической гомогенизации, при минерализации пробы открытым способом, обработке отхода смывами).

19.1.2.4 Аналитический автоклав любого типа³.

19.1.2.5 СВЧ-минерализатор любого типа⁴.

19.1.2.6 Мешалка любого типа (при подготовке проб способом механической гомогенизации).

19.1.2.7 Сушильный шкаф любого типа или термостат любого типа с возможностью нагрева в диапазоне (35 – 45) °С (применяется при высушивании проб твердых отходов производства и потребления способом 2) и (или) в диапазоне (100 – 110) °С (применяется при высушивании проб твердых отходов производства и потребления способом 3).

19.1.2.8 Мельница любого типа (применяется при гомогенизации проб твердых отходов производства и потребления способом 2 и при измельчении пробы твердых отходов производства и потребления способом размола).

19.1.2.9 Шредер любого типа или щековая дробилка любого типа (применяется при гомогенизации проб твердых отходов производства и потребления способом 3).

19.1.2.10 Ножевая дробилка любого типа или ножницы любого типа и исполнения (применяется при измельчении пробы твердых отходов производства и потребления способом резки или низкотемпературной резки).

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

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 жидких и твердых отходов производства и потребления в микроволновой печи.

4 Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления в автоклаве.

19.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы¹:

19.1.3.1 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

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

19.1.3.3 Посуда любого типа для хранения растворов (для отдельных растворов допускается посуда из стекла).

19.1.3.4 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.

19.1.3.5 Колбы конические² вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

19.1.3.6 Фарфоровая чашка или ступка любого исполнения по ГОСТ 9147 и фарфоровый пестик любого исполнения по ГОСТ 9147, или лопатка

любого исполнения или прут любого исполнения (при подготовке пробы способом механической гомогенизации).

19.1.3.7 Фильтры «белая лента» по ТУ 6-09-1678-95 или мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм (применяется при минерализации).

19.1.3.8 Стаканы Н(В)-1(2)-50 ХС (ТХС)3, Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

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

19.1.3.10 Воронка делительная³ любого исполнения по ГОСТ 25336.

19.1.3.11 Пинцет любого типа или магнит любого типа или щипцы любого типа (если они используются для ручного разделения твердых фракций отходов производства и потребления).

19.1.3.12 Сосуд Дьюара по ТУ 26-04-622-87 [применяется при измельчении пробы твердых отходов производства и потребления способом дробления при замораживании пробы (криогенное дробление) и для низкотемпературной резки (резка при замораживании пробы)].

П р и м е ч а н и я

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 обработке пробы смывами.

3 Применяется при подготовке проб способом разделения жидких фракций.

19.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

19.1.4.1 Стандартный образец состава раствора ионов молибдена с интервалом аттестованного значения массовой концентрации ионов молибдена (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.

19.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы:

19.1.5.1 Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч.д.а.

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

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

19.1.5.4 Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, ч.д.а.

19.1.5.5 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

19.1.5.6 Азотная кислота² по ГОСТ 4461, х.ч.

19.1.5.7 Водорода перекись² по ГОСТ 10929, ч.д.а.

19.1.5.8 Жидкий азот любого качества [применяется при измельчении пробы твердых отходов производства и потребления способом дробления при замораживании пробы (криогенное дробление) и для низкотемпературной резки (резка при замораживании пробы)].

19.1.5.9 Растворители [амилацетат или ацетон, или бензин любой марки, или бутилацетат, или бутиловый спирт, или изобутиловый спирт, или бутилакрилат, или ксилол, гексан или бензол, или толуол, или дихлорэтан, дихлорметан, или метилэтилкетон (бутан-2-он); или денатурированный этанол, тетрахлорметан (четырехлористый углерод) или дихлорэтан, или тетрахлорэтилен, или метиленхлорид, или этиловый спирт, или этилацетат] любого качества (для подготовки твердых отходов производства и потребления, загрязненных органическими веществами).

Примечания

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 проб открытым способом.