

## **Измерение массовой концентрации молибдена и его соединений в почвенном типе спектрофотометрическим методом**

### ***Выдержка из текста методики***

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

20.1.1 При выполнении измерений температуры применяются следующие средства измерений<sup>1,3,4</sup>:

20.1.1.1 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.

20.1.1.2 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 20.1.1.1, 20.1.1.5 – 20.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования 20.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже  $\pm 1,0$  °С.

20.1.1.3 Средство измерений относительной влажности воздуха, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 90 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности  $\pm 5$  %.

*Примечание* - Диапазон измерений относительной влажности воздуха СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по 20.1.1.1, 20.1.1.5 – 20.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования 20.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже  $\pm 5$  %.

20.1.1.4 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 20.1.1.1, 20.1.1.5 – 20.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования 20.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже  $\pm 0,3$  кПа.

20.1.1.5 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.

20.1.1.6 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.

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

20.1.1.8 Цилиндры 1-100-2, 1-250-2 ГОСТ 1770.

20.1.1.9 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 мм<sup>3</sup> (мкл), однако большие значения объема также могут быть дозированы с помощью пипеток 20.1.1.9 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки и микродозаторы различного объема.

20.1.1.10 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 20.1.1.2 - 20.1.1.4 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по 20.1.1.2 - 20.1.1.4 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.

20.1.2 При выполнении измерений применяется следующее вспомогательное оборудование<sup>1,2</sup>:

20.1.2.1 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).

20.1.2.2 Сито капроновое с диаметром отверстий размером примерно 1 мм.

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

20.1.2.4 Щипцы тигельные<sup>3</sup> любого типа.

20.1.2.5 Муфельная печь любого типа<sup>3</sup> с возможностью нагрева в диапазоне (400 – 450) °С.

20.1.2.6 Аналитический автоклав любого типа<sup>4</sup>.

20.1.2.7 СВЧ-минерализатор любого типа<sup>5</sup>.

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

#### 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 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.

20.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы<sup>1</sup>:

20.1.3.1 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

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

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

20.1.3.4 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см<sup>3</sup>.

20.1.3.5 Колбы конические<sup>2</sup> вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

20.1.3.6 Колбы конические вместимостью 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

20.1.3.7 Фарфоровая ступка любого исполнения<sup>3</sup> по ГОСТ 9147.

20.1.3.8 Фарфоровый пестик любого исполнения<sup>3</sup> по ГОСТ 9147.

20.1.3.9 Стаканчики для взвешивания (бюксы)<sup>3</sup> любого исполнения и типа, изготовленные из стекла любого качества.

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

20.1.3.11 Воронки для фильтрования стеклянные любого исполнения по ГОСТ 25336.

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

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

20.1.3.14 Полимерный флакон любого типа и исполнения вместимостью не менее 100 см<sup>3</sup>.

20.1.3.15 Тигли фарфоровые любого исполнения<sup>3</sup> по ГОСТ 9147 или тигель стеклоуглеродный любого типа<sup>3</sup>, или тигель платиновый любого типа<sup>3</sup>.

20.1.3.16 Чашки фарфоровые любого исполнения<sup>3</sup> по ГОСТ 9147 или чашки стеклоуглеродные любого типа<sup>3</sup>, или чашки платиновые любого типа<sup>3</sup>.

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.

20.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

20.1.4.1 Стандартный образец состава раствора ионов молибдена с интервалом аттестованного значения массовой концентрации ионов молибдена (0,95 - 1,05) г/дм<sup>3</sup> с границами относительной погрешности аттестованного значения при доверительной вероятности  $P=0,95 \pm 1,0 \%$ .

Примечание - Допускается использование стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

20.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы<sup>1</sup>:

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

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

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

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

20.1.5.5 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

20.1.5.6 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или стандарт-титр 0,1 Н натрия гидроокиси по ТУ 2642-001-33813273-97.

20.1.5.7 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Примечание - Для приготовления 0,1 М раствора соляной кислоты допускается применение стандарт-титр 0,1 Н раствора соляной кислоты по ТУ 2642-001-33813273-97.

20.1.5.8 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч.

20.1.5.9 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х.ч.

20.1.5.10 Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484, ч.

20.1.5.11 Хлорная кислота<sup>2</sup> по ТУ 6-09-2878-84, х.ч.

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 жидких и твердых отходов производства и потребления, почвенного типа открытым способом.