

9 Измерение массовой концентрации цинка и его соединений во всех типах вод, жидких и твердых отходах производства и потребления, почве, грунтах, песке (в том числе песке в песочницах детских организаций), иле (в том числе активном), осадках сточных вод, шламах, донных отложениях, воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, воздухе закрытых помещений и промышленных выбросах спектрофотометрическим методом

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

9.1.1 При выполнении измерений температуры применяются следующие средства измерений¹:

9.1.1.1 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 $\pm 1,0$ %.

П р и м е ч а н и е – Справочная информация о некоторых соответствующих требованиям к спектрофотометрам утвержденного типа приведена в Приложении Б настоящего документа.

9.1.1.2 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.

П р и м е ч а н и е - Диапазон измерений температуры воздуха СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по 9.1.1.1, 9.1.1.5 – 9.1.1.11 настоящего документа (если применимо), а также требования 9.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже $\pm 1,0$ °С.

9.1.1.3 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 %.

П р и м е ч а н и е - Диапазон измерений относительной влажности воздуха СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по 9.1.1.1, 9.1.1.5 – 9.1.1.11 настоящего документа (если применимо), а также требования

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

9.1.1.4 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.

П р и м е ч а н и е - Диапазон измерений атмосферного давления СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по 9.1.1.1, 9.1.1.5 – 9.1.1.11 настоящего документа (если применимо), а также требования 9.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже $\pm 0,3$ кПа.

9.1.1.5 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.

9.1.1.6 Средство измерений объемного расхода воздуха или объема отобранного воздуха – аспиратор по ГОСТ Р 51945, обеспечивающий при заданном значении объемного расхода воздуха (9.7 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).**

П р и м е ч а н и я:

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.

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

П р и м е ч а н и я:

1 СИ измерения временных интервалов не требуется иметь в наличии отдельно при отборе проб (образцов), если измерение времени предусмотрено конструкцией аспиратора по 9.1.1.6 настоящего документа.

9.1.1.8 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).

9.1.1.9 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).**

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

П р и м е ч а н и е – не требуется, если применяется аспиратор типа ПУ.

9.1.1.11 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.

9.1.1.12 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 сточной (производственной, хозяйственно-бытовой, ливневой, очищенной)].**

9.1.1.13 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.**

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

9.1.1.15 Цилиндры 1-100-2, **1-250-2⁵, 1-1000-2⁶** ГОСТ 1770.

9.1.1.16 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 %.

П р и м е ч а н и е – 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 9.1.1.16 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки, и микродозаторы различного объема.

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

П р и м е ч а н и я

1 Допускается использование других средств измерений с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками. 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 9.1.1.2 - 9.1.1.4 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по 9.1.1.2 - 9.1.1.4 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].

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

5 Применяется при подготовке проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений.

6 Применяется при подготовке проб воды природной; питьевой; лечебной, лечебно-столовой, природной столовой питьевой минеральной воды; воды бассейнов и аквапарков; воды технической для концентрирования пробы.

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

9.1.2.1 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).

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

9.1.2.3 Сито капроновое³ с диаметром отверстий размером примерно 1 мм.

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

9.1.2.5 **Щипцы тигельные⁴ любого типа.**

9.1.2.6 **Муфельная печь любого типа⁴ с возможностью нагрева в диапазоне (400 – 450) °С.**

9.1.2.7 **Аналитический автоклав любого типа⁵.**

9.1.2.8 **СВЧ-минерализатор любого типа⁶.**

9.1.2.9 Мешалка любого типа **(при подготовке проб жидких отходов производства и потребления способом механической гомогенизации).**

9.1.2.10 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)).**

9.1.2.11 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).**

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

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

9.1.2.14 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 подготовке проб жидких и твердых отходов производства и потребления (способом просеивания), почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений.

4 Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений открытым способом, при подготовке проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов.

5 Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений в микроволновой печи.

6 Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений в автоклаве.

9.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы¹:

9.1.3.1 Трубки силиконовые по ТУ 9398-003-001521106-2003 (при отборе проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов).

9.1.3.2 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

9.1.3.3 Фильтры аэрозольные АФА-ХП-20 или АФА-ВП-20 по ТУ 95-1892-89 (при отборе проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов).

9.1.3.4 Фильтродержатель по ТУ 95-1021-82 (при отборе проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов).

9.1.3.5 Пинцет любого исполнения (при отборе проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов).

9.1.3.6 Пакеты из полимерных пленок любого исполнения (при отборе проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов).

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

- 9.1.3.8 Посуда любого типа для хранения растворов.
- 9.1.3.9 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.
- 9.1.3.10 **Колбы конические²** вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.11 **Колбы конические³** вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.12 **Фарфоровая ступка любого исполнения³** по ГОСТ 9147.
- 9.1.3.13 **Фарфоровый пестик любого исполнения³** по ГОСТ 9147.
- 9.1.3.14 **Стаканчики для взвешивания (бюксы)³** любого исполнения и типа, изготовленные из стекла любого качества.
- 9.1.3.15 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, минерализации открытым способом пробы жидких отходов производства и потребления, минерализации твердых отходов производства и потребления, загрязненных минеральными или органическими веществами, подготовке проб почвы, грунтов, песка (в том числе песка в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений**).
- 9.1.3.16 **Воронки для фильтрования стеклянные³** любого исполнения по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.17 Стаканы Н(В)-1(2)-50 ХС (ТХС)⁴, **Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС)³, Н(В)-1(2)-2000 ХС (ТХС)⁵** по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.18 **Универсальная индикаторная бумага³** по ТУ 09-1181-76.
- 9.1.3.19 **Полиэтиленовый флакон³** любого типа и исполнения вместимостью не менее 100 см³.
- 9.1.3.20 **Тигли фарфоровые любого исполнения⁴** по ГОСТ 9147.
- 9.1.3.21 **Чашки фарфоровые любого исполнения⁴** по ГОСТ 9147.
- 9.1.3.22 **Тигель стеклоуглеродный или платиновый любого типа⁴.**
- 9.1.3.23 **Чашка стеклоуглеродная или платиновая любого типа⁴.**
- 9.1.3.24 **Воронка делительная⁶** любого исполнения по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.25 Пинцет любого типа или магнит любого типа или щипцы любого типа (**если они используются для ручного разделения твердых фракций отходов производства и потребления**).
- 9.1.3.26 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. 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 почвы, грунтов, песка (в том числе песка в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений кислоторастворимой формы.

3 Применяется при подготовке проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений.

4 Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений открытым способом.

5 Применяется при подготовке проб воды природной; питьевой; лечебной, лечебно-столовой, природной столовой питьевой минеральной воды; воды бассейнов и аквапарков; воды технической, когда проводится концентрирование пробы.

6 Применяется при подготовке проб жидких отходов производства и потребления способом разделения жидких фракций.

9.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

9.1.4.1 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.

9.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы:

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

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

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

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

9.1.5.5 Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а.

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

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

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

9.1.5.9 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

9.1.5.10 Натрия гидроокись² по ГОСТ 4328, х.ч. или стандарт-титр 0,1 Н натрия гидроокиси² по ТУ 2642-001-33813273-97.

9.1.5.11 Кислота соляная² по ГОСТ 3118, х.ч. или стандарт-титр 0,1 Н раствора соляной кислоты² по ТУ 2642-001-33813273-97.

9.1.5.12 Кислота уксусная² по ГОСТ 61, х.ч.

9.1.5.13 Азотная кислота² по ГОСТ 4461, х.ч.

9.1.5.14 Кислота фтористоводородная³ по ГОСТ 10484, ч.

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

9.1.5.16 Водорода перекись⁴ по ГОСТ 10929, ч.д.а.

9.1.5.17 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)].

9.1.5.18 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 (четырёххлористый углерод) или дихлорэтан, или тетрахлорэтилен, или метиленхлорид, или этиловый спирт, или этилацетат] любого качества (для подготовки твердых отходов производства и потребления, загрязненных органическими веществами).

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. 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 подготовке проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских

организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений.

3 Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления, почв, грунтов, песков (в том числе песков в песочницах детских организаций), ила (в том числе активного), осадков сточных вод, шламов, донных отложений открытым способом.

4 Применяется при подготовке проб воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, воздуха закрытых помещений и промышленных выбросов, а также при минерализации воды сточной (производственной, хозяйственно-бытовой, ливневой, очищенной), жидких отходов производства и потребления открытым способом.