

15 Измерение массовой концентрации кальция и его соединений, магния 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 титриметрическим методом

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

15.1.1 При выполнении измерений температуры применяются следующие средства измерений¹:

15.1.1.1 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.

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 15.1.1.4 – 15.1.1.12 настоящего документа (если применимо), а также требования 15.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже $\pm 1,0$ °С.

15.1.1.2 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 %.

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 15.1.1.4 – 15.1.1.12 настоящего документа (если применимо), а также требования 15.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже ± 5 %.

15.1.1.3 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.

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 15.1.1.4 – 15.1.1.12 настоящего документа (если применимо), а также требования 15.5

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

15.1.1.4 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.

15.1.1.5 Средство измерений объемного расхода воздуха или объема отобранного воздуха – аспиратор по ГОСТ Р 51945, обеспечивающий при заданном значении объемного расхода воздуха (10.7 настоящего документа) характеристику приведенной погрешности объемного расхода воздуха (объема отобранного воздуха) ± 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 ± 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.

15.1.1.6 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 15.1.1.6 настоящего документа.

15.1.1.7 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).**

П р и м е ч а н и е - При использовании настоящего документа за пределами Российской Федерации ссылку на ГОСТ 7502 допустимо не применять.

15.1.1.8 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).**

15.1.1.9 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.

15.1.1.10 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)].

15.1.1.11 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.

15.1.1.12 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.

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

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

15.1.1.15 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 %.

П р и м е ч а н и е – 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 15.1.1.15 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки, и микродозаторы различного объема.

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

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 15.1.1.1 - 15.1.1.3 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по 15.1.1.1 - 15.1.1.3 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].

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.

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

15.1.2.1 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).**

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

15.1.2.3 Сито капроновое³ с диаметром отверстий размером примерно 1 мм.

15.1.2.4 Электроплитка бытовая любого типа или **водяная баня³** любого типа, или песчаная баня любого типа.

15.1.2.5 **Щипцы тигельные⁴** любого типа.

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

15.1.2.7 **Аналитический автоклав любого типа⁵.**

15.1.2.8 **СВЧ-минерализатор любого типа⁶.**

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

15.1.2.10 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).

15.1.2.11 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).

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

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

15.1.2.14 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, для подготовки 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.

15.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы¹:

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

15.1.3.2 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

15.1.3.3 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).**

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

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

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

15.1.3.7 Посуда любого типа для хранения растворов.

15.1.3.8 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.

15.1.3.9 Колбы конические² вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

15.1.3.10 Колбы конические вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.

15.1.3.11 Фарфоровая ступка любого исполнения по ГОСТ 9147.

15.1.3.12 Фарфоровый пестик любого исполнения по ГОСТ 9147.

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

15.1.3.14 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).

15.1.3.15 **Воронки для фильтрования стеклянные³ любого исполнения по ГОСТ 25336.**

15.1.3.16 **Стаканы Н(В)-1(2)-50 ХС (ТХС)⁴, Н(В)-1(2)-100 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-1000 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-2000 ХС (ТХС)⁵ по ГОСТ 25336.**

15.1.3.17 **Универсальная индикаторная бумага по ТУ 09-1181-76.**

15.1.3.18 **Полиэтиленовый флакон³ любого типа и исполнения вместимостью не менее 100 см³.**

15.1.3.19 **Тигли фарфоровые любого исполнения⁴ по ГОСТ 9147.**

15.1.3.20 **Чашки фарфоровые любого исполнения⁴ по ГОСТ 9147.**

15.1.3.21 **Тигель стеклоуглеродный или платиновый любого типа⁴.**

15.1.3.22 **Чашка стеклоуглеродная или платиновая любого типа⁴.**

15.1.3.23 **Воронка делительная⁶ любого исполнения по ГОСТ 25336.**

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

15.1.3.25 **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)].**

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

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.

15.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

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

15.1.4.2 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.

15.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы:

15.1.5.1 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

15.1.5.2 Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, ч.д.а.

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

15.1.5.4 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

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

15.1.5.6 Гидроксиламина гидрохлорид (гидроксиламин солянокислый) по ГОСТ 5456, ч.д.а.

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

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

15.1.5.9 Активированный уголь на древесной основе любого качества.

15.1.5.10 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

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

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

15.1.5.13 Кислота уксусная² по ГОСТ 61, х.ч.

15.1.5.14 Азотная кислота² по ГОСТ 4461, х.ч.

15.1.5.15 Кислота фтористоводородная³ по ГОСТ 10484, ч.

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

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

15.1.5.18 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)].

15.1.5.19 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.