

МИ S.21-2023 Государственная система обеспечения единства измерений. Методика измерений массовой концентрации сульфатов и их соединений во всех типах вод, жидких и твердых отходах производства и потребления, почве, грунтах, песке, иле (в том числе активном), осадках сточных вод, шламах, донных отложениях, воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, воздухе закрытых помещений и промышленных выбросах, серы общей (валовой) в жидких и твердых отходах производства и потребления, почве, грунтах, песке, иле (в том числе активном), осадках сточных вод, шламах, донных отложениях турбидиметрическим методом

Выдержка из текста методики

9 Измерение массовой концентрации сульфатов и их соединений, серы общей (валовой) в жидких и твердых отходах производства и потребления турбидиметрическим методом

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

9.1.1 При выполнении измерений применяются следующие средства измерений:

9.1.1.1 Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр со следующими метрологическими характеристиками: спектральный диапазон от 390 до 410 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.

9.1.1.2 Средство измерений температуры воздуха – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: 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 пунктам 9.1.1.1, 9.1.1.5 – 9.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования пункта 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: 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 пунктам 9.1.1.1, 9.1.1.5 – 9.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования пункта 9.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности воздуха не хуже ± 5 %.

9.1.1.4 Средство измерений атмосферного давления, со следующими метрологическими характеристиками: пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления $\pm 0,5$ кПа.

Примечание – Диапазон измерений атмосферного давления СИ может быть уже, но должен обеспечить контроль условий эксплуатации применяемых СИ по пунктам 9.1.1.1, 9.1.1.5 –

9.1.1.6 настоящего документа (если применимо), а также требования пункта 9.5 настоящего документа, пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений атмосферного давления не хуже $\pm 0,5$ 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 массы – весы лабораторные со следующими метрологическими характеристиками: средний (III) или обычный (IV) класс точности для взвешивания пробы жидких и твердых отходов производства и потребления массой более 200 г.

9.1.1.7 Колбы 2-25-2, 2-50-2 ГОСТ 1770.

9.1.1.8 Цилиндры 1-100-2 и 1-500-2 или 1-1000-2 ГОСТ 1770.

9.1.1.9 Пипетки 1-1-2-1, 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 100 до 10000 мм³ (мкл), однако большие значения объема также могут быть дозированы с помощью пипеток по пункту 9.1.1.9 настоящего документа. Допускается применять одновременно пипетки и микродозаторы различного объема.

9.1.1.10 Пипетки с одной отметкой 1-2-5 ГОСТ 29169 для приготовления градуировочного раствора № 1.

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 пунктам 9.1.1.2 - 9.1.1.4 настоящего документа применяются для контроля условий измерений. Средства измерений по пунктам 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 [9] и поверены в установленном порядке [10]. 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.

9.1.2 При выполнении измерений применяется следующее вспомогательное оборудование:

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

9.1.2.2 Электроплитка бытовая любого типа или водяная баня любого типа, или песчаная баня любого типа [кроме минерализации пробы в микроволновой печи или в автоклаве для измерения массовой доли серы общей (валовой)].

9.1.2.3 Аналитический автоклав любого типа.

Примечание - Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления в микроволновой печи для измерения массовой доли серы общей (валовой).

9.1.2.4 СВЧ-минерализатор любого типа.

Примечание - Применяется при минерализации проб жидких и твердых отходов производства и потребления в автоклаве для измерения массовой доли серы общей (валовой).

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

9.1.2.6 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).

9.1.2.7 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).

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

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

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.

9.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы:

9.1.3.1 Мешалки (палочки стеклянные) любого исполнения.

9.1.3.2 Кювета из оптического стекла или кварцевые кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм любого типа.

9.1.3.3 Посуда любого типа для хранения растворов.

9.1.3.4 Пробирки любого типа вместимостью не менее 10 см³.

9.1.3.5 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).

9.1.3.6 Фильтры «белая лента» или «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-95.

9.1.3.7 Стаканы Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-1000 ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

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

9.1.3.9 Воронка делительная любого исполнения по ГОСТ 25336.

Примечание - Применяется при подготовке проб способом разделения жидких фракций.

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

9.1.3.11 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)].

Примечание - Допускается использование других расходных материалов по 9.1.3 настоящего документа 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.

9.1.4 При выполнении измерений применяются следующие стандартные образцы:

9.1.4.1 Стандартный образец состава раствора сульфат-ионов с интервалом аттестованного значения массовой концентрации сульфат-ионов (0,95 - 1,05) г/дм³ 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.

9.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы:

9.1.5.1 Бария хлорид (дигидрат) по ГОСТ 4108, х.ч.

9.1.5.2 Глицерин по ГОСТ 6259, ч.д.а. или этиленгликоль по ГОСТ 10164, ч.д.а.

9.1.5.3 Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

9.1.5.4 Этиловый спирт по ГОСТ Р 51723 или по ГОСТ 5962, или иной реактив (вещество) с объемной долей спирта этилового не менее 95 %.

9.1.5.5 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

9.1.5.6 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а.

9.1.5.7 Хлорная кислота по ТУ 6-09-2878-84, х.ч.

Примечание - Применяется при минерализации проб для измерения массовой доли серы общей (валовой).

9.1.5.8 Азотная кислота по ГОСТ 4461, х.ч.

Примечание - Применяется при минерализации проб для измерения массовой доли серы общей (валовой).

9.1.5.9 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)].

Примечание - Допускается использование реактивов по 9.1.4 настоящего документа 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.