

## **9 Измерение массовой доли нитритов и их соединений в жидких и твердых отходах производства и потребления спектрофотометрическим 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 510 до 530 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  $\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**Примечание** - Диапазон измерений температуры воздуха СИ 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  $\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

9.1.1.3 Средство измерений относительной влажности воздуха, со следующими метрологическими характеристиками: пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений относительной влажности  $\pm 5\%$ .

**Примечание** - Диапазон измерений относительной влажности воздуха СИ 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  $\pm 5\%$ .

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

**Примечание** - Диапазон измерений атмосферного давления СИ 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  $\pm 0,3\text{ кПа}$ .

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, 2-200-2, 2-1000-2 ГОСТ 1770.

9.1.1.8 Цилиндры 1-100-2 ГОСТ 1770.

9.1.1.9 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-5, 1-1-2-10, 1-1-2-25 (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 100 до 25000 мм<sup>3</sup> (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 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, а также хранения раствора реактива Грисса в течение 7 суток].

9.1.2.2 Электроплитка бытовая любого типа.

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

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

9.1.2.5 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).

9.1.2.6 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).

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

9.1.2.8 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 50 мм любого типа.

9.1.3.3 Посуда любого типа для хранения растворов (для хранения отдельных реактивов требуется посуда из стекла)

9.1.3.4 Пробирки любого типа вместимостью не менее 5 см<sup>3</sup>.

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

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

9.1.3.7 Стаканы Н(В)-1(2)-100 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-250 ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

9.1.3.8 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).

9.1.3.9 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 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 нитрит-ионов с интервалом аттестованного значения массовой концентрации нитрит-ионов (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.

9.1.5 При выполнении измерений применяются следующие реактивы:

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

9.1.5.2 Калий двухромово-кислый по ГОСТ 4220, ч.д.а.

9.1.5.3 Хлороформ по ГОСТ 20015 любой квалификации.

9.1.5.4 Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199, ч.д.а.

**Примечание** – Не используется, если применяется готовый реактив Грисса.

9.1.5.5 Кислота сульфаниловая по ГОСТ 5821, ч.д.а.

**Примечание** – Не используется, если применяется готовый реактив Грисса.

9.1.5.6 Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.д.а.

9.1.5.7  $\alpha$ -нафтиламина гидрохлорид по ТУ 6-09-07-661, ч. или 1-Нафтиламин (1-Аминонафталин; альфа-Нафтиламин) по ТУ 6-09-07-1703-90, ч.

**Примечание** – Не используется, если применяется готовый реактив Грисса.

9.1.5.8 Соляная кислота по ГОСТ 3118, ч.д.а.

9.1.5.9 Реактив Грисса по ТУ 6-09-3569-86, ч.д.а.

Примечание – Не используется, если осуществляется приготовление раствора сульфаниловой кислоты, раствора  $\alpha$ -нафтиламина, раствора ацетата натрия.

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

9.1.5.11 Алюминий оксид по ТУ 6-09-426-75, ч.д.а.

9.1.5.12 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

9.1.5.13 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 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.