

9 Измерение массовой концентрации фенола и его 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 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.

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 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 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 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, 2-1000-2 ГОСТ 1770.

9.1.1.8 Цилиндры 1-50-2, 1-100-2, 1-500-2, 1-1000-2 или 1-2000-2 ГОСТ 1770.

9.1.1.9 Пипетки Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 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 ± 2 %.

Примечание – Значения дозируемого объема по настоящему документу находятся в диапазоне от 100 до 25000 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.

П р и м е ч а н и я

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 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.

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

9.1.2.3 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).

9.1.2.4 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).

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

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

9.1.2.7 Холодильник любого типа (при реализации ИЛ (ИЛЦ) хранения раствора градуировочного раствора № 1, окислителя, раствора 4-аминоантипирина, 0,5 % раствора крахмала, хранения отобранной пробы жидких отходов производства и потребления).

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.

9.1.3 При выполнении измерений применяются следующие расходные материалы:

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

9.1.3.2 Посуда из стекла и полиэтилена любого типа для хранения растворов.

- 9.1.3.3 Пробирки любого типа вместимостью не менее 5 см³.
- 9.1.3.4 Фильтры «синяя лента» или «белая лента» по ТУ 6-09-1678-95.
- 9.1.3.5 Стаканы Н(В)-1(2)-25 ХС (ТХС) или Н(В)-1(2)-50 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-150 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-500 ХС (ТХС), Н(В)-1(2)-1000 ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.6 Универсальная индикаторная бумага по ТУ 6-09-1181-89.
- 9.1.3.7 Воронка делительная любого исполнения по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.8 Вата или стекловолокно любого качества.
- 9.1.3.9 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).
- 9.1.3.10 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 Колба коническая вместимостью не менее 100 см³ по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.12 Воронки стеклянные любого исполнения по ГОСТ 25336.
- 9.1.3.13 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 е - 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:

10.1.4.1 Стандартный образец состава раствора фенола с интервалом аттестованного значения массовой концентрации фенола (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 Натрий гидроокись по ГОСТ 4328, ч.д.а.
- 9.1.5.2 Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, ч.д.а.
- 9.1.5.3 Аммиак водный по ГОСТ 3760-79, ч.д.а.
- 9.1.5.4 Соляная кислота по ГОСТ 3118, ч.д.а.
- 9.1.5.5 4-Аминоантипирин по ТУ 6-09-3948-75, ч.д.а.
- 9.1.5.6 Толуол по ГОСТ 5789, ч.д.а.
- 9.1.5.7 Калий железосинеродистый [гексацианоферрат (III) калия] по ГОСТ 4206, ч.д.а. или Аммоний надсернокислый (персульфат аммония) по ГОСТ 20478, ч.д.а.
- 9.1.5.8 Бутилацетат по ГОСТ 8981, марки А или хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

П р и м е ч а н и е - Для подготовки проб жидких отходов производства и потребления, пробы смывов для измерения массовой доли фенола и его соединений применяется бутилацетат по ГОСТ 8981, марки А.

- 9.1.5.9 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч.д.а.
- 9.1.5.10 Кислота уксусная по ГОСТ 61, ч.д.а.
- 9.1.5.11 Натрий уксуснокислый, 3-х водный, кристаллический по ГОСТ 199, ч.д.а.
- 9.1.5.12 Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.д.а.

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

9.1.5.14 Натрий углекислый по ГОСТ 83, ч.д.а.

9.1.5.15 Кислота азотная по ГОСТ 4461, ч.д.а.

9.1.5.16 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

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)].

П р и м е ч а н и е - 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.