ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57758— 2017

Ресурсосбережение

ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ

Подготовка аналитических навесок из лабораторной пробы

(EN 15002:2015, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий (ФГУП «ВНИИ СМТ») совместно с Обществом с ограниченной ответственностью «Инновационный экологический фонд» (ООО «ИНЭКО»)

2 ВНЕСЕН подкомитетом ПК 2 «Обращение с отходами» Технического комитета по стандартизации ТК 409 «Охрана окружающей природной среды»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 октября 2017 г. № 1309-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского стандарта ЕН 15002:2015 «Характеристика отходов. Подготовка аналитических навесок из лабораторной пробы» (EN 15002:2015 «Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe», NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Требования безопасности 4
5 Подход к методам отбора проб из лабораторных образцов отходов 4
5.1 Сущность технологического подхода 4
5.2 Подготовка проб 4
5.3 Приборы и оборудование 7
5.4 Возможные источники ошибок 7
5.5 Протокол испытаний 7
5.6 Контроль работоспособности аппаратуры 8
5.7 Дополнительные требования 8
Приложение А (обязательное) Выбор метода подготовки проб 9
Приложение Б (справочное) Соотношение между минимальной массой исследуемой пробы и размером частиц 17
Приложение В (справочное) Оборудование для обработки проб 19
Приложение Г (справочное) Примеры требований к реализации аналитических методов 20
Приложение Д (справочное) Примеры способов подготовки проб 26
Библиография 36

Введение

Настоящий стандарт разработан на основе европейского стандарта ЕН 15002:2015 «Характеристика отходов. Подготовка аналитических навесок из лабораторной пробы» (EN 15002:2015 «Charakterisierung von Abfällen — Herstellung von Prüfmengen aus der Laborprobe»), подготовленного Техническим комитетом CEN/TC 292 «Характеристика отходов», секретариат которого поддерживается Бюро по стандартизации NBN (Бельгия).

В лабораторной практике пробу, взятую в соответствии с планом отбора проб, анализируют различными методами. Для этих целей пробу разделяют таким образом, чтобы получить несколько аналитических навесок веществ, представляющих интерес, и применяют методы анализа, позволяющие получить представительные данные для исходной лабораторной пробы. Представительность лабораторной пробы и аналитической навески имеет особое значение для обеспечения качества и точности результатов анализа. Представительность лабораторной пробы устанавливают в соответствии с планом отбора проб.

Настоящий стандарт устанавливает последовательность проведения анализа для обеспечения представительности аналитических навесок в соответствии с надлежащей (добросовестной) лабораторной практикой.

При проведении анализа отходов и шламов (определении любых показателей) лицо, осуществляющее анализ, должно ознакомиться с основными рисками, возникающими при обращении с этими материалами. Пробы отходов и шламов могут содержать опасные (например, токсичные, химически активные, огнеопасные, инфицированные) компоненты, обладающие высокой биологической и химической реакционной способностью. Поэтому при работе с пробами этих материалов следует соблюдать особую осторожность. Кроме того, в результате микробиологической или химической активности материалов могут образовываться горючие газы, которые приводят к избыточному давлению в закрытых сосудах. При взрыве сосудов могут образовываться опасные осколки, пыль и (или) аэрозоли.

Требования настоящего стандарта могут служить основой инструкций по технике безопасности лабораторной практики при обращении с пробами отходов, шламов.

Настоящий стандарт должен соблюдаться при возникновении всех рисков, связанных с процедурами лабораторного анализа образцов отходов и шламов.

Объектом стандартизации в настоящем стандарте является ресурсосбережение, предметом стандартизации — обращение с отходами, аспектом стандартизации — отбор проб из лабораторного образца. Настоящий стандарт является неэквивалентным по отношению к аналогу: введены ссылки на национальные стандарты Российской Федерации и уточнена структура стандарта.

В настоящем стандарте использованы ссылки на 50 стандартов, включая международные и европейские стандарты, а также на европейские региональные документы и на документ по добросовестной лабораторной практике.

Приложение А — обязательное, приложения Б—Д носят справочный характер.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Ресурсосбережение

ОБРАЩЕНИЕ С ОТХОДАМИ

Подготовка аналитических навесок из лабораторной пробы

Resources saving. Waste treatment. Preparation of test portions from the laboratory sample

Дата введения — 2018—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к надлежащей (добросовестной) лабораторной практике для безопасной подготовки аналитических навесок из лабораторной пробы отходов и шламов.

Настоящий стандарт распространяется на методы подготовки аналитических навесок из лабораторной пробы любых отходов, включая шламы и осадки сточных вод.

Настоящий стандарт не распространяется на радиоактивные отходы и шламы, которые попадают в сферу действия другого законодательства.

Требования, установленные настоящим стандартом, предназначены для добровольного применения в нормативно-правовой, нормативной, технической и проектно-конструкторской документации, а также в научно-технической, учебной и справочной литературе применительно к процессам обращения с отходами на этапах их технологического цикла отходов с вовлечением соответствующих материальных ресурсов в хозяйственную деятельность в качестве вторичного сырья, обеспечивая при этом сохранение и защиту окружающей среды, здоровья и жизни людей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 14.322—83 Нормирование расхода материалов. Основные положения

ГОСТ 30772—2001 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Термины и определения

ГОСТ 31886—2012 Принципы надлежащей лабораторной практики (GLP). Применение Принципов GLP к краткосрочным исследованиям

ГОСТ 33044—2014 Принципы надлежащей лабораторной практики

ГОСТ 33510—2015 (EN 15413:2011) Топливо твердое из бытовых отходов. Методы подготовки образца для испытаний из лабораторной пробы

ГОСТ Р ИСО 14050—2009 Менеджмент окружающей среды. Словарь

ГОСТ Р 52104—2003 Ресурсосбережение. Термины и определения

ГОСТ Р 53692—2009 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Этапы технологического цикла отходов

ГОСТ Р 54098—2010 Ресурсосбережение. Вторичные материальные ресурсы. Термины и определения

ГОСТ Р 54884—2011 Добросовестная практика в области защиты прав потребителей. Термины и определения

ГОСТ Р 54887—2011 Руководство по добросовестной практике для контрольных испытаний продукции (для испытательных лабораторий и испытательных центров)

Издание официальное

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины и определения по ГОСТ Р ИСО 14050, ГОСТ Р 52104, ГОСТ Р 53692, ГОСТ Р 54098, ГОСТ 33510, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **высушивание:** Процесс удаления воды из пробы.

Примечания

1 При подготовке пробы целесообразно удалить только то количество воды, которое помешает другим процессам, например, дроблению или измельчению.

2 Для сохранения пробы без особых изменений в процессе пробоподготовки не требуется полное удаление воды из пробы.

3.2 **фракция:** Часть лабораторной пробы, в которой интересующие параметры могут быть распределены неравномерно.

Примечание — Фракция может состоять из металлических кусков, камней и т. д.

3.3 **разделение на фракции:** Процесс разделения материала по размеру частиц или слоев, если гомогенизация пробы не применима практически или целесообразно проводить испытания отдельных фракций или фаз.

3.4 **деление пробы:** Процесс отбора одной или более частей из пробы.

3.5 **зернистые отходы:** Отходы, которые не являются монолитными, жидкими, газообразными, шламом [1].

3.6 **гомогенизация:** Процесс объединения компонентов, частиц или слоев в более однородное состояние, чем изначальная проба (в случае составных проб), или предварительно обработанные фракции пробы, — для обеспечения равного распределения вещества и свойств в пробе.

3.7 **умеренно летучие соединения:** Суммарное количество легколетучих органических соединений и умеренно летучих неорганических соединений, которые могут быть утеряны в процессе подготовки пробы.

Примечание — Во время пробоподготовки, например при нагревании, могут быть утеряны летучие неорганические соединения, такие как ртуть, мышьяк, кадмий, таллий.

3.8 **умеренно летучие органические соединения:** Органические соединения, имеющие температуру кипения выше 180 °С (при давлении 101 кПа).

Примечание — К умеренно летучим органическим соединениям относятся:

а) минеральные масла;

б) большинство полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) [2];

в) полихлорированные бифенилы (ПХБ) [3];

г) хлорорганические гербициды [3].

3.9 **кусковые (монолитные) отходы:** Отходы с определенным минимальным размером (минимальной мерой), а также физическими и механическими свойствами, которые обеспечивают их целостность в течение определенного периода времени.

3.10 **измельчение:** Механическое измельчение пробы посредством перемалывания, растирания, дробления или резки.

3.11 **разделение фаз, разделение фракций:** Процесс разделения материала по размеру частиц или слоев, если гомогенизация пробы не применима практически или если целесообразно проведение испытаний отдельных фракций или фаз.

3.12 **проба:** Отобранная для анализа часть объекта исследования.

3.13 **частная (точечная) проба:** Проба, полученная отбором части пробы.

Примечание — Частная проба может являться:

а) частью пробы, которая была получена посредством выборки или отделения;

б) конечной пробой, полученной в результате многоступенчатой подготовки проб

в) в случае монолитной пробы являться пробой, выделенной (полученной) посредством резки или сверления.

3.14 **лабораторная проба:** Объединенная проба или ее часть, подготовленная соответствующим образом и являющаяся достаточной для проведения химического анализа.

Примечания

1 Когда лабораторная проба подвергается дальнейшей обработке разделением, смешиванием, измельчением или сочетанием этих операций, она становится аналитической пробой. Если не требуется проводить подготовку лабораторной пробы, то лабораторная проба и является аналитической пробой. Навеска отбирается от аналитической пробы для проведения испытаний.

2 Лабораторная проба является конечной пробой с точки зрения отбора проб, но с точки зрения лабораторного анализа она является начальной пробой.

3 Некоторые лабораторные пробы могут быть подготовлены и направлены в разные лаборатории или в одну и ту же лабораторию для различных целей. При отправке в одну лабораторию набор проб рассматривается как одна лабораторная проба и документально оформляется как одна проба.

3.15 **аналитическая проба:** Проба, приготовленная из лабораторной пробы, от которой отбирается навеска для проведения испытаний.

3.16 **аналитическая навеска:** Часть пробы вещества или материала установленной массы, целиком используемая при выполнении единичного измерения концентрации или других свойств.

Примечание — Аналитическая навеска может быть взята сразу, если не требуется подготовка пробы (например, для жидкостей или проб с соответствующей однородностью, размером и толщиной). Как правило, происходит отбор аналитических навесок из подготовленной для испытания пробы.

3.17 **разделение пробы:** Процесс, при котором из пробы получают одну или несколько частных проб или получают желаемую однородную форму, используя процессы резки или сверления в случае монолитных отходов;

3.18 **навеска пробы:** Количество материала необходимого размера для определения требуемых параметров лабораторной пробы.

Примечание — Навеска пробы может быть отобрана непосредственно из лабораторной пробы, если не требуется подготовка образца (например, гомогенизация, растворение, измельчение), но обычно она отбирается из аналитической пробы.

3.19 **равномерно сформированная аналитическая навеска неделимых (монолитных) отходов:** Аналитическая навеска неделимых (монолитных) отходов, полученная посредством резки или сверления, поверхность которой может быть рассчитана на основе простых геометрических формул.

3.20 **исследуемая проба, анализируемая проба:** Проба, полученная из лабораторной пробы, из которой отбирают аналитические навески для исследования или анализа.

3.21 **летучие органические соединения:** Соединения, которые при комнатной температуре (20 °С) находятся в жидком состоянии и имеют температуру кипения обычно ниже 180 °С [4].

Примечание — Летучие органические соединения включают ароматические углеводороды и другие медленно кипящие галогенированные углеводороды, которые используются в качестве растворителей или топлива, и некоторые продукты разложения.

3.22

принципы надлежащей лабораторной практики (Good Laboratory Practice (GLP): Система обеспечения качества, имеющая отношение к процессам организации, планирования, порядку проведения и контролю испытаний в области охраны здоровья человека и безопасности окружающей среды, а также оформления, архивирования и представления результатов этих испытаний.

[ГОСТ 33044, статья 2.1.1]

Примечания

1 В ГОСТ 31886 термин «надлежащая» используется без определения.

2 В Российской Федерации получил распространение (без определения термина) синоним «добросовестная практика» (ГОСТ Р 54884, ГОСТ Р 54887), что учтено и в настоящем стандарте.

3.23

опасные отходы: Отходы, существование которых и (или) обращение с которыми представляет опасность для жизни, здоровья человека и окружающей природной среды.

[ГОСТ 30772—2001, статья 3.26]

Примечания

1 Отходы, в состав которых входят вещества или компоненты, обладающие одним или несколькими опасными свойствами, такими, как токсичность, радиоактивность, инфекционность, канцерогенность. взрывчатость, пожароопасность, высокая реакционная способность, наличие возбудитетелей инфекционных заболеваний, и другими опасными характеристиками, установленными в соответствующей нормативной документации и/или в технических регламентах и присутствуют в таких количествах и видах, что представляют непосредственную или потенциальную опасность для здоровья людей или окружающей среды как самостоятельно, так и при вступлении в контакт с другими веществами.

2 Термин «опасные отходы» охватывает:

- отходы, идентифицированные как токсичные, канцерогенные и др., действующими правовыми актами и нормативными документами, утвержденными в установленном порядке международными (ООН, ИСО), межгосударственными (СНГ), региональными (ЕС) и территориальными перечнями опасных отходов, в том числе токсичные и другие отходы, которые характеризуются опасными свойствами;
- отходы, классифицируемые как опасные в международных соглашениях, к которым присоединилась Российская Федерация;
- другие отходы, которые классифицированы как опасные, в том числе токсичные, в общегосударственных и региональных перечнях, утвержденных в установленном порядке.

4 Требования безопасности

Для обеспечения безопасности при работе с потенциально опасными материалами лабораторных проб отходов и шламов необходимо строго следовать инструкциям к оборудованию и веществам. Кроме того:

- оборудование для измельчения, резки, фрезерования и гомогенизации проб должен обслуживать квалифицированный персонал строго в соответствии с инструкцией завода-производителя;
- все процедуры следует выполнять в вытяжном шкафу или в закрытом оборудовании с вентиляцией, из-за возможности генерации мелкодисперсных фракций.

Следует предпринимать все необходимые меры для предотвращения изменения состава аналитической навески, которое может произойти во время транспортирования или хранения (консервирования) в лаборатории.

5 Подход к методам отбора проб из лабораторных образцов отходов

5.1 Сущность технологического подхода

Сущность технологического подхода заключается в уменьшении размера частиц и массы лабораторной пробы с использованием методов (приложение А) в зависимости от массы пробы (приложение Б), типа испытаний, для которых проба была предназначена в условиях применения различного оборудования (приложение В).

При выборе методов обработки проб (приложение Г) следует учитывать, что каждый из них может влиять на результаты испытаний из-за наличия примесей или изменения физико-химических свойств образца.

5.2 Подготовка проб

5.2.1 Основные положения

Подготовка аналитической пробы является процессом, зависящим от типа пробы и ее физического состояния, массы лабораторной пробы, типа, количества проводимых определений и т. д. (приложение Е).

Полученные аналитические навески должны одновременно отвечать следующим требованиям:

- каждая аналитическая навеска должна быть как можно более представительной по отношению к лабораторной пробе;
- количество и физическое состояние (например, размер частиц) каждой аналитической навески должны соответствовать требованиям испытательного оборудования;
- в каждой навеске не должно быть потерь и загрязнений.

Исходя из требований, заявленных в планируемом анализе, необходима соответствующая пробоподготовка аналитической навески лабораторной пробы, взятой в соответствии с планом отбора проб. Это означает, что при необходимости должно быть обеспечено взаимодействие между всеми заинтересованными сторонами (например, лицом, осуществляющим отбор проб, клиентом и аналитической лабораторией) для выполнения требований стандартов и других нормативных актов при проведении аналитических исследований.

Подготовка навески в лаборатории часто включает в себя операции гомогенизации, разделения фракций, сушки, измельчения и деления пробы. Подробное описание этих операций приведено в приложении А (А.2—А.6). Порядок проведения этих операций определяется лабораторией отдельно для каждой пробы. Как правило, последовательность применяемых операций проста. В более сложных случаях (например, когда должны быть выполнены несколько определений с различными требованиями) должна быть определена и обоснована последовательность операций.

Примечание — Методы для образцов почвы для определения неорганических компонентов установлены в [5], а для органических веществ — в [6].

Для определения операций, применяемых к лабораторной пробе для получения одной или нескольких представительных навесок, предусматривается три основных шага:

а) определение аналитических требований.

Должны быть установлены требования аналитических операций:

- методы исследований;
- необходимое число навесок;
- количество и свойства навесок, необходимых для каждой аналитической операции;
- сохранность проб (например, временной интервал, температура, добавление реагентов).

Примечание — В приложении Г приводятся данные по необходимым количествам аналитических навесок и требования для различных аналитических методов.

Рекомендуется подготовить, по крайней мере, в пять раз большее количество материала, чем необходимо для навески;

б) определение последовательности операций:

Определяют требуемое количество операций в зависимости от технологического процесса (рисунок 1), основанное на свойствах лабораторной пробы и требованиях аналитических операций: каждая отдельная операция этой последовательности должна рассматриваться как независимая операция:

- разделение по фракциям;
- высушивание;
- измельчение;
- гомогенизация;
- деление пробы.

Рекомендуется группировать параметры таким образом, чтобы пробы могли быть подготовлены для определения нескольких параметров. Проба может быть использована для определения различных параметров, если она отвечает необходимым требованиям.

Часто на лабораторных пробах должны быть выполнены различные определения. В таких случаях элементы процесса должны быть объединены и (или) повторены для получения частей пробы, из которых в результате можно получить различные навески. Для того чтобы определить актуальную последовательность применяемых к данной пробе операций, следует использовать блок-схему последовательности операций подготовки навески (рисунок 1);

в) выбор подходящих операций.

В соответствии с требованиями методов испытаний и свойствами пробы выбирают подходящий метод обработки пробы для каждого элемента процесса в соответствии с инструкциями приложения А.

В случае неделимых (монолитных) отходов последовательность операций может состоять только из разделения пробы.

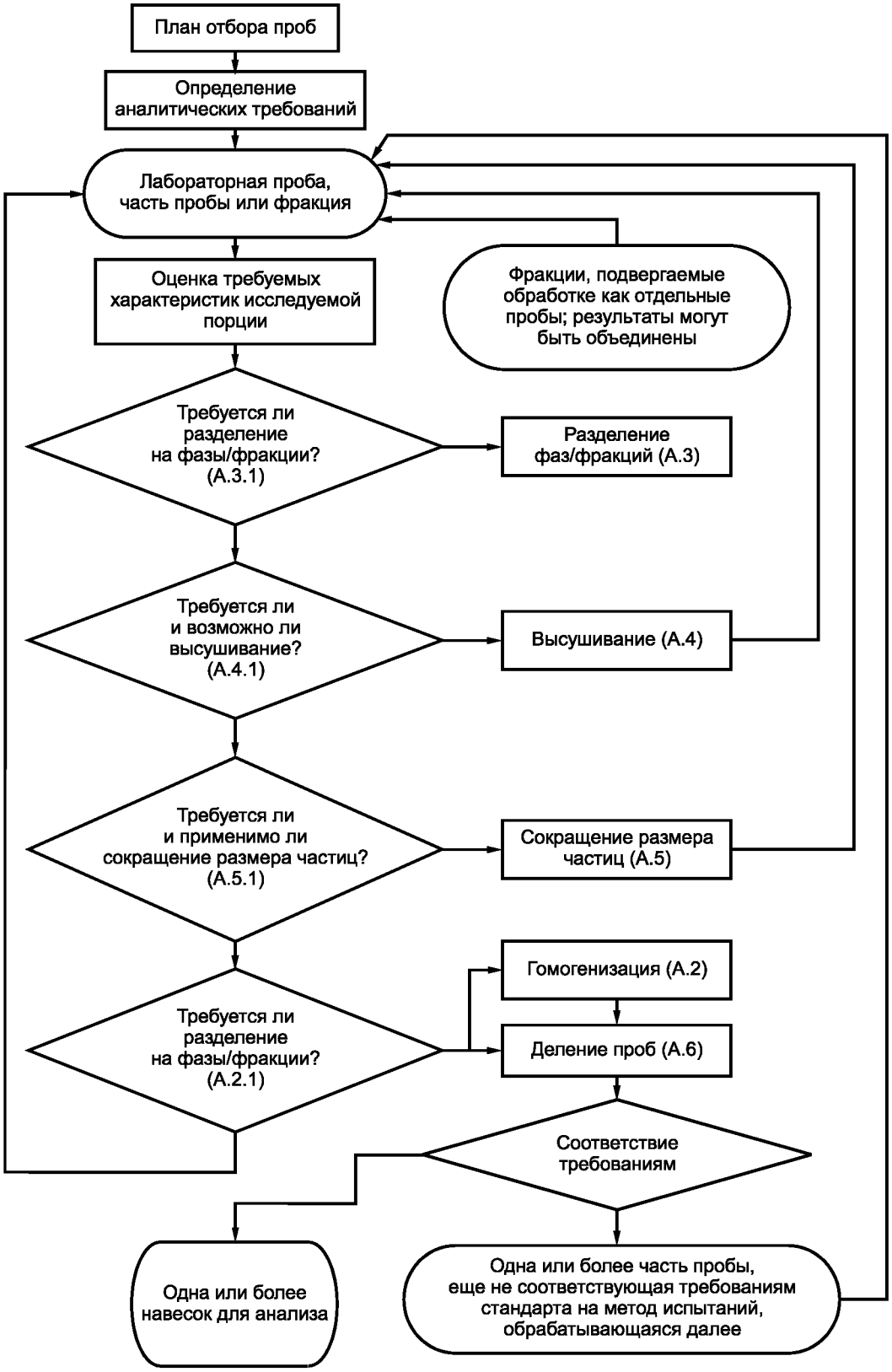


Рисунок 1 — Блок-схема последовательности операций подготовки навески

5.2.2 Последовательность методов обработки

На блок-схеме последовательности операций подготовки навески (рисунок 1) приведен порядок проведения операций обработки отдельной лабораторной пробы для получения представительной навески. Операции следует применять, начиная с лабораторной пробы и продолжая их для всех фракций пробы или части пробы, полученных в ходе подготовки, в итерационном цикле до выполнения всех аналитических требований.

В случае определения летучих соединений или умеренно летучих соединений следует предотвращать потерю ртути при гомогенизации и (или) уменьшении размера частиц. Предварительное разделение пробы без стадии гомогенизации может проводиться (см. А.2.4, А.6.4), если представительность оставшейся пробы изменилась несущественно.

Примечание — В отдельных случаях деление пробы без этапа осушения не обеспечивает представительность навески.

Если имеются одна или несколько частных проб, которые еще не обеспечивают выполнения требований, установленных в соответствующих стандартах в области анализов, то проба подлежит дальнейшей обработке.

5.3 Приборы и оборудование

В зависимости от метода, выбранного в соответствии с приложением А, следует выбрать подходящее оборудование для приготовления аналитических навесок из лабораторных проб.

При выборе вида обработки следует учитывать, что каждый из методов оказывает определенное влияние на результаты анализа. Это может быть причиной потери аналитов, представляющих интерес, появления загрязнений или изменения физико-химических свойств пробы.

Вся посуда и оборудование, которые вступают в контакт с пробой, должны быть изготовлены из материалов, химически совместимых с выбранной пробой. Это необходимо для снижения загрязнения проб и сведения к минимуму адсорбции (абсорбции) аналита. Например, в случае неорганического элементарного анализа используют пластмассу, в случае летучих и органических аналитов — кварц или стекло. При проведении анализа следует обеспечить должную чистоту используемой посуды.

Примерный список оборудования, пригодного для осуществления процедур подготовки проб, приведен в приложении В.

5.4 Возможные источники ошибок

Проба (часть пробы) должна быть заново гомогенизирована после операции, которая могла привести к сегрегации частиц разного размера.

Должна быть исключена потеря материала пробы и ее загрязнения.

При использовании оборудования при обработке проб возможно: загрязнение в процессе истирания; перекрестное загрязнение в процессе испытаний нескольких проб; загрязнение за счет выделения химических веществ.

Встречаются три типа загрязнений, связанных с использованием приборов/оборудования:

а) истирание, пыль;

б) перенос и распространение загрязнений;

в) химическое выделение/освобождение.

Выполнять обработку проб отходов рекомендуется в специально предназначенном помещении, особенно при процессах дробления и прессования.

Если проба порошкообразная или в ней присутствуют летучие соединения, часть пробы может быть утеряна, что может привести к изменению физико-химических свойств материала.

При разрезании или сверлении неделимой монолитной пробы возможно изменение поверхности, что приведет к изменениям свойств элюирования. Неоднородность проб, в свою очередь, может привести к тому, что они утратят свою представительность. Для этого для аналитической навески берут несколько частей (проб).

5.5 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать, по меньшей мере, следующую информацию:

а) название, адрес и место расположения каждой лаборатории, участвующей в подготовке исследуемой пробы;

б) однозначная идентификация протокола (такая как серийный номер) и каждой страницы, а также общее число страниц в протоколе;

в) описание и фазовый состав лабораторной пробы (например, жидкая, твердая гранулированная, монолитная/неделимая);

г) дата получения проб лабораторией и дата выполнения испытаний;

д) ссылка на настоящий стандарт;

е) ссылка на стандарт методов испытаний, используемый для определения каждого элемента;

ж) результаты испытаний со ссылкой на соответствующие пункты в стандарте, указанном в перечислении е);

з) ссылка на акт отбора проб, если акт по отбору проб не доступен; должна быть четкая ссылка на компанию или лиц, которые должны нести ответственность за отбор проб;

и) вся последовательность и условия операций (процедуры и оборудование), фактически применяемых к лабораторной пробе при подготовке навески;

к) любые детали, не характерные для проводимых испытаний или не являющиеся обязательными, и любые другие факторы, которые могли повлиять на результаты.

5.6 Контроль работоспособности аппаратуры

Необходимо проводить постоянный контроль используемой аппаратуры для предотвращения возможности загрязнений отбираемых и анализируемых проб.

5.7 Дополнительные требования

Результаты анализа, проведенного в испытательной лаборатории, следует представлять в виде отчета, в котором данные документированы точно, четко и однозначно.

Для последующего выполнения анализов должны быть доступны достоверные данные о подготовке аналитических навесок.

Следует документировать любые этапы испытаний и промежуточные результаты (хроматограммы, необработанные данные и подробные расчеты), доступные, при необходимости, для контроля.

Приложение А
(обязательное)

Выбор метода подготовки проб

А.1 Общие положения

Подготовка исследуемой пробы из лабораторной пробы часто сопряжена с последовательными операциями, такими как гомогенизация, разделение фаз, высушивание, измельчение и деление пробы на части. В настоящем приложении установлены виды этих операций.

Все процедуры обработки проб, установленные в стандартах на методы испытаний, должны быть выполнены.

В случае неделимых (монолитных) отходов лабораторная проба может состоять из одного или нескольких кусков. Это означает, что применение некоторых из обычных методов обработки проб, применяемых для гранулированных отходов, не требуется.

А.2 Гомогенизация

А.2.1 Общие положения

Перед каждой операцией, которая подразумевает деление проб (за исключением монолитных аналитических навесок), требуется гомогенизация для обеспечения стабильности свойств и состава всей пробы или фракции пробы. Методика гомогенизации выбирается в зависимости от свойств пробы.

Неправильно проведенная гомогенизация может привести к увеличению неоднородности пробы вследствие разделения частиц различной плотности и размера.

Во многих случаях перед гомогенизацией может потребоваться измельчение пробы. Измельчение, проведенное перед гомогенизацией, снижает в процессе гомогенизации риск разделения частиц различной плотности и размера.

Если гомогенизация пробы затруднена или является нецелесообразной (например, если проба содержит полимерные или металлические включения), следует разделить фракции и обработать их как различные пробы (см. А.3).

А.2.2 Твердые пробы

А.2.2.1 Ручная гомогенизация.

Используется в случаях, когда механическая гомогенизация может привести к потере летучих соединений.

Не используется для:

- проб, которые образуют слои из-за присутствия частиц различных размеров и плотностей;
- проб с таким большим размером частиц, что гомогенизация не достигается ручным смешиванием.

Методика.

Пробу смешивают с помощью подходящего инструмента (например, лопаткой, пестиком или ступкой). При вероятности потери летучих веществ ручную гомогенизацию следует проводить очень осторожно.

А.2.2.2 Механическая гомогенизация

Используется:

- в случаях, когда ручная гомогенизация не применима;
- в случае больших объемов проб;
- для твердых проб, содержащих частицы приблизительно одинаковой плотности (например, для материалов, которые не образуют «слои» после встряхивания).

Не используется:

- для проб, которые образуют соли из-за присутствия частиц различной плотности; в этом случае, если гомогенизация невозможна, слои разделяют и обрабатывают каждый как отдельную пробу (см. А.3);
- если устройство может привести к нагреву пробы и во время процесса может происходить потеря процесса летучих веществ (в этом случае следует проводить ручную гомогенизацию).

Методика.

Операция производится в соответствии с инструкцией изготовителя.

Для гомогенизации малых объемов проб можно использовать шаровую мельницу без шаров.

Примечание — Трехкратное или четырехкратное повторение процесса и смешивание пробы с помощью механического разделителя, проведенное перед разделением пробы, может гарантировать достаточную гомогенизацию.

А.2.3 Жидкие пробы

А.2.3.1 Ручная гомогенизация.

Используется для жидких проб с одной фазой и гомогенным внешним видом (без видимых частиц).

Не используется для жидких проб, в которых при визуальном осмотре могут быть обнаружены частицы или эмульсии, включая шлам и суспензии.

Методика.

Смешивание осуществляют с помощью соответствующего инструмента или путем взбалтывания в закрытой бутылке.

А.2.3.2 Механическая гомогенизация

Используется:

- в жидких пробах, которые могут содержать мелкие частицы, такие как шлам или суспензия, которые не осаждаются или образуют слои во время разделения пробы;
- в жидких пробах, содержащих более одного слоя, если может образоваться эмульсия.

Не используется для:

- жидких проб с таким большим размером частиц, что гомогенизация не достигается или которые после гомогенизации образуют слои во время разделения пробы. В этом случае при невозможности проведения гомогенизации фазы следует разделить и исследовать в качестве различных проб (см А.3);
- жидких проб, содержащих более одного слоя, если фазовое разделение осуществляется одномоментно.

Методика.

В зависимости от характеристик пробы можно использовать различные типы мешалок (высокоскоростную, магнитную, пропеллерную, ультразвуковую и пр.). Для предотвращения седиментации или разделения фаз частную пробу следует отбирать сразу после гомогенизации.

А.2.4 Гомогенизация в случае наличия летучих соединений

Если в пробе предполагается наличие летучих соединений, то для предотвращения потерь следует избегать гомогенизации или проводить ее очень осторожно и быстро. При невозможности предотвращения потерь летучих соединений во время гомогенизации можно проанализировать несколько негомогенизированных частных проб и рассчитать среднее статистическое значение в качестве оценки общего содержания. Эта процедура не должна приводить к значительным изменениям состава и представительности оставшейся пробы.

Примечание — Один из методов для летучих органических соединений в почве приведен в 8.2 [6] и разделе 6 [7].

План отбора проб должен учитывать присутствие летучих и умеренно летучих соединений.

А.3 Разделение фракций

А.3.1 Общие положения

Для гомогенизации пробы в зависимости от ее природы и требуемых испытаний применяют одну или несколько методик разделения фракций для получения двух или более различных частей пробы, которые могут быть испытаны раздельно. Для проб, содержащих различные фракции, необходимо разделение на фракции (с отделением, например гаек от винтов и камней). Для получения средневзвешенных результатов испытаний различных фракций масса каждой отделенной фракции должна быть определена напрямую или косвенно после разделения пробы.

В протоколе испытаний должны быть документированы используемые для разделения фракций методики, масса и результаты испытаний всех частей пробы, полученных при разделении фракций.

А.3.2 Разделение твердой и жидкой фракций

А.3.2.1 Общие положения

В зависимости от свойств пробы и применяемого аналитического метода можно использовать один или более из следующих способов разделения.

А.3.2.2 Осаждение

Используется во всех случаях, когда в течение установленного периода времени может быть достигнуто полное разделение двух фракций без изменения свойств анализируемого вещества.

Если в пробе содержатся летучие соединения, подлежащие анализу, можно использовать осаждение с соответствующим охлаждением.

Не используется, если:

- свойства пробы не позволяют в течение установленного периода времени разделить фракции;
- необходимо отделить всю жидкую фракцию или получить полностью обезвоженную сухую твердую фракцию;
- во время осаждения происходят биологические или химические изменения.

Примечание — Разумным периодом времени могут считаться 2 ч.

Методика.

Бутылки выдерживают в покое до тех пор, пока фракции не будут разделены подходящим способом.

А.3.2.3 Фильтрация

Используется, если:

- отсутствуют или не применимы на практике другие методы разделения твердых и жидких фракций;
- разделение должно происходить в короткое время;
- жидкая фракция должна быть отделена по возможности количественно;
- это определено методом анализа (например, DOC, AOX).

Не используется, если:
- свойства пробы не позволяют в разумный срок провести необходимую фильтрацию;
- фильтрация может привести к изменениям свойств пробы;
- возможна потеря летучих соединений;
- анализируемое вещество адсорбируется на фильтре.

Примечание — Разумным периодом времени могут считаться 2 ч.

При наличии в пробе анализируемых летучих или умеренно летучих соединений нельзя использовать вакуумные методы.

Методика.

Пробу фильтруют с помощью подходящего способа фильтрации и соответствующего оборудования.

В зависимости от свойств пробы и анализируемого вещества следует выбрать подходящий способ фильтрации (например, фильтрация под давлением, фильтрация при атмосферном давлении, вакуумная фильтрация), соответствующий фильтрующий материал (например, фильтр из стекловолокна, бумаги, мембранный фильтр) и соответствующую пористость фильтра. Источниками информации о методах фильтрации и фильтрующих материалах являются соответствующие стандарты.

А.3.2.4 Центрифугирование

Используется, если не подходят или не применяются на практике другие методы разделения твердой и жидкой фракций, например, если осаждение занимает слишком много времени и фильтрация может привести к химическим изменениям или адсорбции.

Не используется, если:
- характеристики пробы не позволяют осуществить достаточное разделение в разумный срок;
- возможна потеря летучих соединений.

Примечания

1 Разумным периодом времени считается 30 мин.

2 Потери летучих соединений могут быть снижены при охлаждении и использовании центрифужных пробирок меньшего объема.

Методика.

Следует обеспечивать надлежащие условия центрифугирования.

Если первый цикл центрифугирования не приводит к разделению фракций, то можно увеличить время и (или) скорость процесса.

Если центрифугирование оказывается недостаточно эффективным, то для всей пробы или только для жидкой суспензии может быть выполнена фильтрация, которая проводится после центрифугирования.

А.3.3 Разделение жидкость — жидкость

А.3.3.1 Разделение с делительной воронкой

Используется в большинстве случаев, при условии, что полное разделение двух фракций может быть достигнуто в течение разумного периода времени без изменений свойств анализируемого вещества.

Не используется, если:
- возможно возникновение потерь, например посредством адсорбции на поверхности делительной воронки;
- фазы не разделяются в разумный промежуток времени.

Примечание — Разумным периодом времени могут считаться 2 ч.

Методика.

Пробу выливают в делительную воронку, а фракции разделяют.

В некоторых случаях добавление солей или кислот может ускорить процесс разделения.

А.3.3.2 Центрифугирование

Используется, если отсутствуют или не применимы на практике другие способы для разделения жидкость — жидкость.

Не используется, если:
- свойства пробы не позволяют провести достаточного разделения;
- возможны потери летучих соединений.

Примечание — Применение охлаждения может уменьшить потери летучих соединений.

Методика.

Следует соблюдать определенные условия центрифугирования. Если центрифугирование не приводит к соответствующему разделению фракций, то можно увеличить время и (или) скорость процесса.

А.3.4 Разделение твердое тело — твердое тело (разделение на различные фракции)

А.3.4.1 Общие положения

При визуально определяемой гетерогенности отдельных фракций (например, куски металла, камни) их необходимо разделить, особенно если это может облегчить последующие измельчение, гомогенизацию и деление.

А.3.4.2 Ручное разделение

Используется при возможности выделения нескольких фракций, например болтов, гаек, камней; при наличии неразрушаемых фракций (например, медный провод).

Не используется при возможном загрязнении или потере материала фракций.

Методика.

Вручную выбирают куски различной природы и помещают в отдельные контейнеры руками (в защитных перчатках) либо с использованием соответствующих инструментов (например, пинцета, магнита).

А.3.4.3 Просеивание

Используется при необходимости разделения фракций с различным размером частиц; для проверки размера частиц в пробе или разделения частиц по размеру.

Не используется при возможности загрязнения или потере анализируемых веществ.

Методика.

Пробу просеивают встряхиванием вручную либо с использованием оборудования через сита, изготовленные из надлежащего материала с соответствующим размером ячеек.

А.4 Высушивание

А.4.1 Общие положения

В зависимости от природы пробы и конкретных требований к аналитической навеске может быть необходим этап высушивания. В составе настоящего стандарта высушивание используется только для удаления того количества воды, которое может влиять на подготовку аналитической навески (например, во время дробления или измельчения). Для определения содержания влаги может быть предусмотрено разделение пробы на части.

Высушивание приводит к аналитическим ошибкам при определении летучих или умеренно летучих соединений, поэтому его следует избегать без крайней необходимости. Если проба для определения летучих и умеренно летучих соединений должна быть сухой, практическая методика высушивания должна обеспечить минимальную потерю летучих соединений. В протоколе испытаний должна быть четко документирована методика, используемая для высушивания, включая взвешивание частей пробы до и после каждого этапа высушивания.

Если выбранная методика высушивания применима не для всех требуемых испытаний, то различные части проб должны быть высушены по-разному с выбором соответствующей методики для каждой из них.

Время высушивания зависит от выбранной методики, толщины слоя пробы, особенностей материала пробы, влажности пробы и воздуха и скорости вентиляции.

Степень высушивания зависит от последующей обработки, применяемой к пробе. Как правило, нет необходимости добиваться постоянной массы пробы при высушивании: например, проба должна быть высушена только до такой степени, чтобы можно было произвести дробление, измельчение и т. д.

А.4.2 Методика

А.4.2.1 Высушивание воздухом при комнатной температуре

Используется, если:

- высушивание может быть достигнуто за подходящий промежуток времени без изменений, существенных для последующего анализа пробы;
- при комнатной температуре отсутствуют потери анализируемых летучих соединений.

Не используется, если:

- при комнатной температуре продолжительность времени сушки имеет решающее значение; свойства пробы не позволяют достичь хорошего высушивания в течение разумного периода времени при комнатной температуре; возможно безопасное применение высушивания при повышенной температуре;
- происходит разложение, например под действием света, биологической активности;
- возникают загрязнения или реакции при контакте с воздухом.

Примечание — Разумным периодом времени может считаться максимально одна неделя.

Методика.

Пробу распределяют на сушильных лотках тонким слоем и дают в достаточной степени высохнуть. Следует применять меры для минимизации: возможных загрязнений, например пылью; воздействия прямых солнечных лучей или других источников света. Использование эксикатора может ускорить процесс высушивания для небольших количеств материала.

А.4.2.2 Высушивание в сушильном шкафу при 40 °С

Используется, если:

- при 40 °С отсутствуют потери анализируемых летучих органических соединений;
- свойства пробы не позволяют достичь необходимой степени высушивания в разумный период времени при комнатной температуре.

Не используется, если:

- свойства пробы не позволяют достичь необходимой степени высушивания в разумный период времени при данной температуре, и безопасно применять высушивание при более высокой температуре;
- при этой температуре возможны потери анализируемых летучих соединений.

Примечание — Разумным периодом времени может считаться максимально одна неделя.

Методика.

Пробу распределяют по сушильному лотку тонким слоем и высушивают в сушильном шкафу при 40 °С. Процесс можно ускорить вентиляцией воздуха, если это не приводит к потере пылевидных частиц.

Примечание — Можно использовать высушивание в сушильном шкафу при других температурах, если это предусмотрено аналитическим методом.

А.4.2.3 Высушивание в сушильном шкафу при 105 °С

Используется, если:

- при 105 °С отсутствуют потери анализируемых летучих соединений;
- проводится анализ проб, в которых не исследуются летучие соединения.

Не используется:

- если при этой температуре отмечаются потери анализируемых летучих соединений;
- в случаях возможного самовозгорания.

Примечания

1 Разумным периодом времени может считаться максимально один день.

2 Возможна потеря большинства органических соединений и даже некоторых неорганических компонентов.

Методика.

Пробу распределяют на сушильных лотках тонким слоем и высушивают в сушильном шкафу при 105 °С. Процесс можно ускорить вентиляцией воздуха, если это не приводит к потере пылевидных частиц.

А.4.2.4 Сублимационное высушивание

Используется:

- если применение других способов может привести к потере анализируемых летучих соединений;
- для облегчения дробления и гомогенизации отдельных видов отходов (липких, образующих сгустки, например, глина).

Не используется, если:

- можно безопасно использовать другие более простые методы высушивания;
- использование вакуума может привести к потере анализируемых веществ.

Методика.

Операция производится в соответствии с инструкцией изготовителя устройства для сублимационного высушивания.

А.4.2.5 Химическое высушивание

Химическое высушивание представляет собой процесс, при котором для связывания воды в пробе в нее добавляют безводные неорганические соли (например, сульфат натрия и силикат магния).

Используется, если возможны потери анализируемых летучих соединений.

Не используется, если:

- можно безопасно использовать другие более простые методы высушивания;
- добавление солей может привести к изменениям свойств анализируемых веществ или может оказать влияние на последующее проведение анализа;
- в пробе присутствует высокое содержание воды (например, шлам).

Методика.

Подготовленную пробу тщательно перемешивают с подготовленной выбранной смесью солей предпочтительно в прохладном месте и в закрытой бутылке. Химическое высушивание должно занимать разумное время (например, 12—16 ч). При расчете концентраций следует учитывать количество добавленных солей.

Примечание — Способ сушки проб, содержащих летучие органические соединения, приведен в разделе 8.3 [6].

А.5 Измельчение

А.5.1 Общие положения

Для достижения гомогенизации и представительности испытываемой пробы может потребоваться выполнение одного или нескольких этапов измельчения. Выбор методики в значительной степени зависит от природы материала пробы и необходимого размера частиц.

Как правило, измельчение — многоступенчатый процесс, подразумевающий использование последовательно различных методик; в некоторых случаях может быть необходимо повторное дробление для получения требуемого размера частиц пробы.

Измельчение — существенный этап в подготовке пробы из-за потенциальной возможности потери летучих соединений при нагревании, потери пылевидных материалов и загрязнений пробы при использовании оборудования или загрязнения материала для измельчения других проб.

Протокол испытаний должен четко определять методику(и) и условия, применяемые при измельчении. Неразрушаемые фракции (например, медная проволока) должны быть отделены, взвешены и, если необходимо, испытаны как отдельные части фракций.

А.5.2 Методы

А.5.2.1 Дробление

Используется, если:

- представительная проба не может быть получена из-за большого размера частиц;
- размер частиц пробы больше, чем требуемый размер частиц для дальнейшей обработки;
- требуются частицы пробы с размером 1 мм.

Не используется, если:

- метод не применим из-за природы образца (например, мягкие, пастообразные, вязкие материалы);
- возможно загрязнение пробы или потеря отдельных анализируемых веществ пробы вследствие особенностей оборудования для дробления.

Методика.

Крупные куски пробы разрушают молотком и (или) пробу измельчают в подходящем устройстве (например, шредере, щековой дробилке) до требуемого размера частиц, в соответствии с инструкциями производителя.

Куски также можно уменьшить, используя другие виды ручных или механических устройств, а затем снова объединить.

А.5.2.2 Дробление при замораживании пробы (криогенное дробление)

Используется, если:

- требуется уменьшение размера частиц при анализе среднелетучих соединений;
- проба содержит большое количество пластиков или имеет пастообразную консистенцию;
- представительная проба не может быть получена из-за размера частиц;
- размер частиц пробы больше, чем требуемый размер частиц для дальнейшей обработки;
- аналитически требуются частицы пробы с размером 1 мм.

Не используется, если возможно загрязнение пробы или потеря отдельных анализируемых веществ пробы вследствие особенностей оборудования для дробления.

Методика.

Пробу помещают в полиэтиленовый контейнер. Сосуд Дьюара заполняют достаточным количеством жидкого азота и погружают в него контейнер с пробой. Оставляют контейнер в сосуде до момента перед бурным кипением азота. Охлаждают пробу примерно 10 мин. После полного охлаждения извлекают контейнер с пробой из жидкого азота и разбивают до требуемого размера частиц большие куски пробы молотком и (или) с помощью надлежащего устройства (например, шредера, щековой дробилки) в соответствии с инструкциями производителя.

А.5.2.3 Размол

Используется, если:

- представительная проба не может быть получена из-за большого размера частиц;
- требуемый размер частиц меньше 1 мм.

Не используется, если:

- начальный размер частиц слишком большой; в таком случае требуется провести этап дробления (грубого помола);
- возможно загрязнение пробы или отдельных анализируемых веществ пробы из-за особенностей применения оборудования для размола;
- размол не применим из-за природы пробы (например, в случае мягких, вязких материалов).

Методика.

Пробу размалывают до достижения необходимого размера частиц в соответствии с инструкцией производителя мельницы. Для предотвращения потерь летучих соединений следует предотвращать чрезмерное нагревание пробы при размоле. Предпочтительно использовать последовательность коротких по времени циклов размола с низкой скоростью работы мельницы. Необходимо охлаждать оборудование перед каждой операцией размола. Использование мельницы с замороженным корпусом может минимизировать потерю летучих соединений.

Примечание — Если проба имеет пластическую или пастообразную консистенцию, размол облегчает замораживание пробы до низких температур (например, от – 20 °С до – 30 °С).

А.5.2.4 Резка

Используется, если:

- представительная проба не может быть получена из-за большого размера частиц;
- материал пробы не достаточно твердый для дробления или размалывания, например пластик, текстиль.

Не используется, если возможна потеря летучих соединений или загрязнение анализируемых веществ пробы из-за особенностей применения оборудования для резки.

Методика.

Пробу разрезают до требуемого размера частиц в соответствии с инструкциями производителя режущих мельниц. Для предотвращения потери летучих веществ следует избегать чрезмерного нагревания пробы при резке. Необходимо охлаждать оборудование между операциями резки. Для минимизации потери летучих соединений используют охлажденную ножевую дробилку или ручную резку ножницами.

А.5.2.5 Низкотемпературная резка (резка при замораживании пробы)

Используется, если:

- анализируются среднелетучие соединения и требуется уменьшение размера частиц;
- проба имеет пластическую, пастообразную или волокнистую консистенцию;
- представительная часть пробы не может быть взята из-за большого размера частиц;
- требуется размол частиц до размера 1 мм.

Не используется, если возможны потери летучих соединений или загрязнение пробы или отдельных анализируемых веществ пробы вследствие особенностей применения оборудования

Методика.

При необходимости пробу упаковывают в полиэтиленовый контейнер. Сосуд Дьюара наполняют жидким азотом и погружают в него контейнер с пробой. Контейнер оставляют в сосуде до момента перед бурным кипением азота. Пробу охлаждают примерно 10 мин. После полного охлаждения контейнер с пробой извлекают из жидкого азота и, в соответствии с инструкциями производителя, режут в ножевой дробилке до требуемого размера частиц.

А.6 Деление пробы

А.6.1 Общие положения

Как правило, для испытаний лабораторную пробу необходимо разделить на аналитические навески. Для большинства аналитических методик требуется малое количество материала. От лабораторной пробы отбирают представительные порции материала для испытаний.

Деление пробы производят с выделением нескольких представительных навесок с учетом необходимого количества лабораторной пробы, размера частиц и гомогенности. При недостаточной гомогенности пробы или значительного размера частиц представительная навеска не может быть выделена: потребуется еще один или более этапов для измельчения с последующей гомогенизацией.

Для определения минимального количества пробы в зависимости от размера частиц и гетерогенности пробы следует принимать во внимание информацию, указанную в приложении Б.

В некоторых случаях представительная проба не может быть получена из-за практических ограничений. В этом случае процесс следует повторить.

Протокол испытаний должен четко устанавливать способ определения минимального количества навесок и методик, используемых для деления проб, а также массу каждой испытанной фракции.

В случае монолитных (неделимых) отходов могут потребоваться монолитные (неделимые) аналитические навески с простыми геометрическими формами (куб, цилиндр, прямоугольник). Эти навески могут быть получены непосредственно из лабораторной пробы, например путем резки или сверления.

А.6.2 Ручное разделение твердых проб квартованием

Используется:

- в случае большой массы лабораторной пробы;
- если проба достаточно сухая и комки могут быть разрушены вручную.

Не используется:

- при содержании в пробе неразрушаемых комков;
- если при комнатной температуре возможны потери летучих соединений;
- в случае шлама и жидкостей.

Методика.

Пробу помещают на плоской поверхности с инертным покрытием, придают ей форму круга, перемешивают лопаткой или ложкой и формируют конус.

Пробу делят на четыре сектора, например крестовиной из листового металла (см. рисунок А.1).

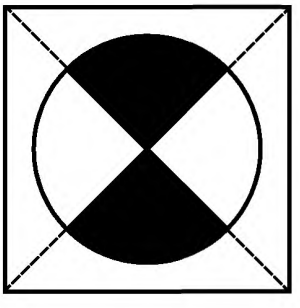


Рисунок А.1 — Разделение пробы квартованием

Два противоположных сектора исключают и тщательно перемешивают оставшиеся.

Процесс повторяют до получения требуемого количества пробы (см. приложение В).

А.6.3 Сухая резка

Используется, когда невозможно получить представительную монолитную (неделимую) пробу из-за большого размера лабораторной пробы.

Не используется, когда возможны потеря летучих соединений или загрязнение пробы или отдельных анализируемых веществ пробы вследствие особенностей применения оборудования

Методика.

Резку монолитной пробы до требуемых размеров производят в соответствии с инструкциями производителя оборудования (с требованиями нормативного документа) для резки или сверления. Для предотвращения потери летучих соединений следует предотвращать чрезмерное нагревание пробы в процессе резки. Перед каждой операцией резки необходимо охлаждать оборудование.

Если единственным практически доступным вариантом является влажная резка, то время контакта следует минимизировать.

А.6.4 Механическое деление твердых проб

Используется, если:

- проба достаточно сухая и в ней отсутствуют комки;
- размер частиц допускает возможность использования конкретного оборудования.

Не используется, если:

- проба содержит комки, которые нельзя разбить;
- могут возникнуть потери летучих соединений;
- анализируется проба шлама и жидкостей.

Методика.

Использование механических разделителей позволяет достичь аналогичные или более высокие результаты по сравнению с ручным разделением проб. Пробы разделяют с использованием делителя проб (например, разделителя Тайлера, короба с желобом) в соответствии с инструкциями производителя.

А.6.5 Деление проб, содержащих летучие соединения

Используется, если:

- применение других методов приводит к потере летучих соединений;
- в распоряжении отсутствует отдельная проба для летучих соединений.

Не используется, если:

- можно безопасно применить другие простые методы;
- метод не применим из-за свойств и природы пробы.

Методика.

Если в пробе содержатся летучие соединения, то деление пробы для исследования этих летучих соединений должно быть первым этапом, т.е. ее желательно осуществлять до любой другой манипуляции с пробой. Отбирают одну или несколько представительных проб.

Примечание — Методы отбора таких проб описаны в п. 8.2 [6].

А.6.6 Деление проб, содержащих умеренно летучие соединения

Используется, если использование других методов приводит к потере летучих соединений.

Не используется, если:

- можно безопасно применить другие простые методы;
- метод не применим из-за свойств и природы пробы.

Методика.

Представительную пробу осторожно отбирают вручную, после чего, при необходимости, применяют процедуры подготовки пробы, например химическое высушивание, измельчение — после охлаждения жидким азотом.

Примечание — Методы ручного деления проб описаны в п.п. 8.3, 8.4 [6].

А.6.7 Деление проб шламов и жидкостей

Используется для гомогенных (однородных) шламов и жидкостей.

Не используется, если:

- проба содержит комки, которые не могут быть разделены;
- в пробе присутствует осадок или слои;
- могут возникнуть потери летучих соединений.

Методика.

Соответствующее количество частной пробы отбирают после ручной или механической гомогенизации. При наличии летучих соединений частную пробу отбирают после охлаждения.

А.6.8 Деление монолитных (неделимых) проб

Используется, если монолитная (неделимая) проба не соответствует требуемой геометрической форме.

Не используется для материалов, которые вступают в реакцию с элюентами (растворителями в хроматографии), так как это может привести, например, к чрезмерному газообразованию или выделению тепла.

Методика.

Исследуемая проба должна соответствовать простой геометрической форме, получаемой с помощью резки, пиления, сверления или комбинацией этих методов. При этом длина, ширина, высота и (или) диаметр пробы должны быть определены с точностью ± 1 мм.

Если единственным практически доступным вариантом является влажная резка, то время контакта должно быть сведено к минимуму.

Приложение Б
(справочное)

Соотношение между минимальной массой исследуемой пробы и размером частиц

Б.1 Формула для оценки минимальной массы пробы

Минимальное количество пробы рассчитывается по формуле [8]:

$$M_{sam} = \frac{1}{6} \pi \cdot (D_{95})^3 \cdot \rho \cdot g \cdot \frac{(1-p)}{CV^2 \cdot p}, \quad (Б.1)$$

где (см. [61]) M_{sam} — масса пробы, г;

D_{95} — «максимальный» размер частиц (определяется в процентном отношении, как 95 %), см;

ρ — средняя плотность частиц в материале, г/см^3;

Примечание — Параметр не представляет собой насыпную плотность пробы, а является средней плотностью всех частиц. Плотность частиц песка или почвы — 2,6 г/см^3.

CV — принятый коэффициент отклонения, вызывающий фундаментальную ошибку;

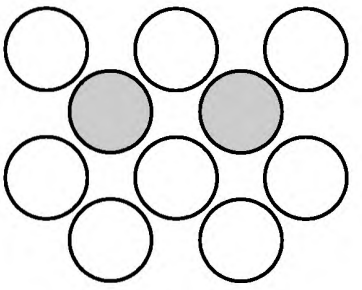
g — корректирующий коэффициент, учитывающий распределение частиц в материале по размеру;

Примечание — Параметр зависит от соотношения между D_{05} / D_{95} и дает представление о распределении частиц по размеру. Значение g близко к 1 при узком диапазоне распределения частиц по размеру (большинство частиц одинакового размера), малое значение g (< 0,01) соответствует широкому диапазону распределения частиц по размеру. Типичное значение для материалов, например почвы, составляет 0,25. Это значение можно использовать в расчетах как ориентировочное значение, если не известен диапазон распределения частиц материала по размеру.

p — фракции частиц с определяемыми свойствами, м/м.

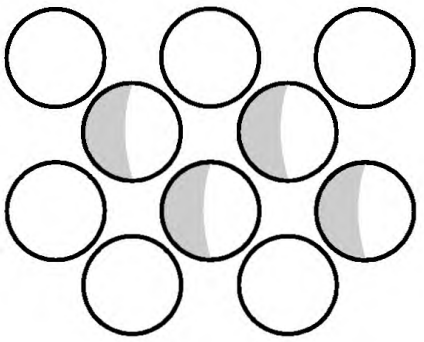
Примечание — Если каждая отдельная частица пробы имеет одинаковое количество определяемых параметров, то p = 1. Для параметров, которые присутствуют в пробе в высокой концентрации (например, сухое вещество или потери при прокаливании), применяется значение p = 0,1. Для параметров, которые присутствуют в пробе в низких концентрациях (например, микроэлементы), применяется значение p = 0,001. На рисунке Б.1 показано различие между p-значениями.

На рисунке Б.1 представлены примеры частиц с определяемыми свойствами.



а) Проба состоит из 10 частиц, две из которых подлежат исследованию: p = 0,2

Рисунок Б.1 — Частицы с определяемыми свойствами. Лист 1



б) Проба состоит из 10 частиц, четыре из которых подлежат исследованию (общее количество анализируемых веществ такое же, как в примере а)): p = 0,4

Рисунок Б.1. Лист 2

Примечание — Основное значение для CV — 0,1. В зависимости от свойств отходов и метода испытания CV может колебаться в пределах от 0,1 до 0,3.

Пример — Определение массы пробы

Допущение:

CV = 0,1;

g = 0,25;

ρ_P= 2,6 г/см^3.

Минимальное количество пробы см. в таблице Б.1.

Таблица Б.1 — Минимальное количество пробы, M_{sam}, г

Степень гомогенности фракции	D_{95} = 4 см	D_{95} = 1 см	D_{95} = 0,4 см	D_{95} = 0,2 см	D_{95} = 0,1 см	D_{95} = 0,02 см
очень гетерогенная p = 0,001	2 180 000	34 000	2180	272	34	0,27
гетерогенная p = 0,02	107 000	1670	110	13	1,7	0,01
почти гомогенная (почти однородная) p = 0,1	19 600	306	20	2,5	0,3	0,002

Б.2 Эмпирическое правило

Эмпирическое правило для оценки минимального количества почти гомогенных проб с высокой плотностью частиц (например, песка) дает следующая формула:

Масса (кг) = 0,06 х максимальный размер частицы (мм) (Б.2)

Это правило применимо также для гомогенных видов отходов и при малых количествах проб, особенно для проб с размером частиц менее 1 см.

Минимальный объем пробы, см. таблицу Б.2, M_{sam} в граммах.

Таблица Б.2 — Эмпирическое количество пробы, г

D_{95} = 4 см	D_{95} = 1 см	D_{95} = 0,4 см	D_{95} = 0,2 см	D_{95} = 0,1 см	D_{95} = 0,02 см
2400	600	240	120	60	12

Приложение В
(справочное)

Оборудование для обработки проб

Оборудование, применяемое для операций гомогенизации, фазового/фракционного разделения, высушивания, измельчения и разделения пробы, приведено в таблице В.1.

Таблица В.1 — Оборудование для обработки проб

Оборудование	А.2 Гомогенизация	А.3 Фазовое/фракционное разделение	А.4 Высушивание	А.5 Измельчение	А.6 Деление пробы
Мельница	X			X	
Шреддер	X			X	
Резательное устройство				X	X
Устройство для кольцевого сверления (колонкового бурения)					X
Механический смеситель	X				
Магнитная мешалка	X				
Ультразвуковое смесительное устройство	X				
Эмульгатор	X				
Молотковая дробилка				X	
Шнековая дробилка				X	
Ступка и пестик	X			X	
(Ручная) лопатка или ложка	X				X
Крестовина из листового металла					X
Пинцет		X			
Магнит		X			
Рифленый делитель					X
Разделитель Тайлера					X
Круговой делитель					X
Центрифуга		X			
Режущая воронка		X			
Фильтровальное устройство		X			
Сита		X		X	X
Сушильный шкаф			X		
Сублимационная сушилка			X		
Эксикатор			X		
Весы		X	X	X	X

Примечание — В таблице применяется следующее обозначение: X — оборудование, которое может быть применено для данного метода.

Приложение Г
(справочное)

Примеры требований к реализации аналитических методов

Г.1 Примеры требований к аналитическим навескам из жидких проб, предназначенных для различных аналитических методов, приведены в таблице Г.1.

Таблица Г.1 — Требования к аналитическим навескам из жидких проб

Анализ или исследование	Стандарт	Ориентировочное значение для аналитической навески	Специальные требования / Консервирование
Значение pH	ЕН ИСО 10523 [9]	50 мл	- максимально быстрое проведение исследования, не позднее, чем через 6 ч после отбора пробы
Удельная проводимость (электропроводность)	ЕН 27888 [10]	50 мл	- максимально быстрое проведение исследования, как только это практически возможно; пробы хранят в темноте при 4 °С (анализ проводится при 25 °С)
Сухое вещество (сухой остаток)	ЕН 14346 [11]	- высушивание при 105 °С: по меньшей мере, получают 0,5 г остатка - азеотропная дистилляция: 100 г	Биологически активные пробы хранят при – 18 °С
Сульфаты	ЕН ИСО 10304-1 [12]	2 мл	- фильтрация через мембранный фильтр (с размером пор 0,45 мкм); - максимально быстрое проведение исследования, при этом до начала исследования пробу стабилизируют охлаждением при температуре от 4 °С до 6 °С или замораживанием; - добавляют концентрированный растворитель и пробу снова фильтруют перед проведением исследования
	ЕН ИСО 10304-1[12]	2 мл	- в присутствии сульфида добавляют ацетат цинка - фильтрация через мембранный фильтр (с размером пор 0,45 мкм); - максимально быстрое проведение исследования, при этом до начала исследования пробу стабилизируют охлаждением при температуре от 4 °С до 6 °С или замораживанием при температуре от – 16 °С до – 20 °С; - добавляют концентрированный растворитель и пробу снова фильтруют перед проведением исследования
Хлориды, бромиды, ортофосфаты и нитраты	ЕН ИСО 10304-1 [12]	2 мл	- фильтрация через мембранный фильтр (с размером пор 0,45 мкм); - максимально быстрое проведение исследования, при этом до начала исследования пробу стабилизируют охлаждением при температуре от 4 °С до 6 °С или замораживанием; - добавляют концентрированный растворитель и пробу снова фильтруют перед проведением исследования

Продолжение таблицы Г.1

Анализ или исследование	Стандарт	Ориентировочное значение для аналитической навески	Специальные требования / Консервирование
	ЕН ИСО 10304-1 [12]	2 мл	- фильтрация через мембранный фильтр (с размером пор 0,45 мкм); - максимально быстрое проведение исследования, при этом до начала исследования пробу стабилизируют охлаждением при температуре от 4 °С до 6 °С или замораживанием при температуре от – 16 °С до – 20 °С; - добавляют концентрированный растворитель и пробу снова фильтруют перед проведением исследования
	ЕН ИСО 10304-1 [12]	2 мл	- фильтрация через мембранный фильтр (с размером пор 0,45 мкм); - максимально быстрое проведение исследования, при этом до начала исследования пробу стабилизируют охлаждением при температуре от 4 °С до 6 °С или замораживанием; - добавляют концентрированный растворитель и пробу снова фильтруют перед проведением исследования
Фториды	ИСО 10359-1 [13]	50 мл	- максимально быстрое проведение исследования, предпочтительно в течение трех дней
Нитриты	ЕН ИСО 10304-1 [12]	2 мл	- следует полностью заполнять емкость для проб; - фильтрация через мембранный фильтр (с размером пор 0,45 мкм); - максимально быстрое проведение исследования, при этом до начала исследования пробу стабилизируют охлаждением при температуре от 4 °С до 6 °С или замораживанием; - добавляют концентрированный растворитель и пробу снова фильтруют перед проведением исследования
	ЕН 26777 [14]	40 мл	- проведение анализа в течение 24 ч; - стабилизация осуществляется охлаждением в темноте при температуре от 2 °С до 5 °С
Нитриты	ЕН ИСО 10304-1 [12]	2 мл	- емкость для проб должна быть полностью заполнена и закрыта воздухонепроницаемой пробкой; - фильтрация через мембранный фильтр (с размером пор 0,45 мкм); - максимально быстрое проведение исследования, при этом до начала исследования пробу стабилизируют охлаждением при температуре от 4 °С до 6 °С или замораживанием; - добавляют концентрированный растворитель и пробу снова фильтруют перед проведением исследования
Нитрит и нитрат азота и сумма их обоих	ЕН ИСО 13395 [15]	10 мл	- пробы хранят при 2—5 °С и анализируют в течение 24 ч; - фильтрация необходима, если проба содержит взвешенные частицы

Продолжение таблицы Г.1

Анализ или исследование	Стандарт	Ориентировочное значение для аналитической навески	Специальные требования / Консервирование
Аммоний	ЕН ИСО 11732 [16]	10 мл	- пробу следует анализировать сразу же после отбора проб или смешать с серной кислотой (pH = 2), хранить при 2—5 °С и анализировать в течение 24 ч; - если пробу после подкисления фильтруют через мембраны, ее можно в исключительных случаях хранить до двух недель
	ИСО 7150-1 [17]	Не более 40 мл	- пробу следует проанализировать как можно быстрее или смешать с серной кислотой (pH < 2); хранить при температуре от 2 °С до 5 °С; - если проба окрашена или содержит соли, то аналитическую навеску следует производить дистилляцией [47]
Легко выделяемые (освобождаемые) цианиды	ИСО 6703-2 [18]	100 мл	- пробу следует проанализировать максимально быстро, охладить и хранить в темноте; - сразу после отбора проб следует добавить гидроксид натрия
	ЕН ИСО 14403 [19] (все части)	10 мл	- сразу после отбора проб и фильтрации значение pH доводят до 12; - проба должна быть проанализирована максимально быстро, не позднее чем в течение трех дней; - пробу хранят в темноте
Цианиды	ЕН ИСО 14403 [19] (все части)	10 мл	- сразу же после отбора проб и фильтрации значение pH доводят до 12; - проба должна быть проанализирована максимально быстро, не позднее чем в течение трех дней; - пробу хранят в темноте
Металлы (As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Pb, V, Zn) и общая сера	ЕН ИСО 11885 [20]	10 мл	- растворенные металлы: фильтрацию пробы проводят максимально быстро (мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм), подкисляют фильтрат 0,5 мл азотной кислоты на 100 мл пробы (pH < 2); - металлы в виде частиц: фильтрацию пробы проводят максимально быстро (мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм), фильтр помещают в контейнер; - общая концентрация металлов: подкисление пробы 0,5 мл азотной кислоты на 100 мл пробы (pH < 2)
Металлы (Co, Ni, Cu, Zn, Cd, Pb)	ИСО 8288 [21]	50 мл	- растворенные металлы: фильтрацию пробы проводят максимально быстро (мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм), подкисляют фильтрат азотной кислотой (pH от 1 до 2); - общая концентрация металлов: подкисление пробы азотной кислотой (pH от 1 до 2)
As	EN ISO 11969 [22]	10 мл	- добавляют 20 мл или более HCl на 1 л пробы, до pH < 2
Хром VI	ИСО 11083 [23]	50 мл	- анализ следует проводить максимально быстро; - если проба не содержит восстанавливающие или окисляющие вещества: установить pH от 7,0 до 7,2, дать отстояться в течение не менее 2 ч с последующей фильтрацией; - если проба содержит восстанавливающие или окисляющие вещества, следует провести дополнительную консервацию

Окончание таблицы Г.1

Анализ или исследование	Стандарт	Ориентировочное значение для аналитической навески	Специальные требования / Консервирование
Ртуть	ЕН ИСО 12846 [24]	100 мл (не более 1 000 мл)	- добавляют 10 мл $K_2Cr_2O_7$ (5 г/л); - устанавливают значение pH, равное 1
AOX	ЕН ИСО 9562 [25]	100 мл	- анализ проводят максимально быстро, пробу хранят при 4 °С или замораживают; - добавляют 2 мл азотной кислоты на 1 л пробы (pH < 2) и контейнер заполняют полностью; - добавляют сульфит натрия, если присутствует окислительный агент
Фенольный индекс	ИСО 6439 [26]	500 мл	- анализ проводят в течение 4 ч или подкисляют пробу серной кислотой (pH = 4); - добавляют 1 г сульфата меди на1 л пробы; - хранят при 5—10 °С, проведение анализа в течение 24 ч
	ЕН ИСО 14402 [27]	5 мл	- анализ проводят немедленно; - при невозможности немедленного проведения анализа добавляют серную или соляную кислоту (pH = 2); - хранят в темноте при температуре от 2 до 5 °С, анализ проводят в течение 24 ч
TOC/DOC	ЕН 1484 [28]	5 мл	- контейнер с пробой должен быть заполнен полностью; - при хранении пробы при 2—5 °С анализ проводят в течение семи дней; при хранении пробы при температуре от – 15 °С до – 20 °С анализ проводят в течение нескольких недель; - при возможности биологической активности пробу подкисляют фосфорной кислотой; - при возможности присутствия органических соединений, пробу не подкисляют и анализируют в течение 8 ч; - для определения DOC пробу перед анализом фильтруют с помощью мембранного фильтра с размером пор 0,45 пкм

Большинство параметров, перечисленных в таблице, были проверены на элюате [28].

Г.2 Примеры требований к аналитическим навескам из твердых проб, предназначенных для различных аналитических методов, приведены в таблице Г.2.

Таблица Г.2 — Требования к аналитическим навескам из твердых проб

Анализ или исследование	Стандарт	Ориентировочное значение для аналитической навески	Специальные требования
Углеводороды	ЕН 14039 [29]	20 г	- пробы хранят в закрытых контейнерах в темноте при 4 °С и в течение недели экстрагируют либо хранят при температуре не выше – 18 °С; - пробы не высушивают
	ЕН 14345 [30]	20 г	- пробы хранят в закрытых контейнерах в темноте при 4 °С и в течение недели экстрагируют либо хранят при температуре не выше – 18 °С; - пробы не высушивают

Продолжение таблицы Г.2

Анализ или исследование	Стандарт	Ориентировочное значение для аналитической навески	Специальные требования
Галогены (хлорид, бромид, фторид, иодид), сера	EH 14582 [31]	Калориметрическая бомба: от 0,1 г до 1 г; - колба Шёнигера: от 10 мг до 50 мг	- пробы хранят в закрытых контейнерах в темноте при 4 °С и в течение недели экстрагируют либо хранят при температуре не выше – 18 °С; - анализируют не высушенную пробу; - размер частиц менее 200 мкм
Металлы	EH 13656 [32]	- масса более 200 мг; - закрытый сосуд от 200 до 500 мг; - полуоткрытый сосуд от 200 до 1000 мг	- размер частиц 250 мкм; - количество органического углерода < 100 мг в закрытом автоклаве/реакторе
	EH 13657 [33]	- масса более 200 мг; - закрытый сосуд от 200 до 500 мг; - полуоткрытый сосуд от 200 до 1000 мг - возвратная (перепускная) система: от 1 до 10 г	- размер частиц 250 мкм; - количество органического углерода < 100 мг в закрытом автоклаве/реакторе
	EH 15309 [34]	10 г высушенной пробы	
Сухое вещество (сухой остаток)	EH 14346 [11]	- высушивание при 105 °С: по меньшей мере, можно получить 0,5 г остатка - азеотропная дистилляция: 100 г	- биологически активные пробы хранят при – 18 °С
PCB	EH 15308 [35]	20 г	- размер частиц менее 1 мм
Cr VI	EH 15192 [36]	2,5 г	- не высушенная проба
Потери при прокаливании	EH 15169 [37]	0,5 г до 5 г	
TOC	EH 13137 [38]	1 г	- пробы хранят при 4 °С и в течение недели либо хранят при температуре не выше -18 °С; - размер частиц менее 200 мкм; - следует избегать потерь летучих соединений (если возможно, проба должна быть проанализирована без сушки)
Метод элюирования	EH 12457-1 [1]	аналитическая навеска: 175 г сухого вещества	- размер частиц при массовой доле не менее 95 % частиц менее 4 мм
Метод элюирования	EH 12457-2 [39]	аналитическая навеска: 90 г сухого вещества	- размер частиц при массовой доле не менее 95 % частиц менее 4 мм
Метод элюирования	EH 12457-3 [40]	аналитическая навеска: 175 г сухого вещества	- размер частиц при массовой доле не менее 95 % частиц менее 4 мм
Метод элюирования	EH 12457-4 [41]	аналитическая навеска: 90 г сухого вещества	- размер частиц при массовой доле не менее 95 % частиц менее 10 мм

Окончание таблицы Г.2

Анализ или исследование	Стандарт	Ориентировочное значение для аналитической навески	Специальные требования
Метод элюирования	ЕН 14997 [42]	аналитическая навеска 15 г, 30 г или 60 г сухого вещества	- размер частиц при массовой доле не менее 95 % частиц менее 1 мм; - температура высушивания не должна превышать 40 °С
Метод элюирования	ЕН 15863 [43]	Нет требований	по крайней мере, 4 см в диаметре
Метод элюирования	CEN/TS 15862 [44]	Нет требований	по крайней мере, 4 см в диаметре
Метод элюирования	CEN/TS 15864 [45]	Нет требований	по крайней мере, 4 см в диаметре
Метод элюирования	CEN/TS 14405 [46]	- колонны диаметром 5 см: объем после уплотнения/сжатия 0,8 л - колонны диаметром 10 см: объем после уплотнения/сжатия 3,2 л	- в зависимости от размера частиц следует использовать различные типы колонн; - температура высушивания не должна превышать 40 °С

Приложение Д
(справочное)

Примеры способов подготовки проб

Д.1 Пример 1

Пример демонстрирует применение способа, предлагаемого для подготовки двух аналитических навесок. При этом каждая из навесок требует разных условий подготовки:

а) проба: 10 кг мелкозернистой (D_{95} = 0,8 мм) летучей золы с высоким содержанием сухого вещества;

б) требуемые аналитические исследования:

1) содержание сухого вещества (сухой остаток) — содержание воды [11];

2) проверка на соответствие для метода элюирования [39] и последующего исследования элюата на pH [9] и Cr, Cu, Mo, Zn [20].

Для исследований рекомендуется подготовить пробу, которая соответствуют пятикратному количеству аналитических навесок (см. приложение Г). В таблице Д.1 приводятся свойства исследуемых проб в соответствии с требованиями применяемого аналитического метода.

Таблица Д.1 — Требования к исследуемым пробам

ID исследуемой пробы	Применяемое исследование	Количество исследуемой пробы (5 х аналитическая навеска)	Физические признаки исследуемой пробы	Ограничения при подготовке пробы
TS 1	EH 14346 [11] (Сухой остаток — Влагосодержание)	Заданное значение отсутствует; из практических соображений целесообразным является количество 25 г или более, до 500 г	Особых требований нет	При подготовке аналитической навески следует предотвращать потери воды
TS 2	EH 12457-2 [39] (проверка на соответствие для метода элюирования)	Соответствующее 425—475 г сухого вещества	95 % < 4 мм	Высушивание (при максимальной температуре 40°C) проводится только тогда, когда оно является необходимым условием для измельчения

Подготовка обеих исследуемых проб должна происходить раздельно: это необходимо, чтобы прежде исследовать пробу по ИСО 11465 [N1)] [47] и проанализировать ее на сухой остаток.

[N1)] Национальное примечание: [11].

После этого можно рассчитать фактически необходимое количество исходной пробы, как это предусмотрено в [39].

Для подготовки элюата допускается высушивание при температуре не более 40 °C.

Если размеры частиц в исходной пробе совпадают с требованиями указанных аналитических стандартов [47] и [39], то уменьшение размеров частиц не требуется при условии, что необходимый объем пробы остается представительным в исходной пробе. Для оценки минимального количества представительной пробы, которая может быть обработана с учетом критериев, приведенных в приложении Б, следует действовать, как установлено ниже.

При использовании статистической модели для определения минимального количества частной пробы принимают:

- D_{95} — размер отверстия сита, в котором 95 % массы пробы проходят через сито (D_{95}), = 0,08 см;
- ρ — средняя плотность частиц в материале (фактическое значение может быть измерено; в данном примере имеет то же значение, как в случае песка) = 2,6 г/см^3;
- g — корректирующий коэффициент, учитывающий распределение частиц в материале по размеру (в зависимости от соотношения D_{05}/D_{05} может быть определено фактическое значение, в данном примере оно является аналогичным или имеет немного более широкий диапазон распределения частиц по сравнению с типичной землей) = 0,25;
- p — фракции частиц с определяемыми свойствами; трудно определить для каждого случая фактически применяемые значения, так что здесь применены только оценочные значения. Настоящая проба по своей природе является почти гомогенной, поэтому для определения сухого вещества без риска может быть применено значение 0,1; в проявительном (хроматографическом) исследовании и последующем анализе для перечисленных элемен-

тов (которые, как полагают, присутствует в незначительном количестве или в виде следов) можно использовать достаточно малую величину, равную 0,001;

- *CV* — обычно применяют коэффициент отклонения 0,1 (10 %).

Применение статистической модели из приложения Б приводит к следующим значениям:

- минимальная масса исследуемой пробы 1: m_1 = 0,16 г;
- минимальная масса исследуемой пробы 2: m_2 = 17,41 г.

Так как входные значения для «*p*» только оцениваются, а не измеряются, то результаты вышеприведенных расчетов также следует рассматривать как «оценочные», поэтому они могут быть округлены до m_1 = ~ 0,2 г и m_2 = ~ 20 г.

Поскольку количество исследуемой пробы в указанных аналитических стандартах [47] и [39] больше (в сравнении с количеством исследуемой пробы), то их следует рассматривать в качестве представительных и деление пробы можно производить непосредственно, без уменьшения размера частиц. Возможности использования положений блок-схемы и приложения А приведены в таблице Д.2.

Таблица Д.2 — Применение блок-схемы и приложения А для подготовки исследуемой пробы TS 1

	(Частная) проба	Действия (Блок-схема, рисунок 1)	Действия (приложение А)
1		Четкая идентификация природы пробы; при необходимости — контакт с клиентами и лицами, отбирающими пробы; принятие во внимание стандартов, относящихся к требуемым аналитическим исследованиям. Выполнение: см. выше	
2		Установление числа и характеристик аналитической навески (навесок), полученных из этой фракции пробы в соответствии с положениями соответствующего аналитического стандарта (ов): исследуемая проба, обозначенная как TS 1 (от 25 г до 500 г), как описано выше.	
3		Если применимо, осуществление оценки потенциальной необходимости разделения фракций или фаз (например, гайки, винты, камни, слои): здесь не требуется разделение фракций, потому что материал мелкозернистый	
4		Допускается и требуется высушивание? Не допускается	
5		Требуется и применяется уменьшение размера частиц? Не требуется, проба — мелкозернистая	
6		Возможна ли гомогенизация? Да, потому что проба легко обрабатывается и отсутствует тенденция к объединению частиц в одно целое	
7	10 кг; < 0,8 мм	Проведение гомогенизации, см. А.2	В А.2 приводится описание ручной и механической гомогенизации; использование механической мешалки может привести к возможной потере воды через выпаривание. Если влагосодержание является анализируемым параметром, предпочтительно использовать ручную гомогенизацию

Окончание таблицы Д.2

	(Частная) проба	Действия (Блок-схема, рисунок 1)	Действия (приложение А)
8		Проведение деления пробы (см. А.6.)	Минимальным представительным количеством для этой частной пробы является m_1 = ~ 0,2 г, как было рассчитано выше. Требуемое количество анализируемой пробы — от 25 г до 500 г. В А.6 описываются две возможные процедуры: ручное и механическое деление; в данном случае оба способа применимы. Например, ручное деление применяется в виде четырех четвертей от исходной пробы 10 кг; в этом случае частные пробы получают с различной массой (5 кг, 2,5 кг, 1,25 кг, 0,62 кг, 0,31 кг, 0,15 кг), в данном случае анализируется последняя (фракция 0,31 кг также может быть использована, но по практическим соображениям желательно работать с фракцией 0,15 кг). Примечание — Желательно не смешивать заново оставшиеся частные пробы, потому что имеется возможность позднее использовать одну из них для подготовки анализируемой пробы TS 2
9	Частная проба 150 г, < 0,8 мм	Соответствует ли частная проба требованиям стандарта [11]? Да, частная проба является анализируемой пробой TS 1, которая должна быть исследована на предмет сухого вещества; получение отдельных аналитических навесок из TS 1 осуществляется в соответствии с А.6	

Затем на аналитической навеске TS 1 проводят определение сухого вещества. Предположим, что результат определения сухого вещества TS 1 равен, например, 92 %. Это означает, что требуемое количество пробы составляет от 462 г до 516,5 г для TS 2, что соответствует 425 г до 475 г сухого остатка.

Аналитическую навеску TS 2 получают с помощью такой же последовательности рабочих операций. Если аналитические навески вышеуказанной операции 8 не нужно смешивать снова друг с другом, то можно сократить операции, начиная с фракции 620 г, дважды четвертуя и получая при этом фракции 310 г и 155 г. Фракцию 310 г смешивают с фракцией 155 г для получения количества пробы в 465 г, что соответствует требованиям TS 2.

Аналитическая навеска TS 2 затем может быть использована для экстракции при хроматографическом исследовании в соответствии со стандартом [39]. Для каждой операции экстракции получают чистый водный раствор и исследуют содержание pH, Cr, Cu, Zn, Mo. Для каждого анализа получают представительную анализируемую пробу: см. блок-схему (рисунок 1) и приложение А, как представлено ниже:

- проба: 1 л чистого раствора, экстрагированный в соответствии с [39];
- обязательные исследования: pH [9];
- Cr, Cu, Mo, Zn [20].

Рекомендуется подготовить исследуемые пробы, которые соответствуют пятикратному количеству аналитических навесок. В соответствии с требованиями применяемого аналитического метода свойства исследуемых проб представлены в таблице Д.3.

Таблица Д.3 — Требования к исследуемым пробам

ID исследуемой пробы	Применяемое исследование	Количество исследуемой пробы (5 х аналитическая навеска)	Физические свойства исследуемой пробы	Ограничения при подготовке
TS-экстр1	Значение pH [9]	250 мл	Особые требования отсутствуют	Не допускается регулирование pH: измерение должно быть выполнено в течение 6 ч после отбора проб
TS-экстр2	Cr, Cu, Mo, Zn (ЕН ИСО 11885 [20])	50 мл		Проба подкисляется 0,5 мл азотной кислоты на каждые 100 мл пробы (pH < 2)

Экстрагированные растворы не должны затем подкисляться, так как их используют для определения величины pH. Сочетание блок-схемы и приложения А приведено в таблице Д.4.

Таблица Д.4 — Применение блок-схемы (рисунок 1) и приложения А при подготовке исследуемой пробы TS-экстр1

	(Частная) проба	Действие (Блок-схема, рисунок 1)	Действие (приложение А)
1		Четкая идентификация природы пробы; при необходимости — контакт с клиентами и лицами, отбирающими пробы; принятие во внимание стандартов, относящихся к требуемым аналитическим исследованиям. Выполнение: см выше	
2		Установление числа и характеристик аналитической навески (навесок), полученных из этой фракции пробы в соответствии с положениями соответствующего аналитического стандарта (ов): исследуемая проба, обозначенная как TS-экстр1 (250 мл), как описано выше.	
3		Если применимо, осуществляют оценку потенциальной необходимости разделения фракций или фаз (например, гайки, винты, камни, слои): чистый водный раствор. Здесь разделение фракций или фаз не требуется	
4		Допускается и требуется высушивание? Не допускается	
5		Требуется и применяется уменьшение размера частиц? Нет	
6		Возможна гомогенизация? Да	
7	1 л чистого раствора	Проведение гомогенизации, см. А.2	Метод, описанный в А.2.3.1 (ручная гомогенизация для жидких проб), может применяться посредством простого встряхивания контейнера с пробой
8		Проведение деления пробы (см. А.6.)	А.6.6 [N2] (Деление проб в случае шлама и жидкости) посредством отбора требуемого количества раствора после гомогенизации
9	Частная проба 250 мл	Соответствует частная проба требованиям значения pH в стандарте [9]? Да, частная проба является анализируемой пробой TS-экстр1, которая должна быть исследована на предмет значения pH	

[N2] В соответствии с национальным законодательством проводят по А.6.7.

Такой же метод можно применять для подготовки исследуемой пробы TS-экстр2, которую впоследствии подкисляют и исследуют по [20] на Cr, Cu, Mo, Zn.

Д.2 Пример 2

Этот пример демонстрирует применение способа, предлагаемого для подготовки аналитических навесок — при этом каждая из навесок требует разных условий подготовки:

а) лабораторная проба: 40 кг твердых отходов, твердых и пригодных к измельчению, размер частиц от 10 мм до 40 мм с высоким содержанием сухого вещества;

б) необходимые аналитические исследования:

1) содержание сухого вещества (сухой остаток) - влагосодержание;

2) TOC;

3) потери при прокаливании;

4) кадмий, ртуть, свинец;

5) PCB;

6) проверка на соответствие для метода элюирования [39] и последующего исследования элюата на pH, электропроводимость, кадмий, ртуть, свинец, аммоний, хлорид, легко освобождаемые цианиды, цианиды, фториды, нитраты, нитриты, фосфаты, сульфаты, сульфиды, TOC.

Процедуры:

1) выбор способа, соответствующего требованиям для необходимых пределов обнаружения, природы пробы и лабораторного оборудования;

2) выявление количества и требуемых характеристик аналитической навески для каждого параметра (описано в приложении Г), требования к консервированию, сохранению (при необходимости);

3) определение числа и количества исследуемых проб;

4) установление порядка выполнения операций.

Д.3 Выбор метода и установление количества и свойств аналитических навесок

В соответствии с требованиями применяемых аналитических методов, установленных в приложении Г, в таблице Д.5 приведены свойства подготовленных аналитических навесок.

Таблица Д.5 — Установление количества и свойств аналитических навесок

Применяемое исследование	Метод	Количество аналитической навески	Требования к аналитической навеске
Сухой остаток	EH 14346 [11]	- высушивание при 105 °C: по меньшей мере, могут быть получены 0,5 г остатка - азеотропная дистилляция: 100 г	- биологически активные пробы хранят при температуре не выше – 18 °C
Потери при прокаливании	EH 15169 [37]	От 0,5 г до 5 г	- размер частиц менее 200 мкм
TOC	EH 13137 [38]	1 г	- следует хранить при 4 °C и анализировать в течение одной недели или хранить при температуре ниже – 18 °C; - размер частиц менее 200 мкм; - следует предотвращать потери летучих веществ (по возможности пробы анализируют без высушивания)
Автоклав для анализа кадмия, ртути, свинца	EH 13657 [33]	- масса более 200 мг; - закрытый сосуд: от 200 до 500 мг; - полуоткрытый сосуд: от 200 до 1000 мг; - возвратная (перепускная) система: от 1 до 10 г	- размер частиц менее 250 мкм; - количество органического углерода < 100 мг в закрытом автоклаве
Хроматографические методы для согласованных исследований	EH 12457-2 [1]	90 г сухого вещества	- размер частиц при массовой доле, по крайней мере 95 %, < 4 мм
PCB	EH 15308 [35]	20 г	- размер частиц предпочтительно < 1 мм

Д.4 Установление количества и свойств различных исследуемых проб

Минимальная масса исследуемых проб должна быть достаточной для повторного анализа (рекомендуется использовать пятикратное количество аналитических навесок, требуемых по стандартам (см. приложение Г). На этом этапе необходима группировка параметров, чтобы получать исследуемые пробы и установить правильную последовательность операций. Требования к исследуемым пробам приведены в таблице Д.6.

Таблица Д.6 — Требования к исследуемым пробам

ID исследуемой пробы	Применяемое исследование	Количество исследуемой пробы по аналитическим стандартам	Физические свойства исследуемой пробы	Ограничения при подготовке
1	Сухой остаток EH 14346 [11]	5 г или больше, не более 100 г	Особых требований нет	При подготовке аналитической навески следует предотвращать потери воды
1	Потери при прокаливании EH 15169 [37]	От 2,5 до 25 г		
2	TOC EH 13137 [38]	5 г	< 200 мкм	Следует предотвращать потери летучих органических соединений
2	Автоклав для анализа кадмия, ртути, свинца EH 13657 [33]	От 1000 до 2500 мг	< 250 мкм	Без потерь летучих соединений металлов; Без загрязнений анализируемых элементов
3	PCB	100 г	< 1 мм	Без высушивания, при необходимости — высушивание при комнатной температуре
4	EH 12457-2 [39]	Соответствует 500 г сухого остатка	95 % < 4 мм	Высушивание (при температуре не более 40 °С) допустимо, если это необходимо для измельчения

- **Исследуемая проба 1: Сухой остаток и потери при прокаливании (можно определить в пробе после определения сухого остатка).**

Количество: около 100 г

- **Исследуемая проба 2: Кадмий, ртуть, свинец и TOC.**

Если подготовка пробы возможна без потери летучих веществ, то ее можно осуществлять совместно. При выборе материала оборудования для дробления и измельчения следует предотвращать возможные загрязнения. Для обеих проб требуется измельчение до размера частиц < 200 мкм.

Количество: около 10 г

- **Исследуемая проба 3: PCB.**

При определении «органических» параметров следует предотвращать потери умеренно летучих соединений, поэтому надо обратить особое внимание на выбор операций.

Количество: около 100 г

- **Исследуемая проба 4: Методы хроматографии для согласованного совместного исследования**

Для приготовления элюата при подготовке проб, в соответствии с требованиями соответствующих стандартов ИСО 11465 и [3], должны быть сведены к минимуму возможные отклонения. Количество исследуемой пробы может быть рассчитано после определения сухого вещества в исследуемой пробе 1.

Количество: около 500 г

Из лабораторной пробы следует подготовить четыре различные аналитические навески с различными требованиями. Прежде всего, необходимо произвести аналитическую навеску для ИСО 11465 и исследовать ее на сухой остаток; затем можно рассчитать аналитическую навеску из фактически требуемого для [39] количества.

В случае необходимости результат определения сухого остатка может быть использован для расчета гигроскопичного материала.

Д.5 Установление последовательности операций

Последовательность операций устанавливают по блок-схеме (рисунок 1) на основе идентификации свойств лабораторной пробы и требований аналитических методов во взаимосвязи с приложением А — см. таблицу Д.7.

Таблица Д.7 — Применение блок-схемы (рисунок 1) и приложения А при подготовке исследуемых проб

	(Частная) проба	Действие (Блок-схема, рисунок 1)	Действие (приложение А)
1		Четкая идентификация природы пробы; при необходимости — контакт с клиентами и лицами, отбирающими пробы; принятие во внимание стандартов, относящихся к желаемым аналитическим определениям. Выполнение: смотри выше.	
2	1	Установление требований: без потерь воды, количество от 5 до 100 г	
3		Если применимо, осуществляют оценку потенциальной необходимости разделения фракций или фаз (например, гайки, винты, камни, слои). Чистый водный раствор: здесь не требуется разделение фракций или фаз	
4		Допускается и требуется сушка? Не допускается	
5		Требуется и применяется уменьшение размера частиц? Не требуется в качестве требования к аналитической навеске, но необходимо, потому что представительное разделение проб для достижения аналитической навески примерно 100 г при размере частиц 40 мм невозможно	На основе эмпирического правила, которое может быть применено для оценки минимального количества почти гомогенной частной пробы: масса (кг) 0.06 x максимальный размер частицы (мм). Минимальный размер для аналитической навески с размером частиц 40 мм составляет 2,4 кг. В зависимости от гетерогенности пробы, это может увеличиться при использовании статистического уравнения до примерно 20 кг или более. Необходимое количество исследуемой пробы составляет около 100 г
6		Возможна гомогенизация? Да	Ручная гомогенизация А.2.2 [N4)]
7		Разделение 2,4 кг лабораторной пробы Следует снова начать с блок-схемы	Требование к делению проб (А.6): Без потерь воды и летучих органических соединений (PCB); ⇨Ручное деление посредством квартования (А.6.2)
8	TS 1	Для вопросов со 2 по 4 — одинаковые ответы; Вопрос 5: Да, для гомогенизации требуется уменьшение размера частиц перед делением пробы	Уменьшение размера частиц (А.5) до примерно 1 мм. Требование: без потерь воды и умеренно летучих органических соединений (PCB); ⇨А.4.2.1 Измельчение до примерно 1 мм (А.5.2.1) (следует предотвращать потери летучих веществ)
9		Гомогенизация возможна? Да	Гомогенизация (А.2): Требование: без потерь воды, ручная гомогенизация

Продолжение таблицы Д.7

	(Частная) проба	Действие (Блок-схема, рисунок 1)	Действие (приложение А)
10	TS 1	Проведение деления проб для аналитической навески (навесок)	Деление проб (А.6): ручное деление проб Представительное минимальное количество для этой частной пробы составляет, в соответствии с эмпирическим правилом, 60 г, оно было бы рассчитано 2,6 г для почти однородной пробы. Требуемый объем исследуемой пробы составляет около 100 г. ⇨ Для определения содержания воды и потерь при прокаливании должны быть отобраны около 100 г частной пробы, при условии использования квартования, либо механически, что не может произойти без потерь воды или летучих соединений
11		Соответствует ли частная проба требованиям [11]? Да, частная проба для исследуемой пробы TS 1, которая должна быть исследована на сухое вещество; производство отдельных аналитических навесок из TS 1 осуществляется в соответствии с А.6	Примечание — Целесообразно оставшиеся частные пробы не смешивать снова, потому что существует возможность, что их можно будет применить позднее для подготовки других исследуемых проб
12	Частная проба < 1 мм	Так как для умеренно летучих соединений рекомендуется, чтобы частные пробы брались с возможно меньшим количеством операций для предварительной обработки, и так как требования выполняются, разделение проб для исследуемой пробы 3 является следующим шагом:	
13	TS 3	Установление требований к частной пробе 3: - Потери летучих и средне летучих соединений следует избегать; - Размер частиц/зерен < 1 мм - Соблюдать требования и размер зерен/частиц	
14	Частная проба 100 г, < 1 мм	Проведение деления пробы для аналитической навески (навесок)	Деление проб (А.6): ручное деление проб Представительное минимальное количество для этой частной пробы составляет, в соответствии с эмпирическим правилом, 60 г, оно было бы рассчитано 34 г для почти однородной пробы. Требуемый объем исследуемой пробы составляет около 100 г. Для определения PCB должны быть отобраны около 100 г частной пробы (наверное, из операции/шага 9 еще имеется подходящая частная проба)
15	(Частная) проба < 1 мм	Проведение деления пробы для исследуемой пробы 2	Из-за оценки требуемого объема выборки проб для грубого анализа следовых веществ, это рассчитывается [a)] по статистической формуле; ⇨ минимальная масса исследуемой пробы 34 г;

Окончание таблицы Д.7

	(Частная) проба	Действие (Блок-схема, рисунок 1)	Действие (приложение А)
			⇨ взять измельченную до 1 мм частную пробу из операции 9, уменьшить количество пробы до примерно 35—50 г посредством квартования или механическим разделением пробы для дальнейшей обработки
16	TS 2	Установление требований к частной пробе 2: - сократить потери средне летучих органических соединений; - исключить потери летучих соединений металлов; - исключить загрязнения элементов, представляющих интерес; - размер частиц < 200 мкм; - начать с блок-схемы	
17		Оценка потенциальной необходимости разделения фракций или фаз, если это применимо (например, гайки, винты, камни, слои): Разделение фракций не требуется	
18		Высушивание допускается и необходимо? Не требуется, поскольку измельчение можно проводить без высушивания	
19		Уменьшение размеров частиц необходимо и применимо? Да	Уменьшение размеров частиц по А.4 А.5.2.3 Перемалывание (следует предотвращать потери летучих элементов)
20		Гомогенизация возможна? Да	Гомогенизация (А.2)
		Действие (Блок-схема, рисунок 1)	Действие (приложение А)
21	Исследуемое количество для ТОС, кадмия, ртути, свинца	Проведение деления пробы для аналитической навески исследуемой пробы 2	Деление пробы (А.6) исследуемой пробы в различных аналитических навесках; Требование: Потеря умеренно летучих соединений должна быть предотвращена; Без исследуемых загрязнений элементов; Возможно разделение пробы вручную или механически (подходящий материал)

[a] При использовании статистической модели для определения минимального количества исследуемых проб 2 и 3 применяют:

D_{95} = 1 мм;

ρ = 2,6 г/см^3;

g = 0,25;

p — доля частиц с анализируемыми свойствами; трудно определить для каждого случая применимое фактическое значение, так что здесь используются только оценочные данные. Для автоклава и последующего анализа микроэлементов применяют малое значение, например, 0,001;

CV — как правило, применяется коэффициент отклонения 0,1 (10 %)

[N4] Национальное примечание: А.2.2.1.

Применение статистической модели из приложения Б приводит к следующим значениям:

- минимальная масса исследуемых проб 2 и 3: = 34 г

После определения сухого остатка исследуемой пробы TS 1 можно рассчитать требуемое количество исследуемой пробы 4, которая может быть подготовлена в соответствии с таблицей Д.8.

Таблица Д.8 — Применение блок-схемы (рисунок 1 из п. 5.2) и приложения А для подготовки исследуемой пробы TS 4.

	(Частная) проба	Действие (Блок-схема, рисунок 1)	Действие (приложение А)
21	TS 4	Установление требований: - Высушивание (при температуре не выше 40 °С) допустимо только в случае возможного измельчения; - Размер зерен < 4 мм - Не выполнимо — Начать с блок-схемы	Подготовка начинается с исходной лабораторной пробы или представительной частной пробы из 2,4 кг исходной лабораторной пробы с размером частиц 40 мм (получена из 7 операции)
22		Оценка потенциальной необходимости разделения фракций или фаз, если это применимо (например, гайки, винты, камни, слои): разделение фракций не требуется	
23		Сушка является допустимой и необходимой? Не допускается, за исключением необходимости для любого измельчения. Не требуется	
24		Уменьшение размеров частиц необходимо и применимо? Да	Уменьшение размеров частиц в соответствии с А.5.2.1 Для частиц размером <4 мм, следует соблюдать осторожность, чтобы избежать потерь летучих элементов
25		Гомогенизация возможна? Да	Ручная гомогенизация в соответствии с А.2.2
26	TS 4	Проведение разделения пробы для аналитической навески (навесок)	- Разделение пробы (А.6) - Требования: Сократить потери летучих элементов; - Предотвратить загрязнение анализируемых элементов; - Возможно ручное или механическое разделение пробы (подходящий материал)

Библиография

[1]	ЕН 12457-1	Характеристика отходов. Выщелачивание. Проверка на соответствие для гранулированных отходов и шламов. Часть 1. Одностадийное испытание на тряскость жидкой/твердой фазы с соотношением 2 л / 1 кг и размером частиц менее 4 мм (без уменьшения размера или с уменьшением размера)
	(EN 12457-1)	[Charakterisierung von Abfällen — Auslaugung — Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen — Teil 1: Einstufiges Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 2 l/kg und einer Korngröße unter 4 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)]
[2]	ИСО 13877	Качество почвы. Определение полициклических ароматических углеводородов. Метод с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии
	(ISO 13877)	(Soil quality — Determination of polynuclear aromatic hydrocarbons — Method using highperformance liquid chromatography)
[3]	ИСО 10382	Качество почвы. Определение хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов. Метод газовой хроматографии с обнаружением захвата электронов
	(ISO 10382)	(Soil quality — Determination of organochlorine pesticides and polychlorinated biphenyls — Gas-chromatographic method with electron capture detection)
[4]	ИСО 10381-7	Качество почвы. Отбор проб. Часть 7. Руководство по отбору проб почвенных газов
	(ISO 10381-7)	(Soil quality — Sampling — Part 7: Guidance on sampling of soil gas)
[5]	ИСО 11464	Качество почвы. Предварительная обработка образцов для физико-химических анализов
	(ISO 11464)	(Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analyses)
[6]	ИСО 14507: 2003	Качество почвы. Предварительная обработка образцов для определения органических загрязнителей
	(ISO 14507:2003)	(Soil quality — Pretreatment of samples for determination of organic contaminants)
[7]	ЕН ИСО 22155:2013	Качество почвы. Определение методом газовой хроматографии летучих ароматических углеводородов и галогенированных и отдельных эфиров. Статический метод свободного пространства (ИСО 22155: 2011)
	(EN ISO 22155:2013)	[Soil quality — Gas chromatographic determination of volatile aromatic and halogenated hydrocarbons and selected ethers — Static headspace method (ISO 22155:2011)]
[8]	СЕН /ТР 15310-3	Характеристика отходов. Отбор проб. Часть 3. Методы отбора частных проб на местности в полевых условиях
	(CEN/TR 15310-3)	(Charakterisierung von Abfall — Probenahme — Teil 3: Verfahren zur Teilprobenahme im Gelände)
[9]	ЕН ИСО 10523	Качество/характеристики воды. Определение значения pH (ИСО 10523)
	(EN ISO 10523)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des pH-Wertes (ISO 10523)]
[10]	ЕН 27888	Качество/характеристики воды. Определение электропроводности (ИСО 7888:1985)
	(EN 27888)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (ISO 7888:1985)]
[11]	ЕН 14346	Характеристика отходов. Расчет массы сухого вещества посредством определения сухого остатка или влагосодержания
	(EN 14346)	(Charakterisierung von Abfällen — Berechnung der Trockenmasse durch Bestimmung des Trockenrückstandes oder des Wassergehaltes)

[12]	ЕН ИСО 10304-1	Качество/характеристики воды. Определение содержания растворенных анионов методом жидкостной ионной хроматографии. Часть 1. Определение бромидов, хлоридов, фторидов, нитратов, нитритов, фосфатов и сульфатов (ИСО 10304-1)
	(EN ISO 10304-1)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von gelösten Anionen mittels Flüssigkeits-Ionenchromatographie — Teil 1: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Fluorid, Nitrat, Nitrit, Phosphat und Sulfat (ISO 10304-1)]
[13]	ИСО 10359-1	Качество воды. Определение фторида. Часть 1. Метод электрохимической пробы для питьевой и слегка загрязненной воды
	(ISO 10359-1)	(Water quality — Determination of fluoride — Part 1: Electrochemical probe method for potable and lightly polluted water)
[14]	ЕН 26777	Качество воды. Определение нитритов. Спектрометрический метод (ИСО 6777:1984)
	(EN 26777)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Nitrit — Spektrometrisches Verfahren (ISO 6777:1984)]
[15]	ЕН ИСО 13395	Качество/характеристики воды. Определение нитритного и нитратного азота и их суммы посредством анализа потока (CFA и FIA) и спектрометрического обнаружения (ISO 13395)
	(EN ISO 13395)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Nitritstickstoff, Nitratstickstoff und der Summe von beiden mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion (ISO 13395)]
[16]	ЕН ИСО 11732	Качество/характеристики воды. Определение аммонийного азота с помощью анализа потоков (CFA и FIA) и спектрометрического обнаружения(ISO 11732)
	(EN ISO 11732)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Ammoniumstickstoff mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion (ISO 11732)]
[17]	ИСО 7150-1	Качество воды. Определение аммония. Часть 1. Ручной спектрометрический метод
	(ISO 7150-1)	(Water quality — Determination of ammonium — Part 1: Manual spectrometric method)
[18]	ИСО 6703-2	Качество воды. Определение цианида. Часть 2. Определение легко освобождаемых цианидов
	(ISO 6703-2)	(Water quality — Determination of cyanide — Part 2: Determination of easily liberatable cyanide)
[19]	ЕН ИСО 14403-1	Качество/характеристики воды. Определение содержания общего цианида и свободного цианида посредством анализа потока (FIA и CFA). Часть 1. Метод с применением анализа впрыска потока (FIA) (ISO 14403-1)
	(EN ISO 14403-1)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Gesamtcyanid und freiem Cyanid mittels Fließanalytik (FIA und CFA) — Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 14403-1)]
[20]	ЕН ИСО 11885	Качество/характеристики воды. Определение выбранных элементов посредством индуктивно-связанной плазменной атомно-эмиссионной спектроскопии (ICP-OES) (ISO 11885)
	(EN ISO 11885)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES) (ISO 11885)]
[21]	ИСО 8288	Качество воды. Определение кобальта, никеля, меди, цинка, кадмия и свинца. Flame атомно-абсорбционные спектрометрические методы
	(ISO 8288)	(Water quality — Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead — Flame atomic absorption spectrometric methods)

[22]	ЕН ИСО 11969	Качество/характеристики воды. Определение мышьяка. Атомная абсорбционная спектрометрия (гидридная техника) (ISO 11969)
	(EN ISO 11969)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von Arsen — Atomabsorptions-spektrometrie (Hydridverfahren) (ISO 11969)]
[23]	ИСО 11083	Качество воды. Определение хрома (VI). Спектрометрический метод с использованием 1,5-дифенилкарбазида
	(ISO 11083)	[Water quality — Determination of chromium (VI) — Spectrometric method using 1,5-diphenylcarbazide)]
[24]	ЕН ИСО 12846	Качество воды. Определение ртути. Метод с использованием атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС) с и без обогащения (ISO 12846)
	(EN ISO 12846)	[Water quality — Determination of mercury — Method using atomic absorption spectrometry (AAS) with and without enrichment (ISO 12846)]
[25]	ЕН ИСО 9562	Качество/характеристики воды. Определение адсорбируемых органически связанных галогенов (AOX) (ИСО 9562)
	(EN ISO 9562)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung adsorbierbarer organisch gebundener Halogene (AOX) (ISO 9562)]
[26]	ИСО 6439	Качество воды. Определение фенольного индекса. Метод 4- аминоантипиринспектрометрии после дистилляции
	(ISO 6439)	(Water quality — Determination of phenol index — 4-Aminoantipyrine spectrometric methods after distillation)
[27]	ЕН ИСО 14402	Качество/характеристики воды. Определение фенольного индекса посредством анализа потока (FIA и CFA) (ISO 14402)
	(EN ISO 14402)	[Wasserbeschaffenheit — Bestimmung des Phenolindex mit der Fließanalytik (FIA und CFA) (ISO 14402)]
[28]	ЕН 1484	Анализ воды. Руководящие принципы для определения общего органического углерода (TOC) и растворенного органического углерода (DOC)
	(EN 1484)	[Wasseranalytik — Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC)]
[29]	ЕН 14039	Характеристика отходов. Определение содержания углеводородов от С10 до С40 посредством хроматографии
	(EN 14039)	(Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung des Gehaltes an Kohlenwasserstoffen von C10 bis C40 mittels Gaschromatographie)
[30]	ЕН 14345	Характеристика отходов. Определение углеводородов посредством гравиметрии
	(EN 14345)	(Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehaltes mittels Gravimetrie)
[31]	ЕН 14582	Характеристика отходов. Содержание галогенов и серы. Сгорание кислорода в закрытых системах и способы определения
	(EN 14582)	(Charakterisierung von Abfällen — Halogen- und Schwefelgehalt — Sauerstoffverbrennung in geschlossenen Systemen und Bestimmungsmethoden)
[32]	ЕН 13656	Характеристика отходов. Переведение в удобную для переработки форму посредством микроволнового оборудования со смесью фтористоводородной кислоты (HF), азотной кислоты (HNO_3) и соляной кислоты (HCl) для последующего определения элементов в отходах
	(EN 13656)	[Charakterisierung von Abfällen — Aufschluss mittels Mikrowellengerät mit einem Gemisch aus Fluorwasserstoffsäure (HF), Salpetersäure (HNO_3) und Salzsäure (HCl) für die anschließende Bestimmung der Elemente im Abfall)]

[33]	ЕН 13657	Характеристика отходов. Переведение в удобную для переработки форму для дополнительного определения доли элементов, растворимых в царской водке, в отходах
	(EN 13657)	[Charakterisierung von Abfällen — Aufschluss zur anschließenden Bestimmung des in Königswasser löslichen Anteils an Elementen in Abfällen]
[34]	ЕН 15309	Характеристика отходов и почв. Определение элементного состава методом рентгеновской флуоресценции
	(EN 15309)	(Charakterisierung von Abfällen und Böden — Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch Röntgenfluoreszenz-Analyse)
[35]	ЕН 15308	Характеристика отходов. Определение выбранных полихлорированных бифенилов (ПХБ) в твердых отходах с помощью капиллярной газовой хроматографии с захватом электронов или масс-спектрометрического обнаружения
	(EN 15308)	[Charakterisierung von Abfällen — Bestimmung ausgewählter polychlorierter Biphenyle (PCB) in festem Abfall, unter Anwendung der Kapillar-Gaschromatographie mit ElektroneneinfangDetektion oder massenspektrometrischer Detektion)]
[36]	ЕН 15192	Характеристика отходов и почв. Определение шестивалентного хрома в твердых веществах посредством щелочного переведения в удобную для переработки форму (alkalischen Aufschluss) и ионной хроматографии с спектрофотометрическим детектированием
	(EN 15192)	(Charakterisierung von Abfällen und Boden — Bestimmung von sechswertigem Chrom in Feststoffen durch alkalischen Aufschluss und Ionenchromatographie mit photometrischer Detektion)
[37]	ЕН 15169	Характеристика отходов. Определение потерь при прокаливании отходов, шламов и осадков сточных вод
	(EN 15169)	(Charakterisierung von Abfall — Bestimmung des Glühverlustes in Abfall, Schlamm und Sedimenten)
[38]	ЕН 13137	Характеристика отходов. Определение общего органического углерода (ТОС) в отходах, шламах и осадках сточных вод
	(EN 13137)	[Charakterisierung von Abfall — Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) in Abfall, Schlämmen und Sedimenten)]
[39]	ЕН 12457-2:2002	Характеристика отходов. Выщелачивание. Проверка на соответствие для гранулированных отходов и шламов. Часть 2. Одностадийное испытание на тряскость жидкой/твердой фазы с соотношением 10 л/1 кг и размером частиц менее 4 мм (без уменьшения размера или с уменьшением размера)
	(EN 12457-2:2002)	[Charakterisierung von Abfällen — Auslaugung — Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen — Teil 2: Einstufiges Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 10 l/kg und einer Korngröße unter 4 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)]
[40]	ЕН 12457-3	Характеристика отходов. Выщелачивание. Проверка на соответствие для гранулированных отходов и шламов. Часть 3. Двухстадийное испытание на тряскость жидкой/твердой фазы с соотношением 2 л/1 кг и 8 л/1 кг для материалов с высоким содержанием твердых веществ и размером частиц менее 4 мм (без уменьшения размера или с уменьшением размера)
	(EN 12457-3)	[Charakterisierung von Abfällen — Auslaugung — Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen — Teil 3: Zweistufiges Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 2 l/kg und 8 l/kg für Materialien mit hohem Feststoffgehalt und einer Korngröße unter 4 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)]

[41]	ЕН 12457-4	Характеристика отходов. Выщелачивание. Проверка на соответствие для гранулированных отходов и шламов. Часть 4. Одностадийное испытание на тряскость жидкой/твердой фазы с соотношением 10 л/1 кг для материалов с размером частиц менее 10 мм (без уменьшения размера или с уменьшением размера)
	(EN 12457-4)	[Charakterisierung von Abfällen — Auslaugung — Übereinstimmungsuntersuchung für die Auslaugung von körnigen Abfällen und Schlämmen — Teil 4: Einstufiges Schüttelverfahren mit einem Flüssigkeits-/Feststoffverhältnis von 10 l/kg für Materialien mit einer Korngröße unter 10 mm (ohne oder mit Korngrößenreduzierung)]
[42]	ЕН 14997	Характеристика отходов. Исследование поведения при выщелачивании. Влияние значения pH на выщелачивание при непрерывным контроле pH
	(EN 14997)	(Charakterisierung von Abfällen — Untersuchung des Auslaugungsverhaltens — Einfluss des pH-Wertes auf die Auslaugung bei kontinuierlicher pH-Wert-Kontrolle)
[43]	ЕН 15863	Характеристика отходов. Исследование выщелачивания для основных характеристик. Динамический метод выщелачивания для монолитных/неделимых отходов с периодическим обновлением средств выщелачивания при определенных условиях испытаний
	(EN 15863)	(Charakterisierung von Abfällen — Untersuchung des Auslaugungsverhaltens für die grundlegende Charakterisierung — Dynamisches Auslaugungsverfahren für monolithische Abfälle mit periodischer Erneuerung des Auslaugungsmittels unter festgelegten Prüfbedingungen)
[44]	СЕН / ТС 15862	Характеристика отходов. Переведение в удобную для переработки форму для проверки на соответствие. Одностадийный способ переведения в удобную для переработки форму для монолитных/неделимых отходов при фиксированном соотношении жидкость/поверхность для аналитических навесок с фиксированными минимальными размерами
	(CEN/TS 15862)	[Charakterisierung von Abfällen — Auslaugung zur Übereinstimmungsuntersuchung — Einstufiges Auslaugungsverfahren für monolithische Abfälle bei festgelegtem Flüssigkeit/Oberfläche Verhältnis (L/A) für Prüfmengen mit festgelegten Mindestabmessungen)]
[45]	СЕН/ТС 15864	Характеристика отходов. Исследование выщелачивания для основных характеристик. Динамический метод выщелачивания для монолитных/неделимых отходов с непрерывным обновлением средств выщелачивания в условиях, имеющих отношение к указанным сценариям
	(CEN/TS 15864)	(Charakterisierung von Abfällen — Untersuchung des Auslaugungsverhaltens für die grundlegende Charakterisierung — Dynamisches Auslaugungsverfahren für monolithische Abfälle mit kontinuierlicher Erneuerung des Auslaugungsmittels unter Bedingungen für festgelegte Szenarien)
[46]	СЕН/ТС 14405	Характеристика отходов. Способы выщелачивания. Исследование перколяции в восходящем потоке (при определенных условиях)
	(CEN/TS 14405)	[Charakterisierung von Abfällen — Auslaugungsverhalten — Perkolationsprüfung im Aufwärtsstrom (unter festgelegten Bedingungen)]
[47]	ИСО 11465	Качество почвы. Определение сухого вещества и содержания воды на основе массы. Гравиметрический метод
	(ISO 11465)	(Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method)

УДК 504.064:006.354 ОКС 13.030.01

Ключевые слова: ресурсосбережение, отходы, обращение с отходами, аналитическая навеска, лабораторная проба

БЗ 10—2017/49

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 05.10.2017. Подписано в печать 23.10.2017. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 5,12. Уч.-изд. л. 4,60. Тираж 25 экз. Зак. 2048.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru